

## 研究ノート（利用者の声）

### ダイヤモンド化学研磨のための高温真空研磨装置

地球科学系	末 野 重 穂
工作センター	京 藤 康 正
堀江設計	堀 江 秀 雄

#### 『なぜ新しいダイヤモンド研磨技術が必要か』

ダイヤモンドはマントル深部から地上にもたらされた鉱物で、地球深部についての情報をもたらしてくれる重要な物質の情報源である。ダイヤモンドから情報を引き出すためには次のようなことが行われる。①ダイヤモンドには複雑な内部構造があり、その研究はルミネッセンスなどの光学的手法により行われている。それらの研究からダイヤモンド内部構造は成長時の温度圧力変化や生成母体である融体（マグマなど）の変化等による異なる環境での成長過程に起因していることが明らかになり、ダイヤモンドが成長・溶解などの複雑な成長履歴を経てきたことが証明された。②ダイヤモンド中にはしばしば成長過程で取り込んだ珪酸塩鉱物（カンラン石、ザクロ石など）、酸化物鉱物（スピネルなど）等の包有物が見出される。それらの包有物に対してダイヤモンドは理想的なカプセルとして働き、ダイヤモンドの周囲の環境変化があった場合にも包有鉱物が化学的変成を起こすことを完全に防御してきた。従って、包有物はそれが包有された時のダイヤモンドの環境を推定する理想的な資料である。

あるダイヤモンドの中には数個のしかも多種類の鉱物が含有される場合もある。それらの異なる種類の包有物（例えばカンラン石と輝石）がほぼ同時期に生成され包有された場合は、両者の組成分布を解析することによりダイヤモンドの生成温度圧力などを知ることができる。時には、1個のダイヤモンド中にまったく異なる生成環境または異なる成長段階で取り込まれたと思われる複数の包有物が見出されることもある。最近末野と王は、中国産の1個のダイヤモンドを高温炉中で焼却して、その中から十数個の包有物を取り出した。それらの包有物鉱物の組成を分析した結果、その内の1個の包有物は、地球の遷移層（410-670km：16, 5GPa以上）以深でのみ生成されると推定される鉱物（Napxと名付けた）であるにもかかわらず、他の十個の包有鉱物は深さ150-200km（5-6GPa）程度の比較的浅部で形成されたものであることが判った。これらの情報からこのダイヤモンドは、遷移層以深で成長中にNaPxを取り込み、その後地球深部からの上昇流に乗って浅部に移動して他の鉱物を包有しながら再成長したと推論された。

残念ながら、このダイヤモンドは全体を焼却して包有物のみを取り出したので、ダイヤモンド内部に見られたであろう興味ある構造も、その中における各々の包有物同士の相対的位置関係の情報も消滅してしまっている。もしダイヤモンド中での包有物の空間分布をダイヤモンド中の内部構造を対応させて相補的・相対的に研究することが可能になれば、地球の過去の深部構造の生成と進化などに関する様々な事柄をダイヤモンド試料からの情報によってより確定的に判断することが可能となる。

現在のところ、これらの貴重な情報はダイヤモンドからの研磨の困難さから失われることが多い。現

在行われている包有物回収の一般的手法は、(1) ダイヤモンドを機械的に破壊して、その破片の中から拾い出すか、(2) ダイヤモンドを高温炉で800℃程度燃やし、その残渣を使用する方法が一般的である。しかし、何れの方法もダイヤモンドの内部構造そのものを破壊してしまう。他の方法として、(3) ダイヤモンド試料を各包有物や内部構造が露出するまでゆっくりと確実に研磨して、試料表面に内部構造や包有物を露出させ、それについて研究を行うことが理想であるが、多くのダイヤモンド試料の包有物を一つ一つを研磨・露出させて研究することは、現在の三千回転もの高速で回転する研磨板でダイヤモンドを研磨する方法を用いる限りは不可能に近い。天然ダイヤモンドを基盤とした地球深部環境の研究の発展は、ダイヤモンドの試料作成の技術の向上にかかっているといえる。

#### 「ダイヤモンドの化学研磨法について」

末野は平成7年8月にRussia国Novosibirskで開催された国際キンバーライト会議に出席した。Novosibirskはロシアのダイヤモンド研究のセンターの一つである。会議の半ばに、参加者はそのような研究所の一つであるDesign and Technological Institute of Monocrystalsを見学させてもらったが、その研究室一つに所長のAnatoly I. Cheprov博士が最近開発したというダイヤモンド化学切削機と称する機器が公開された。その切削法の原理は、ダイヤモンドが、800℃以上の高温環境ではFeと化学反応を起こすという点を利用しているもので、Feを被覆した50～100μm径のタングステンの細線を真空中で800℃に加熱したダイヤモンド試料上で50～70cm/minの速度で移動させることにより化学反応を起こさせ、比較的短時間で数mmのダイヤモンドを切断することができるとのことであった。残念ながら、Cheprov博士の切削機器はロシア国外に輸出することが禁じられているため、本研究で同原理に基づき、我々が独自に開発する以外に日本で実用化の方法はない。同博士はこの切削法をダイヤモンドの工業的及び医科学的応用(例えば、眼科用ダイヤモンドメスの作成)に利用しているが、末野は地球科学的分野への応用を目指すことを考えた。なおCheprov博士は、同じ原理により、800℃に加熱したFe円盤を真空中で回転させてダイヤモンドを研磨する方法も開発している。この研磨法は我々が通常使用している鑄鉄製円盤を一分間に数千回転させて研磨する手法より遙かに合理的で優れている。Cheprov博士の方法では、研磨中にダイヤモンドと包有物の温度があまり上昇しないので包有物の変化を押さえることがで、スライスしたダイヤモンド表面に包有物を露出させるのに最適である。

#### 「ダイヤモンドの化学研磨の過去の研究」

ダイヤモンドの化学研磨試作に先立ち、このようなアイディアによるダイヤモンド化学研磨の研究が過去に為されていないかを調べたところ、1989年に東工大の吉川昌範教授がCVDダイヤモンド薄膜の研磨を試作されていたことが文献(1)から判明した。吉川教授の研磨機は固定した金属板を下部から加熱して、その上に被研磨試料を貼り付けたホルダーを置いて遊星歯車機構でゆっくりと移動させる方式であった。同教授による1993年の報告(2)では、研磨板の金属種類、研磨板温度、研磨圧力、加工物移動速度、研磨雰囲気、雰囲気圧力などを変化させた場合の研磨への影響と化学研磨のモデルが詳述されている。結果として、研磨板には鉄を使用し、真空中で750℃以上で研磨が一番早く進行することが報告されている。この報告では空気中での研磨は実験されておらず、また研磨板に使用した鉄の種類についての記述もない。

## 『ダイヤモンドの化学研磨機製作』

ダイヤモンドの化学研磨装置試作および同機を応用してのダイヤモンド内部組織の研究を行うため、末野は平成9年度に基盤研究B(1)文部省科学研究費『ダイヤモンド内部組織と包有物の相対的解析研究』を申請した。この申請は幸いにも採用され、末野は早速に著者の一人である京藤に製作の協力を依頼し、試作を開始した。ただし、Cheprov博士による800℃加熱したダイヤモンド上にFe被覆のタングステン細線を接触移動させるダイヤモンド化学切削法は、末野が収束レーザービーム(波長:0.255 Å)をダイヤモンド試料上に照射して蒸発・掘削させる手法による切削に成功したので、本研究では専ら化学研磨装置試作のみに集中した。

本研究において試作する高温真空研磨装置の設計の概要は次の通りとした。

- (1) 研磨方式は従来の研磨機と同様の研磨金属板(120Φ,t3)の回転方式とする。
- (2) 研磨板の回転速度と、研磨加工圧は可変とする。
- (3) 試料は従来のダイヤモンド研磨機に使用されるdop(宝石切削・研磨用の保持道具)により保持する。
- (4) 加熱は研磨板の直下部に固定したニクロム線(または白金線)ヒーターによる。
- (5) ダイヤモンドの研磨状況を随時検査するために、dopをもち上げて検査用の観察窓に近づけて、観察窓の下部に設置した鏡に試料を写してdopに取り付けたダイヤモンド試料の研磨表面を研磨槽外部から観察するという機構を取り込む。
- (6) 研磨板の温度は900℃まで昇温が可能とし、研磨槽内が雰囲気制御または真空(0.001Torr)が可能であるようにする。

以上の条件を実現するための設計は著者の一人である堀江が担当した。本装置の重要部品である試料保持用のdopは、無機材質研究所所有の従来型ダイヤモンド研磨機に取り付けられているRICO Tool's N.V.(ベルギー)製メカニカルポリッシングドップを採用することにした。このdopの特徴は直径1-2mmの小試料をも確実に自由な方向で保持することが可能な点である。

基本的な設計は次の通りである。

- (1) 真空チャンバー: SUS304二重円筒構造、ウォータージャケットによる強制水冷方式、真空排気ポート、ヒーターおよび熱電対端子ポート、ガス注入ポート、観測用窓を周囲に備える。
- (2) 研磨板回転テーブル: 研磨板をセラミックで挟み断熱構造をとりつつ主軸の回転を研磨板に伝える。
- (3) 主軸: SUS304二重管水冷構造、Oリングシール構造(ウイソシール)。
- (4) 試料保持機構: RICO TOOL'S N.V.-Mechanical polishing dop(D-106)。
- (5) 研磨荷重調整機構: バランスウェイトによる零バランス調整と錘(10gr)による荷重調整。
- (6) 観測窓: Φ100耐熱ガラス(1000℃)構造。
- (7) 観測用ミラー: 観測窓内側に位置し研磨中の試料を移動させ、真空を大気開放する事無くチャンバー内にある試料の研磨状態を観測。
- (8) 主軸回転用モーター: スピードコントロールモーター(0~60rpm)。
- (9) 操作盤: 真空圧、加熱温度、冷却水有無などの指示、主軸回転の可変つまみ、各種異常警告表示、他。

(10) その他：架台、真空ポンプ（ロータリーポンプ、別置き）。

(11) 装置概寸：横700mm×奥700mm×高さ1250mm。

設計上最も頭を悩ました点は、高真空（0.001Torr）下で高温加熱（900℃）、しかも研磨板を回転させるという条件のための技術的な問題である。

まず、真空環境を得るための容器（チャンバー）の中で物を加熱し、しかも回転させようとするとき容器の構造は一挙に複雑な様相を呈する。真空圧を達成させるために容器は気密構造を取るが、この密閉構造の中で研磨板を900℃に加熱させるためにニクロム線を赤熱させればものの10分程度でチャンバーは触れなくなるほど温度が上がってしまう。従って、容器自体と回転研磨板を支持する主軸自体にも冷却構造を持たせ事が必須条件となってくる。そこで、チャンバーに付いては規格のステンレス管の溶接二重構造としてウォータージャケット構造を造り、水道水を循環させる構造で水冷とした。主軸の冷却に関しては、主軸の内部を空洞として内部に更に細い管を主軸先端近くまで入れる二重構造とし、ここに主軸下端より十分な水道水を送り込むことにより、軸の上部では900℃の高温にさらされても軸自体は十数度の水により常温を保てる構造にした。

この事は、主軸自体を真空チャンバーと外気との間で気密遮断する為のゴム製Oリングシールに対しても、その寿命を保証する為の絶対必要な温度条件を与えている。ちなみに水導入機なるものは固定の形では真空機器メーカーのカatalogに掲載されている例はあるが、回転導入機自体に冷却構造を、しかも安価な単純構造で実現させている例は見ないものである。

加熱源のニクロム線に付いてはニクロム線自体の発熱温度上限に近い1000℃にも発熱させて使用することが要求される。その目的のために研磨板直下の小スペースに高温発熱源を安定して納め込む為の構造、特にセラミック製のヒーター台の製作には京藤が自らヒーター部分の設計と製作を引き受けて、耐火セメントを用いてニクロム線コイルを収めるためのセラミック部品を作成し、ニクロム線を組み込んでヒーター部を完成させた。

研磨する鉱物試料を任意の姿勢で保持し、しかも非常に軽い荷物で加圧加工が出来るように研磨板の上に搭載・離脱することと、試料を観察のため観察窓に移動させることを外部からメカニカルに行うことは真空、高温下では厳しい条件であった。ダイヤモンド試料の支持の方法に関しては宝石用ダイヤモンドの研磨用の治具として多くの種類が市販されているので、これを流用した。問題は研磨時の加圧量が最小10grと小さいためこれを得る為の工夫が構造上必要であった。本研磨機の場合は、加圧に際しては高温下ではバネや磁気などの力が使えないので頼りに出来るのは重量だけとなり、治具や支持金具の合計で300grにもなるdopその他の器具をカウンターバランスで零バランスを取り、カウンターウェイトから10grずつ単位錘を外す事で相対的に試料に加圧する方法を採用した。又、研磨加工途中でダイヤモンド試料の研磨面を大気開放する事無く観測できる様チャンバー内部に反射鏡を設けた。これにより、研磨面を加工途中でチャンバー内で確認しながら加工を進める事が可能である。

第一次の装置が完成したのは平成10年6月であったが、試運転の結果、dopの上下がスムーズでない点、研磨槽内に雰囲気導入すると電源が切れる点などの欠点が見つかり、第2次の手直しを行った。第2次の装置が完成したのは11月であり、試運転では750℃まで上昇しても槽内の真空を5Paに保つことができた。dopの移動もスムーズであった。ほぼ1年掛かりの設計と製作であったが、ようやく目的に

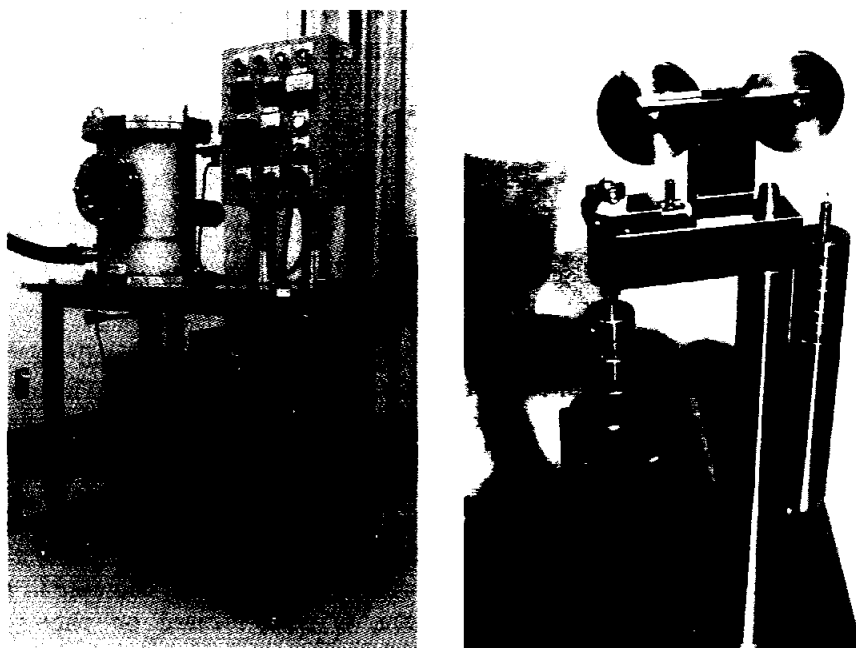
近い装置を完全にさせることが出来た（第一図）。

現在、ダイヤモンド試料を実施に研磨するための、予備実験を行っているがダイヤモンドは熱の良導体であるため、dopとそれを保持する器具類が100℃以上の温度になるらしく、一度加熱すると動きが固くなるなどの欠点が見つかっている。また研磨板には、純鉄を試用しているが、純鉄はさびやすく常に真空中に保存する必要がある。

ダイヤモンドの研磨自体は実験中であるが、6面体のダイヤモンドの〔100〕面の一部を研磨することに成功している。ちなみに、ダイヤモンドでは〔100〕面が一番軟らかく、次に〔110〕面、そして〔111〕面が一番硬い。今後は機器の更なる改良とともにダイヤモンド各面の研磨実験を継続し、この研磨のための温度や研磨板材料などの最適条件を探索する。

#### 『参考文献』

- （1）楊政峰、戸倉和、吉川昌範（1989）熱化学反応を利用した膜状ダイヤモンド研磨機の試作および性能。精密工学会、55、77-80。
- （2）吉川昌範（1993）ラッピング ポリシングの基礎と応用（第13回）1、ダイヤモンド膜の熱化学研磨。機械と工具、1993-5、89-94。



〔第一図〕 完成した高温真空研磨装置