特集 —— 高圧力実験の装置及び素材の開発の現状と今後の課題 ——

超高圧力実験を支えるダイヤモンドの加工技術

The Processing Technique of Diamond Supporting High Pressure Experiments

栗尾 文子

Ayako KURIO

Diamond anvil is an essential item for high-pressure experiment. We do a stocking of a natural diamond rough stone to produce the diamond anvil. We want to tell that difficulty of the stocking. In addition, we introduce laser machines and try for improvement of the cutting accuracy every day.

[DAC, natural diamond, polishing]

1. はじめに

高圧力を発生させる装置の1つにダイヤモンドアンビルセルがあります。通称 DAC と呼ばれています。大型の油圧プレスとは違って、手のひらに乗るサイズのものが多く、いろいろな実験施設に持ち運ぶこともできます。DAC はコンパクトな装置でありながら、地球深部の超高圧力を発生することができるので、超高圧力実験に欠かせない実験装置の1つといえます。シンテックでは、サイズや、材質、加圧方式など要望に合わせた DAC の製作に携わっています (Fig. 1)。その DAC の高圧力発生に欠かせない要となるのが、中心部に位置するダイヤモンドアンビルになります。私たちは主にこのダイヤモ

ンドアンビルの製造を通して、高圧力実験をサポートしていることを紹介していきたいと思います。

2. ダイヤモンドアンビルの形状の変遷

超高圧力実験にダイヤモンドアンビルが用いられるようになった当初は、Fig. 2 のような宝飾用の天然ダイヤモンド裸石 (ルース)、いわゆるラウンドブリリアントカットと呼ばれる 58 面でカットされたものが使われていました。先端 (キュレット) 面を研磨して、任意の大きさ (およそ 1 mm 以下) に広げたものを 2 個準備します。その微小なキュレツ

Fig. 1. (Color online) The main products of diamond anvil cell. a: Symmetric cell (48 mm in diameter), b: SEED (The size of base plate: 55 mm × 209 mm × 15 mm), c: Whale cell.

Fig. 2. (Color online) A round brilliant cut diamond (3.5 mm in diameter).

ト面を対向させ、その間に試料を挟み、DACで荷重をかけて、高圧力を発生させます。そういった流れもあって、ダイヤモンドアンビルでもテーブル、ガードル、キュレット、ファセットなど、宝飾用の用語がそのまま使われています(Fig. 3)。宝飾用としてのダイヤモンドの研磨手法は、ダイヤモンド原石のサイズに応じて、仕上りサイズが大きくなることや、インクルージョン(内包物)の位置などを考慮しています。そのため、原石によって研磨角度や研磨量が異なるため、キュレット面を同じ径に広げても形状にばらつきが出てしまいます(Fig. 4)。またキュレットと反対側で圧力を受ける面(テーブル)の面積の広さも大きかったり狭かったりとばらつきます。ダイヤモンドは世界で最も硬い物質とされていますが、天然原石のほとんどが単結晶ダイヤモンドで、結晶方位によって硬度が異なることや、割れやすいへき開面があることでも知られています。ルースでは、そういった結晶方位がもつ特性も関係なく研磨されてしまいます。

そういった理由から、アンビルに適した形状として、テーブル面積が広く、よりキュレット面が真円に近く、アンビル専用のカットを施し、なおかつ結

晶の向きも考慮したものが、安定した実験をするために好まれるようになっていきました。最近では、ダイヤモンドアンビルのテーブル面側に円錐形状の加工を施したものも需要があります。この円錐部で加圧時の圧力を支えることにより、X線回折などにおいて、より広い開口角でデーターが取れるというメリットがあるからです。

3. ダイヤモンドアンビルの加工とその進歩

理想のダイヤモンドアンビルを供給するにあたって、最初に取り組んだのが、サイズ、面粗度、エッジ品質、平行精度の向上です。16面ファセットの形状そのものは容易に作れていましたが、均等な多面形状を確保しながらサイズ、面粗度、エッジ品質を同時に満足することは非常に難しいものでした。ダイヤモンド形状加工のノウハウは宝飾用を参考にし、ダイヤモンドの研磨加工については、いわゆる刃物加工の研磨技術を組み合わせたにすぎなかったからです。つまりブリリアントカットはそれほど精度よく研磨する必要性がなく、刃物加工は研磨痕の有無にこだわらないため、寸法精度も、面精度も納得いくものではありませんでした。そこで、アンビル加工用の治具を見直し、その部品1つ1つの精度にこだわって治具を製作しました。これによりファセット加工の寸法精度は格段に向上しました。

Fig. 3. (Color online) The shape of the diamond anvil and each part name.

Fig. 4. (Color online) The culet of the brilliant cut is uneven (Culet size: 0.6 mm).

3.1 ダイヤモンドアンビルの加工

ダイヤモンドは、ダイヤモンド以上の硬度を持つ物質はないので、ダイヤモンドで加工します。加工方法としては大きく2つ、固定砥粒による加工とスカイフによる加工が一般的です。前者は、ダイヤモンドホイールと呼ばれる、ダイヤモンドの粒子が結合剤で固定されているものです。スカイフによる加工というのは、スカイフと呼ばれる鋳鉄製円盤に油等と一緒にダイヤモンドパウダーをすり込んだものです。それぞれを高速回転させて加工します(Fig. 5)。ダイヤモンドアンビルの加工では、粗加工に固定砥粒のメタルボンドホイールなどを使うこともありますが、仕上げはスカイフ研磨で行います。その使い分けは加工速度と面精度との関係になります。メタルボンドホイールは、ダイヤモンドが一面に固定されているので、荷重もかけられ、たくさん削れるので、加工速度は速いのですが、その分どうしても面は粗くなってしまいます。一方でスカイフ研磨

Fig. 5. (Color online) Diamond polishing method: Scaife polishing.

は鉄の表面にできた無数の穴にダイヤモンドパウダーが油などで塗りこまれているだけで、強く押し付けられないので、加工速度は遅いですが、パウダーが細かい分、面がきれいに仕上がります。

ところがこのスカイフ研磨でも、ダイヤモンドアンビルのファセット面において、特にダブルベベルなどの1面の面積が小さいところになると研磨痕が目立つといった現象が起っていました。そこで鉄円盤の種類や、パウダーの定着方法など、様々な工夫を行い、こちらもクリアになっていきました[1]。またダイヤモンドの円錐加工というのは、単結晶ダイヤモンドでは、実は非常に難しい加工になります。その理由は、ダイヤモンドが立方晶系の結晶方位を持っているので、ダイヤモンドアンビルというと、(100)面がキュレット面にくるということは、このテーパ部分に(111)面の一番硬いとされる部分が4か所現れることになります。そのため、大げさに表現すると四角錐の形状になりやすくなります。そこで、加工のバランスが一番良くなる番手(固定砥粒の粒径サイズ)の砥石を用いて加工することにより、円錐形状が保てるよう、そしてなるべくきれいな面になるよう製作しています。多結晶ダイヤモンドはその点を気にしなくてすむので、この加工に適した素材といえるのではないのでしょうか。

最後にダイヤモンドアンビルの平行度を高めるべく新たな治具を設計し製作することで、テーブル面とキュレット面の平行度が 0.1° 未満の数値で提供できるようになりました。その流れから、ダイヤモンドアンビルセルも基準面からの加工精度を見直していき、合わせて使うことによって、平行調整機構のいらないダイヤモンドアンビルセルの製作にもつながりました(Fig. 1a)。

Fig. 6. (Color online) Processing procedure to a diamond anvil. a: Rough diamond, b: Sawing, c: Girdling.

3.2 レーザー加工機

ダイヤモンドアンビルを製作するには、まずダイヤモンド原石を半分にし、ガードル部分を丸くする加工をします(Fig. 6)。その後、前項で述べたスカイフ研磨でテーブル面を研磨して、基準面を作り、キュレット部、ファセット部の加工を行います。原石を半分にする工程はソーイングと呼ばれています。銅合金製の薄い円盤にダイヤモンドのパウダーをつけて回転させ、そこにマーキング(切断したい位置に印をつけること)をしたダイヤモンド原石がその位置で切れるよう押し当て時間をかけて切断します。ガードル部の加工は宝飾用のカットではブルーティングと呼ばれる、ダイヤモンド同士をこすり合わせて加工する手法もとられますが、シンテックではダイヤモンドホイールによる加工で1個ずつ時間をかけて削り出していました。ソーイングのメリットは切断しろが細いのでより原石を大きくとれることなのですが、ダイヤモンドを固定したヘッドの自重のみで加工していくので、マーキング通りに切れないことや、切断面が平坦にならないことも多く、後工程の加工が大変でした。ガードル部分の加工も角がとがっているため、一気に加工することができず、時間がかかりました。宝飾業界でも全部ではないですが、レーザー加工がそれらの加工に置き換わってきています。シンテックでも Fig. 7 のレーザー加工機を導入し、ダイヤモンドの(100)面でのソーイングを確実にし、ガードル加工の粗取りを行っています。また、今まで難しかった加工も手助けしてくれます。例えば、複雑な形状や、穴加工など加工の幅が広がっています。

Fig. 7. Laser processing machine (a) and the processing examples (b, c).

4. 天然ダイヤモンドとその仕入れについて

ダイヤモンドアンピルの研磨精度が向上して、加工数量が増えてくると、天然ダイヤモンド原石の入手が非常に困難になりました。試料測定に邪魔になるインクルージョンを含まないことや、極端に歪のあるダイヤモンドは、ダイヤモンドアンビルとしては適していません。天然の原石の場合、歪以外は原石のままでもある程度判別することができますが、選べるほどの原石が国内にはありませんでした。そういった観点から考えると人造ダイヤモンドは、安定して生産されており、アンビルとして適した素材の1つです。高温高圧力合成製法の単結晶ダイヤモンドで、アンビルとして適しているとされるⅡaタイプのダイヤモンド[2]は、高純度で光学特性も非常に優れたダイヤモンドですが、実験に常時使っていくには少し高価だということもあるようです。最近では、CVD製法の合成単結晶ダイヤモンドでのアンピルの製作も行っています。ダイヤモンドアンビルとして使える厚み(2 mm)が安定して合成できるようになった頃は、ブラウンの色味が強く試料が見えないという難点がありました。しかしながら現在では技術の進歩によって、その色を抜くことができるようになり無色透明に近くなりました。Ⅱaタイプに近い光学特性でもあり、ダイヤモンドアンビルとして使えるようになっています。しかしながら、天然の単結晶ダイヤモンドは、地中で長時間かけて成長しているので、個体差のばらつきはありますが、アンビルとして適した材質の1つだといえます。

Fig. 8. Diamond polishing factory of Thailand.

4.1 天然ダイヤモンド原石の仕入れ

ダイヤモンドアンビルを製作する上で欠かせないのが、天然ダイヤモンド原石の仕入れのルート確保です。ダイヤモンドルースや、工業用途として流通している、バイトや、ドレッサーなどに使われるダイヤモンド原石は、比較的容易に国内でも入手することができます。しかしながら、ダイヤモンドアンビルに適した、宝飾用ダイヤモンド原石は国内にはほとんど流通していません。そうなるに自然に海外から仕入れられないかという考えになりました。ダイヤモンド原石は、採掘から流通の段階に至るまで強力なシンジケートが構築され、世界中のダイヤモンドの供給量と流通量がコントロールされています。この原石を直接手に入れられるのは、サイトホルダーと呼ばれる、選ばれた会社のみです。その後、

Fig. 9. (Color online) Rough diamonds of 0.8 ct on average. a: For anvil, b: For industrial purpose.

ベルギーのアントワープの市場を経由して、そこからインドやタイなどに送られ宝飾用の研磨が施され (Fig. 8), またアントワープに戻ってきてルースとして世界各国に販売されていきます。シンテックでは、そのアントワープに足を運び、なんとか天然ダイヤモンド原石の入手ができないかと努力を重ねています。行くたびにいつも苦労の連続です。ダイヤモンドというと、華やかなで美しい世界を想像しますが、アントワープの取引現場はとてもシビアな世界です。

4.2 ダイヤモンドアンビル用の原石の選別

天然ダイヤモンド原石は、我々が見させてもらえる段階ではすでにサイズや品質がソーティング (分類) されたものが、パーセルと呼ばれる 1 包単位で市場に流通しています。1 つのパーセルに入っている量は様々です。宝飾用と工業用の原石は扱う業者が分かれているので、アンビルに適した原石は宝飾用を扱う業者からパーセルを探します。1 カラットは 0.2 g, ダイヤモンドアンビル用の原石は約 0.8 カラットのサイズのパーセルを探し出し、その中から選びます (Fig. 9a)。最初は蛍光の判定から行います。低蛍光の原石を選ぶために、大掛かりな装置を持ち込むわけにもいかないので、紫外線ランプを使って行います。ダイヤモンドは蛍光性のあるものが多く、ここで半分くらい選り分けられてしまいます (Fig. 10)。ここから、原石のインクレーション、傷の状況判断と、そしてダイヤモンドアンビルとして使えるサイズと形状でさらにセレクション (選別) していきます。残る原石の数は、パーセルの数パーセントになることがほとんどです。ここからが売り手との勝負になります。いくらなら売ってもらえるのか、交渉のスタートです。そもそもパーセル全部でないと売らない、ということも多く、セレクション販売が可能なパーセルを探すところから

Fig. 10. (Color online) Screenings of diamonds using ultraviolet light irradiation. Rejection of the luminous stones.

Fig. 11. (Color online) A polarizing microscope photograph of stress in diamond (Culet size: 0.45 mm).

が本当の交渉スタートなのかもしれません。これだけしか買わないのであれば売らないといわれることもしばしばあり、せっかく選んでも 0 になることはよくあります。原石の取引は、注文書などの書類はなく、お互いが取引に納得すると、その場で「マザール」と握手交わせば契約成立です。つまり即決が求められる取引です。後で失敗したなと思っても、後戻りはできない世界なので、慎重かつ冷静な判断をしなければなりません。

こうして苦労して選んできた原石でも、内部歪の状況 (Fig. 11) は研磨後でしかわかりません。こういった歪は、圧力をかけた時に、クラックの起点となりやすいと考えられるので、ダイヤモンドアンビルとしての性能を発揮することができない可能性があります。そのため製品にできないこともあり、原

石の仕入はリスクがあって、とても難しいです。

謝 辞

5. おわりに

ダイヤモンドアンビルによる研磨面精度の向上はダイヤモンド基板等においても応用され、新たな分野への活用にもつながっています。ダイヤモンドの加工は職人氣質の強い技術職ですが、自動機の利用や、若手の育成など、超高圧力実験を陰から支えるために、今後我々も課題を1つ1つクリアしていければと思っています。

本稿を執筆するに際し、このような機会の場を設けていただいた関係者の皆様に深く感謝いたします。

参考文献

- [1] 田中義孝：高圧力の科学と技術，**17**, 238 (2007)．
- [2] 角谷均，戸田直大，佐藤周一：高圧力の科学と技術，**9**, 255 (1999)．

[2018年1月4日受付，2018年3月1日受理]
© 2018 日本高圧力学会