「ガスケット」の話

—ダイヤモンドアンビルの基礎技術—

Gasket: the base of diamond anvil technique

八木 健彦

Takehiko Yagi

Selection and machining of a gasket is the base of diamond anvil technique. Mechanical property of the gasket material primarily affects to the thickness of the sample chamber. The way of selection and the machining of the gasket, as well as the compression technique of diamond anvil, are described.

ダイヤモンドアンビル装置のおかげで、高圧実験が多く研究者に身近なものになった。しかしまだテキストに類するものはなく、使用法をマスターするには、自分で試行錯誤を繰り返すか、経験者に教えてもらうしかないのが現状である。先号の竹村氏の記事にもあるように、この欄を利用して各グループで使われている使用法のノウハウを交換することは、ダイヤモンドアンビル装置の一層の普及に役立つことであろう。本稿では、私のグループで用いられているダイヤモンドアンビル装置の最も基本的な使用法、特にガスケットに関してご紹介したい。

ガスケットの材料

ガスケット材としては、適度の硬さと塑性変形のしやすさが要求される。ガスケットの力学的性質が最も影響するのは試料室の厚みである。Fig.1に示したのは我々が使っている厚み0.3 mmのステンレスガスケットを、あらかじめ0.18 mmまで予備加圧し、キュレットの直径が0.6 mmのアンビルで加圧した場合の、発生圧力とガスケットの厚みの変化を示したものである。この図から明らかなように、最初はかなり直線的に厚みが減少するが、ある限度を越すと急に変形が大きくなる。顕微鏡でアンビルに接したガスケットの様子を見てみると、この領域でガスケットが外側にどんどん流れ出して行くのが分かる。その流れ出しが止まると変形もごくわずかになり、その後は厚さもあまり変化しなくなる。材料の

初期厚みと力学特性により、大きな変形が開始する圧力Aと、最終厚みBが大きく変化する。

我々が通常使用しているガスケットは、米国規格のT-301 full hardened ステンレスに相当するもので、金材技研の松本武彦氏に入手して頂いた20 m巻きのものを切断して使用している。電気器具のコード巻き取り用リールのバネ材等に用いられるもので、たいへん弾性に富んだ硬いステンレスである。ほとんどの実験はこの材料で十分であるが、メスbauerや磁気測定を行うときは、磁氣的性質も問題となり、リン青銅やニッケル系の合金を使うこともある。

メガバール領域の実験にもこのガスケットが使われるが、厚さBをより大きくするには、バネ鋼などさらに硬い材料を使う手もある。しかしあまり硬す

Fig.1. Thickness of a stainless steel gasket under pressure.

ぎると、なめらかな塑性変形が起きずにある圧力で突然ガスケットに割れ目が入り飛び散ってしまう。金属材料では剃刀の刃のようなきわめて硬く脆い材料でなければこのようなことは起きないが、雲母やセラミックスではたいていこのようなことが起きる。逆にプラスチック類は柔らかすぎてずるずると変形し、Bが極端に薄くなってしまふ。導電性を持たない材料で適当な力学的性質を持ったものがあれば、電気抵抗測定用のガスケットとして大変有用になると思われるのだが、適当な材料をご存知の方はご教示頂ければ幸いである。

ガスケットの孔開け

10 GPa 程度までの圧力領域で使うならば、平らなガスケット材にそのまま孔を開けて使うのが簡単である。より高い圧力領域まで加圧する場合には、あらかじめ使用圧力の8割程度まで予備加圧をしてガスケットにアンビルの凹みをつけ、その中心に孔を開けて試料室とした方が安定して高圧を発生できる。

平らなガスケットを作るのは、薄い金属板にボール盤で小さな孔を開けるだけであるが、材料が硬いのと、孔径が小さいためきれいに仕上げるには多少の工夫がいる。まず10 mm × 150 mm 程度に切断したガスケット材に精密小型ボール盤で10 mm 間隔で孔を開ける。ハイスのドリルでも開けられないことはないが、超硬のドリルの方が正確に多数の孔を開けることができる。ガスケット材の下にベークライトなど適度な硬さを持ったものを敷いておくと、孔が貫通したときに刃を折りにくい。そのままではFig.2-aのようにバリがでているので、1000 番程度の細かい紙やすりで全面を研磨し、2-bのように表面を完全に平らにする。この状態では孔は、めく

Fig.2. Schematic view of the gasket during machining. 2-a: as drilled, 2-b: after polishing the surface, 2-c: finished.

れたバリや削りカスで完全に埋まっている。そこで孔と同じ太さのドリルをピンバイスにくわえ、実体顕微鏡で見ながら手で揉むようにして孔を開け直す。このとき使うドリルはハイスの方が粘りがあって折れにくい。そうするとまた表面に少しバリがでるの

で、紙やすりで磨き直す。この作業を数回繰り返すと、2-cのような全くバリのないきれいな孔の開いたガスケットができる。これを、そりがでないようシャーリングで10 mm 角程度に切断し、超音波洗浄器で洗って完全にゴミを取り除く。私のところでは100 個以上まとめて作り、適当な密封容器に保管しておき、必要に応じてピンセットで取りだし使用している。ダイヤモンドアンビルで扱う試料の量は実験機の上のゴミより小さいことも多く、このようにできる限りゴミをシャットアウトする工夫が重要となる。

加圧方法

厚いガスケットに試料と液体圧力媒体を詰めて加圧すると、はじめは試料室が縮んでいく (Fig.3-a, 3-b)。しかしさらに加圧すると逆に広がりをはじめ (Fig.3-c)、そのまま加圧を続けると広がりすぎて

Fig.3. Variation of the sample chamber with increasing pressure. 3-a: initial size, 3-b: reduced sample chamber at the beginning of compression, 3-c: enlarged and deformed chamber after large compression.

圧媒体が一気に外に流れ出してしまう。

Fig.4 は Fig.3-c の状態から回収したガスケットの写真で、もともと円形だった試料室が少し広がって、中心から少しずれた様子が見られる。この実験に用いたアンビルのキュレット面は八角形ではなく十六角形に成形されているため、ガスケットのくぼみはほぼ円形に近い。

また試料室は加圧過程だけでなく、減圧過程でも大きく広がることもある。Fig.5 に示した写真はその例で、Fig.5-a が約 30 GPa、Fig.5-b はそれを常圧に戻したときの様子である。写真の右下の部分を見ると、減圧過程で試料が大きく流れ出したことが分かる。試料は NaBr で、中心部に大きなルビーの結晶がある。この写真から分かるように、減圧過程では一般に摩擦力が弱まるためアンビルの周辺部が外側に流れ出し、昇圧過程よりも圧力勾配が急に

Fig.4. A gasket recovered from the state of Fig.3-c.

Fig.5-a.

Fig.5-b.

Fig.5. Deformation of a sample chamber during a decompression. The gasket has flowed to the lower right when the pressure has decreased from 30 GPa(5-a) to 0.1 MPa (5-b). Sample is NaBr and a ruby crystal is sitting in the center.

なって試料が一気に外側に流れ出すことも多く、注意が必要である。このように試料室が実験中に広がりすぎてしまうのを防ぐには試料室が少し広がりだした時点で一旦圧力を1気圧付近まで下げ、余分な圧媒体をアンビルとガスケットのすきまから外に逃がして再度加圧をする。するとまた試料室が縮み、1回目よりも高い圧力で広がり始める。これを何

回も繰り返すことにより、試料室の大きさをほとんど変えないで、超高压まで加圧することが可能になる。

しかしこの方法ではガスケットの変形が繰り返されるため、試料室の位置が中心からずれたり、形が崩れてしまうことが多く、10 GPa以上の発生には熟練を要する。そこでガスケットをあらかじめ予備加圧して十分変形させ、できた凹みの中心に孔を開ける方法が開発された。竹村氏はドリルで孔を開けているが、我々は通常YAGレーザーを用いている。シングルモードで出力12 WのレーザーにQスイッチを付け、ビームエキスパンダー、集光レンズなどからできた加工光学系を組み合わせることにより、直径30 μm 程度の孔まではきれいに開けることができる。Qスイッチを使わずにCWモードで使うと、熱変性がひどくなり、きれいな孔は開けられない。ビームの直径は10 μm 程度なので、ガスケットをX-Yステージで動かし任意の大きさに広げる。そのままでも使用可能だが、100 μm 以上の大きさの孔の場合は、ドリルの刃でさらって仕上げるよりもきれいな孔にすることができる。

レーザーを用いる方法は、凹みの中心に正確に孔あけできる利点があるが、大がかりな装置を必要とする。放電加工も使えるが、時間がかかりすぎるのが難点である。通常のドリルによる孔あけも、竹村氏のように治具を利用したり、実体顕微鏡を用いて2方向から位置合わせをするなど工夫すれば、かなりの精度で中心に孔をあけることが可能である。

正確に孔あけされたガスケットは、ダイヤモンドアンビルを用いた実験を成功させるための基本である。最近パンチを利用した微細孔あけ技術等も発達している。より安定した実験方法を確立するためには、そのような新しい技術を積極的に取り入れる試みも重要となってこよう。

〔1993年3月26日受理〕