

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 V Deformation Behavior of Nano-polycrystalline Diamond Subjected to High Stress Load V

角谷 均^{a,b}, 中本 有紀^b, 清水 克哉^b
Hitoshi Sumiya^{a,b}, Yuki Nakamoto^b, Katsuya Shimizu^b

^a住友電気工業(株), ^b大阪大学
^aSumitomo Electric Industries Ltd., ^bOsaka Univ.

超高压高温下の直接変換で合成されたナノ多結晶ナノダイヤモンド(NPD)は、単結晶ダイヤモンド(SCD)を凌ぐ高い硬度と強度をもつため、高压発生用ダイヤモンドアンビルセル(DAC)のアンビル素材として有用である。特に先端が 300 μm 以上の NPD アンビルは、SCD アンビルの 2 倍近い圧力を安定して発生できる。さらに、アンビルの底面の引っ張り応力を抑えることで到達発生圧力をより向上できる可能性があり、この引っ張り応力抑制に適したアンビル形状を追求している。これまで形状によって SCD の 3 倍の到達圧力が確認されているが、今回、台座とのクリアランス、アンビル加工精度などによる不安定性が明確になり、今後の課題として取組を続ける。

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得られるナノ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[1]。このナノ多結晶ダイヤモンド(以下、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非常に優れた性能を有し[2]、実用化が進められている。また、NPD は高压発生用ダイヤモンドアンビルセル(DAC)用のアンビルとしても有望で、単結晶ダイヤモンドを超える超々高压発生の実現が期待されている。

これまでに我々は 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きた。さらに、先端サイズ、形状の違うアンビルでの実験や、各種単結晶ダイヤモンドとの比較実験を実施した[3][4]。これらの結果から、圧力印加の面積が大きい場合は、NPD は単結晶ダイヤモンドを超える耐圧・強度特性を示し、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が明確になった。400 μm を超えると、SCD アンビルの 2 倍近くの圧力発生が可能である。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。さらに最近、アンビル下部にテーパを入れ、ラテラルサポートを加えると、さらに数十%の耐圧性向上が明らかとなった。

こうして得られた変形・破壊挙動のデータ知見は、NPD の工具用途への応用展開のための基礎データとして有用で、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、非常に重要な情報となる。また、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。しかし、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追加実験が不可欠である。前回の実験で定性的に可能性を把握した、ラテラルサポート効果を定量的に明らかにして NPD の真の耐圧強度を明確にし、その製品設計に適用していくことが今回の目的である。具体的には、NPD アンビル下部のテーパ形状を変化させたときの変形、応力分布、耐圧性能を明確にする。これにより応用展開の実用的データ取得だけでなく、さらなる大面積超高压発生の可能性を追求する。

実験：

NPD 素材から下記のように、DAC 用アンビルを作製し、超高压を破壊点まで発生させて、変形状態や破壊形態を調査した。

アンビル形状としては、既に単結晶アンビルの 2 倍以上の圧力を確認したキュレット径 ϕ 400-500 μm (ベベル形状アンビル) とし、アンビル底面部をラテラルサポートするために、アンビル側面部に、45°のテーパを形成した。これまでの側面がフラットタイプのもの、および、前回の側面部のテーパ角 30°のものと比較した。

加圧にはダイヤモンドアンビルセル(DAC)を用いた。アンビル間に、金属ガasketとして挟みこんだレニウムの厚みを透過 X 線強度の測定により算出し、アンビルの圧力発生面(キュレット面)の変形を調査した。キュレットの中心部に Pt を配置し、その X 線回折から発生圧力を決定した。実験は BL10XU にて X 線波長は 0.4108 Å を使用した。10 GPa の圧力ステップで加圧しながら上記の評価を行なった。

結果および考察：

圧力発生実験の結果、圧力発生効率は今回の側面 45°のアンビルは、前回の側面 30°のテーパのアンビルとほぼ同じであった。しかし最高到達圧力は側面 30°のアンビルの 156 GPa に対し、今回の 45°アンビルでは約 60 GPa と非常に低いことが分かった。FEM による応力分布のシミュレーション結果では、45°の方が、アンビル内に発生する応力が分散されて、破壊に対してより有効と考えられたが、今回の実験結果はそれに対応しなかった。破損したアンビルの破壊起点を調査したところ、底面のサポート面から対称的な 4 方向から内側に向かって歪をうけた内部クラックが見られた。アンビルのサポート面と台座(超硬合金)の内面との加工精度が不十分で、局所的にサポート面に応力集中したものと考えられる。

今後の課題：

今後、テーパ部の NPD アンビルと台座内面の加工精度改善や台座の材質改良により、サポート部からの破壊抑制を検討する。そして、アンビル下部のテーパの角度や形状の効果を明確にし、発生圧力の更なる向上の可能性を追求するとともに、NPD の耐圧強度のポテンシャルを明確にする。

参考文献：

- [1] 角谷均, SEI テクニカルレビュー, 180, 12-19 (2012).
- [2] 角谷均, 精密工学会誌, 78, 108-111 (2012).
- [3] Y. Nakamoto et al., *JJAP*, **46**, L640 (2007).
- [4] Y. Nakamoto et al., *Rev. Sci. Inst.*, **82**, 066104 (2011).