## 科学研究費助成事業

研究成果報告書



平成 2 9 年 6 月 2 7 日現在

機関番号: 1 6 3 0 1
研究種目: 若手研究(B)
研究期間: 2014 ~ 2016
課題番号: 26800236
研究課題名(和文)ナノダイヤモンド多結晶体の高圧発生への利用:マントル全域に渡る圧力発生技術の開発
W
研究代表者
國本 健広 (Kunimoto, Takehiro)
愛媛大学・地球深部ダイナミクス研究センター・特定研究員
研究者番号:20543169

研究成果の概要(和文):近年1 cm程度の大型化に成功したナノ多結晶ダイヤモンド(NPD)は、ヌープ硬度 120-140 GPaという非常に高い硬度を有し、アンビル材として高いポテンシャルを持つと言える。本研究では、 アンビルの材質・形状に変更を加えるとともに、試料部構成の最適化を行い、より高い圧力の発生を目指した。 SDアンビルによる最大到達圧力は約 56 GPa であった。一方、同じセルを用いたNPDアンビルによる圧力発生試 験では、最大88 GPa までの圧力発生が確認された。NPDは高い圧力発生効率と共に、その高いX線透過率から、 次世代KMA技術において重要な素材となると考えられる。

研究成果の概要(英文): Kawai-type multi-anvil apparatus (KMA) has been widely used in high-pressure experiments, where accurately controlled pressure and temperature in larger sample volumes are available using tungsten carbide or sintered diamond as the anvil materials. However, the generated pressures in KMA with conventional anvils have been limited to about 40 GPa. We have been attempting to generate further higher pressures using nano-polycrystalline diamond (NPD) anvils with the "6-6-8" anvil configurations. As a result, the maximum pressure achieved at room temperature is about 88 GPa at a press load of 3.4 MN, which is far higher than that achieved using SD anvils (~56 GPa). Moreover, it was found that both in situ X-ray diffraction measurements and imaging observations are possible even through the NPD anvils, which is great advantage over the experiments using SD anvils where the invisibility of the sample becomes a serious issue due to the plastic deformation of anvils under such high pressure.

研究分野: 高圧地球科学

キーワード: 川井式マルチアンビル装置 ナノダイヤモンド多結晶体 高圧発生

### 1.研究開始当初の背景

川井式マルチアンビル装置(KMA)を用いて 発生可能な圧力は試料部構成およびアンビ ル材に強く依存し、超硬合金(WC)を用いた場 合で 48 GPa、焼結ダイヤモンド(SD)を採用し た場合では 109 GPa までの圧力発生が達成さ れている。近年 1 cm 程度の大型化に成功し たナノ多結晶ダイヤモンド(NPD)は、ヌープ 硬度 120-140 GPa という非常に高い硬度を有 する。WC や SD のヌープ硬度は、それぞれ 25-30 GPa 及び 50-70 GPa 程度であり、NPD はアンビル材として高いポテンシャルを持 つと言える。

## 2.研究の目的

本研究では地球の核-マントル境界におけ る物質科学的実験を高い精度で実施するた めの技術開発を目的とする。そのためにマル チアンビル装置にナノ多結晶ダイヤモンド をアンビル材として採用し、圧力発生試験を 実施した。そして第2段アンビルの材質・形 状に変更を加えるとともに、試料部構成の最 適化を行い、より高い圧力の発生を目指した。

#### 3.研究の方法

本実験に用いた NPD アンビルは、愛媛大・GRC 設置の大型 KMA(BOTCHAN-6000)を用いて合成 し、シンテック(株)によりレーザー加工され た(1辺 6.0 mm, TEL=1.0 mm)。予備実験と して SD アンビルと、様々なサイズの圧力媒 体やガスケットを用いた圧力発生試験を行 った。その際の圧力発生効率は、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の常温 下での電気抵抗変化に基づき推定した。NPD および SD アンビルを用いた圧力発生効率試 験 は、放射光その場観察実験 (SPring-8/BL04B1)により行われた。NPD 製の 第3段アンビルは6-6-8 方式を用いて加圧さ れた。第2段には超硬合金を焼嵌めしたアン ビルを用いた(先端 11.0 mm)。圧力は金の格 子体積から状態方程式を用いて決定した。 本研究で最適化されたセルを用いたSDアンビ ルによる最大到達圧力は約 56 GPa (荷重3.5 MN)であった。一方、同じセルを用いたNPDア ンビルによる圧力発生試験では、最大88 GPa (荷重3.4 MN)までの圧力発生が確認された。

SDを用いた KMA による圧力発生については、 最大 109 GPa の報告もあるが、これはテーパ ー付きアンビルを用い、10 MN 程度の高荷重 下で達成されている。NPD アンビルでは同程 度の荷重で更に高い圧力の発生が期待され、 またその高い X 線透過率から、次世代 KMA 技 術において重要な素材となると考えられる。



Figure 1. Efficiency of pressure generation using NPD and SD anvils with TEL=1.0 mm.

# 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)
- Yoshio Ichida, Hiroaki Ofhuji, Tetsuo Irifune, <u>Takehiro Kunimoto</u>, Yohei Kojima, and Toru Shinmei, Synsesis of coarse-grain nano-polycrystalline cubic boron nitride by direct transformation under ultra high pressure, Diamond and related material, Vol. 77, 25-34 (2017) 査読あり

Arimoto, Hiroaki Ohfuji, <u>Takehiro</u> <u>Kunimoto</u>, and Toru Shinmei, Pressure induced nano-crystallization of silicate garnets from glass, Nature Communications, Vol. 7:13753 (2016) 査読あり

- (3) Zhaodong Liu, Wei Du, Toru Shinmei, Steeve Gréaux, Chunyin Zhou, Takeshi Arimoto, <u>Takehiro Kunimoto</u>, and Tetsuo Irifun, Garnets in the Majorite-Pyrope system: symmetry, lattice microstrain, and order-disorder of cations., Physics and Chemistry of Minerals, DOI: 10.1007/s00269-016-0852-3 (2016) 査 読あり
- (4) <u>Takehiro Kunimoto</u>, Tetsuo Irifune, Yoshinori Tange, and Kohei Wada, High pressure generation to 50 GPa in Kawai type multianvil apparatus using newly developed tungsten carbide anvils, High Pressure Research, Vol. 36 (2), 97-104 (2016) 査読あり
- (5) Yuki Sakai, Ryota Tanakadate, Mamanori Matoba, Ikuya Yamada, Norimasa Nishiyama, Tetsuo Irifune, <u>Takehiro</u> <u>Kunimoto</u>, Yuji Higo, and Yoichi Kamihara, Magnetic Properties of Shandite Phase Co<sub>3-x</sub>Fe<sub>x</sub>Sn<sub>2</sub>S<sub>2</sub> (x=0-1.0) obtained with High Pressure Synthesis, Journal of the Physical Society of Japan, Vol. 84(4):044705 (2015) 査読あり
- (6) Yuki Sakai, Masanori Matoba, Ikuya Yamada, Ken-ichi Funakoshi, <u>Takehiro</u> <u>Kunimoto</u>, Yuji Higo, and Yoichi Kamihara, New Phase of binary compounds: CsCl type RuGe and RuSn, Europhysics Letters, Vol. 107(5): 56003 (2014) 査読あり

- (7) Eiji Ito, Daisuke Yamazaki, Takashi
  Yoshino, Shuangming Shan, Xinxhuan Guo, <u>Takehiro Kunimoto</u>, Yuji High, and
  Ken-ichi Funakoshi, High pressure study of transition metal monoxides MnO and CoO: Structure and electrical resistance, Physics of the Earth and Planetary Interiors, Vol. 228, 170-175 (2014) 査読あり
- 〔学会発表〕(計13件)
- (1) <u>Takehiro Kunimoto</u> and Tetsuo Irifune, Application of nano-polycrystalline diamond to high-pressure technology using Kawai-type multianvil apparatus, JpGU-AGU Joint meeting (2017年5月21 日) 幕張メッセ(千葉県・幕張)
- (2) Takeshi Sakai, Takehiko Yagi, Hirokazu Kadobayashi, Naohisa Hirao, <u>Takehiro</u><u>Kunimoto</u>, Hiroaki Ohfuji, Yasuo Ohishi, Tetsuo Irifune, Evaluation of the pressures measured in the double stage diamond anvil cell technique, JpGU-AGU Joint meeting (2017 年 5 月 21 日) 幕張メッセ(千葉県・幕張)
- (3) Tetsuo Irifune, <u>Takehiro Kunimoto</u>, Takeshi Sakai, Ryu-ichi Nomura, Application of nano-polycrystalline diamond to novel ultrahigh pressure technology, JpGU-AGU Joint meeting (2017年5月21日) 幕張メ ッセ(千葉県・幕張)
- (4) <u>國本健広</u>、入舩徹男、ナノダイヤモン ド多結晶体製アンビルを用いた川井式 マルチアンビル装置による 90 GPa 領域 の超高圧発生、第57回高圧討論会 (2016 年 10 月 27 日) 筑波大学(茨城 県・つくば)

- (5) <u>Takehiro Kunimoto</u> and Tetsuo Irifune, Conbined in situ X-ray and electrical resistance observations of the pressure-induced metallization in GaP, GaAs, ZnS, and ZnTe up to 25 GPa., Joint AIRAPT-25 and EHPRG-53 (2015年9月 1日) マドリッド(スペイン)
- (6) 有本岳、入舩徹男、西真之、丹下慶範、 <u>國本健広</u>、焼結ダイヤモンドアンビル を用いた高温発生技術開発、第56回 高圧討論会(2015年11月10日) アス テールプラザ(広島県・広島)
- (7) <u>國本健広</u>、丹下慶範、入舩徹男、和田 光平、新開発超硬アンビルを用いた川 井式マルチアンビル装置による 50 GPa 領域の超高圧発生、第56回高圧討論 会(2015年11月10日) アステールプ ラザ(広島県・広島)
- (8) 川上航司、入舩徹男、有本岳、大藤弘
   明、<u>國本健広</u>、小島洋平、ナノ多結晶
   グロシュラーガーネットの高温高圧合
   成、第56回高圧討論会(2015年11月
   11日) アステールプラザ(広島県・広 島)
- (9) 入舩徹男、川上航司、有本岳、古田大
   輔、大藤弘明、<u>國本健広</u>、小島洋平、
   新名亨、ナノ多結晶ガーネットの高温
   高圧合成と光学的性質、第56回高圧
   討論会(2015年11月10日) アステー
   ルプラザ(広島県・広島)
- (10) 大藤弘明、塚本舞、<u>國本健広</u>、井 上徹、上部マントル条件におけるカリ 長石と塩水の交代反応、第55回高圧 討論会(2014年11月23日) 徳島大学 (徳島県・徳島)

- (11)境毅、八木健彦、大藤弘明、入舩徹男、
   <u>國本健広</u>、大石泰夫、平尾直久、NPD
   マイクロダイヤを用いた2段加圧方式
   DACの試み、第55回高圧討論会(2014年11月23日) 徳島大学(徳島県・徳島)
- (12)<u>國本健広</u>、入舩徹男、高圧 X 線その場 観察実験と電気抵抗測定による GaP, GaAs, ZnS, ZnTe の構造相転移と圧力誘 起金属化の観察、第55回高圧討論会 (2014年11月23日) 徳島大学(徳島 県・徳島)
- (13)<u>Takehiro Kunimoto</u>, Tetsuo iirfune, and Kiyoshi Fujino, In situ X-ray observations of phase transition in MgCr2O4 to 30 GPa using Kawai-type multianvil apparatus., JpGU (2014年5月1日) パシフィコ 横浜(神奈川県・横浜)

〔図書〕(計0件) 〔産業財産権〕 ○出願状況(計 0件) 名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 出願年月日: 国内外の別: ○取得状況(計 0件) 名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号 : 取得年月日: 国内外の別: [その他] ホームページ等

6.研究組織
 (1)研究代表者
 國本健広(KUNIMOTO Takehiro)
 愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター 特定研究員
 研究者番号: 20543169

(2)研究分担者

( )

研究者番号:

(3)連携研究者

( )

研究者番号:

(4)研究協力者

( )