



Title	低温高圧下での光学実験
Author(s)	小林, 融弘; 遠藤, 将一
Citation	大阪大学低温センターだより. 1981, 36, p. 8-10
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/7979
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

低温高圧下での光学実験

基礎工学部 小林 融 弘 (豊中 4667)
遠藤 将一 (豊中 4891)

ダイヤモンドアンビルの開発によって、最近は、超高圧下での物性測定が容易に行なえる時代となっている。ダイヤモンドアンビルによる圧力発生に関しては、既に本誌29号(1980年)に、水貝氏による解説がある。

ダイヤモンドアンビルを冷却して、低温高圧下で分光測定が行なえたらと考える人が多いと思われるが、実例をあまり聞かない。低温で圧力媒体が固化するため、一様な圧力の発生が期待しがたい事が、実行をためらわせているのかも知れない。我々は、 AgCl 単結晶の励起子系の相転移を調べるため、どうしても低温高圧下での分光測定の必要が生じ、思い切ってダイヤモンドアンビルを液体ヘリウムにじやぶづけしたところ、思ったよりも一様性の良好な高圧を得ることができたので、似たようなことを考えておられる方の参考になればと思い、以下報告する。

図1は今回用いたダイヤモンドアンビルである。2個のダイヤモンドの平行度を精度よく出すために、球面すりあわせを採用した。材質は、ダイヤモンドの受け皿が超硬合金である以外は、全てステンレスである。図中のガスケットには厚さ0.2~3mmのステンレス鋼を用い、これに直径0.2mmの穴を開けて、試料と圧力較正用のルビー粉末数粒と、圧力媒体としてエチルアルコールとメチルアルコールの1:4混合液を封入する。

圧力値をこまかく変える必要のない場合は、あらかじめ常温で大体の圧力を発生させたダイヤモンドアンビルを、光学窓のついたクライオスタットにセットし、液体ヘリウムをくむ(クランプ法)。発生圧力は、ルビーの R_1 融光線の波長シフトから求める。圧力に分布があれば、ガスケット内の異なった場所に散在するルビーが、それぞれ異なった圧を感じる結果、融光線の幅が広がる。図2は、このクランプ法によるルビーの R_1 線の圧力依存性を示す。44kbar(約4.4万気圧)に至るまでスペクトル巾は常圧の時と変らず、圧力の一様性が良好であることがわかる。同一の試料で、圧力を何回か変え

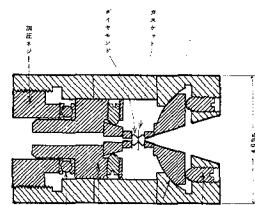


図1. ダイヤモンドアンビル

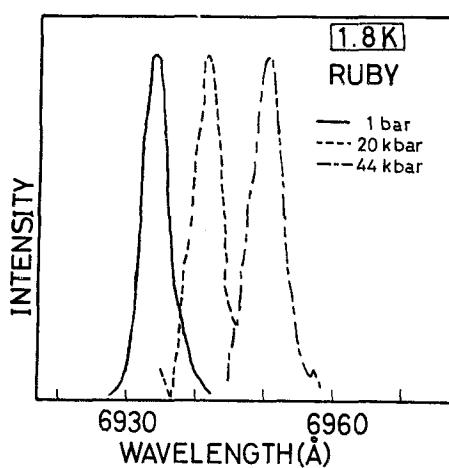


図2. クランプ法による低温高圧下でのルビー R_1 線の融光スペクトル

て、熱サイクルをくり返したが、問題は生じなかった。クランプ法は、圧力が出たとこ勝負であるのが欠点だが、以下にのべる外部可変式の場合には、固化した圧力媒体を一軸方向に圧縮加圧するのに反して、圧力媒体が液体から徐冷される結果、ひずみの少ない状態で圧力が凍結されると考えられ、これが静水圧に近い一様な圧力を生じる理由と思われる。44 kbar は発生圧力の限界ではなく、現在の実験に必要な圧力がたまたまこれで充分であるため、それ以上を測定していないだけで、もっと高い圧力も可能である。

クランプ法では、圧力値を変えるごとにヘリウムを汲み直さなければならない。そこでクライオスタットの外部から発生圧力の調節ができる装置を作った。ダイヤモンドアンビルの加圧ねじ（図1参照）には相当大きなトルクが必要で、これをそのまま外部から伝達しようとすると、太いトルク棒を用いねばならず、多量の熱の流入が避けられない。そこで、図3に示すように、ダイヤモンドアンビルの直近にウォームホイールを2組取付けて、力の増幅を行なわせることにした。ウォームホイールの回転比は2段で600:1である。鉛直軸のまわりに回転するステンレスのトルク棒をクライオスタットの上部フランジを貫通させ、これに小さなトルクを与えることにより、ダイヤモンドアンビルのピストンを進ませることができる。

現在はクライオスタットの中にダイヤモンドアンビルをつり下げる4本の柱がステンレスでないため、液体窒素で加圧テストを行なった。図4がその結果で、ルビーの螢光線は R_1 とその短波長側に強度が数分の

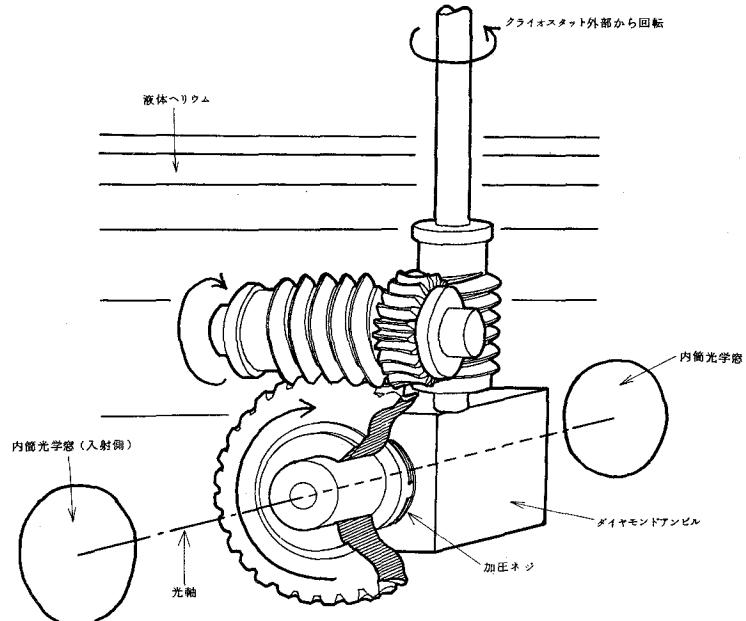


図3. 2段ウォームホイール式トルク増幅機構

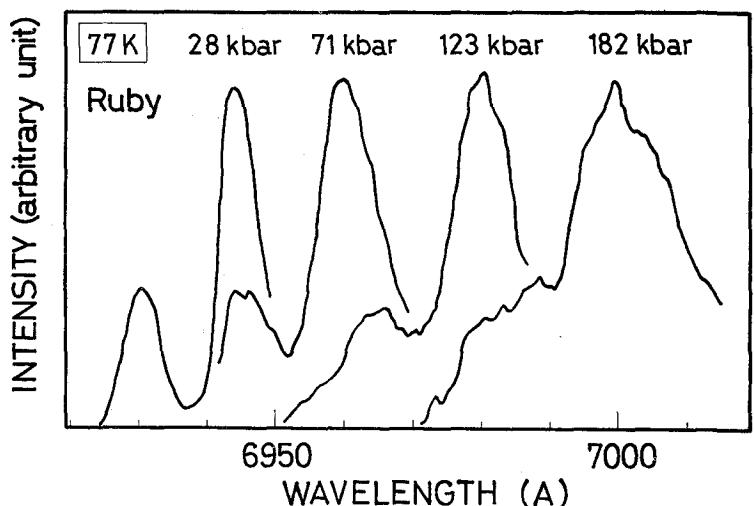


図4. 外部可変式低温高圧下でのルビーの螢光スペクトル

1の R_2 線とが見える。予備加圧をしたダイヤモンドアンビルをクライオスタッフにセットして冷却だけを行なった時の発生圧力が 28 kbar である。このスペクトルは静水圧の時とかわらない。77 K ではアルコールは凍っているので、圧力の増大とともにスペクトル幅が広がり、180 kbar では大きな圧力勾配が生じていることがわかる。100 kbar 程度迄は圧力の一様性は悪くない。トルク棒を逆にひねると順次圧力が下がり、はじめにクランプした圧力よりも小さい 10 kbar まで発生可能であることがたしかめられた。すでに 77 K で圧力媒体が固化していることから、ヘリウム温度でも大勢はかわらないと思われる。

以上のことから、圧力の一様性についてうるさい事をいわず、ともかく低温高圧下で光学実験を行いたいという場合には、図 3 の装置によって、一度に広い圧力範囲の測定が可能であることがわかった。圧力の一様性を要求する場合は、クランプする圧力を 2 ケ所以上設定し、設定圧力値の前後を数 kbar の範囲で、外部から調節すれば、広い圧力範囲にわたって、静水圧に近い実験が可能であろう。

メタルクライオスタッフは内径 130 mm で、内筒の光学窓としては 30 mm ϕ のサファイア円板を工刃でシールする式のものが 2 つ付けてある。ダイヤモンドアンビルは出てくる光の立体角を大きくとるために、出来るだけ一方の光学窓に近づけて固定する。ウォームホイールによるトルク増幅方式の利点は図 3 で明らかのように光軸が水平にとれる点にあり、このためダイヤモンドアンビルと窓の距離が短縮できるし、クライオスタッフの設計が楽になる。光源と分光器に對してダイヤモンドアンビルの光軸を微調節するため、クライオスタッフを、平面内で回転および平行移動が可能な大型ゴニオメーターにのせている。

分光測定にあたっては、加圧できる試料寸法が 100 ミクロン角程度で、厚さが数十ミクロンと小さいため、検知感度をよく考えておかねばならない。光源にはレーザーが最適で、図 1 のアンビルの左側から入射させる。透過光または螢光を 1 m の回折格子分光器に導き、フォトマルとロックインアンプで検知しているが、基礎吸収端の透過測定であれば、ハロゲンランプでも可能である。ガスケットの穴の試料以外の部分からもれてくる入射光を出来るだけ減らすには、入射側のダイヤモンドの外側に内径 100 ミクロン、長さ 5 mm 程度の金属パイプをとり付けるとよい。螢光の強度は試料によりまちまちで、CaS の場合はアルゴンレーザーが必要であった。現在 AgCl の螢光を水銀灯励起で調べているが、圧力の増加と共に束縛励起子の発光スペクトルが高エネルギー側に移動することが判明した。エネルギー・ギャップは圧力により低エネルギー側に移動するから、この実験結果は束縛励起子が圧力とともに不安定となることを示している。

本実験は、基礎工成田研究室と超高压施設の共同研究によるものであり、実験の遂行にあたっては、大野吉和君と三島修博士に負うところが大きい。