

## ナノ多結晶ダイヤモンドの高応力付加による変形・破壊挙動IV Deformation Behavior of Nano-polycrystalline Diamond Subjected to High Stress Load

角谷 均<sup>a,b</sup>, 中本 有紀<sup>b</sup>, 坂田 雅文<sup>b</sup>, 太田 健二<sup>b</sup>, 松岡 岳洋<sup>b</sup>, 清水 克哉<sup>b</sup>  
Hitoshi Sumiya<sup>a,b</sup>, Yuki Nakamoto<sup>b</sup>, Masafumi Sakata<sup>b</sup>, Kenji Ohta<sup>b</sup>, Takahiro Matsuoka<sup>b</sup>, Katsuya Shimizu<sup>b</sup>

<sup>a</sup>住友電気工業(株), <sup>b</sup>大阪大学

<sup>a</sup>Sumitomo Electric Industries Ltd., <sup>b</sup>Osaka Univ.

直接変換焼結により合成される高純度多結晶ナノダイヤモンドは、非常に微細なダイヤモンド粒子が強固に結合し、単結晶ダイヤモンドをしのぐ高い硬度、強度をもつ。このため超高压発生用ダイヤモンドアンビルセル(DAC)用のアンビルとすることで、通常の単結晶ダイヤモンドよりも2倍前後の圧力発生が可能である。今回、アンビルの底面の引っ張り応力を抑えるようなアンビル形状とセル構成の適用により、さらに到達発生圧力を3倍程度に向上できることを確認した。

キーワード： nano-polycrystalline diamond, x-ray diffraction, high pressure

### 背景と研究目的：

超高压高温下でのグラファイトからの直接変換により、緻密なダイヤモンド単相の多結晶体が得られる[1]。この多結晶ダイヤモンドは数十 nm の非常に微細なダイヤモンド粒子が介在物なしに強固に結合した組織を有し、単結晶ダイヤモンドを凌駕する硬さを有する[2]。このナノ多結晶ダイヤモンド(NPD)は劈開性もなく、非常に高い靱性を有するため、次世代の高性能切削工具として極めて有望である。一方、単結晶ダイヤモンド(SCD)は、最も高い硬度、圧縮強度を有し、紫外から遠赤外の広い領域の光やX線に対して透明であることから、超高压発生用ダイヤモンドアンビルセル(DAC)のアンビルとして、高压科学の分野において広く利用されてきた。NPDは、このDAC用のアンビルとしても有望で、SCDでは到達できなかった超々高压発生の実現も期待できる。

これまでにわれわれは、NPDをアンビルとした超高压発生実験や、超高压発生時のアンビル変形の計測などにより、NPDの高負荷時変形挙動や、強度・靱性、弾性変形状態や体積弾性率などの機械特性や、破壊形態のデータを得ている。さらに、先端サイズ、形状の異なるアンビルでの追加実験や、各種単結晶ダイヤモンドとの比較実験を実施、アンビル先端の平坦面(以下、キュレットと呼ぶ)の直径 $\phi 50 \mu\text{m}$ 以下で、SCDアンビルの場合と同程度の超高压発生が可能であることを確認した[3]。さらに、圧力印加の面積が大きい場合は、NPDはSCDを超える耐圧・強度特性を示すことを確認、その優位性は圧力印加面積の拡大とともに増加することを明らかにした。この結果、キュレット径 $\phi 300 \mu\text{m}$ 以上で、SCDアンビルの1.5~2倍近くの圧力を安定して発生できることがわかった[4]。キュレットが大きくなる程、SCDは縦方向のへき開による破壊が優勢となるが、NPDは多結晶体であるためへき開性がなく強靱であるため、SCDに比べてより高い圧力発生が可能になったと考えられる。こうして得られたNPDの変形・破壊挙動は、NPDの工具用途への応用展開のための基礎データとして重要で、たとえば極めて高い応力下での使用となる切削工具用途や、高負荷環境下の構造部材や窓材などの工業的用途へ展開していく上で、非常に有益な情報となる。また、超高压発生用アンビルとしての検討は、超高压物理の研究用途への展開のための貴重な知見となる。これら応用製品の開発へ、具体的にフィードバックするためには、さらにサイズ、形状、材質の異なるアンビルでの実験の蓄積が不可欠である。

これまでの実験結果を解析した結果、キュレット径が $\phi 300 \mu\text{m}$ を超えるようになると、アンビルの破壊機構が先端部の圧縮応力による破壊から、アンビル底面の引っ張り応力による破壊に変化するものと推定され、FEM計算からもこれを支持する結果が得られた。そこで今回、アンビル底部をラテラルサポートする形状のアンビルを設計し、アンビル底面での引っ張り応力を抑制することで、より高い圧力発生、耐高付加応力の更なる向上の可能性を追求した。

## 実験：

NPD 素材から、キュレット径 $\phi 400 \mu\text{m}$  フラット(面取なし)のアンビルと $\phi 400\text{-}500 \mu\text{m}$  ベベルドアンビル(キュレット外周部を面取して斜面を形成したアンビル)を作製した。このとき、底面の引っ張り応力を抑制(ラテラルサポート)するため、それぞれの下方面面に $30^\circ$ テーパを形成した。台座にも同形状のテーパを作製し、超高压発生用ダイヤモンドアンビルセルを用いて圧力発生実験を行なった。ガスケットにはレニウムを用い、圧力は試料スペースに封入した Pt の状態方程式により決定した。X 線波長  $0.4128 \text{ \AA}$ 、入射 X 線形状 $\phi 10 \mu\text{m}$  とし、検出器にイメージングプレートを使用して露光時間  $1 \text{ min}$  で、Pt の回折パターンを測定した。また NPD アンビルの底面が通常のフラット形状のアンビルも作製し、比較実験を行った。

## 結果および考察：

NPD からキュレット径 $\phi 400 \mu\text{m}$  と $\phi 400\text{-}500 \mu\text{m}$  のベベルドアンビル、それぞれに Fig.1 に示すようなアンビル底面ラテラルサポート型のアンビルを作製し、DAC を用いて圧力発生実験を行なった。

それぞれの形状の NPD アンビルにより圧力発生実験を実施し、その結果得られた発生圧力曲線を Fig.2 に示す。この図の横軸 Phi は加圧治具の駆動量で、ピストンストロークに対応する。キュレット径が $\phi 400 \mu\text{m}$  のサポートタイプのアンビルで加圧テストを行ったところ最高到達圧力は  $125 \text{ GPa}$  であったのに対し、底面が通常タイプのものでは  $120 \text{ GPa}$  であった。このことからサポート型アンビルが通常タイプに比べてより高い圧力まで発生可能であることがわかる。次にキュレット径が $\phi 400\text{-}500 \mu\text{m}$  ベベルドアンビルでは、底面サポートタイプで  $156 \text{ GPa}$  まで、通常タイプでは  $135 \text{ GPa}$  の到達圧力であった。このことから、底面サポート型とキュレット面のベベルを組み合わせることにより、さらに到達圧力を向上できることがわかった。通常の SCD の $\phi 400 \mu\text{m}$  のアンビルでは到達圧力が  $55\text{-}60 \text{ GPa}$  付近であることと比較すると、ラテラルサポートとベベルを施した NPD アンビルは、その 3 倍程度の驚異的な到達圧力を示すことがわかった。今後、底面の形状を最適化することで、さらなる発生圧力の拡大が期待できる。

## 今後の課題：

底面ラテラルサポート効果の適応と、キュレット面のベベルを組み合わせることで NPD アンビルの発生圧力が大きく向上することを確認した。今後さらに底面ラテラルサポート形状およびキュレットのベベルなど、アンビルの形状の最適化を行い、更なる圧力発生の可能性を追求する。

## 参考文献：

- [1] 角谷均, 入船徹男, *NEW DIAMOND*, **22**, 6 (2006).
- [2] H. Sumiya et al, *Diam. Relat. Mater.*, **13** 1771 (2004).
- [3] Y. Nakamoto et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **46**, L640 (2007).
- [4] Y. Nakamoto et al., *Rev. Sci. Inst.*, **82**, 066104 (2011).

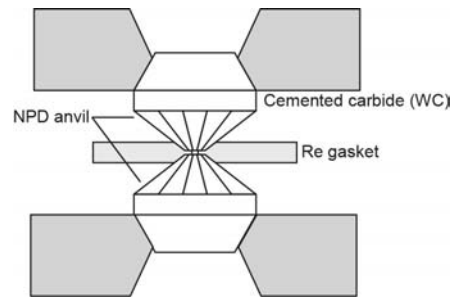


Fig.1. The shape of the conical supported anvil.

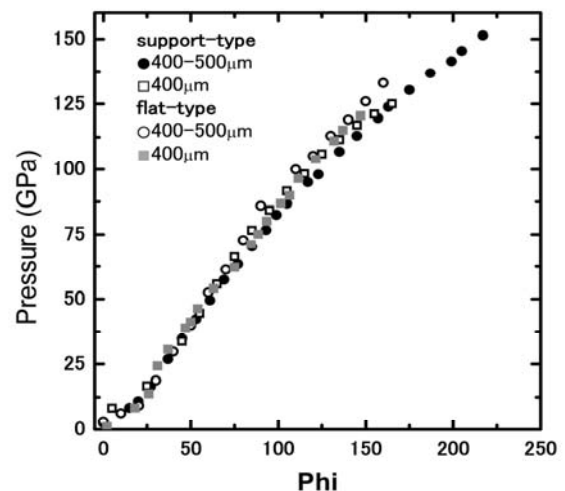


Fig.2. Plots of generated pressures as functions of piston stroke.