

顕微ラマン分光のための高周波誘導加熱ダイヤモンドアンビルセルの開発

Induction heating HT diamond anvil cell for Raman microspectroscopy

篠田 圭司 [1]; 野口 直樹 [1]

Keiji Shinoda[1]; Naoki Noguchi[1]

[1] 大阪市大・理・地球

[1] Geosciences, Osaka City Univ.

高温高圧下での顕微ラマン分光法のための、高周波誘導加熱式ダイヤモンドアンビルセル (Induction Heating Diamond Anvil Cell: IH-DAC) を製作・稼働を始めたので、その概要について報告する。

高温高圧下での地球構成物質の挙動を研究する際に高圧発生装置として、DAC が広く用いられる。従来、DAC の加熱方式として、ヒーターによる外熱式と、レーザーによる内熱式の加熱方法があった。本報告で製作した高周波誘導加熱による高温発生法は、DAC を用いた研究では従来なされていない加熱方法で、外熱式・内熱式の欠点を補い、安定して高い精度で高温を発生させる可能性を持つ。

誘導加熱とは、被加熱金属を加熱コイル中に設置し、加熱コイルに高周波電流を流し交番磁場を発生させ、被加熱金属中に誘導電流を誘起し、そのジュール熱により金属を加熱する方法である。近年調理器具として普及した IH 方式の加熱方法と原理は同じである。この加熱方法を DAC の加熱方法に採用した。

高周波誘導加熱に特化した DAC は、大阪市立大学工作技術センターで製作した。IH-DAC は、三点クランプ式とレバー式を合わせた加圧機構で、超硬台座のあおり用押さえ板とあおりネジがセラミクス製で誘導加熱の影響を受けにくくしてある。高周波誘導加熱電源は 10kW、加熱用コイルは、外径 27 ミリ、内径 15 ミリ、厚さ 4 ミリの一巻きで、対向したダイヤモンドを取り囲む配置となっている。高周波誘導コイルは、日本サーモニクス (株) で製作した。試料部の測温のために、従来外熱式高温 DAC で行われるような熱電対をダイヤモンドに接触させる方法は空間的配置や加熱方法の制約から、熱電対を用いることは出来ない。従って、数種の融点既知物質の融解の直接観察と、シリコンのラマン散乱光のストークス線とアンチストークス線の強度比から DAC 内の試料の温度を直接測定することを試みた。結晶の格子振動を量子化したフォノンとみなせば、ストークス線の強度は、フォノンが基底状態にある相対確率を表し、アンチストークス線の強度はフォノンが第一励起状態にある相対確率を表すと考えられる。従ってストークス線とアンチストークス線の強度比は、格子振動のエネルギーを用いたボルツマン因子で表現される。従って、 $I_a/I_s = \exp(-h\nu/kT)$ から試料の絶対温度が測定できる。リンカム社製高温ステージを用いてシリコンの試料温度と I_a/I_s 比を測定し、試料温度と I_a/I_s 比から求められる温度がよい相関を示すことを確認した後、誘導加熱による DAC の昇温時の I_a/I_s 比から試料温度を直接測定した。この校正曲線により一般の試料の試料温度の直接測定が可能になる。

DAC の加熱の予備実験として、WC、SUS、鉄、レニウムなどの、台座・ガスケット材料の候補物質のダミーを大気雰囲気下で高周波誘導加熱を試みた。測温は放射温度計を用いた。SUS は 1200 までの誘導加熱でも、表面は変化せず安定していた。WC は 800 を超えると、表面形状に変化が起こり、加熱の効率が鈍った。加熱様式として以下の二つの材料の組み合わせを試した。台座を WC で製作しガスケットを 4 のレニウム板を用いる場合と、台座を SiN で製作しガスケットとして $10 \cdot t1.5\text{mm}$ の SUS で 4 のレニウムを挟み SUS を溶接したハイブリッドガスケットを用いた場合である。前者は台座の加熱により高温発生を目指したもので、後者はガスケット部の加熱により高温発生を目指している。前者の加熱効率が後者の加熱効率に比べて勝り、800 程度へ容易に昇温できた。従って、誘導加熱による昇温法は台座を加熱する方法が有望であるが、最適な台座の材質の選定、ダイヤモンド周辺の雰囲気制御など、いくつかの実験技術を改善しなければならない。発表においては、高温高圧下での鉱物の相転移のその場観察例を報告する。