

九州大学中央分析センター

74

センター
ニュース

平成 13 年 9 月

目 次

分析機器解説シリーズ (72)	1
断熱法による熱容量測定	
—複合極限環境下において—	
お知らせ.....	11

断熱法による熱容量測定 ～複合極限環境下において～

工学研究院エネルギー量子工学部門

美藤 正樹・河江 達也・竹田 和義

1. はじめに

熱容量はもっとも基本的な熱力学的物理量の一つであり、「系の温度を1 Kだけ上昇させるのに必要な熱エネルギー」として定義される。構造相転移や磁気相転移などの相転移が起こる温度では系の温度を変化させるに多くの熱エネルギーが必要になるため、相転移の性格を反映した多様な熱容量の異常が現れる。

熱容量の測定方法は断熱法、緩和法、交流法等用途によって種々の方法が用いられている。¹⁾最近では緩和法を利用した高価な熱容量測定装置が市販されており、0.5Kまでの低温域で、さらに10テスラ以上の高磁場下で微量試料の熱容量測定が手軽に行えるようになっている。緩和法・交流法は微量試料の熱容量測定が比較的短時間で行えるなどの特徴がある。一方、断熱法は以下に述べるように極低温や高圧といった極限環境条件と簡単に組み合わせることが出来るなどの特徴がある。

このレポートでは、我々の研究室で行っている極低温下・高磁場下・高圧下という複合極限環境下における断熱法による熱容量測定について解説する。^{2,3,4)}現在、自作の装置で100mKまでの極低温下・8テスラまでの高磁場下・2万気圧までの高圧下という環境下での断熱法による熱容量測定を行うことができる。まず断熱法の簡単な原理を説明し、次に我々の研究室の実験装置の概要を説明し、最後に測定例を二例程紹介する。

2. 断熱法による熱容量測定の原理

断熱法による熱容量測定では、試料を断熱真空状態におき、外界から熱的に孤立させ、既知量の熱エネルギーを加え、その時の試料の温度上昇を測定し、その比から熱容量を計算する。実際の測定では抵抗体に直流電流を流し、熱エネルギー Q をヒートパルスの形で与える。このとき試料の温度上昇を ΔT とすると、試料の熱容量 C は次式で定義される。

$$C = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} Q / \Delta T \quad (1)$$

実際の実験では、試料は外界と完全に断熱されているわけではなく、試料と外界の間にはリード線等を介してわずかな熱流入が存在する。しかし試料内の熱緩和に比べると外界との熱接触が無視できるような状態をつくり出すことが出来れば、断熱法による熱容量測定が可能となる。逆に、試料と外界（熱浴）との熱接触を強くし、その間の熱緩和過程における緩和時間により熱容量を求めるのが緩和法である。また、交流法では試料に $Q_0 \cos \omega t$ の形で熱を周期的に加え、その応答交流温度を測定し、 $\Delta T = Q_0 / \omega C$ の関係より熱容量を求める。以下、実際の測定における操作手順にそって、断熱法の原理をもう少し詳しく説明する。

図1のように断熱真空中に試料があるとする。その試料には温度計と熱エネルギーを与えるためのヒーター（以後、メインヒーターと呼ぶ）、そして初期状態の温度を安定させるための補助ヒーター（以後、サブヒーターと呼ぶ）が接触されているとする。図2に断熱型の熱容量計における試料の典型的な温度変化を示す。まず、サブヒーターに流す電流を調整し、温度 T_1 という熱平衡状態を実現する。次に時刻 t_1 から t_2 の間、メインヒーターに電流を流し、試料に熱エネルギー Q を加える。このとき、メインヒーターに流す電流を I 、その両端にかかる電圧を V 、電流を流す時間を t とすると、試料に加えられた熱エネルギー Q は次式で与えられる。

$$Q = IVt = IV(t_2 - t_1) \quad (2)$$

メインヒーターに流す電流を切った後、 T_2 という熱平衡状態が実現されたとすると、試料の温度上昇 ΔT は

$$\Delta T = T_2 - T_1 \quad (3)$$

で与えられる。熱容量は(1), (2), (3)式より

$$C = IV(t_2 - t_1) / (T_2 - T_1) \quad (4)$$

で計算されることになる。通常、この熱容量は温度 $T = (T_2 + T_1) / 2$ での熱容量として定義される。断熱法における熱容量は与えられる熱量 Q と初期状態と終状態の温度差 ΔT の比で与えられ、終状態への熱緩和過程は直接問題にならない。つまり、断熱法では熱伝導に関する知見は与えられない。また、熱を加えても温度が上昇しなければ潜熱（融解などの）を測っていることになり、潜熱と熱容量を同時に測定できることも断熱法の特徴である。

断熱法においてまず注意すべき点は、(1) 断熱真空状態を作ること、(2) 試料部の熱緩和を早くすることの二点である。試料部に熱流入があったり、熱緩和が悪いと ΔT の見積もりに誤差を

生じる。細部にわたる注意事項は3章で随時紹介していく。

3. 極低温下・強磁場下・高圧力下における熱容量測定

我々の研究室では自作の ^3He 冷凍機及び ^3He - ^4He 希釈冷凍機に超伝導磁石を組み込んだ測定システムで温度 $T \geq 100\text{mK}$ 、磁場 $H \leq 8\text{Tesla}$ ($1\text{ Tesla} = 10^4\text{ Gauss}$)という環境下で熱容量測定を行うことができる。更に高圧発生用圧力セルを組み込むことにより圧力領域を $P \leq 20\text{kbar}$ ($1\text{ bar} = 0.1\text{MPa}$)にまで広げることができる。

ここでは、 ^3He 冷凍機を用いた場合の実験装置の概要を中心に(1)極低温熱容量測定技術(2)高磁場発生技術(3)高圧発生技術に分けて説明する。

3-1. 極低温熱容量測定技術

我々の研究室では ^3He 冷凍機と ^3He - ^4He 希釈冷凍機を熱容量測定用の冷凍機として使用している。詳しい解説は専門書を見ていただくとして、両者の違いを簡単に説明する。 ^3He 冷凍機は液体 ^3He の蒸気圧を下げることによって温度を下げる事が出来るが、このやり方では温度を下げると飽和蒸気圧が急速に下がり、蒸発による冷却力も小さくなる。この冷却方式では約 0.3K が限界である。これに対し、 ^3He - ^4He 希釈冷凍機は ^3He と ^4He が 0.87K 以下の温度で2相に分離することを利用する。 ^3He - ^4He 希釈冷凍機の一般に混合室と言われる最も温度の低くなる場所では ^3He - ^4He 混合液が ^3He 濃厚相(c相)と ^3He 希薄相(d相)に分離している。d相は超流動中 ^4He の中を ^3He が「気体」のごとく自由に運動している状態と考えることが出来、c相からd相へ ^3He が溶け込む過程は一種の「蒸発」と見なすことができる。この蒸発の際、気化熱に対応する吸熱作用があり、混合室の温度は下がる。 ^3He は6.4%の濃度までなら絶対零度まで ^4He 中に溶け込み、飽和蒸気圧は $T=0\text{K}$ までこの値を保つ。このため ^3He - ^4He 希釈冷凍機は非常に低温まで冷却能力がある。

低温の熱容量測定でまず注意すべきは温度計の選択である。一般に低温での測温には半導体抵抗や金属抵抗を利用した温度センサーが使われている。我々の研究室ではいくつかの半導体抵抗を測定温度域によって便宜使い分けている。30K以上の場合には電気抵抗が温度の一次の関数によ

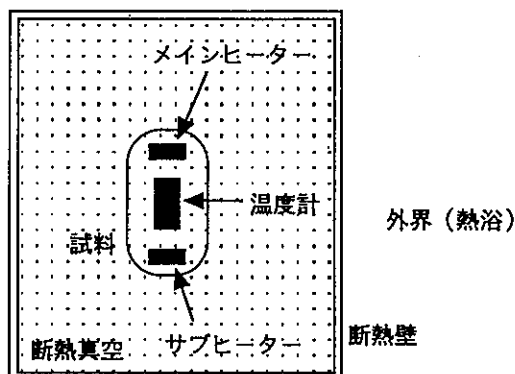


図1. 断熱型熱量計の原理図

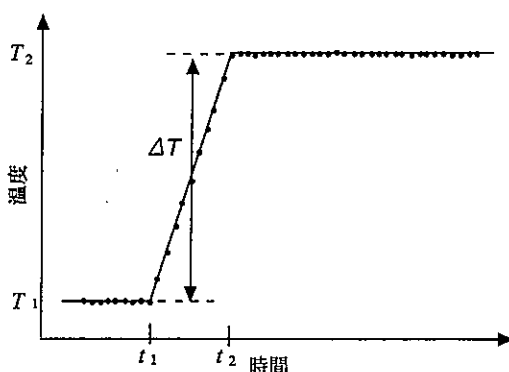


図2. 断熱法熱容量測定における試料の温度変化

って変化する白金抵抗 (LakeShore Cryotronics.Inc.社製PT-103) やシリコンダイオード(LakeShore Cryotronics.Inc.社製DT-470-LR-13, もしくはNEC製1S-935)を使用することが多い。30K以下では電気抵抗の温度変化が大きい, つまり温度分解能の高い炭素抵抗 (例えば, Allen-Bradrey社製300 Ω , 同100 Ω , 同27 Ω , Matsushita社製220 Ω)やゲルマニウム温度計(LakeShore Cryotronics.Inc.社製GR-200A-1000, 同100, 同30)を使用することが多い。しかし, シリコンダイオードとゲルマニウム温度計はそれらの電気抵抗が磁場によって大きく変化することから, 外部磁場を印加する場合は, 磁場の影響の少ない場所に配置するなどの工夫をしなければならない。最近, 我々は磁場依存性の少ないCernoxと呼ばれる温度計を使い始めたが, それはサイズも2mm×1mm×0.5mmと非常に小さく, 微小試料の熱容量測定にも適している。また, ^3He - ^4He 希釈冷凍機の測定では比較的磁場変化の小さい酸化ルテニウム温度計なども有効である。また温度センサーの電気抵抗を高精度に測定するためナノボルトメーターや高性能抵抗ブリッジを使用している。

メインヒーターやサブヒーターには温度変化の少ない金属板膜抵抗 (100 Ω , 200 Ω , 1000 Ω)を使用しているが, ブランクの熱容量を小さくしたいときは, 適当な長さのマンガニン線をヒーターとして使用することもある。

温度計やヒーター関係のリード線は試料への熱流入を小さくする意味で熱伝導の小さいマンガニン線を用いることが多い。また, 1K以下の極低温下での測定では, さらに熱流入を小さくするためNb-Tiの超伝導線を使用している。

図3に ^3He 冷凍機を使用した熱容量測定装置の概略図を示す。図3の断熱管(e), 超伝導磁石(o)は通常の測定時は液体 ^4He 中に浸かっている。測定時, (e)の内部は断熱真空状態である。断熱管内部のセッティング終了後, 断熱管はインジウムシールによって装置本体にネジ止めされる。装置の冷却は大きく分けて液体窒素温度ま

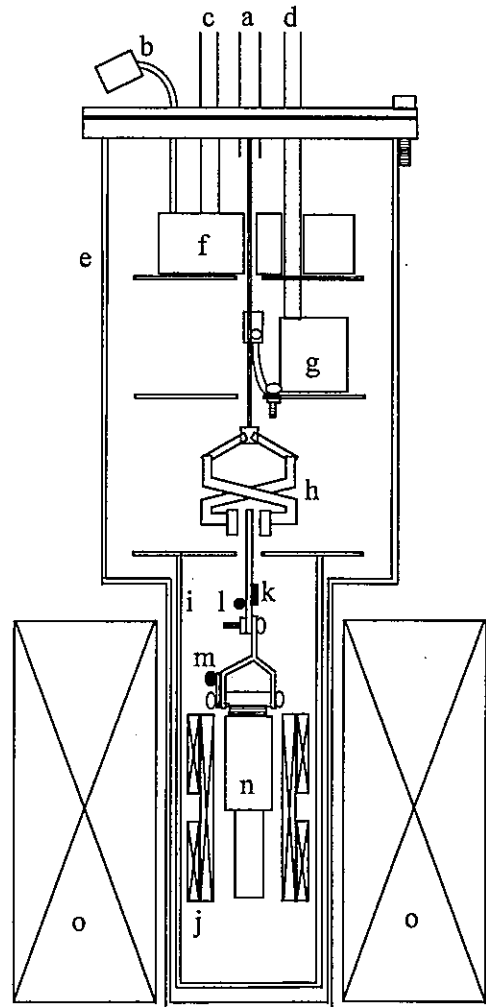


図3. ^3He 冷凍機を使用した高圧下磁場中熱容量測定装置の概略図 (断熱ジャケット部)

(a)断熱真空ライン, (b)1Kポット用 ^4He 取り込み口, (c) ^4He 強制排気口 (d) ^3He 液化・強制排気ライン (e)断熱管 (f)1Kポット (g) ^3He ポット (h)メカニカルヒートスイッチ (i)アイソサーマル管(断熱壁) (j)交流帯磁率用コイル (k)温度計 (l)メインヒーター (m)サブヒーター (n)CuBe製圧力セル (o)超伝導磁石

で冷却と液体ヘリウム温度まで冷却に分けられる。冷却を効果的にするため、通常、断熱管の中には熱交換ガスとして0.5cm³程度のヘリウムガスを入れて冷却する。しかし、低温で断熱真空状態を作り出すため、10K～20Kまで温度が下がった段階で断熱管内の真空度が 5×10^{-6} Torr以下になるように油拡散ポンプを使用し熱交換ガスを排気している。この段階で、念のため熱容量のテスト測定を行い、図2のような昇温過程が得られることを確認する。

熱交換ガスの排気後、ヘリウムデュワーに液体ヘリウムを溜めていく。液体ヘリウムが断熱管上面のレベル以上に貯まった段階で4.2K以下への冷却する過程に入る。まず、1Kポットに⁴Heを取り込み、そして強制排気し、1Kポットの⁴Heの蒸気圧を下げることで、1Kポットの温度を1.4K付近にまで下げる。次に、このクーリングパワーを利用し、³He (1気圧での沸点3.2K)を液化し³Heポットにためる。そして、³Heポットの液体³Heを強制排気し、³Heポットを0.5K付近まで冷却する。メカニカルヒートスイッチは最終的には³Heポットに熱アンカーされており、試料部とメカニカルヒートスイッチとを熱接触させることで試料の温度を0.6K付近まで冷却することができる。熱容量を測定する時はメカニカルヒートスイッチを放し、断熱状態で測定を行う。また、熱容量の小さな場合やゆっくり温度を冷やすような測定の場合は、リード線の熱伝導を調整し、メカニカルヒートスイッチを使わず、³Heポットに熱アンカーされたリード線の熱伝導だけで試料の温度を下げることもある。

また、20K以上の高温測定になると、試料部と外界（熱浴）の温度差が大きくなり、熱平衡にかかる時間は長くなるため、熱輻射の影響を小さくするため断熱壁（アイソサーマル管：図3(i))を用意し、試料の温度だけでなく、外界の温度も制御する。

3-2. 高磁場発生技術

磁場は図3(o)のNb-Ti超伝導マグネットが発生させる。現在、当研究室では3, 5, 8テスラ用のマグネットを低温用クライオスタットに取り付けることができる。電源には最大出力75アンペアの直流電源を使っており、永久電流モードで使用することもできる。

実験中に超伝導磁石が常伝導状態になってしまうと大量の熱が発生し、液体ヘリウムが爆発的に蒸発し、非常に危険な状態になるので、磁場発生中はヘリウムレベルがマグネットのトップより下にならないように注意しなければならない。

3-3. 高圧発生技術

我々の研究室では熱容量測定用の圧力発生装置には熱伝導の良いCuBe製のクランプセルを用いている。今現在使用しているもので最大2万気圧までの圧力を発生させることができる。ちなみに1万気圧とは海底1万メートルにおける水圧に等しい。

図4にテフロンセルで圧力をシールするタイプのクランプセルの構造を示す。圧力セルの構造

は極シンプルであり、テフロン製のサンプルセルの中に試料と圧力媒体そして圧力検定用の超伝導体を入れ、それをピストンで加圧し、ナットを締込むことでその圧力を維持するというものである。圧力漏れに万全をきすため、サンプルセルとピストンの間にテーパの入ったワッシャーを入れる。必要に応じて、ワッシャーの周りにハンダメッキをする。試料は単結晶試料にこだわらない場合は熱緩和をよくするため、極力微細に砕き、熱媒体と圧力媒体の役割を兼ねたアピエゾン-Jオイルとよく混ぜる。

実際に測定される熱容量は試料の熱容量と圧力セルの熱容量、圧力媒体の熱容量、温度計・ヒーター等の熱容量の和である。加圧下ではテフロンやアピエゾン-Jオイルの熱容量は硬化に伴って小さくなるため、それらの圧力効果を前もって測定しておく必要がある。

また、圧力の温度依存性であるが、試料とテフロン、そしてCuBeの熱収縮の違い（テフロンの熱収縮率はCuBeの約7倍）により、このようなクランプ型のセルでは低温で0.5~1.0kbar程度の圧力が抜ける傾向にある。よって、室温で無加圧のセルは、低温において試料部と圧力セルの熱接触が悪くなり、熱緩和の良い測定ができない。よって、測定物質が力学的ストレスに敏感でないような物質の場合は、低温・常圧の測定においても室温で予備圧力として0.5kbar程度の圧力をかけることにしている。我々の実験ではヘリウム温度付近での測定が多いため、圧力検定にはPb（超伝導転移温度： $T_c=7.2\text{K}$ ）、Sn（ $T_c=3.7\text{K}$ ）、In（ $T_c=3.4\text{K}$ ）、Al（ $T_c=1.2\text{K}$ ）⁶⁾のような第一種超伝導体の超伝導転移が加

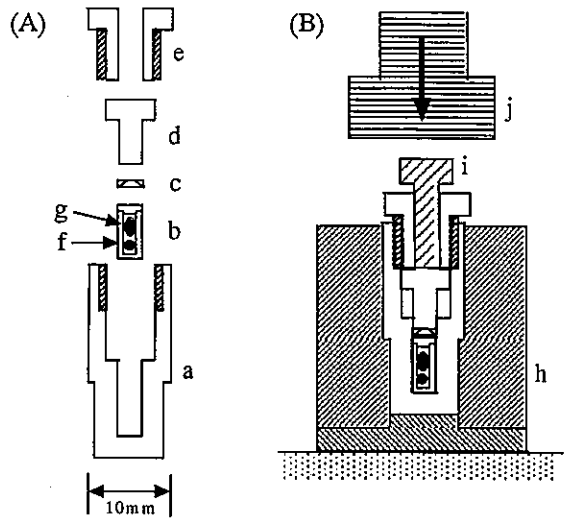


図4：(A)CuBe製クランプセルの概略図。

a: シリンダー(CuBe), b: サンプルセル (テフロン), c: テーパー入りワッシャー(CuBe), d: ピストン(CuBe), e: ナット(CuBe), f: 圧力検定用の超伝導体 (ex. Pb, Sn, In, Al), g: サンプル。

(B)クランプセルの昇圧過程の概略図
h: ステンレス製台座, i: 超高強度材SLD製のピストン, j: 油圧10トンプレス

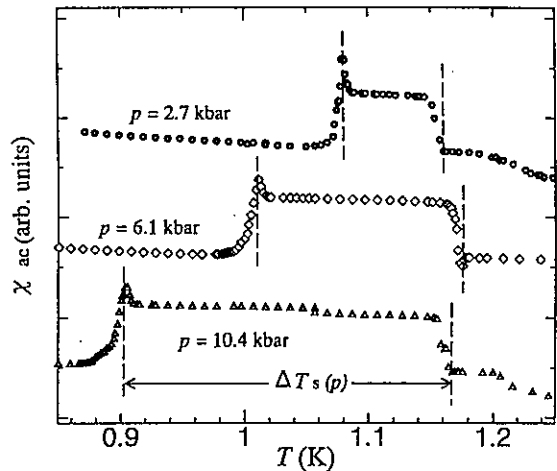


図5. 圧力検定のためのAlの交流帯磁率測定

1.17K付近に見ている超伝導転移は圧力セルの外につけた常圧のAlの超伝導転移で、低温側に見えているのが圧力セル内のAlの超伝導転移を示す。超伝導転移の降下幅 ΔT_s から $dT_s/dP=-0.29\text{K/GPa}$ の式⁶⁾を利用しヘリウム温度における圧力を見積もることが出来る。

圧によって降下することを利用して、その降下幅から低温での実質の圧力を見積もっている。その超伝導転移の観測には交流帯磁率測定を用いている。図5にAlを使った時の圧力検定の結果を示すが、1mg程度の量でも綺麗なマイスナー効果を観測することが出来る。また、その程度の量の超伝導体では熱容量への影響は無視できる。

4. 測定例

4-1. 二本鎖梯子量子スピン系物質の加圧下・磁場下熱容量測定

スピン量子数 S が $1/2$ の銅イオンが二本鎖の梯子格子上に並び、その格子上のスピン間に反強磁性的な磁気相関を有する物質 $\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2)_2\text{Cl}_4$ の低温加圧下・磁場下熱容量測定を紹介する。⁷⁾ 冷凍機は ^3He 冷凍機を使用した。この物質は代表的な二本鎖梯子鎖量子スピン系物質であり、基底状態と第一励起状態の間に量子効果に起因する有限のエネルギーギャップをもつ。このエネルギーギャップに関する研究が磁気測定、NMR, ESR, 中性子非弾性散乱実験などの幅広い物性手段で行われている。この物質の加圧下における物性研究のポイントは、「常圧では有限のエネルギーギャップのため、絶対零度でも長距離の磁気秩序を有することができないが、圧力を加え、格子系に力学的なストレスを加えることによって、長距離の磁気秩序が出現するか?」というものである。

図6に $\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2)_2\text{Cl}_4$ の零磁場における加圧下熱容量測定の結果を示す。常圧では5K付近にブロードなピークを持ち、それ以下の温度では指数関数的な温度依存性が見られている。それぞれは短距離秩序の発達とエネルギーギャップの存在を示唆する。加圧下では、5K付近のブロードなピークは出現する温度はそのままに大きさが小さくなり、そして新たに1.5K付近と2.6K付近に熱容量の異常が観測される。これは加圧によって、短距離秩序に参加するスピンの数が減少するということと、新たに二つの磁気秩序が誘起されるということを示唆している。

図7には $P=4.1\text{kbar}$, 7.0kbar , 8.9kbar での試料の磁気熱容量から短距離秩序の成分を差し引いた熱容量の磁場依存性を示すが、零磁場で1.0K付近に見られる異常は外部磁場が加わることによって大きさはそのままに高温側にシフトする。この異常の磁場依存性が $S=1/2$ の常磁性

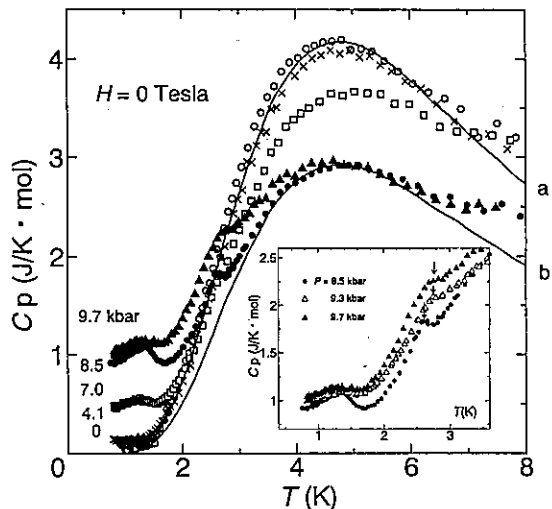


図6. $S=1/2$ 反強磁性二本鎖梯子系物質 $\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2)_2\text{Cl}_4$ の零磁場における加圧下熱容量

格子系による寄与を差し引いた磁気成分の熱容量の圧力依存性を示したものである。曲線aはこの物質の磁気比熱の理論計算で、曲線bはその理論計算に0.70をかけたもの。

スピンによる磁場下でのショットキー熱容量で再現できることから、常磁性的なスピンの加圧によって出現した、と考えることが出来る。そのショットキー熱容量の極大値から、 $P=4.1\text{kbar}$, 7.0kbar , 8.9kbar ではそれぞれ 0.06mol , 0.15mol , 0.22mol の常磁性スピンが誘起されている、と見積もることが出来る。また、 $P=7.0\text{kbar}$, 8.9kbar で見られる $T=2.6\text{K}$ 付近の異常は磁場によっても殆ど変化しないことから、その熱容量の異常は長距離の磁気秩序による可能性が高い。その転移に消費される磁気エントロピーは $S=1/2$ の全エントロピーの約 2% 程度である。

これらの $\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2)_2\text{Cl}_4$ の加圧下において見られた物理現象は他の低次元量子スピン系では発見されておらず、反強磁性的な相互作用が競合した二本鎖梯子系で始めて観測された面白い現象である。このように圧力だけでなく高磁場を加えた複合極限環境での熱容量測定は、上述のよ

うに複雑な磁氣的物理現象を分離・分析することができる。磁化率のような磁気測定では磁氣的シグナルの大きな常磁性成分の寄与によって他の寄与がマスクされ、上述のような詳細な研究はできない。

4-2. 有機強磁性体の加圧下熱容量測定

^3He - ^4He 希釈冷凍機を使用し、 100mK からの極低温領域で測定した有機強磁性体の加圧下熱容量測定を紹介する。

C, H, N, O 等の軽元素のみで構成された有機ラジカル磁性体の中で強磁性体になるものはほんの数種類でしかもその転移温度は一般に 1K 以下の極低温である。そのため、その熱容量測定

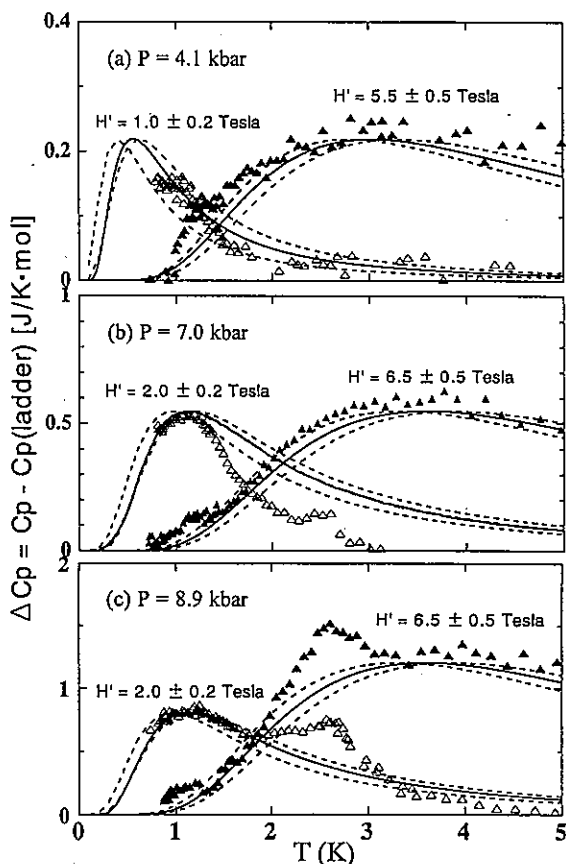


図7. $\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2)_2\text{Cl}_4$ における圧力によって誘起された熱容量 ΔC_p の圧力・磁場依存性

((a) $P=4.1\text{kbar}$, (b) $P=7.0\text{kbar}$, (c) $P=8.9\text{kbar}$) .

ΔC_p は全体の熱容量から短距離秩序の成分 $C_p(\text{ladder})$ を差し引いた熱容量である (\triangle) 外部磁場 $H=0\text{ Tesla}$ のときの ΔC_p , (\blacktriangle) $H=5\text{ Tesla}$ のときの ΔC_p).

曲線は有効磁場下 H' における $S=1/2$ の常磁性スピンのショットキー熱容量を表す。

は³He冷凍機より低温で冷却能力の高い³He-⁴He希釈冷凍機を使用せざるを得ない。

この研究の目的は有機ラジカル強磁性体の分子間相互作用機構を解明することである。これまで3種類の代表的有機強磁性体の加圧効果を磁化率と熱容量の測定を中心に調べてきたが、^{8, 9, 10, 11, 12)} 一般に強磁性状態は加圧下では不安定であることが分かっている。この研究における加圧することの意義は「分子間相互作用を生み出す分子軌道の重なりを連続的に制御し、結晶構造と磁性の対応関係を調べることに」ある。系統的な誘導体の合成では、わずかな置換基の変化でも構造がドラスティックに

変わることから、上記のような研究は難しい。熱容量測定では磁気転移温度だけでなく、どのような次元性のどのような大きさの分子間相互作用が磁気転移温度以上の温度域で支配的なのか、ということも調べることができる。

図8に常圧で $T=0.28\text{K}$ に強磁性転移温度をもつ $p\text{-Cl-C}_6\text{H}_4\text{-CH=N-TEMPO}$ ($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{Cl N}_2\text{O}$)の加圧下熱容量測定の結果を示す。¹¹⁾強磁性転移による熱容量の異常が加圧によって低下することが見て取れる。また、転移温度以上の温度域における熱容量の定量的解析から、短距離秩序の次元性が二次元から一次元に低下することが分かる。この転移温度の降下と次元性の低下は他の有機ラジカル強磁性物質でも見られている現象であり、有機ラジカル強磁性体の転移温度を上昇させるには次元性の向上が必要であることが予想できる。

このような熱容量測定における次元性の議論は加圧下の構造解析の結果と対応させることによって、高圧下での物性を解き明かすことにつながる。

5. まとめ並びに今後の課題

断熱法熱容量測定の簡単な応用として、極低温・高圧下・高磁場下という複合極限環境下における熱容量測定法について紹介した。高圧実験の分野では電気抵抗測定や磁気測定が盛んに行われているのに対し、熱容量測定は一部研究グループでしか行われていない。しかし、熱容量は内

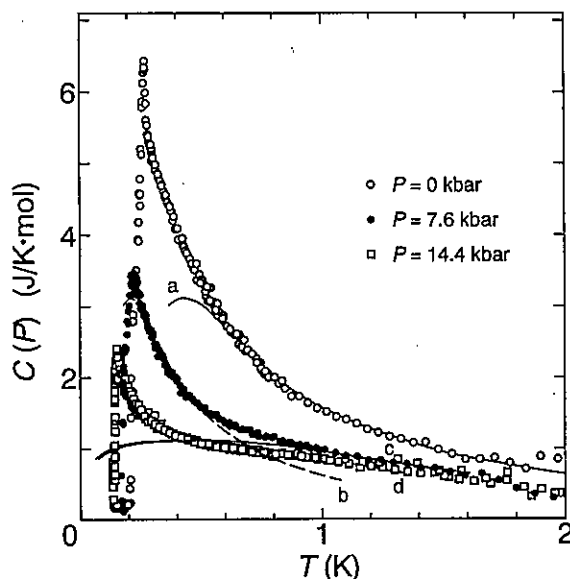


図8. 有機ラジカル強磁性体 $p\text{-Cl-C}_6\text{H}_4\text{-CH=N-TEMPO}$ の加圧下熱容量測定

$p\text{-Cl-C}_6\text{H}_4\text{-CH=N-TEMPO}$ の常圧における強磁性転移温度は 0.28K である。曲線a, bは分子間相互作用 $J/k_B=0.55\text{K}$, 0.27K の $S=1/2$ 二次元強磁性体の熱容量の理論計算。曲線c, dは分子間相互作用 $J/k_B=0.63\text{K}$, 0.75K の $S=1/2$ 一次元強磁性体の熱容量の理論計算。

部エネルギーの温度に対する一階微分で定義される非常に本質的な物理量であり、理論的側面からの熱容量の研究も充実しており、物性研究において熱容量測定は重要な実験手段であると考えられる。

複合極限環境下で精度の良い熱容量測定をするには、冷凍機の整備、極低温・高磁場下で使える温度計の選定や精密温度測定のための周辺測定機器の整備、ノイズ対策、更に、極低温高圧下で熱緩和を良好に保つことなど、いくつかの問題点をクリアしなければならない。また、定量的な議論となると、現状の実験状況では試料の量が少なくとも10mg程度は必要となる。そこで、微少試料でのより精密な熱容量測定を目指し、温度計の軽量化、圧力セルの軽量化などを行いながら、装置の改良を行っている。また、より高圧下での熱測定実験を行うべく、ダイヤモンドアンビルセルを使用した熱容量測定装置の開発にも取り組んでいる。

参考文献

- [1] G.R.Stewart; Rev. Sci. Instrum. **54** (1983)1.
- [2] 日本化学会編実験化学講座 4 「熱・圧力」 p305, 311 (丸善)
- [3] K.Takeda and M.Wada; J.Phys.Soc.Jpn. **50** (1981) 3603.
- [4] 河江達也,美藤正樹,竹田和義;固体物理 **34** (1999) 237.
- [5] 小林俊一・大塚洋一著物理工学実験 7 「低温技術」(東京大学出版会)
- [6] M.Levy and J.L.Olsen; Solid State Commun. **2** (1964)137.
- [7] M.Mito, H.Akama, T.Kawae, K.Takeda, H.Duguchi, S.Takagi; submitted to Phys.Rev.B.
- [8] K.Takeda, K.Konishi, M.Tamura and M.Kinoshita; Phys. Rev. B **53** (1996) 3374.
- [9] M.Mito, T.Kawae, M.Takumi, K.Nagata, M.Tamura, M.Kinoshita and K.Takeda; Phys. Rev. B **56** (1997) 14255.
- [10] K.Takeda, M.Mito, T.Kawae, M.Takumi, K.Nagata, M.Tamura and M.Kinoshita J.Phys.Chem.B **102** (1998) 671.
- [11] M.Mito, T.Kawae, M.Hitaka, K.Takeda, T.Ishida and T.Nogami; Chem.Phys.Lett. **333**(2001), 69.
- [12] M.Mito, T.Kawae, A.Ikegami, M.Hitaka, K.Takeda, S.Nakatsuji, H.Morimoto, H.Anzai, Physica B, **284-288** (2000)1493.

★★ お 知 ら せ ★★

- (1) レーザー粒経解析装置（大塚電子LPA-3000型）を修理しました。

本装置は①CRTが真空になる，②パネルキーがきかなくなる，等の故障がしばらく続いておりましたが，メーカーに送っての修理が完了しました。原因は①CPUの電源不良，②キーインターフェースボードの不良でした。

- (2) 光交流法比熱測定装置（真空理工ACC-1型）を改良しました。

本装置はロックインアンプのタイムコンスタントを3秒にすると，異常にデータがばらつく不良をかかえていましたが，データの取り込み周期の変更と平滑化処理の変更を行い，この問題をクリアしました。また，データの取り込み時間を従来の20秒から6秒に短縮する改良を行いました。これにより，従来より3～4倍多くデータ点が得られるようになりました。