

低温用光照射 ac カロリメータ

熱容量測定は様々な物性測定の中でも最も多量の試料を必要とする実験の一つです。しかし次々と合成される興味深い化合物はごく微量しか得られないのが普通です。このような化合物についてせめて熱容量の温度依存性だけでも知りたい、と思うこともしばしばあります。この場合、絶対値の測定をあきらめればいくつかの方法が考えられます。そのような方法から、今回は室温以下で作動する光照射型の ac カロリメータを製作しました。

ac カロリメトリーは、試料に周期的に熱を加えた時に起きる温度の振動の振幅を測定して熱容量を決定する方法です。光照射型では試料にヒータを取り付ける必要がないので試料を小さくできます。製作した装置では市販されている最も細い（直径 $13\text{ }\mu\text{m}$ ）熱電対で試料温度を検出することにしたので、X 線構造解析に使う程度の単結晶（ $0.2 \times 0.2 \times 0.05\text{ mm}^3$ 程度）で実験が可能です。

クライオスタット（Fig. 1）は断熱型熱量計と同じような構造にし、安定な温度環境を実現しました。光は光ファイバーでクライオスタットに導きます。断熱型熱量計と違って試料部は真鍮のサポートで固定されますから、様々な実験に使える汎用性をもっています。試料は銅板に熱接触した極細熱電対の接点に貼りつけ、試料ブロックに挟み込みます（Fig. 2）。後はクライオスタットを排気して高真空にし、試料室に少量のヘリウムを導入すれば準備完了です。チョップした光を導入して、熱電対の信号をロックインアンプで測定すれば測定ができます。

実際には、この信号を純度良く取り出すことに一番の工夫と苦労がありました。ac カロリメトリーでは $1\text{ }\mu\text{V}$ 以下の信号を 4 桁程度精度よく測定する必要があるからです。信号の劣化はセンサーからの電気信号に“ノイズ”が加わることで生じます。今回の装置では、とくに信号線のシールドに注意を払い、クライオスタット内部の信号線には同軸ケーブルを採用しました。クライオスタット外部の配線には同軸ケ-

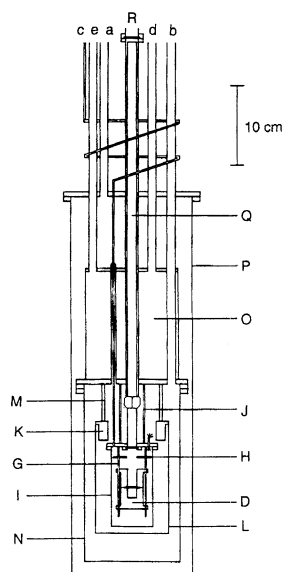


Fig. 1 Sectional plan of the cryostat. D, copper block; G, screwed brass rods to support the copper block; H, electrical terminals; I, sample chamber working as an adiabatic shield; J, stainless steel pipe to hang the chamber; K, thermal anchor; L, radiation shield; M, stainless steel supports for the thermal anchor and the radiation shield; N, inner vacuum jacket; O, can for coolant; P, outer vacuum jacket; Q, fused-quartz rod working as light path; R, connector for optical fiber; a, tubing to evacuate the inside of the outer vacuum jacket; b, tubing to evacuate the inside of the inner vacuum jacket; c, tubing to evacuate the sample chamber; d, inlet for coolant; e, outlet for coolant. The cryostat is immersed in liquid nitrogen for measurements.

ブル、二重シールド、ツイストペアケーブルのいずれかを充てました。クライオスタットの外部では同軸ケーブルの外側に銅線を編んで作ったシールドを施すとノイズレベルが大きく下がりました。

計測器・制御機器から出るノイズの対策も重要でした。計測機器は自己の発生するノイズを外部に出さない工夫がされていそうなのですが、必ずしもそうではありません。今回は計測

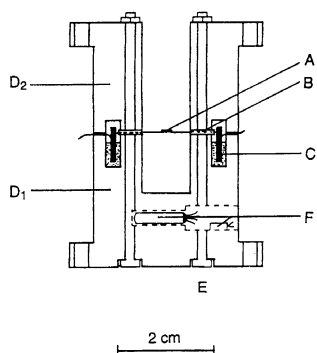


Fig.2 Sectional plan of the sample block for ac calorimetry. A, sample (typical dimension: $0.3 \times 0.3 \times 0.05 \text{ mm}^3$); B, circular plate for anchoring the thermocouples ($13 \text{ }\mu\text{m}$ in diameter); C, copper terminals; D₁, lower part of the heat sink; D₂, upper part of the heat sink; E, long brass screws to tighten the block; F, thermometers.

する信号が微小なためこうしたノイズが大きく影響しました。伝播経路には、電磁波による直接伝播と信号・電源等の接続ケーブルがあります。電磁波による伝播はノイズの発生源となる機器を隔離し、金属の壁を設けるなどの処置が必要でした。ケーブルによるノイズ伝達に対しては、ケーブルの引き回し方を工夫し、ノイズを発生する機器と影響を受けやすい機器の電源を絶縁トランスで切り離す等の対策を取りました。また、測定信号、電源以外に、一部の装置が発生するノイズがIEEE-488 ケーブルを介して伝達されることにも苦労しました。ケーブルによる機器の接続順序、とくに、ノイズを発生する機器と影響を受けやすい計測機器の間にノイズ対策のしっかりした機器を入れるとノイズの伝播が抑えられました。ノイズがひどい機器をコンピュータのインターフェースボードに直接接続するのも効果的でした。

ac カロリメータは長時間の継続運転が必要なためコンピュータによる制御が必須です。最近のコンピュータ事情も今回の苦労の原因になりました。これまでは、多くの場合、NEC の PC-9800 シリーズと N₈₈-Basic の組み合わせを利用してきました。ところが、最近は PC-9800 は DOS/V パソコンに、OS も MS-DOS から MS-Windows に取って代わられてしまいました。今回は DOS/V + Windows + VisualBasic

(VB) という選択をしました。VB の選択は価格、将来的なメンテナンス、参考書等の充実、さらに、IEEE-488 インターフェースなどが必ず対応しているためです。

N₈₈-Basic ではコードで記述した手順に従ってプログラムが流れていきますが、VB は Event-Driven-Program と呼ばれる言語仕様を採用しています。すなわち、“マウスをクリック”といった何らかの“イベント”の発生に対して、対応する手続きが実行されます。このため、イベントの発生がプログラミングのポイントになります。

VB がサポートしているイベントで人間が直接与えなくても発生するイベントは、“任意の時間ごとにイベントを発生”する Timer イベントしかありません。この Timer イベントは二つの大きな問題を抱えています。一つはイベントの間隔が最大で約 1 分程度しか指定できず、時間の精度がハードウェアに依存することです。このため、N₈₈-Basic では簡単だった“10 分後にスイッチ・オン”に工夫が必要です。今回は Timer イベントを二つ組み合わせてこれを実現しました。もう一つは、イベントが発生し、対応するコードの実行終了後から次のイベント発生までの時間を数えるという Timer イベントの仕様です。このため、次のイベント発生時にはコード実行にかかる時間分の誤差が必ず生じます。今回は、一連の測定動作ごとに時間の遅れがキャンセルされるように工夫しました。

さらに、今回採用したインターフェースボードに添付されているプログラムライブラリは、VB について“サービスリクエスト”をサポートしていません (C 言語用ではサポートされている)。このため、測定にかかる時間やスキナの切り替え時間などをあらかじめ見込んだ、ゆとりのあるプログラムになってしまいました。

このような問題はありましたが、できあがったプログラムは順調に動いています。とくに、N₈₈-Basic では難しかった市販のプログラムのようなグラフィカル・ユーザー・インターフェースを容易に作ることができました。測定結果については研究紹介 5・6 を参照して下さい。

(山村泰久、齋藤一弥)