

12. Co を無電解メッキしたダイヤモンド粒子の
高温高压焼結実験

茂 智 雄

Co を用いてダイヤモンド粉末の焼結を行うのに、従来2通りの方法が実施されてきた。第1の方法は、Co の粉末とダイヤモンド粉末を混合した物を焼結させる方法（混合法）で、第2の方法はWC-Co合金に接してダイヤモンド粉末を置き、高温高压下でWC合金からCoをダイヤモンド粉末間に溶浸させる方法（溶浸法）である。混合法ではCo量の調節が容易で大型化が期待できるが、ダイヤモンド粉末とCo粉末が均一に混ざらないとか、Coのプールができやすいなどの問題があり良質な焼結体を得られていない。一方、溶浸法では均質で高硬度の焼結体を得られるが、Coの溶浸距離が短いために大型化は難しい。そこで、Coを薄くまんべんなくダイヤモンド粒子にメッキした物を用いて焼結させれば大きくて均質で高硬度の焼結体を得られると考えられる。また、Co量の調節も容易なのでCoも著しく少なくできると思われる。しかし絶縁体のダイヤモンドに電気メッキするのが不可能なので無電解メッキを考えた。通常の無電解メッキでは還元剤に含まれているリンがダイヤモンド粉末に残り、焼結時に炭化物を作り焼結しないので、リンを用いない特別の無電解メッキを施した。

今回、15000tプレスを用いた6-8加圧方式でCo濃度が10, 5, 3, 1wt%の4種類のダイヤモンド粉末（粒径が40 μm 程度と12~25 μm の2種類を7:3の体積比で混合）について7~8GPa、1600~2000 $^{\circ}\text{C}$ 、10minの条件で焼結実験をおこなった。

その結果、10wt%は全条件下で焼結し、5wt%は7GPa下では1860 $^{\circ}\text{C}$ 以上で、8GPa下で1600 $^{\circ}\text{C}$ 以上で焼結した。3wt%と1wt%は8GPa、1860 $^{\circ}\text{C}$ 以上の温度で焼結した。これらより、メッキ法でもCo量が少いほど高い圧力、温度が焼結に必要なことがわかった。

ヌーブ硬度測定結果より、圧力、温度が高い程高硬度になるが、ある条件以上になると限界があると思われる。また、Co量が減るほど硬度が高くなると思われたが、5wt%が一番硬く8400 kg/mm^2 （ダイヤモンド単体では9000 kg/mm^2 ）であった。さらに5wt%で9GPa、1860 $^{\circ}\text{C}$ の焼結体は8GPaでの物よりヌーブ硬度が僅かに上がっただけであった。

研磨面のSEM, EPMA観察より、8GPaの10wt%, 5wt%についてダイヤモンド粒間にCoが存在するがプールはなく、また、粒間も狭く、ち密に焼結している様子がうかがえ、粒子の異常成長もみられなかった。1wt%は、所々粒子が脱落しており1860 $^{\circ}\text{C}$ と2000 $^{\circ}\text{C}$ の差がみられなかった。

比較実験として、混合法で5wt%の焼結体を8GPa、1600 $^{\circ}\text{C}$ 、10minの条件

で合成したが、回収時に2つに折れ、研磨しても、よく研磨できる所とできない所、粒子の脱落などがあり均質とはいえず、これと比較して無電解メッキ法が低C_o含有高硬度の大型焼結体合成に有用であることがわかった。

13. 重い電子系の超伝導体UPt₃及びY系高温超伝導体のNMRによる研究

柴井宏文

1. 重い電子系の超伝導体UPt₃のNMR

UPt₃の超伝導状態及び常伝導状態を調べるためNMRによって、Ptのスピ格子緩和時間 T_1 とナイトシフト K の測定を行なった。その結果UPt₃では異方的超伝導エネルギーギャップをもった三重項(P波)の超伝導が起こっている可能性があることがわかった。

2. REBa₂Cu₃O_{7-y}のNQR (RE=Gd or Sm)

YBa₂Cu₃O_{7-y}のYサイトをrare earthでおきかえ酸素量の異なる T_c が90K級, 60K級, 0K級の試料を使って20MHz付近のNQRスペクトルと30MHz付近のスペクトルがどのサイトのCuからのものかをスピ格子緩和率 $R(=\frac{1}{T_1})$ を測定することによって決定した。その結果20MHz付近のスペクトルは酸素量にかかわらずCu(1)からのもので、30MHz付近のスペクトルは酸素をぬいていくとCu(2)の信号にCu(1)の信号が混ざってゆき、さらに酸素をぬくとCu(1)からの信号だけになるということがわかった。

3. YBa₂[Cu_{1-x}M_x]₃O_{7-y} ($y \approx 0$)のNQR (M=Co or Fe)

YBa₂Cu₃O_{7-y}のCuサイトに磁性を持っているCo及びFeをドーブした試料においてCuのスピ格子緩和率 $R(=\frac{1}{T_1})$ を測定した。結果よりCoはCu(1)のサイトだけに入り、Cu(2)には入らず、FeはCu(1)にもCu(2)にも入るとことがわかった。

4. YBa₂[Cu_{1-x}Zn_x]₃O_{7-y} ($y \approx 0$)のNQR

YBa₂Cu₃O_{7-y}のCuサイトにZnを入れ T_c を下げた試料を使って、Cuのスピ格子緩和率 $R(=\frac{1}{T_1})$ を測定した。

緩和率測定の結果より常伝導状態においてKorringa則 $R(=\frac{1}{T_1}) \propto T$ が成り立つことがわかった。