The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	高圧実験のための液体寒剤充填装置
Author(s)	Chi, Zhenhua; 加賀山, 朋子
Citation	大阪大学低温センターだより. 2012, 159, p. 15-17
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/23329
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

高圧実験のための液体寒剤充填装置

極限量子科学研究センター　†加賀山朋子　（内線6677）
CHI Zhenhua　（内線6680）
† E-mail: kagayama@cqst.osaka-u.ac.jp

1　はじめに

P. W. Bridgmanが「高圧物理学」の業績でノーベル物理学賞を受賞してから今年で**65**年、圧力が関わる物性研究は大きく発展し、今ではひとたび新物質が発見されたり良質な試料が育成されたりすれば「冷やしてみる」「磁場をかけてみる」と同じくらい「圧（お）してみる」というのが当たり前のようになされるようになってきた。超高圧を極める、高圧力下で特殊な物性測定をする、といった先端をひた走る技術が開発される一方で、職人技や超人的な努力が無くても使える装置の普及や共同利用のシステム整備などが裾野を広げており、多岐にわたった分野において高圧をツールとする研究がおこなわれている。

最近われわれのグループでは金属水素化物の物性研究に取り組んでいる。燃料電池などへの応用が期待される水素貯蔵材料としての興味はもちろんのこと、水素が高密度に存在する状態の基礎物理におおきな関心がある。たとえば**BCS**理論の範疇で説明される超伝導体のT_cはペアリングを媒介する格子振動の振動数に比例するため、引力の大きさを保ったまま振動数を大きくできる軽元素は高温超伝導が期待できる。最も原子番号の小さい水素の超伝導状態は**400**万気圧もの超高圧下において発現すると予想されており、これはいわば“高圧物理屋の究極の夢”ともいえるテーマである。それには、極限の超高圧実験に真正面から挑むといういばらの道の一方で、金属格子中に水素を多く取り込んだ金属水素化物を通して高密度水素を知るという別のアプローチもあるというわけである。いずれの道を行くにせよ、水素を封入して高密度に圧縮する手段が必要であり、我々はダイヤモンドアンビルセル（**Diamond Anvil Cell, DAC**）の小さな試料空間に冷却して液化した水素を封入し試料空間の圧力をモニターしながら加圧できるシステムを開発した。当初の開発の目的は上述のとおり高密度水素の物性研究であるが、封入するガスとして他の選択をすることももちろん可能である。たとえば、**DAC**に被測定試料とともに液化ヘリウムを封入した場合、それは静水圧性の高い圧力伝達媒体としてはたらき、質の良いデータをとることを可能にする。

2　装置の概要

我々はこれまでにも**DAC**と冷凍機の組み合わせで高圧力下の物性測定をしてきたが、液化ガス

の封入を可能とするために新しくシステムに要求された機能は主に次の **3** 点であった。水素の狭い液化温度範囲に安定して温度をコントロールできること、冷凍機に**DAC**をセットした状態で外部からダイヤモンドアンビルの隙間を開ける操作ができること、試料空間の圧力を精密にモニターしながら外部からコントロールできること、である。図 **1** はシステムの全体写真である。中央は底部に設置した**DAC**に液化したガスを導入するための冷凍機であり、その上にダイヤモンドアンビルを締め込むためのギアボックス、下に試料空間の圧力をルビー蛍光法でモニターするための光学系がある。向かって左に冷凍機の運転に使用するコンプレッサーと真空ポンプが設置してあり、右手はガスボンベと分光器や温度コントローラ等である。

図 **1**　**Photograph of the cryogenic loading system.**

システム全体の概略図を図 **2** に示す。

DACは、被測定試料や圧力モニター用のルビー小片、また必要に応じて物性測定用の電極等がセットされた状態で冷凍機の底部に置かれる。このとき、**DAC**近傍で安定してガスを液化状態にコントロールできるよう温度計が取り付けられ、また、ダイヤモンドアンビルの開閉操作用のスライドチューブ及び加圧操作用のギアボックスと連結される。冷凍機底の光学窓より**DAC**試料空間内のルビーをレーザで励起しその蛍光を顕微分光するための位置合わせ等、いくつかの調製やチェックを終えたら冷凍機内を真空排気し、ダイヤモンドアンビル間の隙間を開ける。もし、**DAC**内に高密度水素とともに封入したい試料が大気にさらしてもよい性質のものであった場合はここの順番は違ってもかまわない。次に冷凍機を運転しバッファとしてのガスバックをとおしてガスを導入し液化ガスを溜めていく。ルビー測光用の顕微鏡画像（図 **2** の**v**）で試料空間に液化ガスが入っているかどうかを判別することは難しいが液面の高さは冷凍機の側面の窓から見ることができる。じゅうぶんに試料空間より上部まで液面が達したらアンビル間を閉じ、ルビー蛍光法で圧力をモニターしながら加圧していく。目的の圧力に到達した後に圧力のコントロールをしながら温度を室温まで戻す。**DAC**内に封入されたごくわずかな量の液化ガス以外は気体に戻り、必要であればそれを回収して次回の封入に再利用できる。特に、高価な重水素を使う場合には重要である。以上の各ステップでの**DAC**試料空間近傍の様子を示したのが図 **3** である。

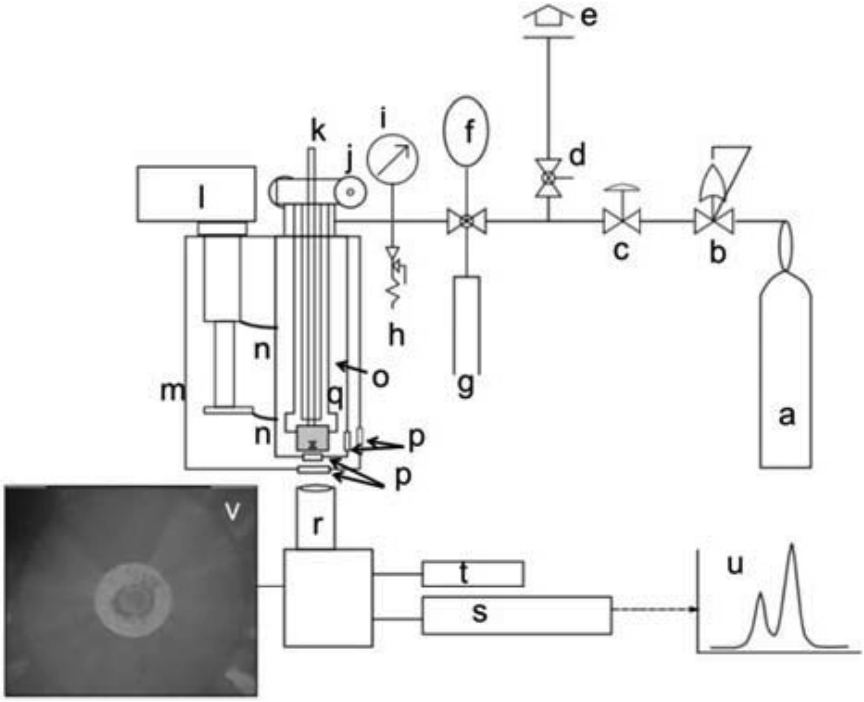
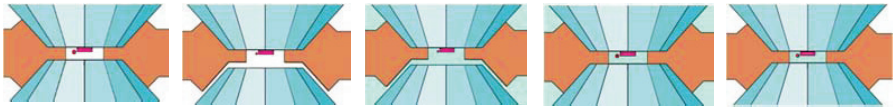


図 2　Schematic diagram of the whole system; a: H_2 gas bottle, b: regulator, c: gas-flow control valve, d: valve, e: packaged vacuum pump, f: a balloon which is used to count introduced gas amount, g: exhaust tube for excessive H_2 gas, h: relief valve, i: pres-sure gauge, j: gearbox system, k: sliding tube, l: closed cycle refrigerator, m: cryostat, n: bundles of metal wires, o: liquid H_2/D_2 reservoir, p: optical windows, q: DAC holder, r: microscope and camera system, s: spectrometer, t: laser, u: ruby fluorescence output, v: photo image outputted on a monitor, w: inner tube, x: DAC body, y: DAC piston, z: driving nut.



(a)　(b)　(c)　(d)　(e)

図 3　Schematic illustration of the loading process.（a）The DAC is installed into the liquid reservoir.（b）The sample chamber is opened and the DAC is cooled down to below the boiling point of $H(D)_2$ gas.（c）The liquid level is increased to above the sample chamber.（d）The liquid is sealed in the sample chamber.（e）The DAC is warmed up to room temperature.

3．おわりに

こうしてダイヤモンドアンビルセル（DAC）に液化ガスを封入することが簡単におこなえるようになった。超高圧実験を目的とし室温下でガスを数千気圧まで圧縮して封入するシステムは、じつのところ国内でも数ヶ所の研究施設において稼働してはいるが、法令（高圧ガス保安法）に準じた取り扱いはかなりたいへんであり、特に水素となると大学の一研究グループで維持することはほぼ不可能である。こうして低温で液化する手段をとることで、部位ごとの熱膨張収縮量差によるクラック発生などの心配が場合によっては生じるとしても、いつでも簡単に使えることはなににも代えがたい大きなメリットである。

現在ほぼ同等な装置が 2 台稼働、水素だけでなくヘリウムやアルゴンを封入して高い静水圧条件下での精密な物性測定にも使用できるようになっており、学内外のグループとの共同研究も順調に進んでいるところである。