

Title	ダイヤモンドアンピルによる超高压発生
Author(s)	水貝, 俊治
Citation	大阪大学低温センターだより. 29 P.8-P.11
Issue Date	1980-01
Text Version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/11094/6384
DOI	
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

ダイヤモンドアンビルによる超高压発生

理学部 水 貝 俊 治 (豊中 4163)

知的探求心にかきたてられた科学者は、日常の生活環境から著しく離れた条件下の物性の知識をも手中に納めようと努力してきた。それは極低温、超高真空、超強磁場、超高压など極や超のつく技術として実を結んでいる。それらの中で超高压は極低温などからは一步遅れて進んでいるような状態であったが、4.2 Kが誰でも手軽に実験でき極が意識されなくなったように、最近ダイヤモンドアンビルが開発され30 GPa (300 kb) の圧力が簡単な装置で得られるようになった。

今世紀の前半をほとんど Bridgman 個人の努力により開拓された超高压はその後めざましい発展をとげ、とりわけ1955年GEにおけるダイヤモンド合成の成功は重要な一紀元を画するものであった。とはいえ最近まで3 GPa以上の圧力は専門家のみが大がかりな装置を用いて発生させるものであった。最近急速に進歩したダイヤモンドアンビルは掌の上に乗る大きさでありながら30 GPa以上の圧力を出せ、われわれのような高压に疎遠であった者にも超高压を利用した実験を可能にしたことは画期的なことである。

ダイヤモンドが超硬合金の2倍以上の耐圧強度を持っていながら超高压発生装置としての発展がごく最近になって始まったのは、加圧体積が非常に小さいので、圧力測定のためのルビー蛍光スケールの確立と精密物性測定技術の進歩を待たねばならなかったことによる。ダイヤモンドアンビルは他の超高压発生装置に比べて多くの利点を持っている。すなわち、

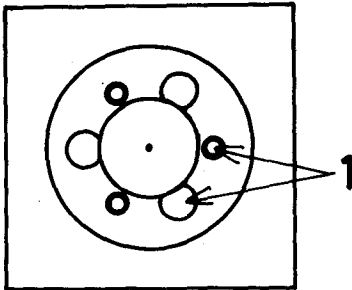
1. 従来のタングステン鋼に比べて原理的に高い圧力が出る。現在最高170 GPaの圧力が得られている。ちなみに地球の中の圧力は地殻-マントルの境界で1 GPa、マントル-核境界で140 GPa 中心で360 GPaである。
2. 光に透明で、X線、 γ 線に対しても吸収が少ない。
3. 小型軽量で、30 mKの極低温から3000 Kの高温まで実験が行われている。

ダイヤモンドアンビルは実験目的に応じて種々の形状のものが開発されているが、私達の研究室で使っているものは物性研の箕村研グループによって設計されたものである。第1図に示すように可動ネジを締めることによりピストンを押し、対向させたダイヤモンドの間に高压を発生させる。高压発生部の拡大図を第2図に示す。宝石用ブリリアンカットのダイヤモンドの先端を切落とし、対向するダイヤの間に穴を開けた金属のガスケットを置く。その穴の中に試料と圧力測定のためのルビーを入れ静水圧を得るためにアルコールを封入する。これらの部分はダイヤの大きさからわかるように非常に小さなもので、現在0.2カラットのダイヤを使い、切落としした面のさしわたし0.6mm、ガスケットの厚さ200 μ m 穴の径200 μ mで試料50 μ m、ルビーは5~10 μ m程度である。これら試料のセッティングはすべて顕微鏡下で行う。

ダイヤモンドの受皿は鏡面仕上げしたSKD-11又はSKS-31を用い、他はステンレス製である。

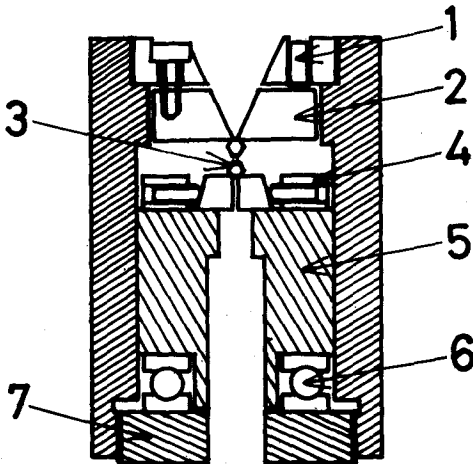
ガスケットには強度と適度の変形のしやすさが要求され、耐熱合金のUdimet 700やインコネル、又はステンレス等が用いられる。穴は放電加工機で開けている。

ダイヤモンドは最も硬い材質であるが、劈開性があるためにショックに弱い。そのためピストンの工作精度を上げるとともに、上下のダイヤモンドの位置と面の平行度を調節するため、ダイヤモンドの受皿に微動機構を付けなければならない。第1図では上面の受皿は3点支持により角度の微調整を、下の受皿で水平方向の微調整を行っている。アンピルの下から光を導入し、上面から顕微鏡で観測しながら干渉縞が完全に消えるまで調整を行う。高圧下でも平行度が保たれていることを確かめるため、ガスケットを使わないでAgI, HgI₂, CuBr(それぞれ0.3~0.4GPa, 1.3GPa, 5GPaで相転移)などをアンピルの間に直接はさんで加圧し、相転移による色の変化が圧力を加えるに従って円形に広がっていくことを確かめるとよい。



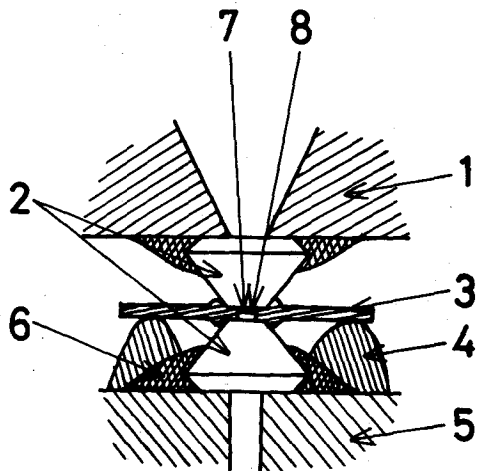
← 第1図、ダイヤモンドアンピル

- 1 : 3点支持方式平行度調整用ネジ
- 2 : ダイヤ受皿
- 3 : ダイヤモンド
- 4 : 水平方向調整ネジ
- 5 : ピストン
- 6 : ボールベアリング
- 7 : 加圧用可動ネジ



第2図、ダイヤモンドアンピル先端部分拡大図 →

- 1 : 上側ダイヤモンド受皿
- 2 : ダイヤモンド
- 3 : 金属ガスケット
- 4 : ガスケット固定用コンパウンド
- 5 : 下側ダイヤモンド受皿
- 6 : ダイヤ固定用エポキシ樹脂

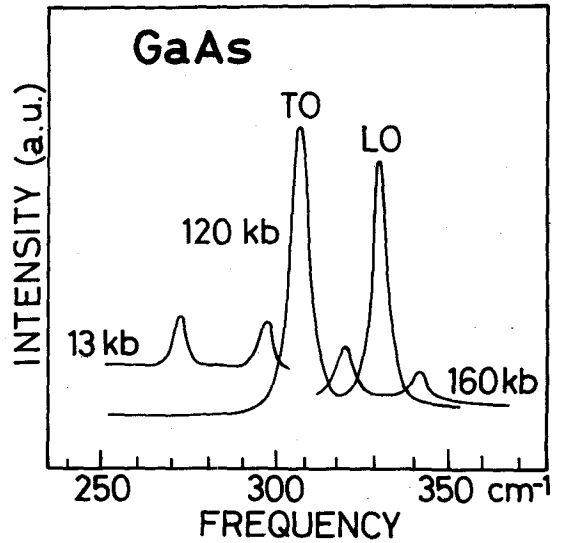


圧力媒体としてメタノール、エタノール 4 : 1 の混合液が用いられる。これは 10 GPa の高圧まで純静水圧を保つ 例外的な媒体であるが、それ以上の圧力ではガラス化し、圧力分布が生じるので小さな試料を用いルビーも小さなものを試料にくっつけておかねばならない。

圧力測定は標準となりつつあるルビー ($\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Cr}^{3+}$) の R_1 (6942 \AA) と R_2 (6928 \AA) の蛍光線の赤色シフトを利用して、20 GPa 以下では赤色シフトは圧力に対してほぼ線形でそれぞれ 3.6 \AA/GPa 、 3.8 \AA/GPa であるが、100 GPa 領域まで含めると R_1 線の波長変化は

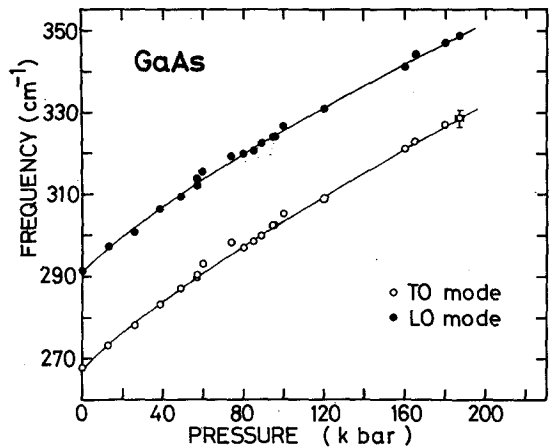
$$P (\text{GPa}) = 380.3 [(\lambda/\lambda_0)^5 - 1]$$
 で表わされる。ただし λ 、 λ_0 は圧力 P : 0 GPa での R_1 線の波長である。ルビーの励起にはレーザーを使えば理想的であるが、蛍光が強いので Hg ランプでも充分である。

私達の研究室では超高圧下で主に半導体のラマン散乱を測定している。A_r ノーザーを利用して後方散乱の条件で測定している。試料が小さいため、ラマン光を分光器のスリットに集光するレンズと分光器に付属している潜望鏡で試料を 100 倍程度に拡大して精密に焦点合せを行う必要がある。第 3 図に GaAs のデータを、第 4 図に横光学フォノンと縦光学フォノンの周波数の圧力変化を示す。GaAs は常圧ではバンドギャップが 1.4 eV で金属的な反射をしているが圧力とともにエネルギーギャップが広がり赤、黄、透明と変化していく。第 1 図で 12 GPa (120 kb) で散乱強度が大きくなっているのは共鳴ラマン散乱をおこしているためである。この共鳴をおこす圧力は入射光の波長によって異なる。その波長依存性からバンドギャップの圧力変化が求まる。19 GPa (190 kb) 付近



第 3 図

GaAs の高圧下 ラマンスペクトル、入射光は 5145 \AA で後方散乱で測定、120 kb では共鳴をおこして散乱強度が増大している。



第 4 図

GaAs の縦光学 (LO)、横光学 (TO) モード周波数の圧力依存性

で β -Sn型に金属転移してラマン散乱は観測されなくなる。代表的な半導体であるIV族、III-V族、II-VI族半導体は加圧により4配位の閃亜鉛鉱型から6配位の β -Sn型又はNaCl型へ半導体-金属転移をおこすものが多い。この転移圧と、 $[100]$ 方向の横音響モード(TA(X))のモードグリーンナイズンパラメーター($-\partial \ln \omega / \partial \ln V$)が比例関係にあることが知られている。現在私達は一次元及び二次元物質、特に電荷密度波相転移をおこす遷移金属カルコゲナイドの高圧低温ラマン散乱の実験を準備中である。これらの物質の高圧下での電荷密度波と超電導の関係は高温超電導の問題もあって関心が持たれているものである。

現在ダイヤモンドアンビルを用いてX線回折、ラマン、ブリルアン散乱、吸収、反射スペクトル、蛍光スペクトル、電気抵抗、磁化率、メスバウアー等多種多様な研究が行なわれている。それぞれの測定用に種類のダイヤモンドアンビルが製作されている。例えば第1図の加圧用ネジの代りにベローを使ってHeガスの圧力によりピストンを押す構造のものを希釈冷凍機と組合わせて、SQUIDを用いて超電導転移における磁化率を測定したり、片方のダイヤの上に電子ビーム露光で $3\mu\text{m}$ 幅の微小歯状電極をつけ片方を半球にしたアンビルでXeの金属化を測定したものもある。

ダイヤモンドアンビルの製作費は20~30万円、ダイヤ1組10万円である。ダイヤモンドアンビルを使って今後急速に超高圧の研究が進むと思われる。ダイヤモンドアンビルの製作、使用法については物性研箕村研究室の方に御教示いただき、大変御世話になりました。箕村教授、下村氏、竹村氏に誌上を借りて厚く御礼申し上げます。

〔参考文献〕

- 1) 竹村謙一、下村 理、青木勝敏、浅海勝征、箕村 茂、辻 清雄、固体物理、12, 527 (1977)
- 2) 笛木和雄編、「超高圧と化学」、化学総説、22 (1979)
- 3) 小島誠治、浅海勝征、中村輝太郎、固体物理、14, 691 (1979)