

パルス強磁場下 直流電気抵抗測定マニュアル

文責：小谷真弘 (2010.1.1)

1. 本マニュアルについて

- ・パルスマグネットを用いた強磁場下における直流電気抵抗測定方法について述べる。

2. 準備 (前日に行うこと)

1. $\phi 16$ mm デュワー (クライオスタット TVC-2) の真空断熱層の真空引きをする。(真空ポンプの使い方はマニュアル参照)
2. 桶いっぱい Liq.N₂ を入れる。
3. 必要であれば N₂ ベッセルに Liq.N₂ を補充する。
4. Sample を必要サイズに加工する。このとき縦磁気抵抗配置であれば可能な限り針状にすること。また Sample のサイズを調べておく。
5. Sample をサファイア基板にワニスで固定する。
 - ・サファイア基板の大きさは $20 \times 4 \times 0.7$ mm³ である。
6. 磁場中電気抵抗測定 (縦磁気抵抗測定の場合) は四端子法で行うため図 1 のように端子を Sample に取り付ける。
 - ・使用導線は Au 線 ($\phi 30\mu\text{m}$ or $\phi 20\mu\text{m}$) が望ましい。
 - ・接着に用いる Ag ペーストは室温降硬化型の AG-400150 (溶媒：酢酸ブチル) または Au ペースト No.8560 (溶媒：エチルカルビトール, 焼成条件：100 °C×60 min) を用いる。
 - ・端子は Au 線の接着面が大きくなるようにする。
 - ・サファイア基板上の Au 線は磁場方向に垂直な面内でループを作らないようにきれいに配線を行い、サファイア基板から 10 mm ほど出る程度余らす。

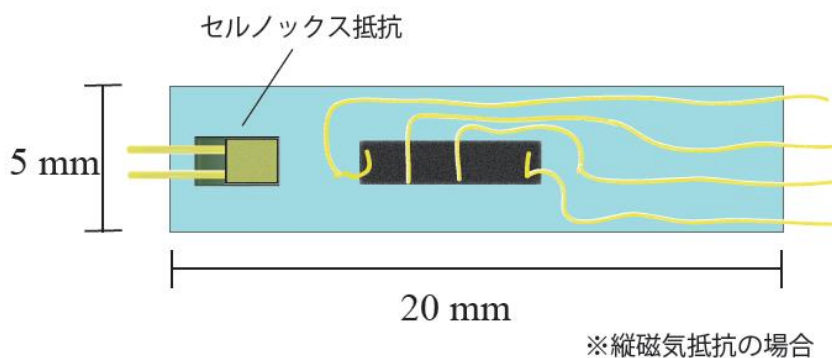


図 1 : 端子付け例

7. Sample の端子間距離を測る。
8. Sample の下の余ったスペースにセルノックス温度計をできる限り Sample 近傍に付ける。
9. パルス強磁場用の電気抵抗測定プローブ (Kaitenkun or Asasyouryu) を準備する。
 - ・プローブ全長 900 mm
 - ・同軸ケーブルは、Lake Shore 社製ウルトラミニチュア同軸ケーブルタイプ SS を用いている。
10. Sample を取り付けたサファイア基板を薄めたワニスでプローブに固定する。
 - ・固定するとき Sample が磁場ピックアップコイルの中心にくるように位置調整する。
11. Au 線を図 2 のようにプローブの電極基板に Ag ペーストで接着する。また、セルノックス温度計の端子をプローブの温度計用 Cu 線にハンダで付ける。

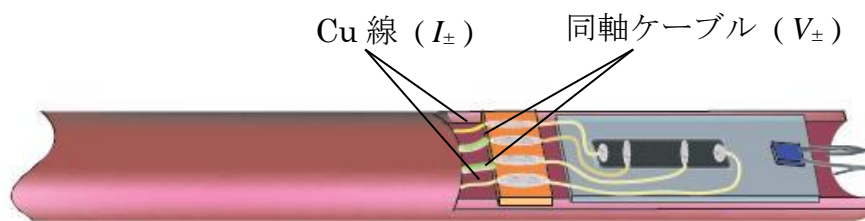


図 2 : プローブ装着図

12. Ag ペーストが固まるまで 30 分~60 分程度乾燥させる。
13. プローブ上部の電極端子で抵抗を計測しておく。このときそれぞれの抵抗値が 10Ω 程度になる。これより抵抗値が大きい場合は Sample かプローブの電極基板の Au 線の接触が悪いためつけ直す必要がある。

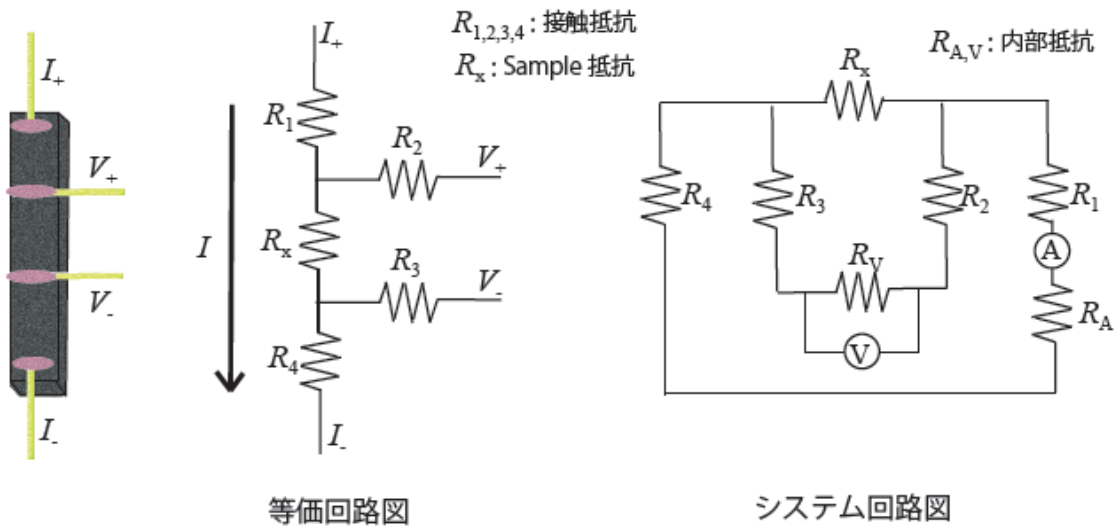
	I_+	I_-	V_+	V_-
I_+				
I_-				
V_+				
V_-				

※ $I_+ - I_-$ と $I_- - I_+$ は同じなのでそれぞれ測る必要はない

14. プローブにストローのカバーを付け、カプトンテープで固定する。
15. 温調をする場合はサファイア基板の裏面にヒーターを取り付ける。
16. プローブをデュワーにセットする。

[参考] 四端子法の原理

- 接触抵抗, I -source 内部抵抗はサンプル抵抗に比べ無視できるほど小さいため問題は電圧計内部抵抗のみ。
- 電圧端子に電流の出入りがないため、既知の電流を流して2点間の電圧差を測ればサンプル抵抗値がわかる。
- $\left\{ \begin{array}{l} R_x \ll R_v \text{ のとき } R_v \text{ を流れる電流は無視できるため } R_x \text{ を正確に} \\ \text{測定できる} \\ R_x \neq R_v \text{ のとき } R_x \text{ と } R_v \text{ の値を測定してしまうため、二端子} \\ \text{法を用いる方がよい} \end{array} \right.$



3. 準備（実験当日）

1. 前日より運転中の真空ポンプの窒素トラップに Liq.N₂ を入れて 30 分程度待つ。
2. コンプレッサの水抜きを行う。（毎回でなくてよい）
3. 電源の立ち上げ操作を行う。
 - ・メインブレイカーを ON
 - ・バンク室の D-2 電源を ON
 - ・D-2 制御マシンのスイッチを ON
(レバースイッチ ON→電源投入ボタン ON→D-2 電源中央ボタン ON)
4. デュワーの Sample 層を真空引きする。
5. Sample 層を He ガス置換する。（真空引きマニュアル参照）
6. デュワーを桶にセットする。
7. Liq. N₂ をデュワーの Liq. N₂ 層に入れる。
8. **R-T 測定**用の配線を行う。
 - ・PC, *I*-source (KEITHLEY 社 6430), ナノボルトメータ (Agilent 社 34420A), 温度計 (Lake shore 社 DRC-91C) を準備する。（図 3）
 - ・図 4 に示した温度変化電気抵抗測定回路を作る。

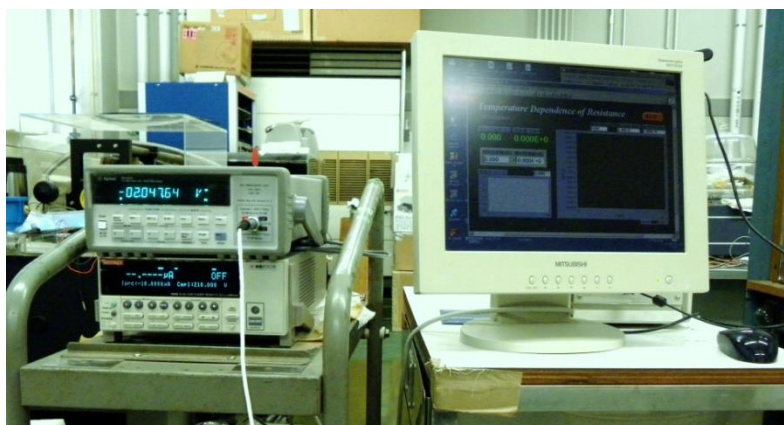


図 3 : *I*-source , ナノボルトメータ , PC (上)、温度計 (下)

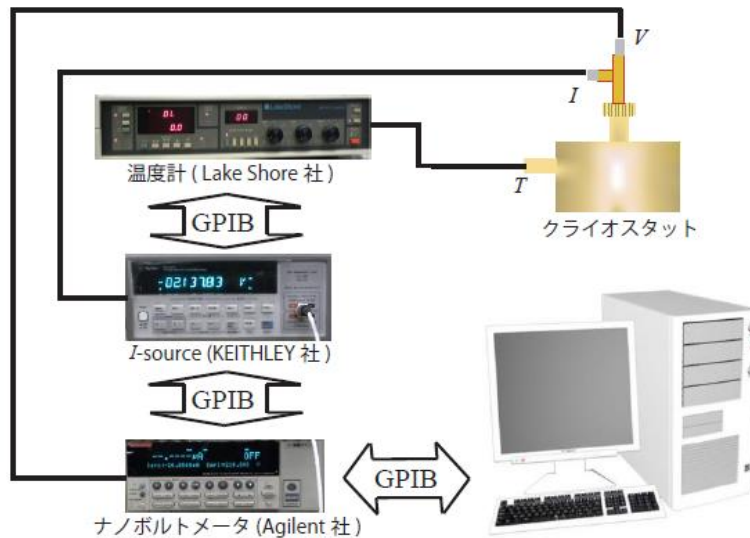


図 4 : R - T 測定回路図

9. PC の電源を入れ、測定機器が PC と繋がっているかを確認する。
 - ・デスクトップ上にある **Measurement&Automation** を実行する。次に構成画面にある“デバイスとインターフェイス”をクリックし、**GPIB0** を開き、“計測器をスキャン”を行う。計測器 3 つが繋がっていればソフトウェアを終了する。
10. **Sample** を正確に測定できるか確認するため **LabVIEW** の **I-V** 測定プログラムを実行する。
 - ・ $1\ \mu\text{A}$ 程度の電流を流し、出力電圧から I - V 測定のパラメータ（特に最大電流）を決定する。
 - ・デスクトップ上（PC 環境で変わる）の **user** フォルダ→**LabVIEW** フォルダ→**IV** フォルダ→**IV_03.vi** を実行する。
 - ・電流と電圧が比例関係であれば問題ない。またこのときに $R = V/I$ よりだいたい抵抗の大きさを確認しておく。
11. **LabVIEW** の R - T 測定プログラムを実行する。
 - ・デスクトップ上の **user** フォルダ→**LabVIEW** フォルダ→**RT** フォルダ→**MainProgram12Tmagnet_v3.0.vi** を実行する。
 - ・測定温度幅は $\Delta T = 0.1 \sim 1\ \text{K}$ 程度にする。**Sample** に流す電流は I - V 特性の結果から **$10\ \mu\text{V}$ 程度** であるような値にする。
 - ・**プログラム実行ボタンを 1 回押した後、一度プログラムを中止し、もう一度実行する。**（**LabVIEW** のプログラム上 2 回しないと **I-source** と **PC** が繋がらない）
 - ・プログラム実行するとファイルを聞いてくるので適当なファイルを選択

する。その後またファイル名を聞いてくるので保存したいファイル名を入力する。

12. Liq.He をデュワーサンプル層へトランスファーする。

- 温度が 100 K 程度になってから行う。(デュワーを桶に入れてから 1 時間程度)
- トランスファーの前に回収メータの数値をノートに記入する。
- トランスファーの後、霜をドライヤーを使ってとる。

13. 最低温度 (4.2 K) になったらデータを見て端子の良し悪しを判断する。

もしデータが汚いようであれば端子の状態が悪いので He を飛ばしてからデュワーを引き抜き、端子をつけ直す。

- 測定終了ボタン→ナノボルトメータ , I_{source} をローカルにする→ Output ボタン OFF

14. $R-T$ 測定が測定できたならば、次に **$R-H$ 測定** の準備をする。パルス強磁場下直流電気抵抗測定システムの回路図 (図 5) を下に示す。

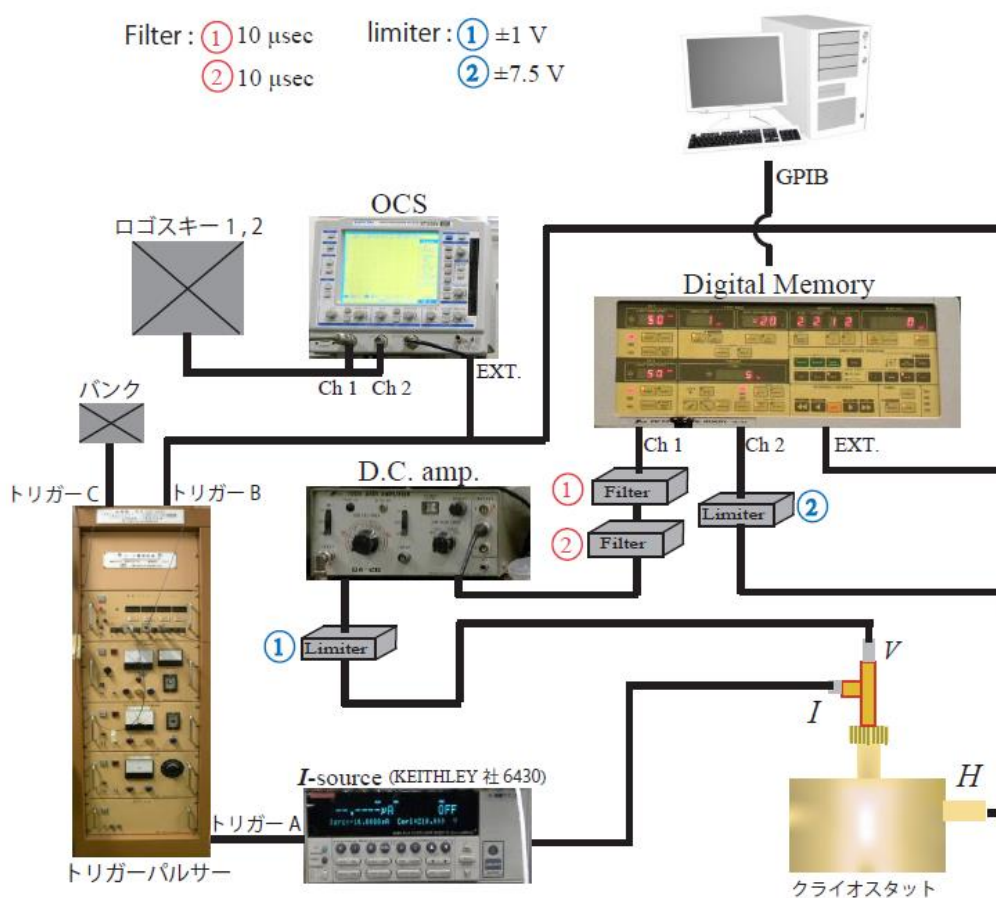


図 5 : パルス強磁場下直流電気抵抗測定システムの回路図

3. 測定の概略について

1. 制御室にある PC の LabVIEW (hmf 最終 for LV7.0) を実行する。
2. *I*-source をトリガーモードにする。
3. DM アドレスを設定する。
 - Ch.1 と Ch.2 のフルスケールレンジは測定条件に合った値を設定
 - Sample rate : 14 μ sec , TIME Delay : - 4 , TRIG LEVEL : 80
 - トリガーC (コンデンサーバンク) の time delay を 2 msec (Sample に依存)
4. トリガレディーの状態にし、磁場ゼロの状態一度トリガーを打ってみる。
このとき、信号にノイズがのっていないか、適当な出力電圧であるが確認する。
5. *I*-source の電流符号がプラスであることを確認し、磁場をうつ。
6. データを Memory 3,4 へ移動する。
7. *I*-source の電流符号をマイナスにする。
8. 磁場をうつ。
9. Memory 1,2,3,4 を保存する。
10. **関数処理** → **memory 演算** Memory1 – Memory3 → **R-I-XY** で Memory2 を
10-120 でリペアパルス積分 → **四則演算** → **X-Y Display**
 - Memory 演算の電流が±それぞれの信号の誘導起電力・ノイズがシンクロしている (図 6) ため減法を行うことでそれらを取り除くことができる。
具体的な説明 : Memory1,3 で得られたデータをそれぞれ $V_{\text{obs}}(-I)$, $V_{\text{obs}}(+I)$ とすると、(1) に示すように真のデータ $V_0(\pm I)$ と background 成分を足したものになる。(background : 誘導起電力, 熱起電力 , etc.)
$$\begin{aligned} V_{\text{obs}}(+I) &= V_0(+I) + \text{background} \\ V_{\text{obs}}(-I) &= V_0(-I) + \text{background} \end{aligned} \quad (1)$$
11. 充電電圧を変え 3 – 10 の繰り返し。
12. きれいに後片付け

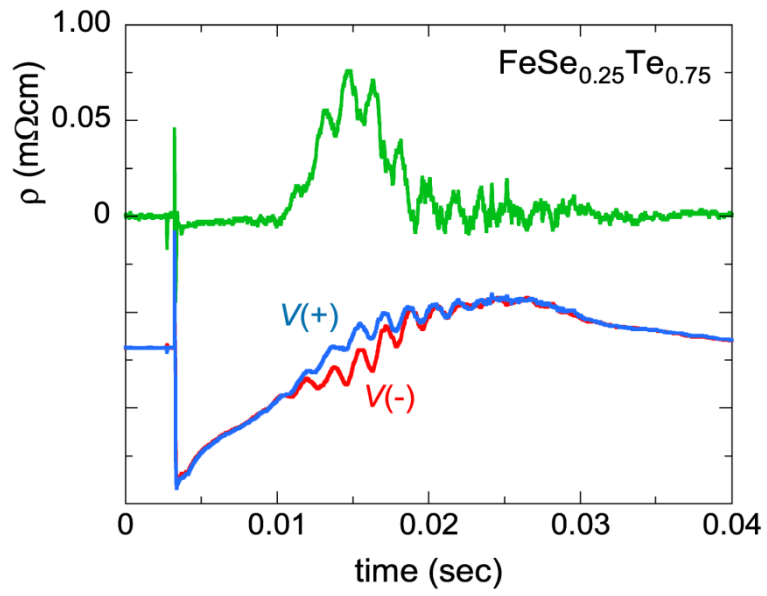


図 6 : dV_{\pm}/dt と dH/dt のデータ