

## SPring-8 戦略活用プログラム課題利用報告書

① 実施課題番号 : 2005B0782

② 実施課題名 : 高純度合成ダイヤモンドによる超高压発生研究

③ 実験責任者所属機関及び氏名 :

住友電気工業(株)エレクトロニクス・材料研究所 角谷 均  
(共同研究者)

大阪大学極限科学研究センター 中本有紀

大阪大学極限科学研究センター 清水克哉

④ 使用ビームライン : BL10XU

⑤ 実験結果 :

### 1. 目的および成果概要

住友電工で開発された高純度 IIa 型合成ダイヤモンド[1]は、不純物や結晶欠陥が極めて少ないため、超高压発生用ダイヤモンドアンビルとして期待されている[2]。今回の利用目的は、この高純度合成ダイヤモンドをアンビルとして、SPring-8 の高エネルギー X 線を利用して超高压発生状態でのアンビル先端部の圧力分布や変形挙動、破壊圧力を高精度に評価し、不純物の影響、アンビルの結晶方位依存性や形状による効果を明らかにすることである。ここで得られたデータを元に、ダイヤモンドアンビルとして最適な方位、形状、品質を決定し、200GPa を超える超高压の安定発生を可能にすることを最終的な目標としている。今回の実験の結果、高純度合成ダイヤモンド製アンビルの、220-230GPa の超高压下での変形挙動、応力分布を明らかにでき、加圧方位による違いも把握することができた。

### 2. 方法

高純度(IIa 型)合成ダイヤモンド結晶より、加圧軸方位が(100)と(111)のダイヤモンドアンビルを作製した。キュレット径は 50-300 $\mu\text{m}$ 、ベベル角は 8 度とした。ガスケットには Re を用い、直径 10 $\mu\text{m}$  の穴を開けて、圧力マーカーの Pt を封入した。DAC を用いて超高压を発生させ、圧力は Pt の X 線回折から状態方程式により見積もった。超高压下でのガスケットの厚みを透過 X 線の吸収度より算出し、このデータよりダイヤモンドアンビル先端部の圧力発生面の変形状態を求めた。また、ダイヤモンドの 1 次ラマンスペクトルのシフト量から、ダイヤモンドアンビル先端部の応力分布を測定した。

### 3. 結果および考察

(111)、(100)のアンビルとも 220-230GPa の圧力発生が可能であることがわかった。図 1 に両者の破壊に至るまでの圧力発生効率を示す。(111)アンビルの方が(100)アンビルより 10-15%程、圧力発生効率が高い。この傾向は、3次元有限要素法(3D-FEM)によるシミュレーション結果[5]と矛盾しない。なお、いずれも圧力発生効率が 160-170GPa で一旦落ちて、180GPa 前後で復帰するという興味深い現象が見られた。この原因については現在調査中である。

図 2 は、230GPa 前後におけるアンビル先端部の変形状態を示す。(100)アンビルは 230GPa でベベルがほぼ平らになっているが、(111)アンビルは、ベベルは未だ完全にはつぶれておらず、発生効率が(100)に比べてよいことに対応する。しかし、最先端のキュレット部が、いずれも 100GPa 前後から凹状の変形(カップリング)が起り出し、230GPa では大きく陥没している。この急勾配の変形が破壊の主な原因になっていると考えられる。さらなる圧力発生には、現状ベベル角 8 度をもう少し大きくして、先端部にもう一段のベベルを形成する必要があることがわかる。

また、今回新たに設置されたラマンスペクトル分光器により、アンビル先端部のダイヤモンドのラマンスペクトル測定が可能となっている。このシフト量から各圧力下でのアンビル先端部の応力分布を詳細に測定することができた。今後、これらの応力分布データと上記の変形データを用いて 3D-FEM 解析を行い、さらなる超高压の安定発生のための最適アンビル形状を求め、その確認実験を行う予定である。

#### 文献

- [1] H. Sumiya, S. Satoh, *Diamond and Related Materials*, 5 (1996) 1359-1365.
- [2] H. Sumiya, N. Toda, Y. Nishibayashi, S. Satoh, *J. Crystal growth*, 178 (1997) 485-494.
- [3] H. Sumiya, N. Toda, S. Satoh, *New Diamond and Frontier Carbon Technology*, 10 (2000) 233-251.
- [4] 角谷均, 戸田直大, 佐藤周一, 高圧力の科学と技術, Vol.9, No.4, (1999) 255-262.
- [5] 戸田直大, 角谷均, 第 46 回高圧討論会講演要旨集, P. 135 (2005).

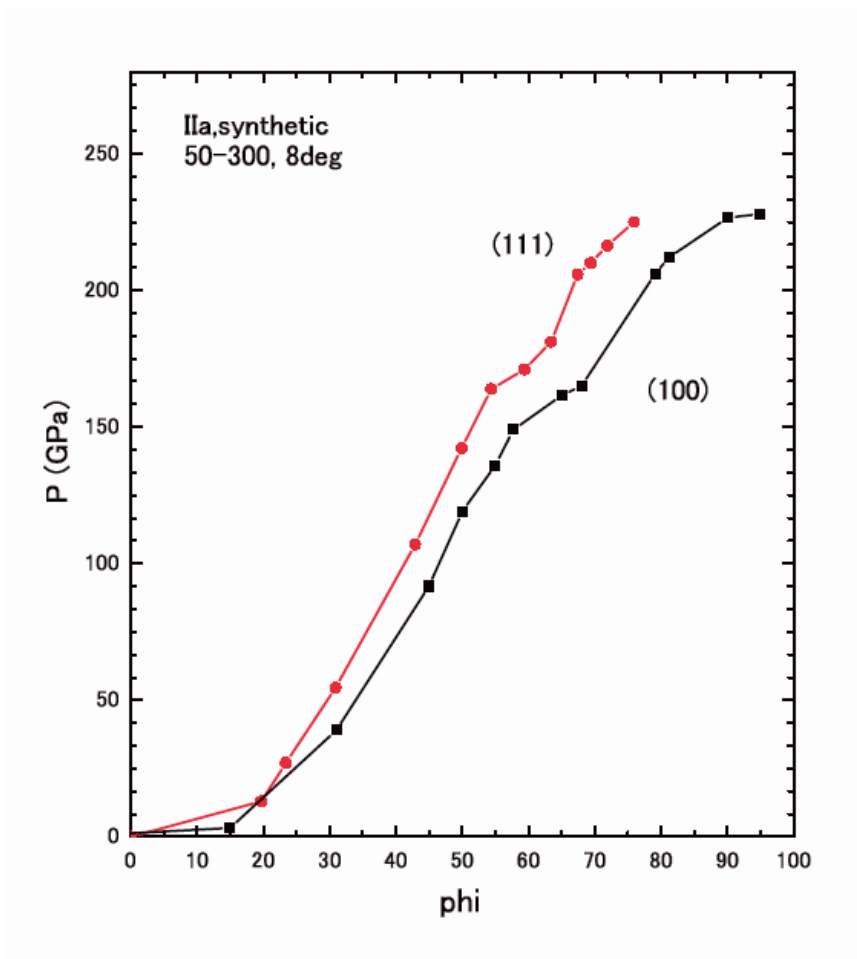


図1 (100)および(111)ダイヤモンドアンビル(合成 IIa)の圧力発生効率

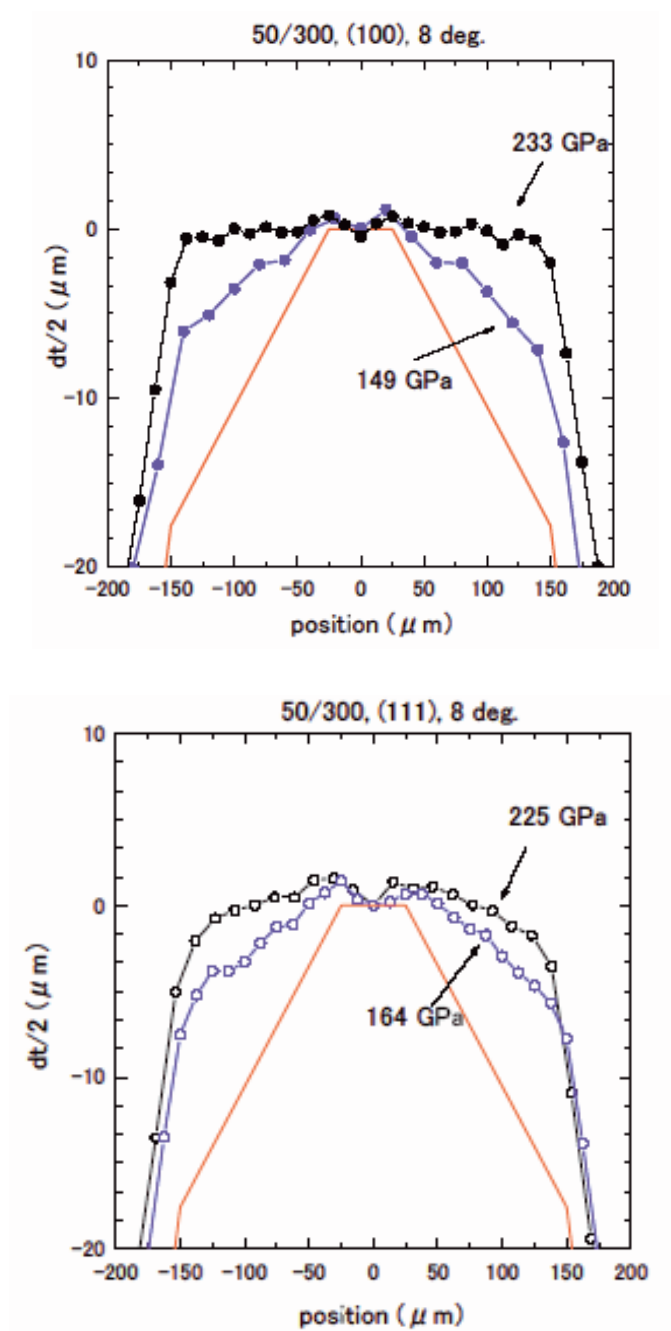


図2 (100)および(111)ダイヤモンドアンビル(合成 IIa)の先端部の超高压下での変形状態