

平成 22 年 5 月 11 日現在

研究種目：基盤研究(B)
 研究期間：2007～2009
 課題番号：19340161
 研究課題名（和文）
 大型ダイヤモンド複合体アンビルのヒップ合成と高圧液体の構造・物性研究での実用化
 研究課題名（英文）
 HIP synthesis of diamond-SiC composite anvils and their application to the structural study of liquid under high pressure
 研究代表者
 大高 理 (OHTAKA OSAMU)
 大阪大学・大学院理学研究科・准教授
 研究者番号：40213748

研究成果の概要（和文）：大容量 HIP 装置を用いてアンビルを作製し、放射光施設での高圧実験により 40GPa の圧力発生を達成した。このアンビルは 2000K 程度の高温高圧実験に繰返し使用でき、また、X 線ラジオグラフィーにも利用できることを示した。さらに、単色 X 線を用いた回折およびラジオグラフィーにも利用できることを示した。これらの結果は、本研究で開発したアンビルが、高温高圧下での様々なその場観察実験に応用できることを示す。また中性子線に対する透過性試験を行い、今後 J-PARC での高圧中性子実験に使用可能なことを示した。

研究成果の概要（英文）：Diamond/SiC composites were synthesized from diamond and Si powders using a hot isostatic pressing (HIP) technique. Cubes of the composites with 14 and 26 mm edge length were thereby fabricated, and an application to the second stage anvils in a Kawai-type high-pressure apparatus was attempted. Because the diamond/SiC composites are transparent to X rays, the present anvils are applicable not only to energy dispersive diffraction experiments but also to angle dispersive diffraction experiments and radiographic studies that need a larger window for X-ray passes.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	4,300,000	1,290,000	5,590,000
2008 年度	3,600,000	1,080,000	4,680,000
2009 年度	2,900,000	870,000	3,770,000
年度			
年度			
総計	10,800,000	3,240,000	14,040,000

研究分野：数物系科学

科研費の分科・細目：地球惑星科学・岩石・鉱物・鉱床学

キーワード：ダイヤモンド焼結体、超高压発生、ヒップ処理、放射光、X 線ラジオグラフィー

1. 研究開始当初の背景

金属をバインダーにしたダイヤモンド焼結体アンビルを用いた Kawai-type の加圧方式により、マルチアンビル装置での到達可能な圧力領域が大きく拡大されつつあった。また、市販の SiC-Diamond 焼結体も一部で使用されていたが、金属バインダーの焼結体に比べ強度が弱いことが指摘されていた。このような状況から、我々は、価格が安くある程度生産個数が多い、すなわち手軽に扱える焼結体ダイヤモンドの開発を行ってきた。その結果、HIP を用いて、ダイヤモンド粉末と Si をダイヤモンドの安定領域外である 1000 気圧 1450℃ の条件で反応させることで、diamond-SiC 複合体の反応合成に成功した。次に、この diamond-SiC 複合体を Kawai-type 加圧の第二段アンビルに用いて X 線その場観察による加圧実験を行ったところ、通常の WC アンビルでは強度限界のため到達が難しい 30GPa 以上の圧発生を達成し、さらに X 線に対して十分透明であることを確認した。研究開始時点で 40GPa 程度の圧発生が可能となっていた。高温高压発生としては、15mm 角のアンビルにトランケーション 3.0 mm をつけて、22GPa・1800K の領域での X 線回折実験をルーチン化することに成功していた。これらの研究を通して、アンビルの更なる大型化とそれを使用した SPring-8 の SPEED1500 での X 線ラジオグラフィ実験の実行が十分可能であると判断し、SPring-8 の SPEED1500 の担当者であり X 線ラジオグラフィを用いた高压下でのメルトの粘性測定の実験家である舟越をメンバーに加え、本研究を開始した。

2. 研究の目的

既存のダイヤモンド焼結体アンビルに比べ約 8 倍の体積を持つ大型 diamond-SiC 複合体アンビルを、我々が開発した HIP(Hot Isostatic Pressing) を利用する新しい合成方法を用いて作製し、その高温高压実験での実用化を行う。そして、このアンビルの高い X 線透過性、および市販のダイヤモンド焼結体アンビル並みの高い圧力発生能力を利用して、高温高压下での放射光を用いたその場観察実験、特に高压液体を対象としたラジオグラフィ実験技術の開発を行うことを目的に研究を行った。

3. 研究の方法

(1) 大容量 HIP を用いたアンビルの生産

神戸製鋼所の大容量 HIP 装置を用いてアンビルの生産を行う。連携研究者の下埜と研究代表者の大高が担当した。

(2) 放射光施設での単色 X 線回折実験

SPring-8 の BL04B1 に設置されたマルチアンビルプレス SPEED1500 を用いて、圧発生実

験を行う。このビームラインに昨年度導入されたモノクロメーターを使用して、単色 X 線回折実験を行う。

研究代表者の大高と連携研究者の舟越・吉朝が担当した。

(3) 放射光施設での X 線ラジオグラフィ実験

SPring-8 の BL04B1 に設置されたマルチアンビルプレス SPEED1500 を用いて、X 線ラジオグラフィ実験を行う。研究テーマとしては、シリケート及びジャーマネートメルトの高温高压下での粘性測定を行う。連携研究者の舟越を中心に実験を進める。連携研究者の舟越と研究代表者の大高が担当した。また、PF では連携研究者の亀卦川を中心に、単色 X 線を用いた、回折実験およびラジオグラフィシステムの立ち上げを進めた。

4. 研究成果

(1) 大容量 HIP を用いたアンビルの生産

最適な HIP 合成条件を検討し、神戸製鋼所の大容量 HIP 装置を用いて、アンビルの生産を行った。

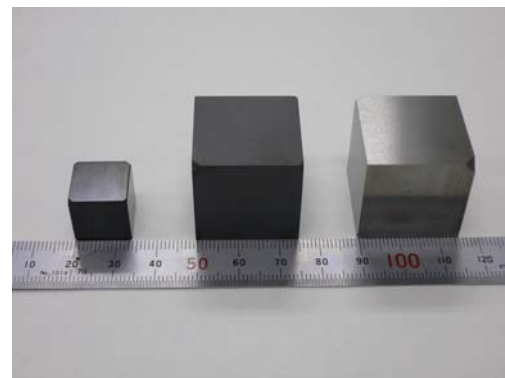


図1 diamond-SiC 複合体アンビル

左から 14mm 角、26mm 角、通常の WC アンビル。

(2) 放射光施設での圧発生実験

SPring-8 の BL04B1 に設置されたマルチアンビルプレス SPEED1500 を用いて、高温高压発生実験を行った。トランケーション 3mm で 40GPa の発生を達成した。我々のアンビルは 1700K 程度の高温高压実験に繰り返し使用できることを示した。

(3) 放射光施設での X 線ラジオグラフィ実験

SPring-8 の BL04B1 に設置されたマルチアンビルプレス SPEED1500 を用いて、X 線ラジオグラフィ実験を行った。さらに、単色 X 線を用いた、回折実験およびラジオグラフィ実験を行い、アンビルを通してデバイリングを観察できること・単色光でのラジオグラフィ

イーが可能であることを示した。これらの結果は、開発したアンビルが、高圧下での差応力測定や変形実験さらに結晶成長過程の観察の研究に応用できることを示す。最後に、予備的実験として、中性子線に対する透過性をテストし、今後 J-PARC での高圧実験に十分使用可能であることが示された。

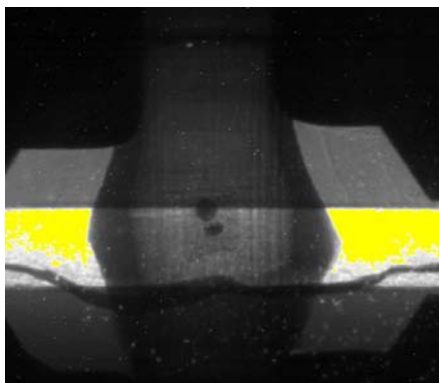


図2 アンビルを通して撮影した高圧セル

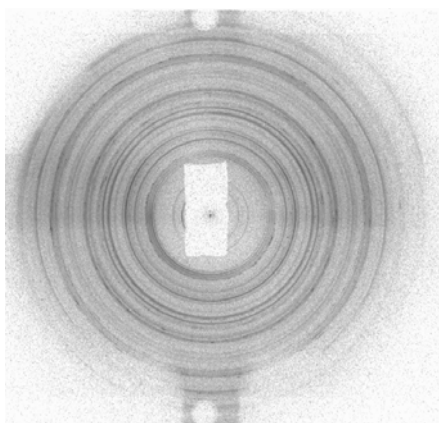


図3 単色光による回折図形
アンビルを通して露光している。

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7件)

① O. Ohtaka, Y. Itakura, H. Arima, T. Kikegawa, A. Yoshiasa, Ionic conductivities of CuI phases at high pressure and temperatures, Journal of Physical Society of Japan **79**, Suppl. A. 査読有,(2010) pp.51-53

② A. Yoshiasa, H. Arima, K. Murai, M. Okube, Y. Katayama, O. Ohtaka, High-pressure XAFS study of pure ZrO₂ and stabilized cubic ZrO₂, Journal of Physical Society of Japan **79**, Suppl. A. 査

読有,(2010). pp.48-50

③ 吉朝、有馬、福井、奥部、片山、大高理、高圧高温下でのXAFS法と回折法によるAgIの研究、日本結晶学会誌、査読有、54巻、2009、2-5

④ A. Yoshiasa, H. Arima, M. Okube, H. Fukui, A. Nakatsuka, Y. Katayama, O. Ohtaka, High-pressure XAFS study of bulk and nano size ZrO₂ particles, Journal of Physics: Conference Series、査読有、190巻、2009、012119

⑤ M. Sugahara, A. Yoshiasa, A. Yoneda, T. Hashimoto, S. Sakai, M. Okube, A. Nakatsuka, O. Ohtaka, Single-crystal X-ray diffraction study of CaIrO₃, Am. Min. 査読有、93巻、2008、1148-1152

⑥ 大高、下埜、HIP合成したダイヤモンド・SiCアンビルを用いた高温高圧発生、KEK Proceedings 2007、査読有、7巻、2007、52-59

⑦ 下埜、大高、板倉、有馬、HIP生成ダイヤモンド/SiC複合体：熱的性質と高温高圧用アンビルへの実用化、粉体および粉末冶金、査読有、54巻、2007、152-158

[学会発表] (計5件)

① O. Ohtaka, In-situ X-ray experiments using Diamond/SiC composite anvils prepared with hot isostatic pressing (HIP)、47th EHPRG International Conference, Sep. 8, 2009, Paris (France)

② O. Ohtaka, In-situ X-ray experiments using Diamond/SiC composite anvils prepared with hot isostatic pressing (HIP), Joint AIRAPT-22 & HPCJ-50, July 28, 2009, Tokyo (Japan)

③ 大高、HIP合成したDiamond/SiCアンビルを用いた高温高圧発生II、第49回高圧討論会、2008年11月13日、兵庫県姫路市

④ O. Ohtaka, In-situ X-ray experiments using Diamond/SiC composite anvils prepared with hot isostatic pressing (HIP), 46th EHPRG International Conference, Sep. 8, 2008, Valencia (Spain)

⑤ 大高、HIP合成したDiamond/SiCアンビルを用いた高温高圧発生、第48回高圧討論会、2007年11月22日、鳥取県倉吉市

6. 研究組織

(1) 研究代表者

大高 理 (OHTAKA OSAMU)
大阪大学・大学院理学研究科・准教授
研究者番号：40213748

(2) 研究分担者

下埜 勝 (SHIMONO MASARU)
龍谷大学・理工学部・実験講師

研究者番号：30319496
H20、21年度は連携研究者

吉朝 朗 (YOSHIASA AKIRA)
熊本大学・自然科学研究科・教授
研究者番号：00191536
H20、21年度は連携研究者

亀卦川卓美 (KIKEGAWA TAKUMI)
大学共同利用機関法人
高エネルギー加速器研究機構・
物質構造科学研究所・講師
研究者番号：70195220
H20、21年度は連携研究者

舟越賢一 (FUNAKOSHI KEN-ICHI)
高輝度光科学研究センター・
利用研究促進部門・副主任研究員
研究者番号：30344394
H20、21年度は連携研究者