

# 大型多結晶ダイヤモンドの超高压合成と微細組織観察

超高压研究室 大西 健央

## 1. はじめに

Irifune et al. (2003) は、6-8 型多段マルチアンビル超高压発生装置を用い、グラファイトからの直接変換により、ダイヤモンド単相の多結晶体を得ることに成功した。得られたダイヤモンドは数 nm~数十 nm 程度の粒径を持ち、ヌーブ硬度が最大 140 GPa 程度という非常に高い硬度を有することが明らかになった。最近我々は大型 6-8 型装置を用い直径約 4 mm、厚さは最大で 2 mm 程度の大型の多結晶焼結体(以下、ナノ多結晶ダイヤモンド=NPD)の合成に成功した。しかし、得られた NPD にはクラックの発生があり、また試料の一部が完全に立方晶ダイヤモンドに転換していないなどの問題があった。そこで本研究では、クラック等の発生や残留相の存在をできるだけ抑えた、高品質 NPD の合成を試みるとともに、試料の微細組織観察およびその硬度との関連などについて研究している。

## 2. 実験方法

出発物質に直径 4.6 mm の高純度グラファイト(Nilaco 社製、純度 99.99%、粒径数ミクロンの多結晶体)を用いた。厚さ 1~3 mm 程度のグラファイト試料を Ta のカプセルに封入し、MgO スリーブの中に入れた。ヒーターは Re 箔を筒状にして使用し、断熱材として LaCrO<sub>3</sub> を使用した(図 1)。実験は愛媛大学地球深部研の 3000ton プレスを用い、圧力 15 GPa、温度 2300°C 程度の条件下で 10~20 分程度の加熱をおこなった。600°C 以上の高温では、所定の温度まで 1 分程度の急速加熱を試みた。試料のクラック等を抑えるため、減圧時にも適当な温度で保持した。得られた NPD は、ラマン分光測定、微小部 X 線回折測定、FE-SEM、TEM 等により解析を行った。また、ヌーブ圧子を用いて、荷重 4.9 N により微小硬度を評価した。

## 3. 結果と考察

合成 NPD におけるクラックには、円柱試料の側面から上下面に平行に入るもの(“横割れ”)と、上下方向から入る(“縦割れ”)2 種類が確認された。これらのクラックは、徐圧降温条件の最適化により抑制することが可能になった。また、六方晶ダイヤモンドや圧縮型グラファイトの中間相の残留は、昇温条件により制御できることがわかった。TEM 観察から、上記のような手法により得られた NPD は数十~数百 nm の粒状組織が優勢であるが、一部には数百 nm 程度のラメラ状組織の混在も確認された(図 2)。これらの粒径は Irifune et al. (2003) や Sumiya and Irifune (2004) で報告された通常の加熱方法(最高温度にいたるまで 20~30 分程度の昇温速度)により得られた NPD に比べて有意に大きい。報告では加熱方法の違いによりもたらされる微細組織の違いや、その硬度などを与える影響について報告する。

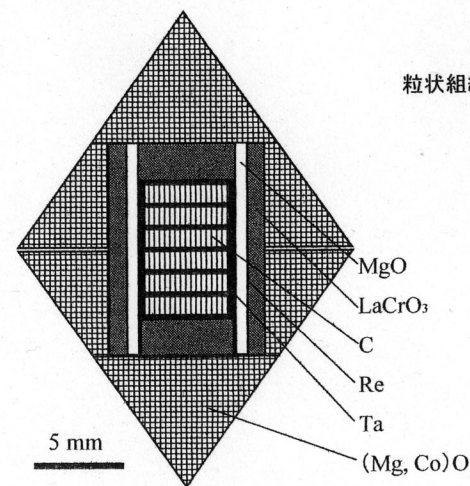


図 1. セル構成図

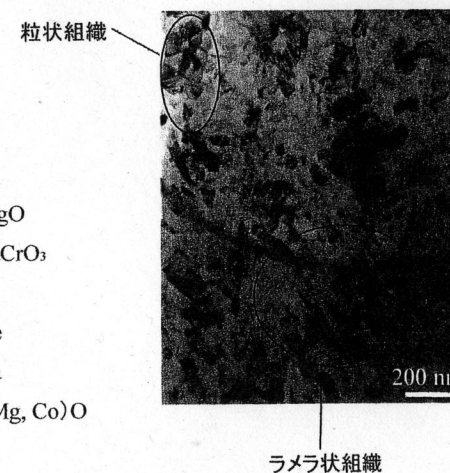


図 2. NPD の TEM 像