

超高压プロセスによる天然ダイヤモンド単結晶・多結晶の成因解明 —新超硬質材料の合成と開発—

赤石 實 無機材質研究所 超高压カステーション 総合研究官

1. 緒言

本研究では、天然ダイヤモンド単結晶・多結晶の成因解明を目的に、天然ダイヤモンド中に存在することが確認されている物質存在下でのダイヤモンドの超高压合成を行い、全く新しいダイヤモンド合成触媒を探索し、C-O-H流体相をはじめ数多くのダイヤモンド合成触媒を用いたダイヤモンド合成法を確立した。これらの研究結果は天然ダイヤモンド単結晶の成因解明に寄与することはもとより、新しいダイヤモンド合成法を提供することにより、材料科学への貢献も極めて大きい。成因解明研究に基づき、全く新しい新超硬質材料の合成と開発を目指した研究を行い、サブミクロンの粒子径からなるダイヤモンド多結晶の合成に成功した。同多結晶を切削工具に加工し、切削工具特性を評価した。その結果従来の工具にない優れた特性を示すことが明らかとなった。

2. 天然ダイヤモンド単結晶の成因解明

天然ダイヤモンド単結晶中には、 H_2 、 CH_4 、 CO_2 、 H_2O 等の揮発性成分が1970年代初頭から確認され、これらの揮発性成分は天然ダイヤモンドの生成と深く関係しているのではないかと考えられてきた。しかしながら、超高压実験からの検証は我々の研究報告まで全く報告されていなかった。C, H, Oの3元素からなる有機物が高压高温条件下で分解し、その分解生成物がC-O-H流体相を形成することに注目し、C-O-H流体相がダイヤモンドの合成触媒となるかどうかを明らかにすることとした。種々の有機物と黒鉛をカプセルに封入し、ダイヤモンドの熱力学的安定な高压高温条件下で処理した。

シュウ酸二水和物と黒鉛をカプセルに封入し、7.7 GPa, 1300-2000°Cの条件下で0.5-360hr処理した。これらの実験条件下で再現性良く黒鉛からダイヤモンドが合成できることを確認した。また、回収カプセル中の流体相を質量分析計(QMS)を用いて分析した結果、 CO_2 及び H_2O の存在を確認することができた。流体相の存在を確認後、生成ダイヤモンドの形態観察を行った結果、1300-1500°Cと低温の条件下でも滑らかな埋め残しのない結晶面からなる八面体のダイヤモンド結晶の生成を確認した(図1)。これらの結果から、C-O-H流体相がダイヤモンド合成触媒として機能することが初めて明らかとなった。

前記実験条件は、天然ダイヤモンド結晶中の包有物の分析結果から推定された温度条件とほとんど同等であり、得られた結晶も天然ダイヤモンドと同等な八面体結晶であることから、天然ダイヤモンド単結晶の一部はC-O-H流体相存在下で生成したものと推定できる。

CO_2 、 H_2O 、 CH_4 流体相を用いたダイヤモンド合成、C-O-H流体相からのダイヤモンドの生成過程の解明、炭酸塩融体からのダイヤモンドの直接結晶化、珪酸

塩及び炭酸塩融体中におけるダイヤモンドの溶解等の興味ある実験結果については、当日ポスターで発表する。

3. 新超硬質材料の合成

Co等の触媒金属を焼結助剤とする市販のダイヤモンド多結晶体は、微粒ダイヤモンド粉末が容易に粒成長してしまうため、その粒子サイズが2-4 μm に限定されている。これらの多結晶体は、大量の金属助剤を含有しているため、耐熱性に問題がある。耐熱性に優れたダイヤモンド多結晶体として、炭酸塩を助剤とするダイヤモンド多結晶体が開発されているが、その粒子径が約5 μm に制限されている。高硬度微粒ダイヤモンド多結晶体の開発は、従来のダイヤモンド多結晶体では不可能な加工を可能とする等数多くの利用分野が期待される。

サブミクロンの粒子径からなる新しいダイヤモンド多結晶体の合成を目的に、炭酸マグネシウム-C-O-H流体相を焼結助剤に使用し、平均粒径約0.7 μm の天然ダイヤモンド粉末を7.7 GPa, 2000-2300 $^{\circ}\text{C}$, 10-30minの条件で焼結した。その結果、巨視的に均質かつ緻密なダイヤモンド多結晶体を合成することができた。同多結晶体のヴィッカース硬度は70 GPa以上で、その粒子径は1 μm 以下であった(図2)。

4. 切削工具への応用

微粒ダイヤモンド多結晶体の機械的特性を評価するため、これらの多結晶体を用いて超精密加工用工具及び通常の切削工具を試作し、Al-Si-Mg合金の超精密加工及び高Si-Al合金の高速切削を行った。超精密加工用工具としては、従来からダイヤモンド単結晶が用いられている。単結晶製工具と多結晶体工具を用いて超精密加工を行った結果、多結晶体工具は、単結晶工具に比較し、遜色の無い加工表面を得られることが明らかとなった。高Si-Al合金の切削テスト結果については、当日ポスターで発表する。

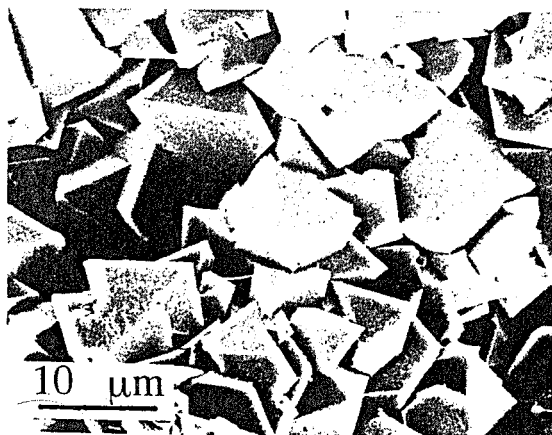


図1 シュウ酸二水和物-黒鉛系から合成したダイヤモンド結晶のSEM像

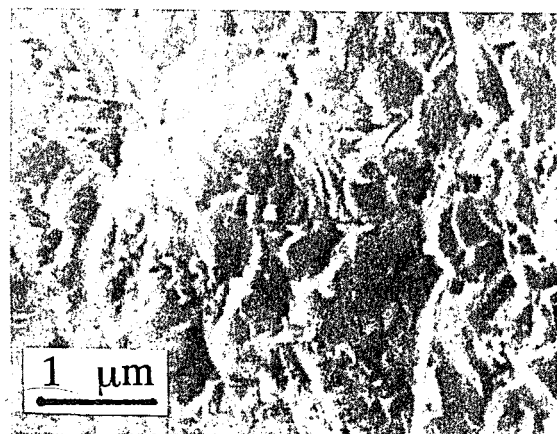


図2 炭酸マグネシウム-C-O-H流体相を焼結助剤とするダイヤモンド体破面のSEM像