



| | |
|--------------|---|
| Title | 光学測定用クライオスタット II |
| Author(s) | 中島, 信一; 堀, 秀信 |
| Citation | 大阪大学低温センターだより. 1982, 40, p. 11-14 |
| Version Type | VoR |
| URL | https://hdl.handle.net/11094/5825 |
| rights | |
| Note | |

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

光学測定用クライオスタット II

工学部 中 島 信 一 (吹田 4668)

理学部 堀 秀 信 (豊中 4157)

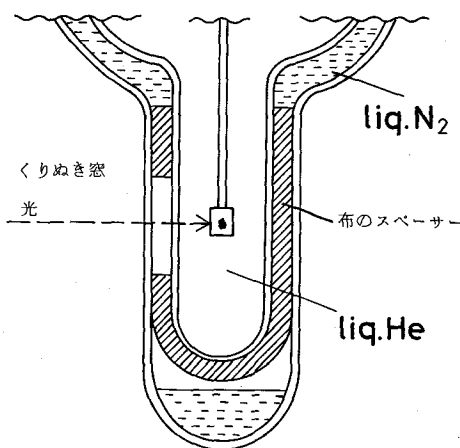
可視域光学測定用ガラスクライオスタット (中島)

窒素の泡取り

編集委員の方より、私達の使用しているクライオスタットについて書く様に依頼されました。このクライオスタットの原形は東大物性研のコピーで私達のオリジナルではなく、私達がこのクライオスタットを作った理由は製作費が非常に安くヘリウム消費量がわずかで済むと言う貧乏人的発想からなのでと最初書くのをためらっておりました。しかし編集委員から、現在とかく大型で高価な装置を使い実験に目をうばわれがちだけれど、実験屋としてはとぼしい予算で有効に使える装置を作る努力をする事も大切で、このクライオスタットは良い例だと、おだて(?)とはげましに乗ってこのノートを書く次第です。

試料液浸型のガラスクライオスタットで光学測定の際雑音の一番の原因となるのが液体窒素の泡立ですが、これを取除くために私達がどの様にしているかを述べます。私達の使っているクライオスタットの窓の部分の構造は第1図のようになっており、窓の形状を少し変えるだけで可視域のフォトルミネセンス、ラマン散乱、吸収、反射等の測定に用いる事ができます。

窒素デューワーの内壁とヘリウムデューワーの外壁との間に布で作ったスペーサーを入れており、このスペーサーには光が通過する窓として適当な大きさの切り抜き穴をあけています。この窓の内部や下部で発生した N_2 の気泡はこの切り抜き窓の部分にたまり自分自身の圧力で周囲から液体窒素が入ってくるのを防ぎます。スペーサーはランシャの様な厚めの布地を数回巻いて円筒を作りこの円筒の一端を縫い合わせてキャップの様にしてヘリウムデューワーの先端にかぶせています。このスペーサーがゆるい場合には液体窒素が窓の中に侵入してきますし、かたすぎるとデューワーを破損する恐れがありますので2,3回テストをして最適な厚さを決めると良いでしょう。私達の所ではスペーサーの長さが10 cm程度で窓の大きさは4 cm × 3.5 cm としています。布地の長さが長い場合には窓がもっと大きくても良く又数箇所あける事も可能だと思います。次に問題になるのは窓の曇りです。私達は霜が窓について悩まされる事が時々あります。この



第1図 光学測定用ガラスクライオスタットの泡取用窓の構造

霜の防止法として実験前に毎回クライオスタットをアセトンとアルコールで洗った後ドライヤーで乾燥し、スペーサーもドライヤーで完全に乾燥させています。

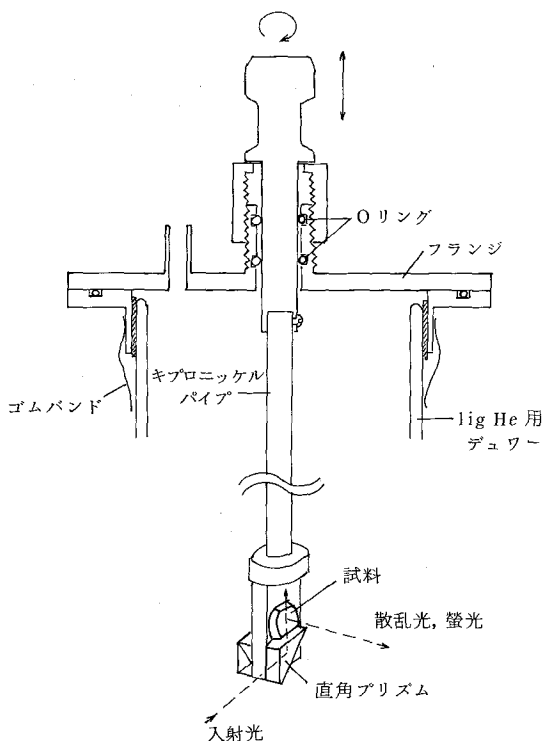
第2図に試料ホルダーの部分とクライオスタット上部のフランジの部分を示します。サンプルホルダーはキプロニッケルパイプによってフランジからつり下げられていて、外部から上下方向の移動、回転がスムーズに行なえる様になっています。

御承知の様に分光器のスリットは一般に鉛直方向に平行になっています(例外はJobin Iyon社の分光器)。ラマン散乱や蛍光を、励起光に対して透明な物質で測定する場合には信号量をかせぐため、励起光が試料中を鉛直方向に通過する様にしてやる必要があります。最初私達はクライオスタットに水平方向から入射する光を金属ミラー又はガラスに金属を蒸着したミラーを用いて直角に曲げる事を試みましたが、これは見事に失敗しました。反射ミラーに上から降ってくる霜が附着したりして、ミラーが実験をする前に既に曇ってしまからです。そこで金属ミラーの代りにガラス製の小さい直角プリズムを使い第2図に示した様にプリズムの上面に試料を接触させてマウントしました。するとプリズムにはほとんど曇らず、仮に霜が上部にたまっても光路は妨害されません。さらに試料の下面よりHeの気泡が発生しなくなると言う一石二鳥の効果がありました。私達のホルダーでは寸法の関係で現在はラマン散乱測定に際して試料が2個しか取付けられませんが、適当な寸法のプリズムを選べば少なくとも4個は同時に取付けられます。

クライオスタットの予冷は、先ずきれいな液体窒素をヘリウムデュワーに満たした後しばらくしてこれを取り除き、試料をマウントして排気し窒素デュワーに液体窒素を入れます。この予冷準備時間は30分程ですみます。液体ヘリウムの保持時間は1ℓで約15~20時間とかなり長く、このクライオスタットを私達の研究室で十年近くも使っています。

〔附 記〕

以上光学測定用クライオスタットについて述べましたが、この窒素の突沸的な泡立は低温でのESR測定の際にも雑音の原因になると言う事で布製スペーサーを用いてこの突沸を防いでいると言う話を聞いています。



第2図 第1図のクライオスタットの試料ホルダーと、フランジ部分のスケッチ。各部分の寸法は現物を縮尺したものと異なっている。

光学ファイバーを使用した分光測定（堀）

最近光学ファイバーの開発が進み、色々の分野、たとえば光通信、胃カメラ、光学測定等で使われるようになった。光学ファイバーは直径数十ミクロンの繊維で、その断面の外側（クラッド）と中心部（コア）と屈折率を変えて光を全反射させながら伝送する構造になっている。それは又電気信号伝送用のケーブルと同じように、曲がりやすく手軽に装置間を結合出来る特徴を持っている。分光測定用としてはこれを束ねた光ガイドとして使用する場合が多い。ファイバーは光軸に対して全反射可能な角、（開口角）以上の入射角で入る光は伝送出来ないし、ファイバーからの出射光の広がり方もこの角度内である。使用上注意すべき点は分光器、光源等のF・ナンバーを考慮して損失を出来るだけ少なくするように設計する事である。ここでは具体的な例として、ファイバーの特徴を巧みに生かしたと自負している我々が開発した、強磁場下の蛍光スペクトル測定装置の紹介をし、ファイバーの扱い方の一例としたい。

阪大強磁場実験施設のパルス磁場は700kOeまで液体He温度での実験が可能でその幅は $0.3\mu\text{sec}$ ある。蛍光スペクトルは、そのピークを中心に約 $20\mu\text{sec}$ の間で行われる。この時間中は磁場の変動がゼーマンエネルギーにして 1cm^{-1} になっている。一般に蛍光は輝度が弱くこのような短時間でのS/N比の良い観測はかなり難しい。又液体He温度での観測では有効内径は6mmでクライオスタットの直径はそれ以下である必要がある。これとは別の考慮すべき点としては、人体に対する安全性、測定器に対する磁場の影響、他の実験とのマシンタイムの関係を考慮して、約10mほど測定系とマグネットにセットされたクライオスタットとの間を離さなければならない事がある。このため分光器のスリットからクライオスタットまで伝送するものとしてファイバーを使用し、その一端をスリット状に、他端を円形にしたものを使った。光学系の結合は分光器とファイバーのF・ナンバーを一致させ、光学レンズはすべて反射防止膜を施したものを使用した。あとはクライオスタットにより蛍光を能率良く、開口角内の広がりにおさえてファイバーに伝送すればよい。上記のクライオスタットに対する厳しい諸条件に対する対策として、励起光源にパルス色素レーザーを使用し短時間に必要なスペクトル範囲に励起光を集中させ、高輝度の蛍光を得るとともに、それをファイバーの開口角内に収めるようにする事が要点となる。我々は光学系の結合を図1に示すように行って良い成果を得た。まず励起光をファイバーを使って円管状に変形し、更に石英パイプの円管部分を通じてレンズで試料に集光した。このように軸対称な系にする事が出来た事により、(1)小さい直径のクライオスタットにする事と、

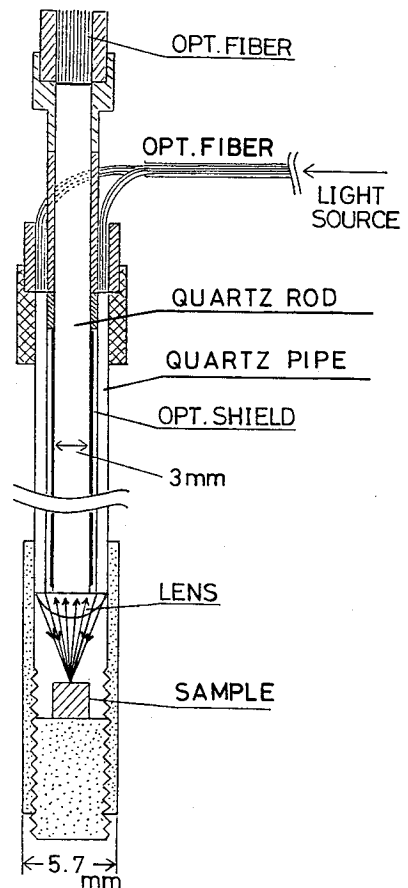


図1. 強磁場パルス下の蛍光測定用クライオスタット

(2)以下に述べる巧妙な細工が可能となる。試料上の励起光が集光された点から放出された蛍光は、集光に使用したレンズを逆に通って中央部の石英棒に平行光線として導かれ、図1の上部に示したファイバーを通じて分光器に導かれる。レンズに対して、励起光を1点に絞り込む事と、その点から放出された蛍光を平行光線に変形する重要な役割を持たした点がユニークな点である。このような細工を可能にしたファイバーの役割は大きい。

このクライオスタットを使った例として図2にルビーのR-線のデータを示す。図の0磁場のデータは、励起光に対して直角方向から観測する通常のクライオスタットを使って同じ条件下で得られるものに比べ S/N 比が数100倍良くなっている。強磁場下の分裂も図に示すように十分良い S/N 比で観測された。

光学ファイバーの特徴を生かす事により上に示した例のように今までと異った、ユニークな光学測定装置の開発が可能になるものと思われる。ファイバーの使用の際のロスについては、端面ロスと開口角のミス・マッチが一番大きくこれに対する対策が一番重要であろう。最近のファイバーは実験室で使用する程度の距離では不純物によるものはもちろん、レーリー散乱による波長の4重に逆比例するロス等もほとんど問題にならず近赤外から紫外まで使用出来るからである。我々の研究室ではこの他に、2つの出射スリットを持ったものや、2つのファイバーの一端をランダムに混ぜ合わせて1つの入射端にしたものを使って、光源のスペクトルの空間分布に関係なく光を2つに分ける事に使っている。吸収や反射スペクトルの観測の際のreference光と試料からの光とに分けて検出する時に威力を発揮する。

参 考 文 献

H. Hori : "阪大強磁場" 2号 (Osaka Univ. 1982).

及び to be published in Proc. Int. Sympo. on High Field Magnetism (Osaka, 1982).

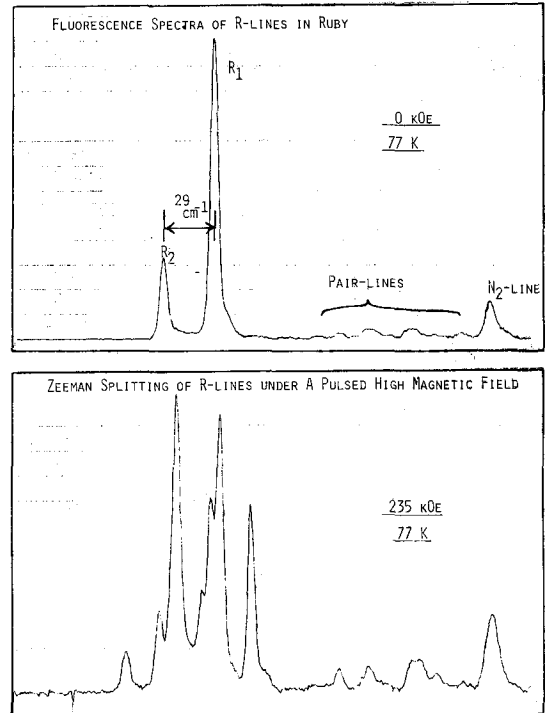


図2. 蛍光用クライオスタットの使用例

この例は液体N₂温度での測定であるが液体 He 中で600kOe まで観測可能である。なお外部磁場はC軸に平行にかかっている。