

NMR 用プローブの製作

第二装置開発班

井上品次

はじめに

固体物性研究の中で、NMR を用いた研究は、大きな役割を果たしてきました。原子核の核スピンは周囲の電子系の電子スピンと超微細相互作用で結合しています。この相互作用は弱いため NMR はクールなプローブとして電子系を乱すことなく、電子系の静的・動的情報をミクロに得ることができます。この特長を生かすと、NMR は固体物性を研究する上で強力な測定手段になります。¹⁾

研究に使用する NMR 用プローブは測定温度領域、磁場発生装置の大きさ、試料の大きさ、などの制約からその研究に適したプローブを設計し製作する必要がある。

著者はこれまで、液体ヘリウム温度で使用する、①試料 2 軸回転機構プローブ、②試料回転機構のないプローブ、③試料 1 軸回転プローブを製作した。

これらのプローブにおいて重要な技術的課題は、液体ヘリウム温度で電気的絶縁を行い、気密を保つシールを確立することである。シール部分の電気絶縁材料には非金属を使用するため、金属との熱膨張の差により剥離し気密が破壊しやすい。従って、安定して使用できる部品の開発が重要な課題である。

著者は、このシール部品について、安定して使用できる方法を開発したので報告する。

装置の概要

図 1 に液体ヘリウム容器に装着した試料回転機構のない NMR 用プローブの模式図を示す。プローブは、真空層内にコンデンサーを配置し、真空層上部のトップフランジに真空排気口、コンデンサー回転軸シール、常温気密シールを取り付ける、真空層下部のインジウムシールフランジに低温用気密シールとコイルが取り付けられる。このコイル内に試料を挿入する。

この装置の特徴は、低温用気密シールの芯線とコンデンサーのリード線の接続をハンダ付けではなく、ピンとピンジャケットで接続する方法としている点である。このため、インジウムシールを取り外すことなく、上部トップフランジ引き上げることで、コンデンサーの交換、調整をおこなうことができる。

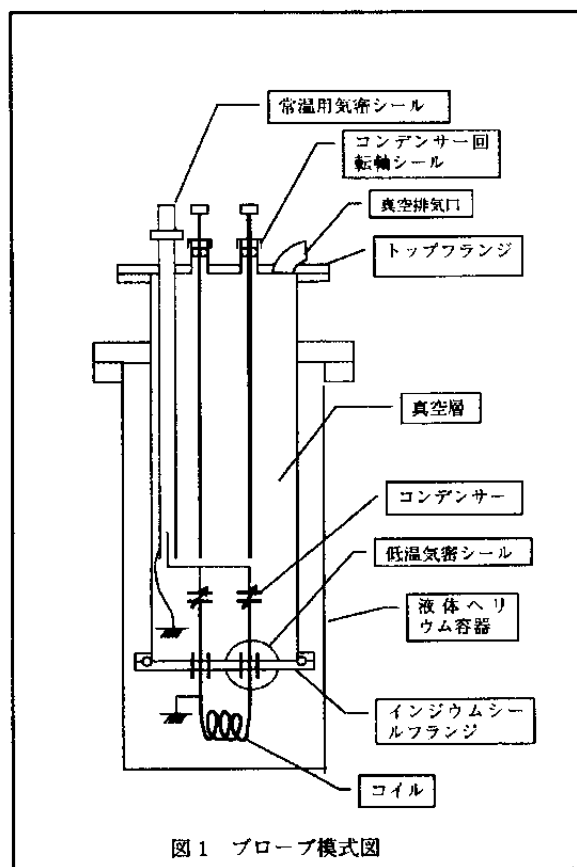


図 1 プローブ模式図

低温用気密シール

低温用気密シールには図2に示すような方法が確立され、低温技術に関する文献²⁾に紹介されている。この方法は絶縁材料として、熱膨張が金属に近似した接着剤スタイキキャスト 2850GTを使用している、しかしこのスタイキキャスト 2850GTには熱膨張を金属に近似させるため不純物が含まれており、NMR 測定用プローブに要求される仕様を満たすことができない。

そこで、この方法を参考に、接着剤として不純物の含まれていないスタイキキャスト 1266を使用する気密シールとして図3の構造を考え試作を行った。

まず真鍮のフランジに芯線を通す内径5mmの穴を貫通させ、一方の面に内径5.4mm、外径13mm深さ4.5mmの溝を加工する。芯線は接着面積を増すためにM2-ピッチ0.4mmのネジ加工を行い両端は接続するピンジャケットの内径に合わせ外径を1.4mmとし、さらに接続を容易なものとするために先端を細く加工している。さらに、接着時の接着剤の流出を防ぐため、また芯線の傾きを抑えるために接着剤と同一材質のスタイキキャスト 1266で中心にM2のメネジ加工を施した流れ止めを取り付ける。この状態で接着剤を流し込み必要な硬化時間を経た後完成する。

この構造で製作したシール部分を液体窒素で冷却し、ヘリウムリークディテクターで気密試験をおこなった結果、室温からゆっくりと冷却した場合は気密を保つことができたが、急冷した場合には漏れが発生することがわかった。この原因としては図4に示すように、接着面1には剥離する方向の力が発生し、この部分の接着力が接着面2より強力な場合は接着面2あるいは接着

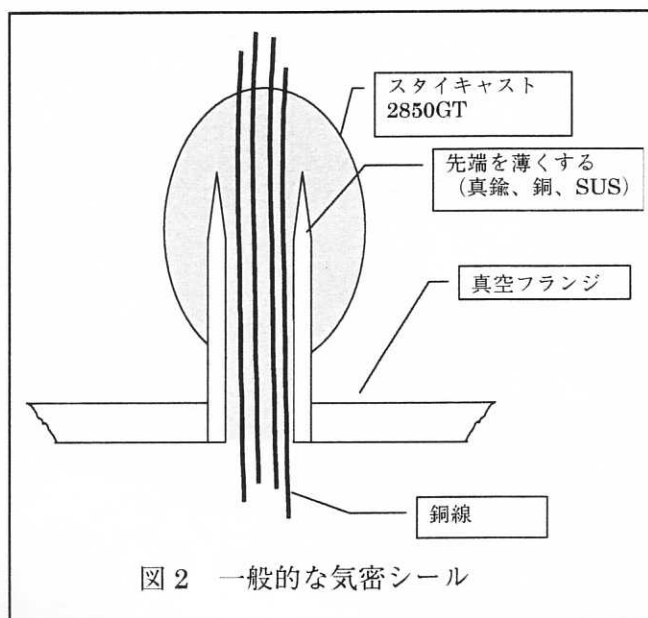


図2 一般的な気密シール

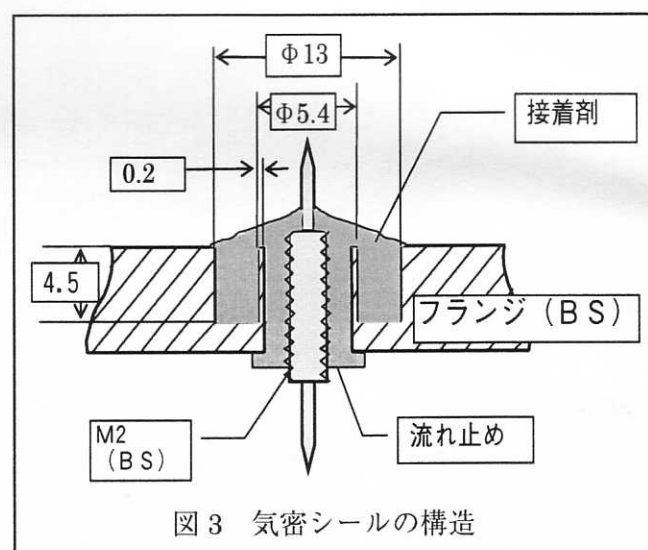


図3 気密シールの構造

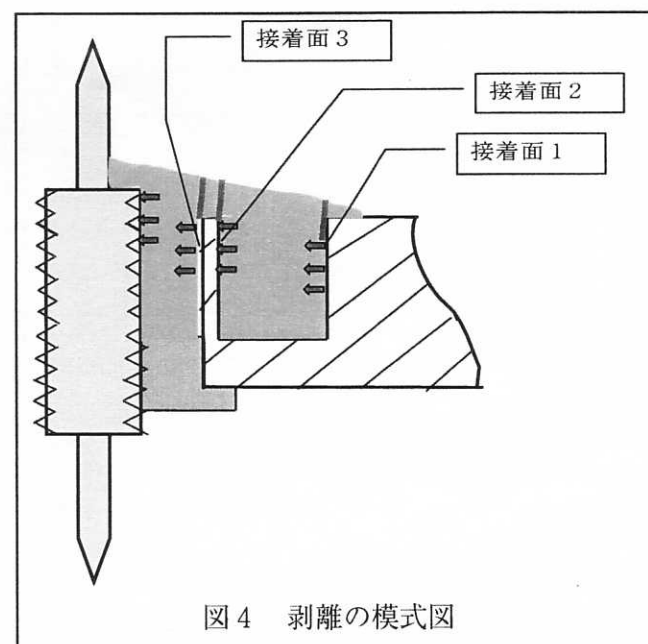


図4 剥離の模式図

面3で剥離が発生したことが考えられる。そこで、図5に示す接着面1の側に接着しにくいテフロンリングを挿入し接着することとした。同様の気密試験をおこなった結果、室温からゆっくりと冷却した場合は気密を保つことができるが、急冷した場合には漏れが発生する場合と、発生しない場合があることがわかった。これはテフロンの熱膨張がスタイキャストより2倍程度大きく、スタイキャストに大きな力が働き接着面に剥離が生じたためと考えられる。最終的に、接着後テフロンリングを取り除き、同様の気密試験をおこなった結果、急冷しても漏れは発生しなかった。

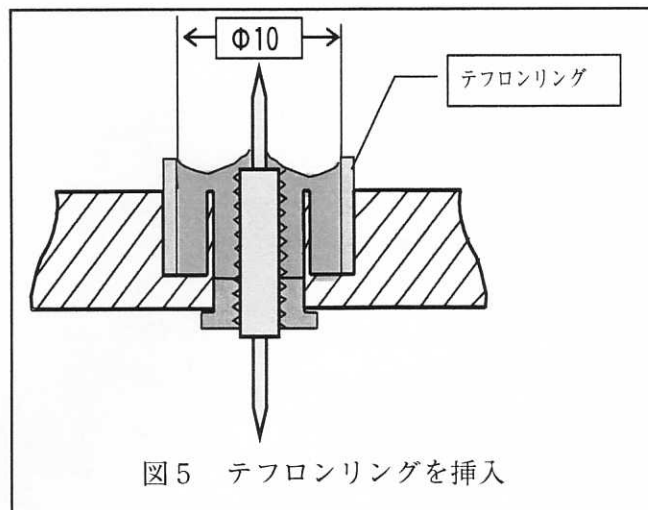


図5 テフロンリングを挿入

低温用気密シールの芯線とコンデンサーのリード線の接続

図3, 4, 5に示したように芯線のピンは両端をピンジャケットに差し込むため先端をテーパ形状に加工を施している。コンデンサーからのリード線はピンジャケットに接続し、図6のように組立てられている。このピンジャケットにインジウムフランジに取付けられたピンを差し込み、同時にインジウムシールを行なう。インジウムシールを組立後は、ピンとジャケットが一致する方向をトップフランジにマーキングしておけば上部のトップフランジを引き抜くことによりコンデンサー、ピンジャケットを外部に取り出すことが可能である。コンデンサーの交換、調整後再び挿入する場合はマーキングを合わせることで簡単にピンをピンジャケットに差し込むことができる。図7はインジウムフランジを組立てた図である。

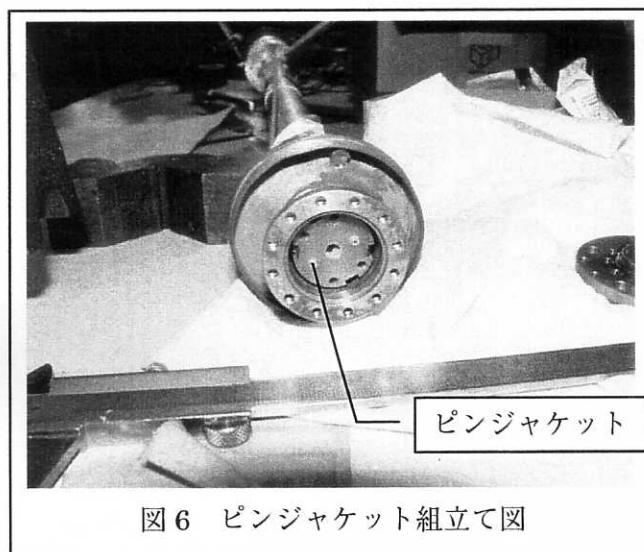


図6 ピンジャケット組立て図



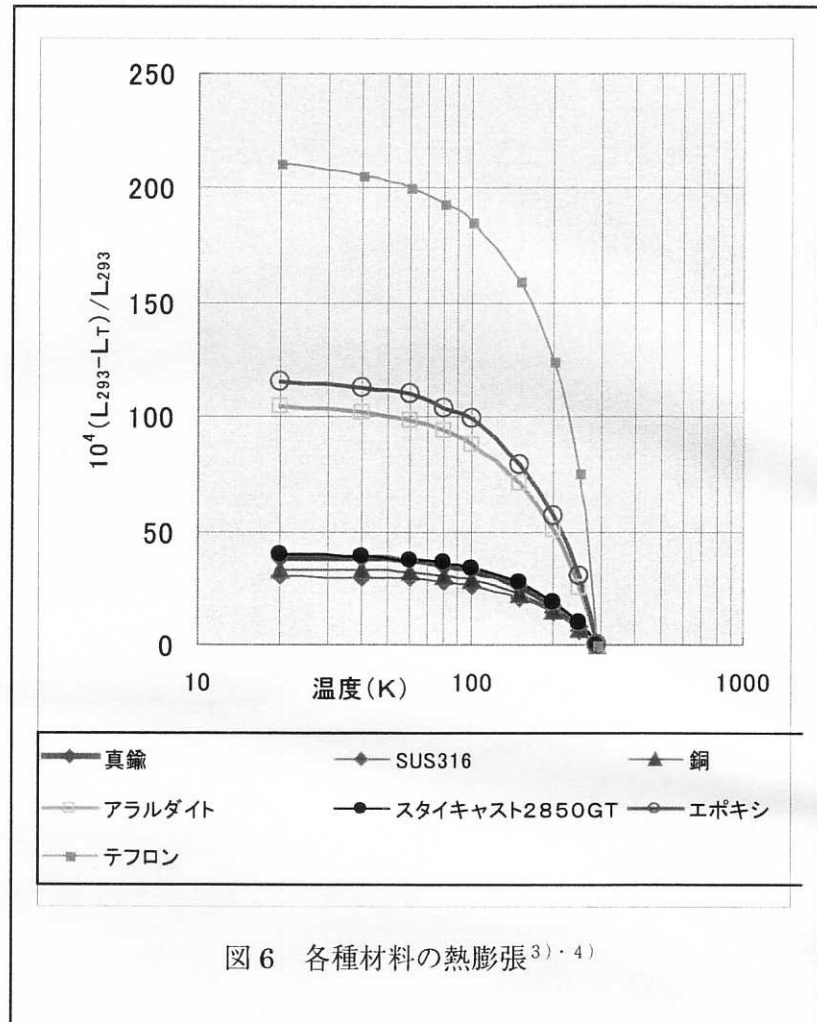
図7 インジウムフランジ組立て図

考察とまとめ

接着剤を低温で使用する場合、使用する材料の熱膨張の考察が重要となる。低温で

の接着剤として使用実績があるエポキシ系のスタイキャスト 2850GT は不純物の添加により真鍮と同等の熱膨張を示すことから、低温で使用する事が可能である。

今回使用したスタイキャスト 1266 はエポキシ系の接着剤であり真鍮などの金属に比べて低温での熱膨張は約 3 倍である。そのため低温環境下では、金属と接着面に剥離が発生することが十分考えられる。これを防ぐには、被接着部分の金属部分を薄くし、接着剤の収縮を金属部分のたわみで緩和することが必要である。図 2 で示した方法においても、金属部分を薄くしている。今回製作した被接着部分の真鍮の肉厚は 0.2mm とした。このことにより接着部分の剥離の発生をなくし、気密を保つことができたと考えられる。



文献

- 1) 物理学教室における研究 p 40 固体磁気共鳴研究室より引用
- 2) 低温物理学講座 低温技術[第 2 版] 小林俊一・大塚洋一 著 東京大学出版会
- 3) 実験物理学講座 15 低温 責任編集者 田沼静一 p 291 表 11・9 材料の熱膨張
- 4) 超伝導・低温工学ハンドブック 社団法人 低温工学協会編 オーム社 p 1099 図 3・9 高分子材料の線膨張率