

Title	静的超高压力発生及びSiO <sub>2</sub> とGeO <sub>2</sub> の構造変化
Author(s)	都賀谷, 素宏
Citation	大阪大学, 1983, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/33568">https://hdl.handle.net/11094/33568</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名・(本籍)	とがやもとひろ 都賀谷素宏
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	第 5 9 5 5 号
学位授与の日付	昭和 58 年 3 月 17 日
学位授与の要件	学位規則第 5 条第 2 項該当
学位論文題目	<b>静的超高压力発生及びSiO<sub>2</sub>とGeO<sub>2</sub>の構造変化</b>
論文審査委員	(主査) 教 授 久米 昭一 (副査) 教 授 中村 伝 教 授 成田信一郎 教 授 藤田 英一 教 授 山田 安定 助教授 小野寺昭史

### 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、2部からなり、第1部は、6-8アンビルタイプ高压装置の新しい着想に基づく、アンビルのデザイン及びデバイスの開発、第2部は、この装置を使用した超高压下でのSiO<sub>2</sub>、GeO<sub>2</sub>の高温合成実験による結晶構造相転移 (post-rutile相) の研究に関するものである。

#### 第1部

従来 WC-Co製アンビルにおいて対向及びマルチアンビル压力発生装置が開発されて来たが、この材質の強度から到達限界压力は約30GPaと考えられている。一方最近の170GPaに及ぶ到達压力の目覚ましい進歩は、ダイヤモンド製アンビルにより達成されて来た。この状況は、压力発生技術の要素におけるアンビル材質の強度の増大によるもので他の1つの要素即ちアンビルデバイスの進歩改良においてではない。このダイヤモンドアンビル装置は(1)被圧縮体積が大変小さい、(2)高温高压実験に対し温度発生が不安定、(3)アンビルの値段が高い、等の欠点を持つ。

本研究では、上記ダイヤモンドアンビルの欠点を補い且つ発生压力は従来のダイヤモンドアンビルによるものに匹敵する压力発生法として安価なWC-Co製材質を再評価すると共に新しい発想によるデバイス (multibody contact法) を提案しその概念を第1節に述べた。このデバイスを6-8アンビルタイプ装置の“8アンビル”に適用しそのデザイン及びサンプル構成等を第2節に述べた。第3節では、30~85GPaの压力が被圧縮体積を得て発生し得る事をFe-V系压力定点及びマンガンの抵抗変化より確認した。又除荷後のアンビルの変形及び回復の様子並びにアンビル相互の接触領域の拡大の外荷重依存性からこのmultibody contact法の有効性を定性的解析において調べた。

第4節では結論として実験結果をまとめこの新しいデバイスの特長及び有効性を述べた。

## 第2部

SiO<sub>2</sub>及びGeO<sub>2</sub>のrutile構造より高密度な高压相を見出す為に静的及び動的圧縮実験が行われて来たがこれらの実験は異った結果を与えている。この点を明らかにする目的でSiO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub>の各々3種類の相( $\alpha$ -quartz型, rutile型及びガラス)を出発物質として35~85GPa, 約1500℃迄の圧力温度領域での合成実験を第1部に述べた圧力発生法にて行った。第2節にその実験方法及び手順を述べた。第3節は実験結果でSiO<sub>2</sub>に関してLiu et al. (1978)により報告されているFe<sub>2</sub>N型相は, ガラスがrutile型構造へ結晶化する過程に出現する準安定相である事を見出した。一方GeO<sub>2</sub>に関して従来全く報告されていない新しい3つの相(orthorhombicと2つのhexagonal相)が合成された。これら実験結果と従来の報告との比較検討を行った。

第4節においてこのGeO<sub>2</sub>の多形転移の傾向をまとめ, 本実験で得られた3種いずれの出発物質からも合成される(約60GPa以上の圧力) hexagonal相( $a_0=5.808\text{\AA}$ ,  $c_0=5.663\text{\AA}$ )がこのGeO<sub>2</sub>におけるpost-rutile相と結論された。

## 論文の審査結果の要旨

本論文はきわめて高い静水圧力の発生が可能な新しい装置の開発と, これを使用して観察されたSiO<sub>2</sub>およびGeO<sub>2</sub>の高压下における結晶構造の同定結果をまとめたものである。

高い静水圧力を発生させるには, 多重アンビルあるいは対向アンビル方式によらねばならないが, いずれの場合もアンビル構成物質の硬度・強度の制約を受けるため, WC使用では30GPaがこれまでの限界であった。本論文の著者は対向アンビルでは加圧体積が僅少でかつ静水圧性が得難いこと, 多重アンビルでは試料セルのはみ出しによる支持効果の限界がそのまま発生圧力の上限となっていることを考慮し, 比較的大きな体積の加圧には多重アンビルを基本としながら, 加圧時にのみ隣接アンビルの先端が接触して相互に保護しあう multibody contact方式の適していることを予見した。この考えの正当性を実証するため, 六・八型多重アンビル装置中の六面体の対向する三面に傾斜を与え, 傾斜角・試料セル形状・荷重間関係を調べ, 最適条件を決定した。この条件で発生圧を検定した結果, WC製アンビルでも85GPaまでの加圧がくり返し可能なことを見出した。つぎに試料セルにヒーターを組み込み, 1500℃・85GPaまでの温度圧力範囲でSiO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub>を処理し, SiO<sub>2</sub>ではルチル型が安定であるが, GeO<sub>2</sub>は六方晶系と考えられる新しい相の存在することを見出した。

これらの実験結果は静的超高压力の発生および高压合成の分野に貢献するところが大きく, 博士論文として価値あるものと認める。