

平成 30 年 6 月 18 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K13830

研究課題名(和文) 低温物性測定用20GPa級圧力発生装置の開発

研究課題名(英文) Development of new type high pressure apparatus for low temperature experiments

研究代表者

上床 美也 (Uwatoko, Yoshiya)

東京大学・物性研究所・教授

研究者番号：40213524

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：これまで静水圧性の良い低温用圧力措置としてキュービックアンビル圧力発生装置を開発し使用してきた。今回、より高い圧力下での測定を目指し、2段階式(6-8型)圧力発生装置の開発を行った。試料はキュービックアンビル圧力発生装置で使用してきたテフロンセルを用いると共に、ガスケットの新たな設計を行った。電気抵抗測定による圧力校正を行った結果、GaPを用いた測定により、140トンの荷重で、23GPaを発生出来ていることを確認した。

研究成果の概要(英文)：Due to physical properties measurements under high pressure, two-stage (6-8) maluti anvil high pressure apparatus had been developed. In the sample space, a same Teflon cell has been used for cubic anvil cell with new gasket design. As a result of pressure calibration on the electrical resistivity measurements, it was confirmed that 23 GPa could be generated with a load of 140 tons by measurement of GaP material.

研究分野： 高圧物性

キーワード： 高圧発生装置 低温高圧 マルチアンビル

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

### 1. 研究開始当初の背景

圧力は物質の電子状態を制御する有力な実験手法として用いられている。高圧物性研究において、再現性・信頼性のあるデータを取得するには、圧力の質(静水圧性)が最も重要となる。通常、静水圧は液体媒体を使用し発生させるが、液体は高圧や低温で固化する。我々は、より良い静水圧をより高い圧力まで発生させられる、キュービックアンビル型圧力装置(CAC)を用いた研究を行っている。この装置のアンビル材料や形状(先端サイズ)等を工夫することにより、15 GPa までの圧力を発生出来るように改良し、古くから研究されてきた MnP が高圧下で超伝導を示すことを明らかにした。この発見は、従来型圧力発生装置では実現不可能であったが、10 GPa 以上まで安定して発生出来る装置を開発することにより可能となった。

### 2. 研究の目的

本研究では多くの研究者が取り扱える、20 GPa 以上発生可能な高圧発生装置を設計・作製し低温高圧における新たな研究領域の展開を模索する。低温物性研究において、圧力効果の研究は原子間距離を連続的に可変出来る物理パラメーターとしてその重要性を増している。より高い圧力、より低い温度での複合環境下での物性測定は、各種相転移や量子臨界現象を連続的に俯瞰することを可能とし、非従来型超伝導や量子ゆらぎに起因する新奇物性の発見を数多く行うことが可能となり、新たな研究領域の展開に繋がる。本研究では、新奇物性現象の発見を視野に入れた物性研究を行うために、20 GPa 以上の静水圧力を発生させるための装置開発および物性測定方法の開発を目的とする。

### 3. 研究の方法

新たな2段式マルチアンビル式高圧発生装置を設計・作製する。20 GPa 級の超高压を安定して発生させるためには、高強度の材料の選定と高精度の加工技術が必要不可欠であるが、1段目アンビル材料にはNiCrAl合金を、2段目アンビルにはタングステンカーバイド合金を用いる。作製した圧力装置を用いて室温と低温における圧力校正を行い、その発生圧力をチェックするとともに、測定端子の取り出し条件を確立する。2段目アンビルは8個あるので8本取り出せるように工夫し、端子が増えたことで、ホール効果や、複数試料の同時測定法の開発も行う。

### 4. 研究成果

初年度は、2段式圧力発生装置の設計およびテストを行い、最終的な加圧部分の設計を行った。最初に設計したガイドブロックを用い

て予備実験を行ったところ、内圧、7.7GPaを発生出来たことを確認したが、120トン程度で破壊が起こった。この結果を基に強度計算を再度行い、修正されたガイドブロックを作製した。

図1に作製した2段式圧力装置の圧力発生部の組立断面図を示す。上下に、 $\langle 111 \rangle$ 方向図1:2段式圧力発生装置の組み立て断面図に加圧出来るNiCrAl合金で作製したガイドブロック、中心に立方晶の頂点をカットしたタングステンカーバイド(WC)で作製した8個のアンビルで構成された、スライディングブ

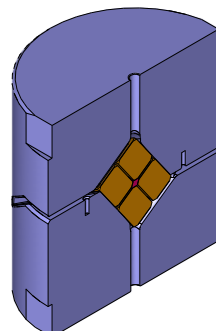


図1:2段式圧力発生装置の組み立て断面図

ロックがセットされている。

図2にスライディングブロックとその内部が示されている。

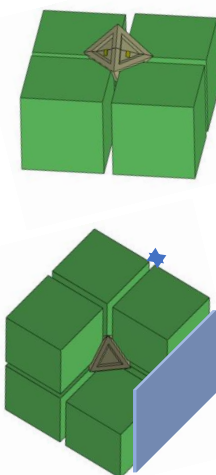


図2:スライディングブロックとその内部

8個のスライディングブロックの中心にMgOで作られたガスケットがセットされている。ガイドブロックとスライディングブロックの絶縁は、FRP板で確保されている。測定のための電気的端子は、アンビルを通して確保

される。ガスケットに試料をセットした時の写真を図3に示す。静水圧下で安定した測定を行うため、試料をセットするためのガスケットの設計を行った。高温高圧下実験に使用されているガスケットを参考にガスケットの製作を行ったが、抵抗測定用端子の取り出し方に問題が生じ、スムーズな加圧が出来ないことが判明した。これまでの結果を参考に

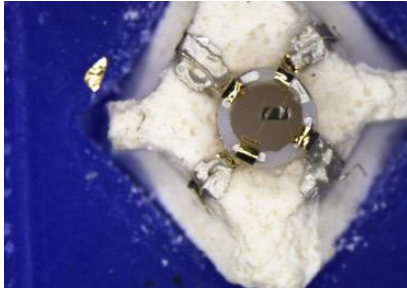


図3：ガスケットに電気抵抗測定用試料をセットした時の写真

新たなガスケットの設計を行った。テフロンセルをセットする穴、テフロンセルの中の測定試料から、端子を無理なくアンビルに導けることを確認し、ガスケットの最終設計とした。



図4：2段式圧力発生部をセットした装置全体の写真

同質のMgOガスケットを量産するための、治具の設計を行い、試行錯誤を繰り返し、最終形状を決定した。同時にガスケットの更なる最適化を行い、ほぼ同質のガスケットを毎回作る方法を確立した。試料は、テフロンセル(内径:1.5mm、外径:2.0mm、高さ2.5mm)の中にセットされ、最大8個の端子を取り出すことが可能となっている。使用されているテフ

ロンセルは、キュービックアンビル装置で使用されているものと同じ大きさの物を使用しており、キュービックアンビル圧力装置で、測定出来ている物性測定は、本装置でも測定可能と考えている。以上の圧力発生部を組み立てた、装置の全体図を図4に示す。

次に室温において、加圧テストを兼ねた圧力校正を行った。最終的に得られたガスケットを用いることにより、加圧成功率が格段に上がった。以上で、基礎的なテストを終え、装置の圧力校正を行った。圧力校正は、試料にBi(2.55 GPa, 2.7 GPa, 7.7 GPa), Sn(9.2 GPa), Pb(13.7 GPa), ZnS(15.5 GPa), GaAs(18.3 GPa), GaP(23 GPa)を用いて、それぞれの圧力誘起構造相転移に起因する電気抵抗の異常を観測した。

以下に圧力校正で得られた、電気抵抗の圧力依存性のグラフを示す。

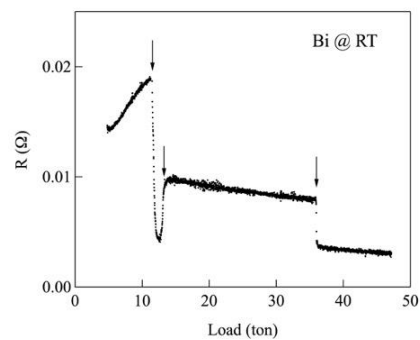


図5：Biの電気抵抗の圧力依存性

図5は、Biの測定例である。3つの構造転移にともなう抵抗の異常を11.1 ton、12.6 ton、および36.6 tonの荷重で観測することが出来た。これらの異常は、2.55 GPa, 2.7 GPa, 7.7 GPaでの構造相転移に相当する。

図6に半導体物質GaAsの測定例を示す。GaAsは、圧力誘起半導体-金属転移を18.3 GPaで起こすことが知られている。図6で示されているように、この転移に起因する異常が、122

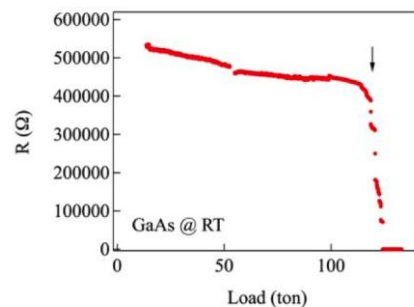


図6：GaAsの電気抵抗の圧力依存性

トン以上の荷重を加えるとこにより発生していることを確認した。この他の測定結果をまとめた、圧力校正曲線を図 7 に示す。本研究により、130 トン程度の荷重で 20GPa 以上を発生出来ることが明らかになった。これまでの同様な方式による装置開発 DATA を参考に装置設計段階では、20 GPa を発生させるのに 500 トン以上の荷重が必要であると予想されていた。しかしながら、本装置では予想の約 1/3 弱の 140 トン 程度で、23 GPa を

研究者番号：40213524

(2) 研究分担者

郷地 順 (GOUCHI Jun)  
 東京大学・物性研究所・助教  
 研究者番号：20781280

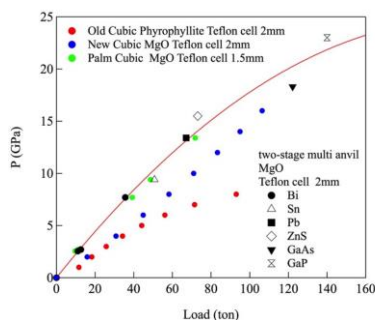


図 7：2 段式圧力発生装置の圧力校正曲線

発生出来ることが確認され、予想以上に圧力効率が高いことが明らかになった。この圧力効率の高さは、装置の性能すなわちガスケット設計が優れていることを意味している。一方、20 GPa 以上の圧力を発生させると、使用しているアンビルの破壊が頻繁に起こった。この現象を克服するためには、より強度の強いアンビル材料の選定が必要で有ることが明らかとなった。本研究により、20 GPa を超える圧力下での低温物性測定装置を用いた物性測定が可能となった。

以上研究を進めると同時に、本研究用に製作した、無冷媒超伝導磁石付きクライオスタットの冷却テストを行った。テストは、圧力装置をセットした状態で行った。液体窒素での予備冷却の後、液体ヘリウムを入れ、液体ヘリウム温度での保持時間および磁場印加テストを行った。結果は、何れも、設計時の仕様を十分満足するものであり、本装置を用いた多重極限下での物性測定が十分可能であることかを確認した。

今後は、低温での測定を行っていく。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 件)

[学会発表] (計 件)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

上床 美也 (UWATOKO Yoshiya)  
 東京大学・物性研究所・教授