

高圧高温処理による圧縮グラファイトの成長メカニズムの解明

～高圧高温下における X 線その場観察技術の開発～

工学研究科 電気物性工学専攻

◎M1 とくなが たくみ 徳永 匠、M2 きたづめ たかし 北詰 崇、教授 ほんだ しんいち 本多信一

キーワード

圧縮グラファイト, X 線回折法(XRD), その場観察, 高圧高温技術, 中性子照射, SPring-8

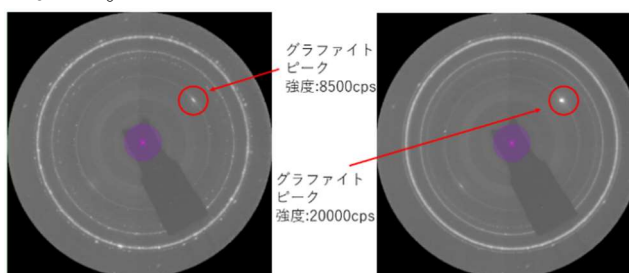


研究概要

グラファイトから圧縮グラファイトへの変換には、グラファイトへの中性子照射、高圧高温処理の重畳するプロセスを施す方法が報告されている。圧縮グラファイトは透明で絶縁性を示すことに加えて、ダイヤモンドに匹敵するほどの高硬度を有していることが知られている。そのため、新しい電気電子材料としてのポテンシャルを秘めている。しかし、圧縮グラファイトの成長メカニズムは未だに明らかにされていない。このような背景を踏まえ、X 線を用いて、高圧高温下でのグラファイトの構造変化のその場観察に関する研究を進めている。本研究では圧縮グラファイトの成長に向け、高圧高温処理時に使用するセルの作製を行った。このセルは、X 線を透過する必要があるため、ヒーターの材料として、 $\text{TiC} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ と $\text{TiB}_2 \cdot \text{hBN}$ の 2 種類を使用した。その 2 種類のヒーターについて、SPring-8 の BL04B1 にある高圧プレス装置を利用し、特性評価を行った。その結果を表 1 に示す。表 1 より、 1600°C 以下の温度では $\text{TiB}_2 \cdot \text{hBN}$ ヒーターが優れているが、 $1600^\circ\text{C} \sim 2000^\circ\text{C}$ の温度では $\text{TiC} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ヒーターを使用することで安定して加熱を行うことができる。また、グラファイトの高圧高温処理時の構造変化を観察するために X 線回折法(XRD)を利用した。さらに、XRD におけるグラファイトピーク強度の増加を目的とし、X 線の回折条件を満たしやすくするため、試料を揺動することを試みた。揺動前後の 2 次元 X 線回折パターンを図 1 に示す。図 1 より、試料を揺動することによりグラファイトピークの強度が増加することが明らかになった。

表 1 各ヒーターの特性

	$\text{TiB}_2 \cdot \text{hBN}$	$\text{TiC} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$
加工性	○	△
X 線透過性	○	△
耐熱温度	1600°C	2000°C



(a) 揺動なし (b) 揺動あり

図 1 揺動によるピーク強度変化

アピールポイント

従来、困難であった 2000°C までの高温領域の X 線その場観察が可能になった。また、試料を揺動することで、高圧を加えた際や、高温まで加熱した際にも高強度のグラファイトピークを検出できるようになり、構造解析が容易になった。本研究で開発した高圧高温領域における X 線その場観察技術を用いた圧縮グラファイトの成長メカニズムの解明が期待される。