

DAC 使用法マニュアル

明石孝一 (2012.3.27 作成)

1. DAC の構成(各部名称)

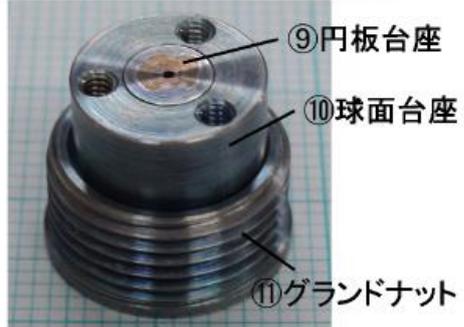
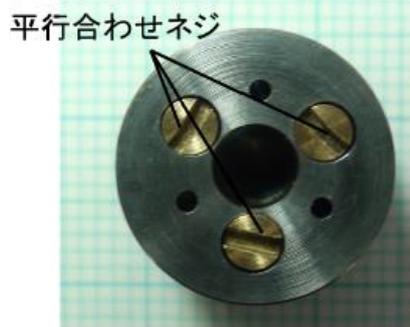
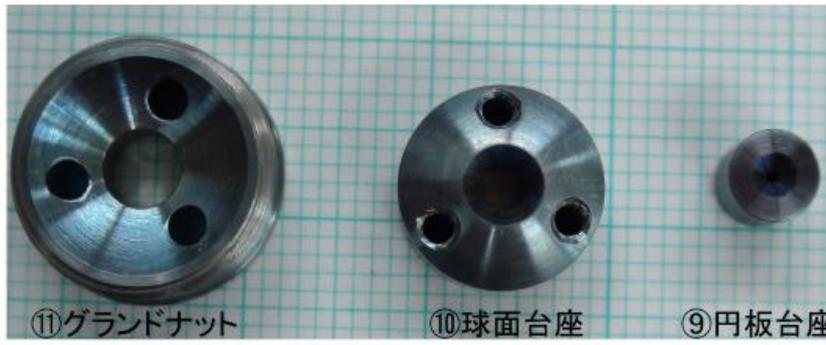
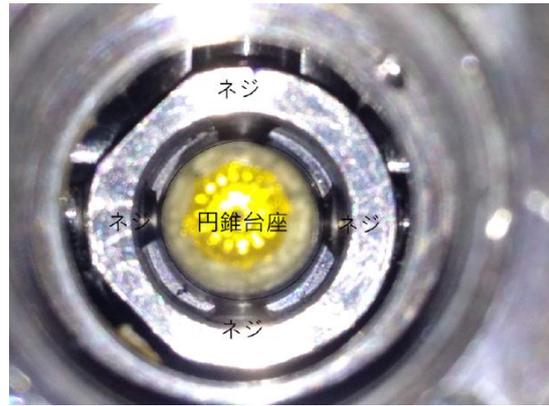
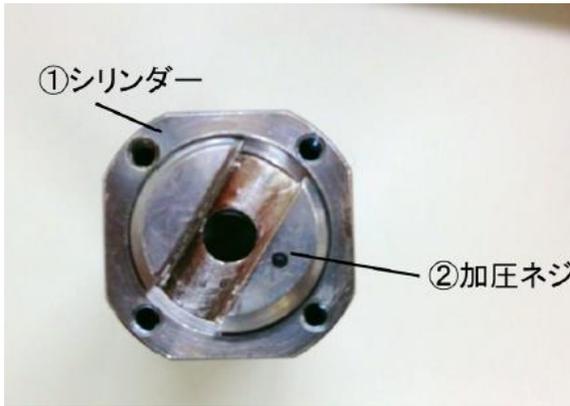
図に基本構造図、その実物写真を示す。大別すると、ピストン部分とシリンダー部分の2つのパーツから構成されている。

ピストン最下部には②加圧ネジ(図2.13)が備わっており、このネジを回すことによってピストンをシリンダー内部へと押しこむようになっている。ピストンにはダイヤモンドが回転せずスムーズに進むためにジルコニア製の④ボールレスベアリングを用いている。③スペーサーA、⑤スペーサーBは、常温と低温での圧力の変化を緩和するために備え付けてある。今後、室温と低温での圧力の変化量を調査し、必要に応じてデルリンなどの熱膨張率の高い材料と置き換えていくつもりである。⑥スペーサーCは今後行われるであろうパルス磁場中高圧力下における光学測定のために設けたパーツである。本研究では特に必要が無いパーツである。ピストン上部には、ダイヤモンド同士のかみ合わせを良くするために4方向からネジによって円錐台座を2軸平面移動できるようになっている(図2.14)。

シリンダー側の台⑨円板台座は、ダイヤモンドアンビル面同士を平行に合わせるために球面になっており、3つのネジの締め付けによって調整を行うことができる(図2.15)。外径は渦電流を抑える為に可能な限り小さくすること、かつ操作性を考えてφ20 mmにした。

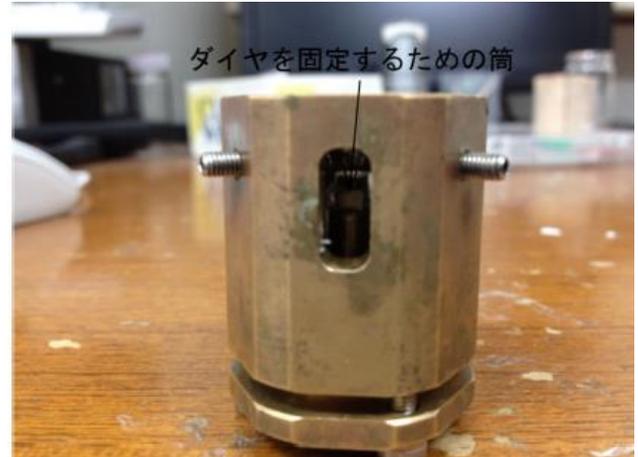
図2.16はφ33 mmCuBe用加圧台である。この加圧台は、ハンドルを回すとブレードが回転するようになっている。ネジ加圧式では、このブレードの回転によって加圧ネジを回し圧力を発生させる。NiCrAl-DACの加圧はこのφ33 mmCuBe用加圧台に加圧台アダプタ(図2.17)を取り付けて行う。





2. ダイヤモンドの取り付け

ダイヤモンドは図の装置を用いて円板台座、円錐台座に取り付ける。この装置には台座の位置を合わせるための3本のネジとダイヤの位置を固定するための筒がついている。

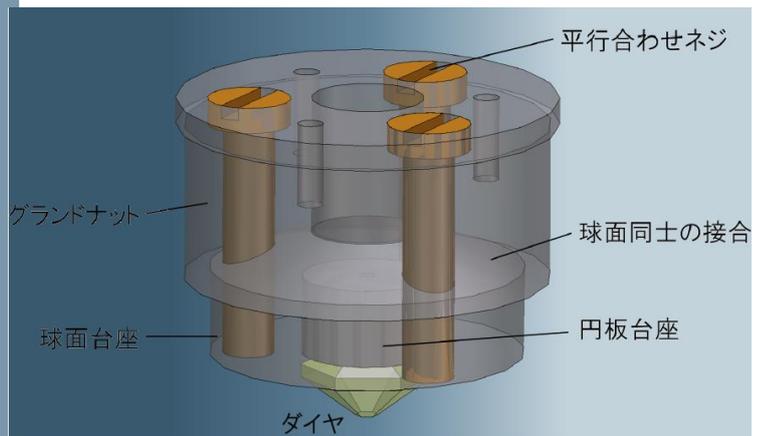
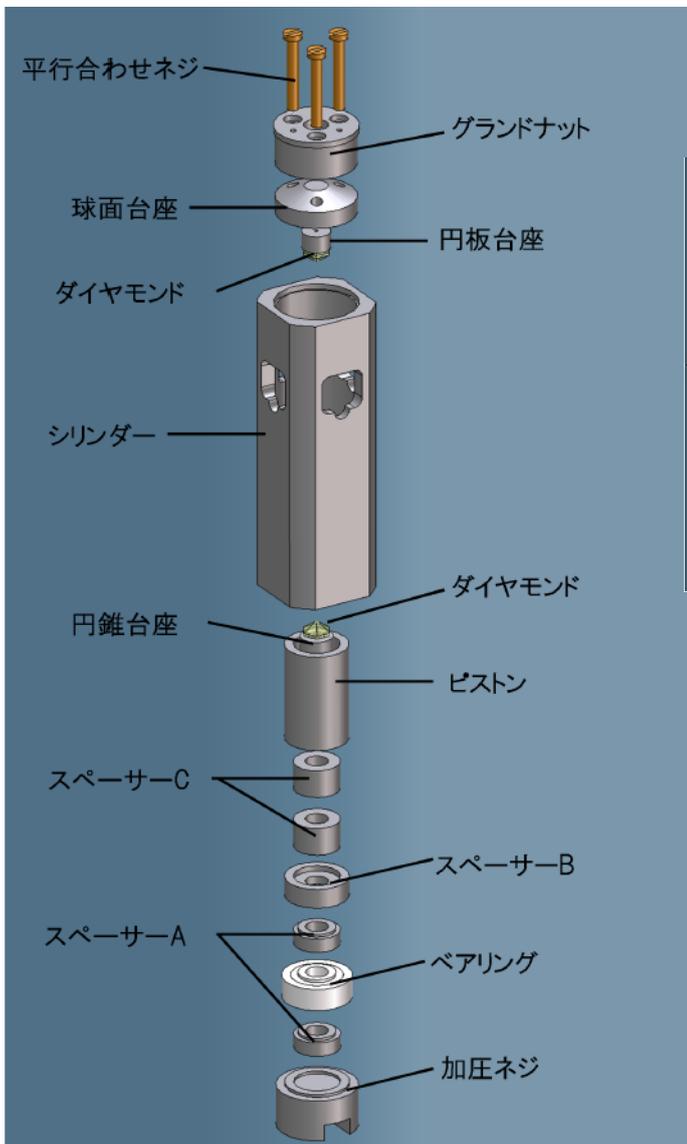


1. ダイヤモンドの底面をアセトンかエタノールで綿棒を使って洗浄し、装置に台座とダイヤモンドをセットする。ダイヤモンドの底面は取り付け後アクセスが難しいために、この時点で清浄しないとダイヤモンド越しに圧力発生部を覗けなくなる恐れがある。
2. 覗き穴がある面を上にし、顕微鏡で覗く。ピントをダイヤモンドの中間部に合わせ、アンビルの輪郭と覗き穴の輪郭の両方が見えるようにする。
3. 側面についている台座の位置合わせネジを用いてアンビルの輪郭が覗き穴の輪郭の中心にくるように合わせる。
4. アンビルの輪郭が覗き穴の輪郭の中心にきたら、側面の窓から瞬間接着剤で湿らせたピンバイス、或いは爪楊枝をダイヤモンドと台座の間に近づけ、接着剤をつける。(仮止め) この時、ダイヤの底面部まで接着剤が流れないようにする。ダイヤの底面部に接着剤が入り込むと、クッションになってうまく圧力を発生できなくなる。接着剤が乾いたら装置から取り出す。
5. エポキシ樹脂 stycast1266 でダイヤモンドの斜面部の真中辺りから台座までを満たし、本留めをする。(1日置いておく)

3. NiCrAl-DAC の組み上げ方

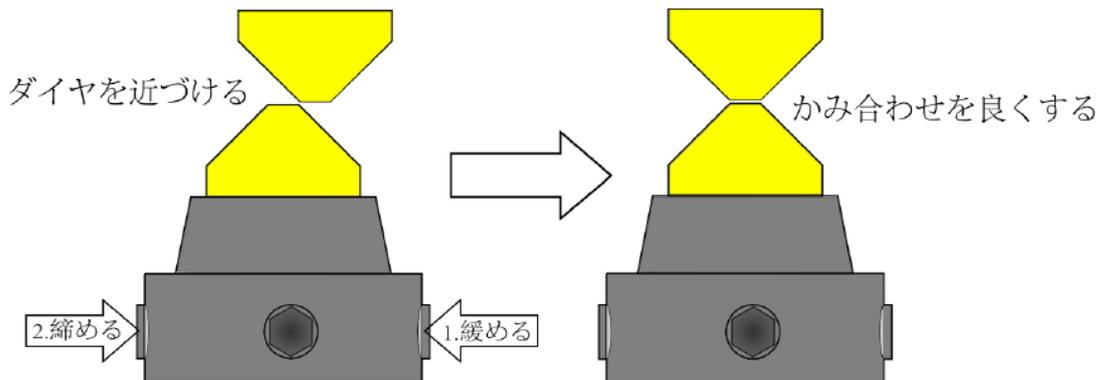
次にNiCrAl-DAC の組み上げ方について説明をする。以前使っていたCuBe-DAC と比べ、順番を間違えると組み上がらないことがあるため注意が必要である（図参考）。

1. 円板台座を球面台座に載せ瞬間接着剤で固定する（図）。
2. 球面台座をグランドナットに載せ、グランドナット上部面にある3つのネジ穴からネジで球面台座と固定する。
3. シリンダーにピストンを入れ、シリンダー側面から2つのネジでピストンを固定する。
4. ピストンに円錐台座を入れ、側面からネジで円錐台座を固定する。
5. 円錐台座と逆の方向からシリンダーにスペーサーC 2つ、スペーサーB、スペーサーA、ベアリング、スペーサーA、加圧ネジの順に入れる。
6. 反対方向からグランドナットをねじ込む。



4. ダイヤモンドのかみ合わせ、平行合わせ

1. 上部ダイヤモンドと下部ダイヤモンドをぶつからない程度に近づける。
2. シリンダー側面の窓からダイヤモンドのアンビル面のかみ合わせを顕微鏡でみる。この時、できるだけアンビル面を視界の水平線方向、または垂直方向に合わせるとズレがわかりやすい。
3. 側面から顕微鏡で見つつ、キュレット面を合わせる。円錐台座固定ネジを用いてダイヤモンドのかみ合わせを良くする。例えば図のようにダイヤモンドがずれていた場合、まず

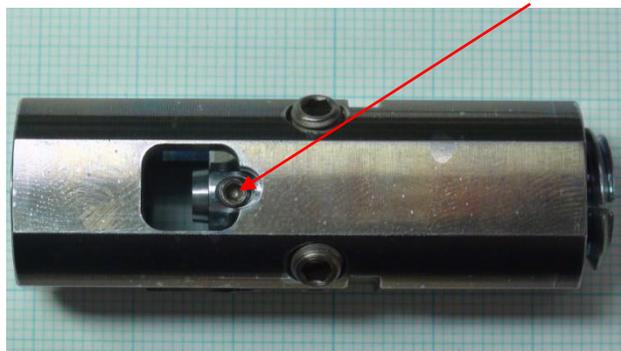


右側のネジを緩め、次に左側のネジを締め、最後に右側のネジを締める。

4. 大体一致するようになったら、別の窓から同様の作業を行う。すべてのシリンダーの窓からみたアンビルのかみ合わせが良くなったら、次に圧力セル上面の覗き穴から顕微鏡でアンビル面をみる。
5. 顕微鏡のピントをアンビル面の輪郭あるいは下のアンビル面の輪郭に合わせ、かみ合わせがよいかを確認する。

アンビルの平行合わせはアンビル上面にある3つの平行合わせネジで行う。

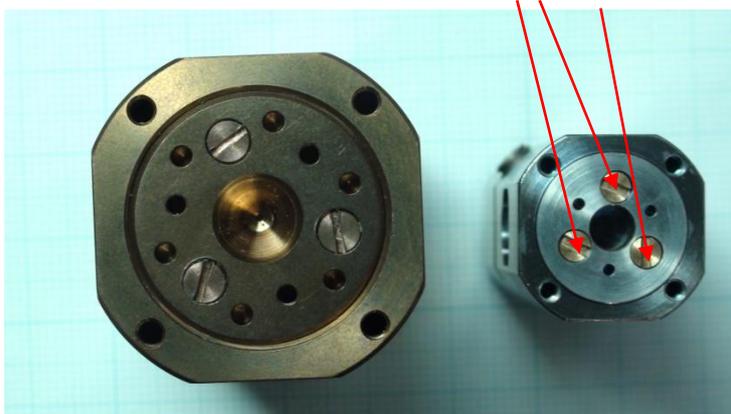
1. 加圧ネジを手で回し、アンビル同士を軽く当てる。この時、加圧ネジを回す力を加え過ぎたり、ぶつかっている状態で衝撃を加えたりするとダイヤモンドが壊れてしまうので注意する。



2. 圧力セルを加圧台に載せ、顕微鏡を覗く。アンビルの平行度があっていない場合、干

干涉縞が見える。この時、加圧台でゆっくりアンビルを離していくと、干涉縞が動いていくので、アンビル面のどの場所が近く(遠く) になっているのか判断しやすくなる

- アンビル同士を完全に離したら、アンビル面のより離れていた側の二つのネジを緩め、より近い側のネジを締め、離れている側のネジを締める。(干涉縞が右に動くと右のねじを締める)
- この操作をキュレット面を静かに合わせた時に干涉縞が見えなくなるまで繰り返す。



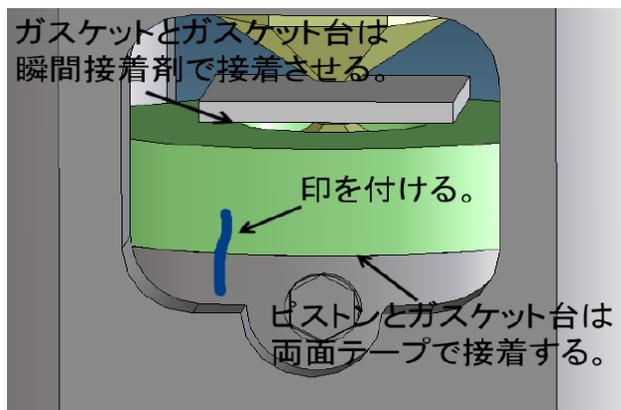
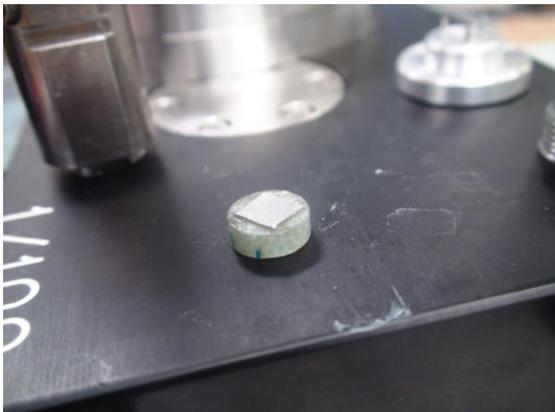
5. ガasketの作製、絶縁処理

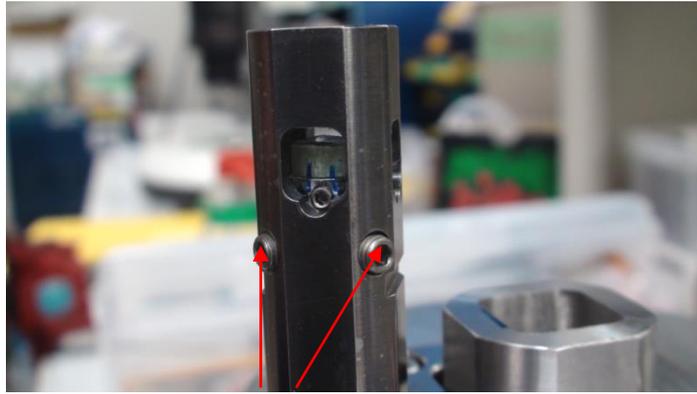
金属gasketを用いる場合、サンプルスペースから引き出す端子の電位がgasketに落ちてしまわない為に絶縁処理をしなければならない。ここではgasketの絶縁方法を説明する。

gasketの絶縁には粉末アルミナとstycast1266 を混ぜたものを使う。粉末アルミナは粒径1 μm のものを使い、stycast はアルミナの結合材としての役割のために極少量だけ使う。



1. 金切はさみで sus316 を FRP の大きさに合わせて切る。
2. 切ったgasketを万力で挟んで平らにする。
3. gasketを瞬間接着剤でgasket台に接着させ、gasket台をピストンの上に載せる。再びgasket台をセットするときの為にgasket台とピストンに記しを付けておくとよい。圧力をかける際に上のねじを完全に閉めてから下のねじを締めていく。このときダイヤモンド同士が接触しないように注意する。そのため、下のダイヤモンドをあらかじめ十分に下げておく。また、台座を固定するねじも締めておく。FRP とセルを弱く接着する。





台座を固定するねじ

4. 圧力セルを加圧台に載せ、ガスケットを潰していく。ガスケットを潰した加圧台のカウンターを覚えておく。(ねじ切り部分の滑りが悪くなった場合二硫化モリブテンで馴染ませる。放置するとその部分が削れていくので、馴染んだ後すぐに拭く。)
5. ある程度潰したらマイクロメーターでガスケットの厚さを測る。
6. 80 μm になったら、アルミナとstycast1266 を混ぜたものをガスケットのダイヤモンドの跡に詰める。
7. 再びガスケットを圧力セルにセットする。
8. 上のダイヤモンド全体にグリースを塗る。これはダイヤモンドにstycast がついてしまわないようにするために行うことである。
9. グランドナットをシリンダーにセットし直し、ダイヤモンドでガスケットを潰した時より少しゆるいくらいに潰す。アルミナを潰していくと、顕微鏡で覗いた時、アルミナが透明になっていくところを確認できる。透明になる瞬間を目安にするとよい。
10. stycast が乾いたらガスケットを取り出し、ダイヤが噛まない部分にワニス塗る。絶縁処理が終わったらガスケットに穴を開ける。レーザー (清水研所有) を用いてガスケットに穴を開ける。

レーザーについて

1. レーザーの詳しい使い方はマニュアルを見る。レーザー照射の手順を記述する。
2. まず水を流し、ノートに日付、時間、名前を書く。
3. 座標は右端をゼロにセット。左端までカーソルを持っていき、X 座標の値を読む。その半分の値を真ん中とする。Y 座標方向も同様に行う。
4. Set : 現在の座標の値を変える
Mode→Set : 一度に進む値を変える
5. 座標登録→テキスト読み込み→開けたい穴の大きさを選択する。
6. レーザーの電圧は 2 kV を選択し、internal→free run→SHUTTER→open の順でスイッチを切り替える。
7. まず真ん中に穴を開けてみて、表、裏と確認して穴が真ん中に開いているか確認する。

ずれている場合キュレット面合わせを再び行う。以上を繰り返す。

8. 終了時のスイッチの切り替えは逆順で open→SHUTTER→free run→internal の順に戻す。

9. 終わった後も 30 分水を流し続ける。

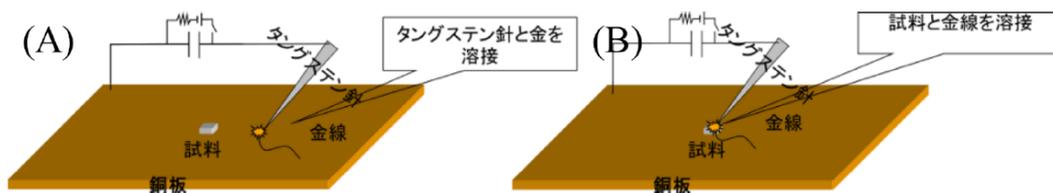
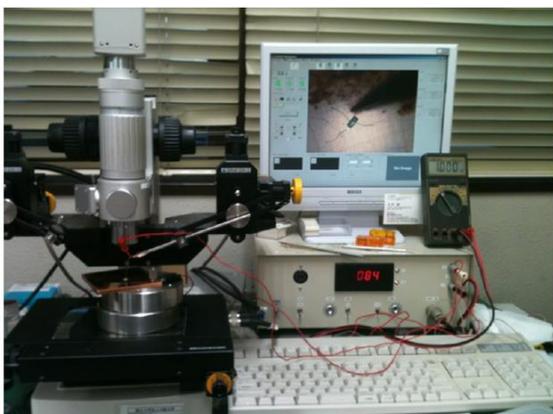
端子付け

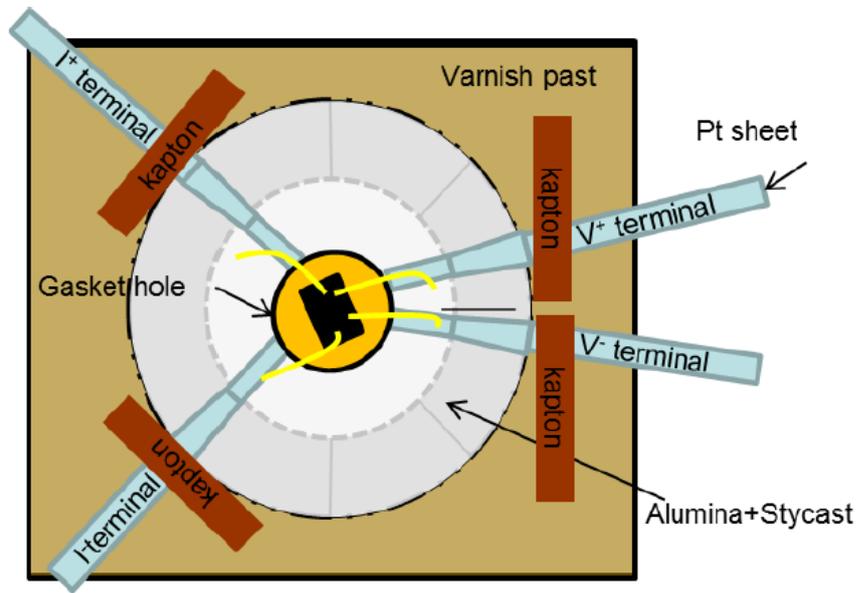
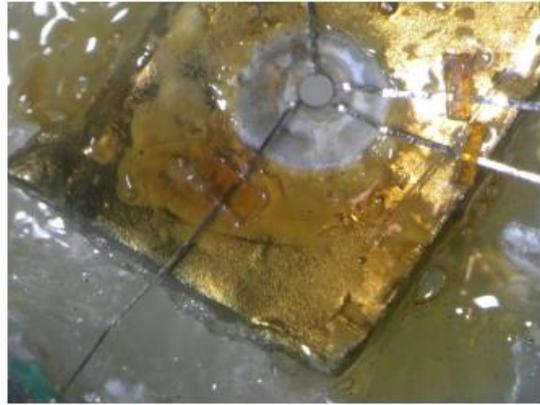
1. 図のようにマイクロマニピレーターにタングステン針をセットし、パルス電圧器にタングステン針と銅板をつなぐ。銅板には10 μm の金線とサンプルを置いておく。

2. タングステン針の先端を金線に圧着させ放電し、タングステン針と金線を溶接する(図)。

3. 金線が溶接されたタングステン針をサンプルに圧着し電流を流す(図)。

DAC では、サンプル空間から端子を引き出すときに端子線がアンビルとガスケットに潰されてしまう。サンプルに接着している $\phi 10 \mu\text{m}$ の金線は非常に柔らかいため、数十GPa の圧力を受けた場合切れてしまうことがある。そこでアンビルとガスケットに挟まれる部分には白金シートを用いる。白金は金や銅と比べて潰されたときに千切れにくい。白金シートも潰されたときに伸び広がってしまうために、できるだけ薄いもののほうがよい。本研究では発生圧力が30 GPa までのため10 μm の白金シートを使用しているが、更に高い圧力を狙う場合5 μm 等の厚みのものを使用したほうがよい。白金シートはガスバーナーやライター等で焼くと切りやすくなる。切る幅はガスケット穴の径にもよるが30~50 μm 幅に切りわけたものがよい。白金はサンプルから伸ばした金線とアンビルで圧着させる。





6. 圧力媒体

アンビルによって発生させられた圧力は、圧力媒体を介して間接的にサンプルに伝えられる。静水圧性、扱いやすさ等により、選択した圧力媒体によって発生できる圧力の質に差ができる。圧力の質はそのままデータの質に反映されるため、圧力媒体の適切な選択はとても重要である。液体媒体は扱いやすく、静水圧性が得られやすい圧力媒体である。グリセリンやDaphne7373などの揮発性のないものを使用すれば、セッティングの時間を気にする必要がなくなる。本研究では液体媒体のグリセリンを用いる。グリセリンは注射器を使用して、サンプルを配置した後に適量入れる。入れ過ぎたら綿棒やキムワイプの切れ端を使って吸い上げる。

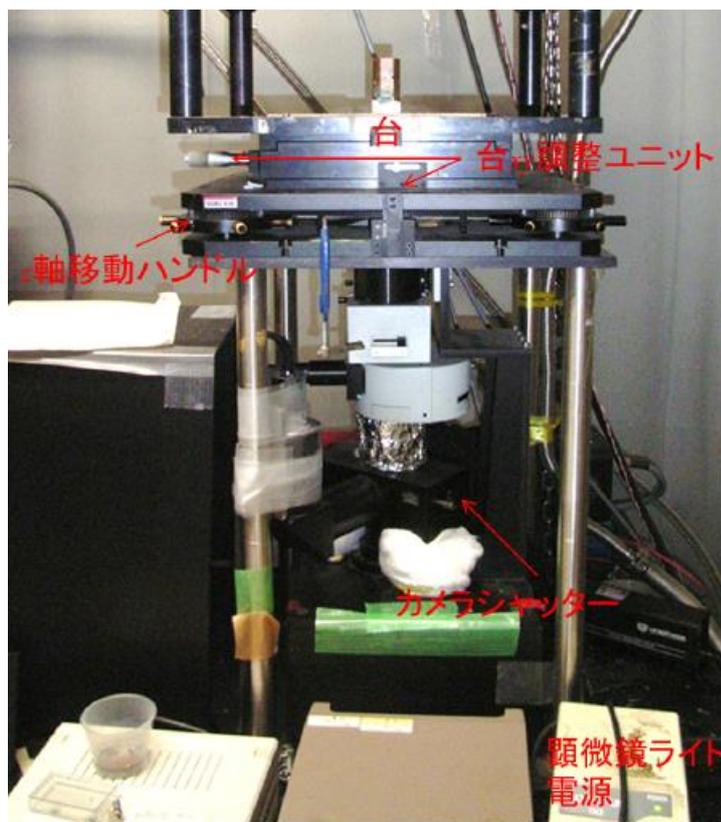
7. 圧力測定

圧力測定にはルビー蛍光シフト法を用いる。ルビー蛍光シフト法とは、サンプルと一緒にサンプル空間に入れたルビーの蛍光スペクトルを調べることで圧力を測定する方法である。現在、ルビー蛍光シフト法には4種類の式が存在し、圧力媒体や発生圧力等に応じて使い分けることが必要となる。 $\Delta\lambda$ がR1線のシフト量、 λ_0 はR1線の常圧の波長である。NiCrAl-DACでは710 nmレーザーを用いてルビーのスペクトルを観測し、次の較正式を用いて圧力を決定する。

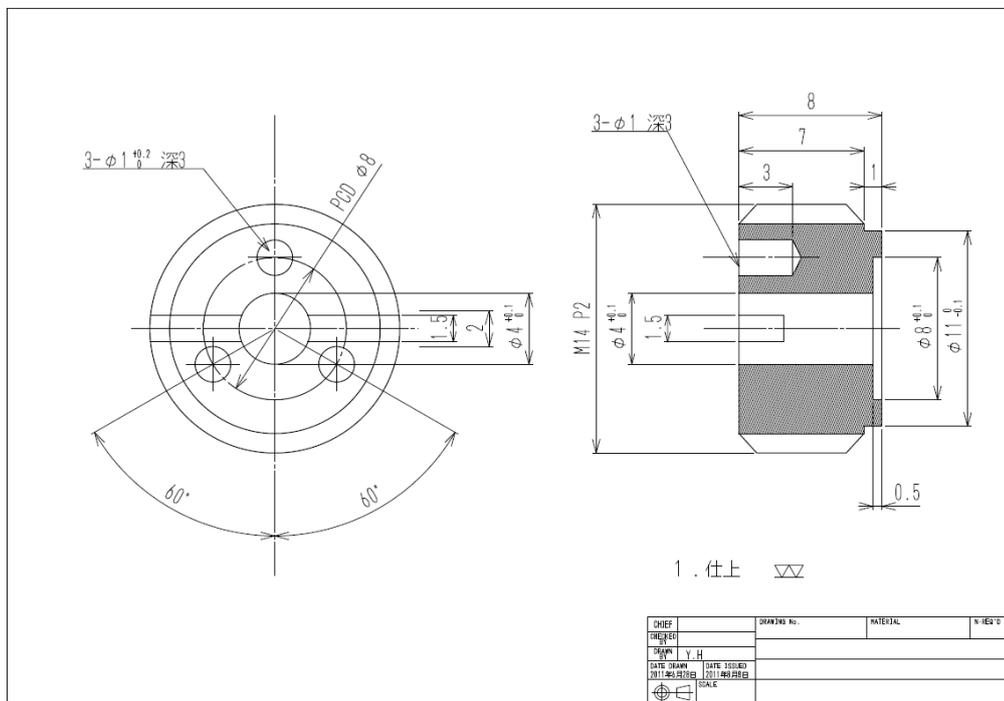
$$P = 1904 \{ [1 + (\Delta\lambda / \lambda_0)]^5 - 1 \} / 5$$

以下には圧力較正手順を記す。

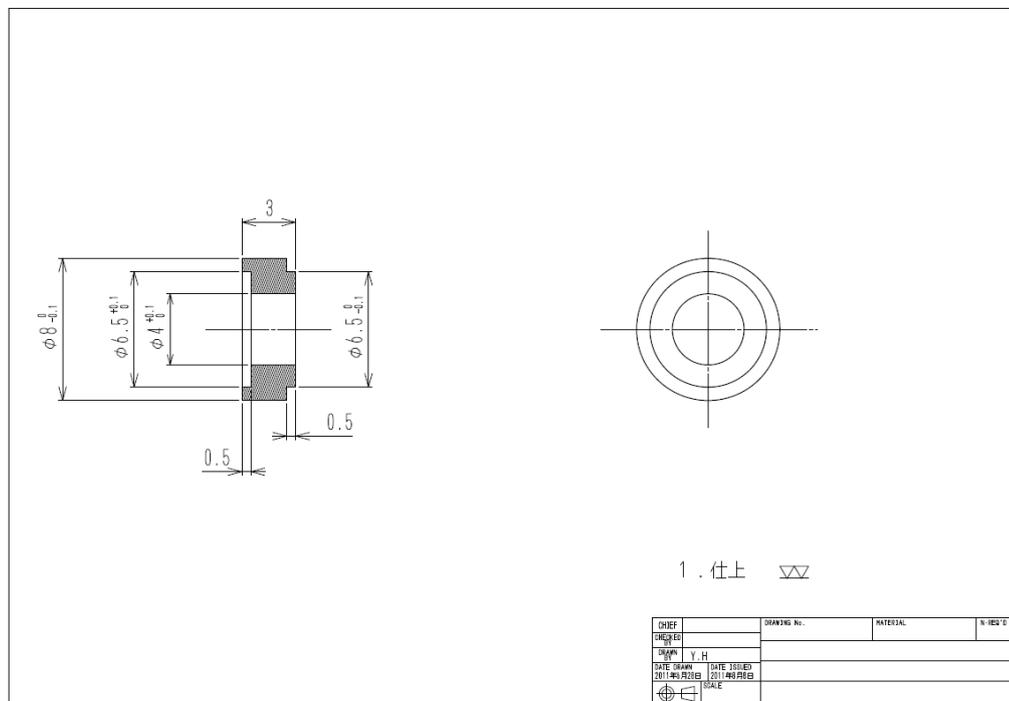
1. 上部ダイヤモンドのアンビル面中心部にグリースを極少量つけ、ルビーをのせる。ルビーはエアダスターで吹いても飛ばないくらいに強固につけるとよい。
2. グランドナットを締め、加圧台で圧力を発生させていく。
3. DACを逆さまにし、ルビー蛍光測定台の上に乗せる(図)。NiCrAl-DACはCuBe-DACに比べてセル上部から圧力発生部までの距離が長いため、対物レンズの倍率は焦点距離の長い5倍のものを使用する必要がある。
4. 顕微鏡のライトを点け、カメラのシャッターを開く。
5. レーザーのフィルタを30%のみにし、台の位置を変え封入したルビーにピントを合わせる。
6. カメラのシャッターを閉じ、レーザーのフィルタをすべて取り除く。
7. PCでルビーのR1線の波長を観測し、圧力較正する。



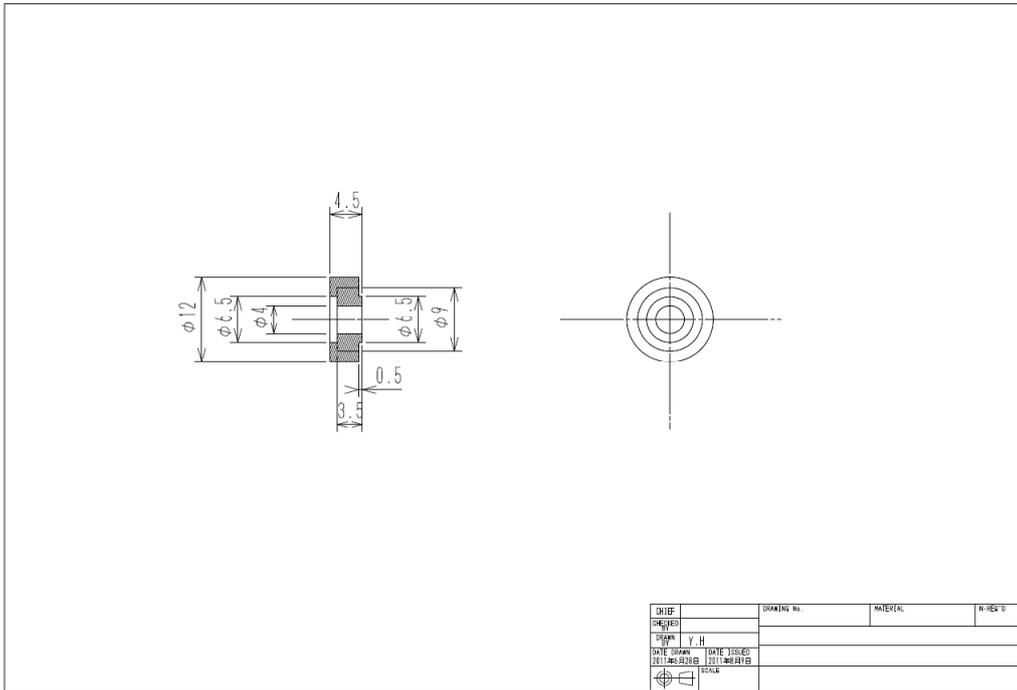
付録. DAC設計図



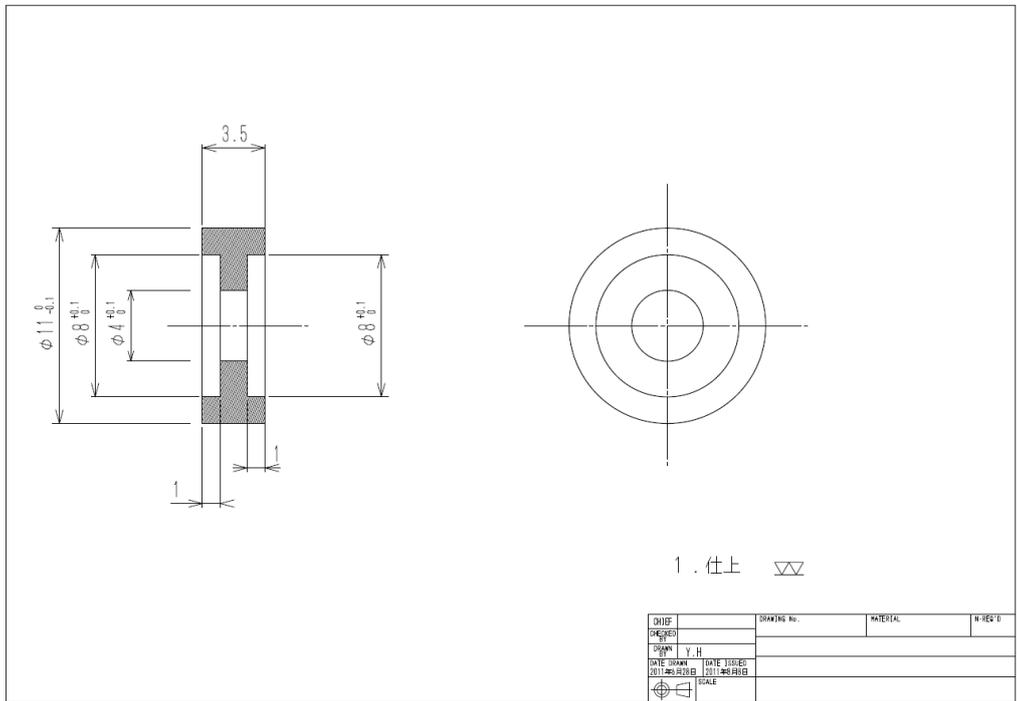
加圧ねじ



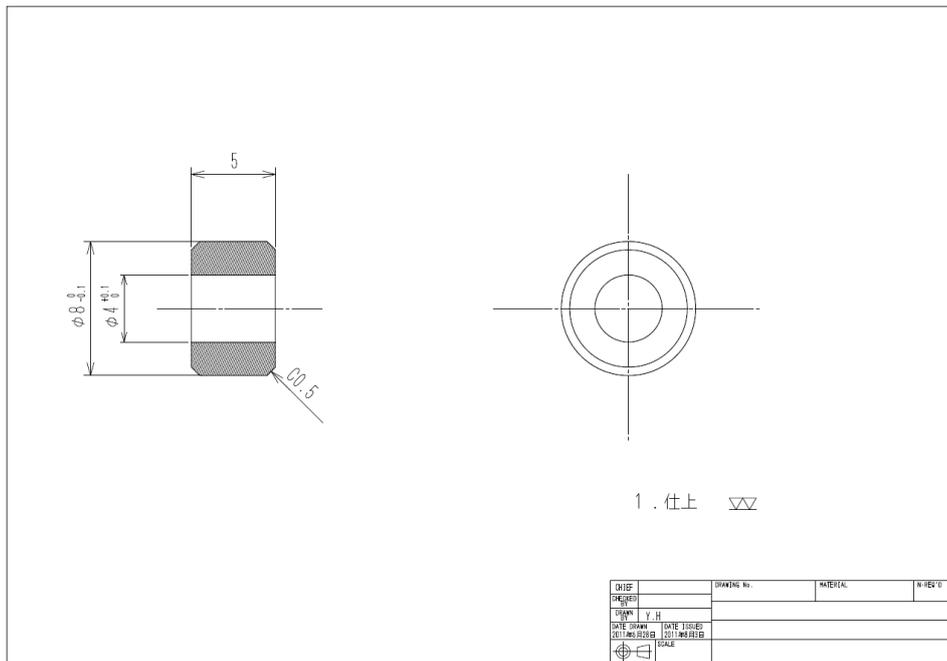
スペーサーA



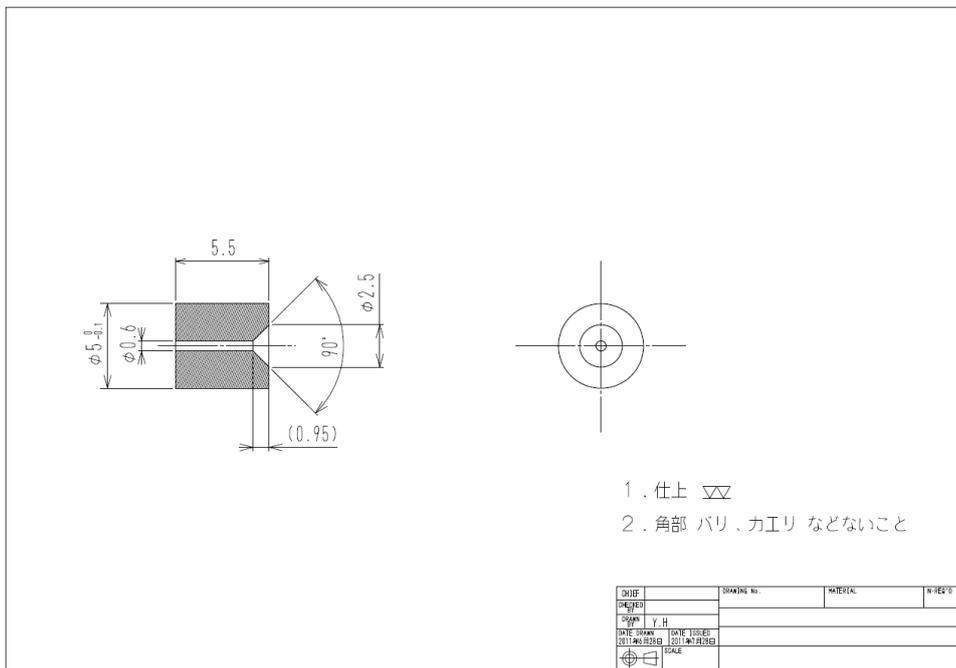
ベアリング



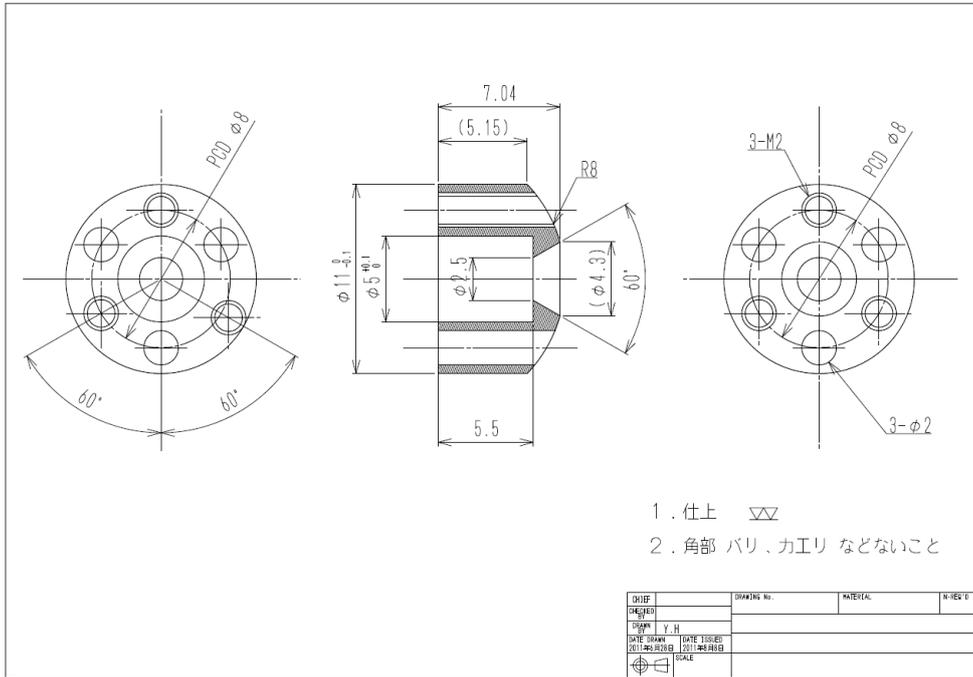
スペーサーB



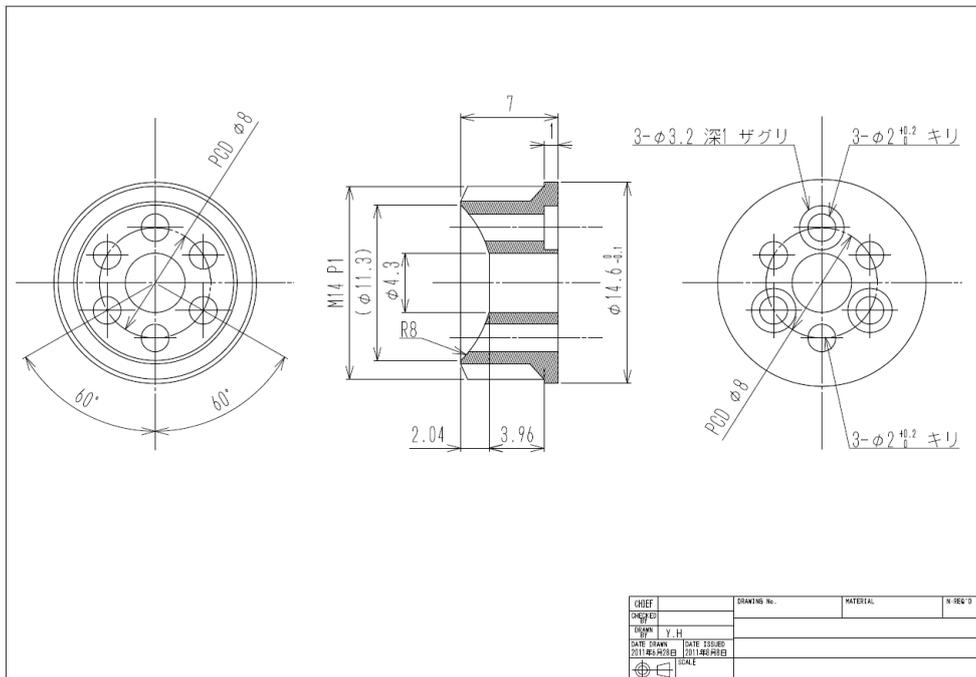
スペーサーC



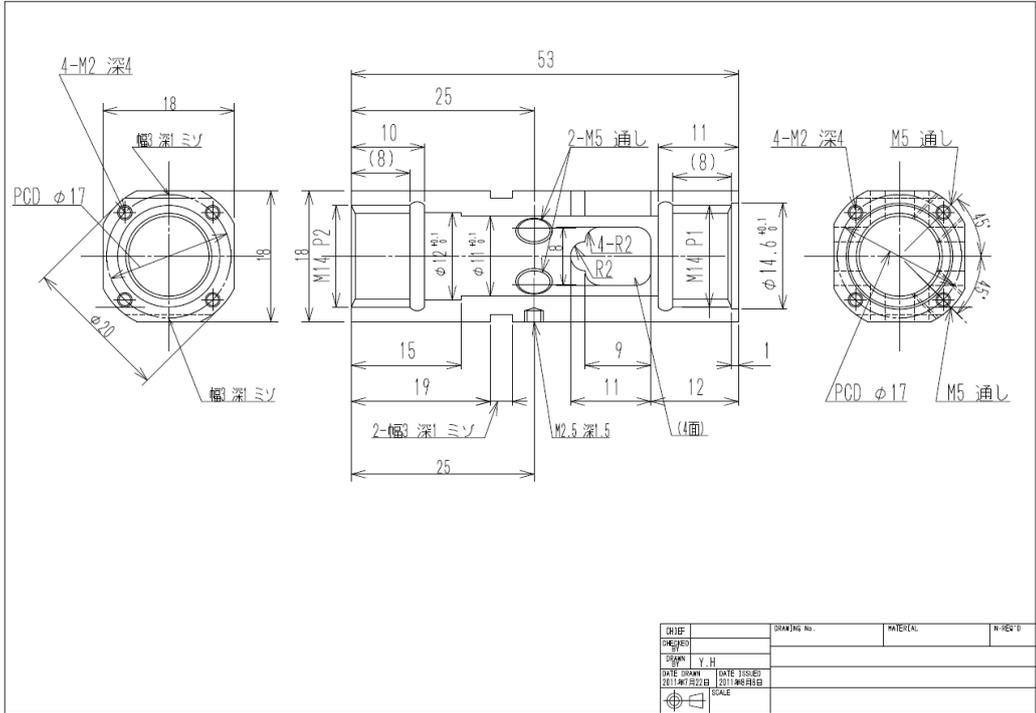
円板台座



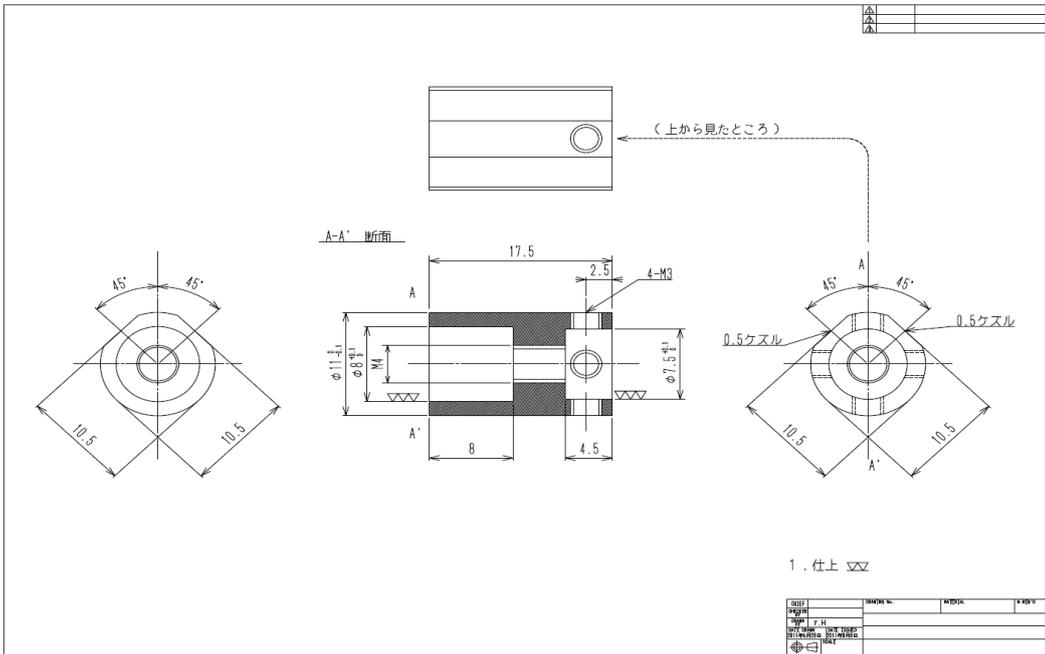
球面台座



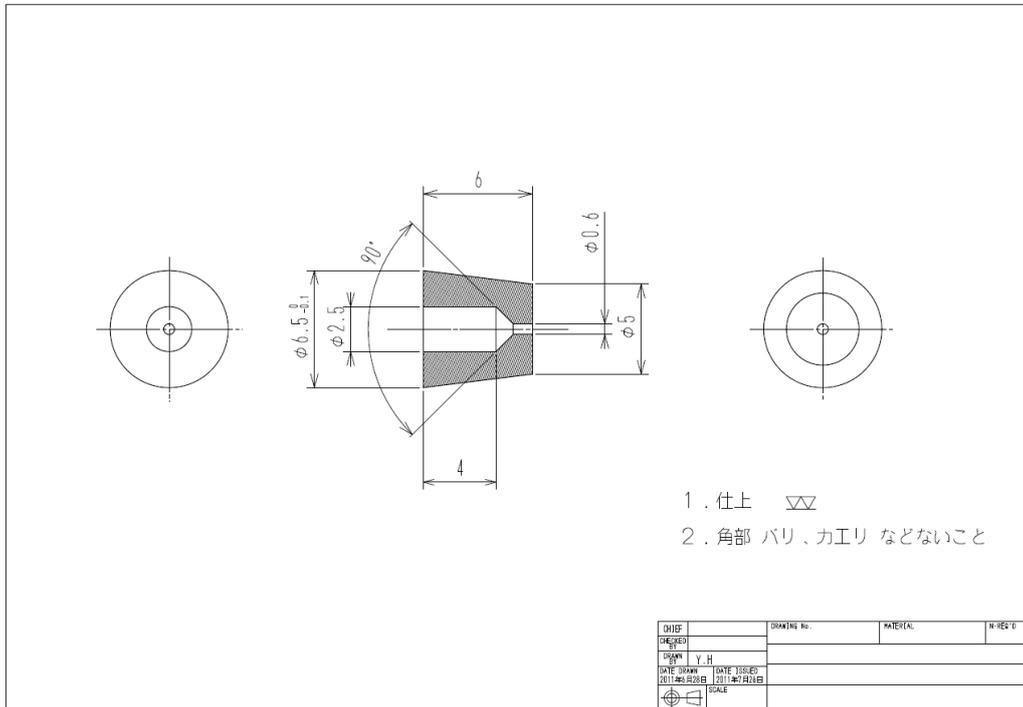
グランドナット



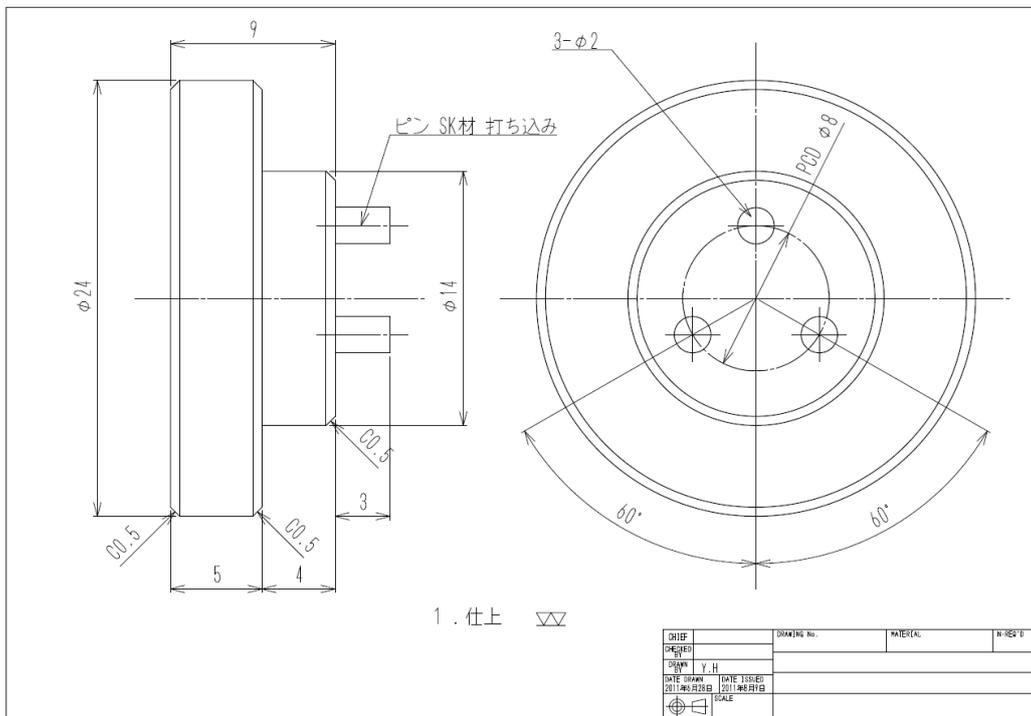
シリンダー



ピストン



円錐台座



ハンドル