

パルス強磁場 電気分極測定マニュアル

作成 2009/7/13 小鉄 貴広

1. 準備 (前日に行うこと)

1. ϕ 16 mm デュワー (クライオスタット No.1) 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. おけいっぱい Liq. N₂ を入れる。
3. ベッセルに Liq. N₂ を補充する。
4. サンプルを必要サイズに加工し、準備をする。このとき、サンプルの断面積と厚さを測っておくことが必要である。図 1 に CuFeO₂ の場合の端子付け例を示す。
 - ・電気分極が発現する方向に電場を印加するために、分極方向に垂直な両面に銀ペースト (Dupon4922N、硬化条件…100°Cで1晝間、熱を与える) を用いて端子を取り付ける
 - ・使用導線は、Au 線 (ϕ 50 μ m) あるいは Cu 線 (ϕ 40 μ m) がのぞましい

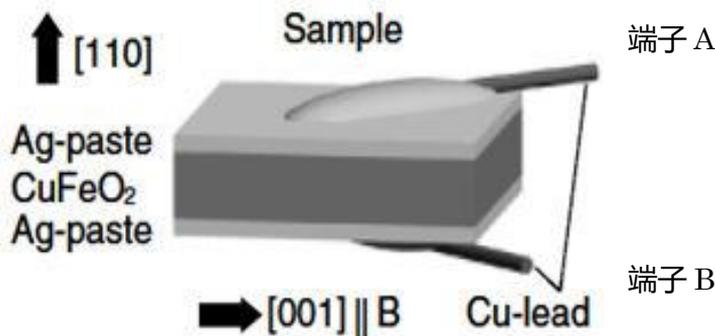
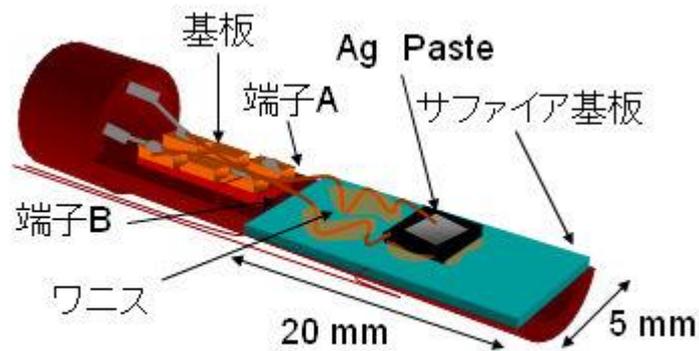


図 1 CuFeO₂ の場合の端子付け例

4. パルス強磁場用の電気分極測定プローブを準備する。
 - ・プローブ全長 900 mm で、サファイア基板の大きさは 20×5 mm² である
 - ・サンプルの大きさは、サファイア基板上にのる断面積を持つもので厚さは、2 mm 以下のものに限る
 - ・同軸ケーブルは、レイクショア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
5. サンプルをプローブ先端のサファイア基板上に薄めたワニスで固定する。(図 2 参照)
 - ・導線のたるみをなくすために、薄めたワニスでがっちり固定する
 - ・導線に Au 線を使用する場合は室温降下型の Ag ペースト、Cu 線を使用する場合はハンダで導線を電極基板に固定する



Sample: $4.0 \times 2.6 \times 0.6 \text{ mm}^3$
 導線の長さ: 25 mm

図2 サンプルをプローブに装着図

6. プローブにサンプルをつけたら、サンプル近くの電極基盤及び、プローブ上部の電極位置で抵抗を計測しておく。

※ 電気分極測定に必要な Keithley6430 は電気抵抗測定でも使用されるので、マシンタイムが重複していないかどうか確認が必要。

2. 準備 (実験当日)

1. 実験開始30分くらい前に真空ポンプに窒素をいれて真空引きをする。
2. コンプレッサーの水抜きをする。(毎回でなくてよい)
3. 電源立ち上げ操作を行う。
 - ・メインブレーカーを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 にする
(レバースイッチON →電源投入ボタンON →D-2 電源中央制御ボタンON)
4. サンプル層にヘリウムガスを入れる。(真空引きのマニュアル参照)
5. デュワーをおけに入れる。
6. Liq. N₂をデュワーのLiq. N₂層に入れる。
7. 回路を配線する。
 - ・ 図3 の電気分極測定ボックスを用意する

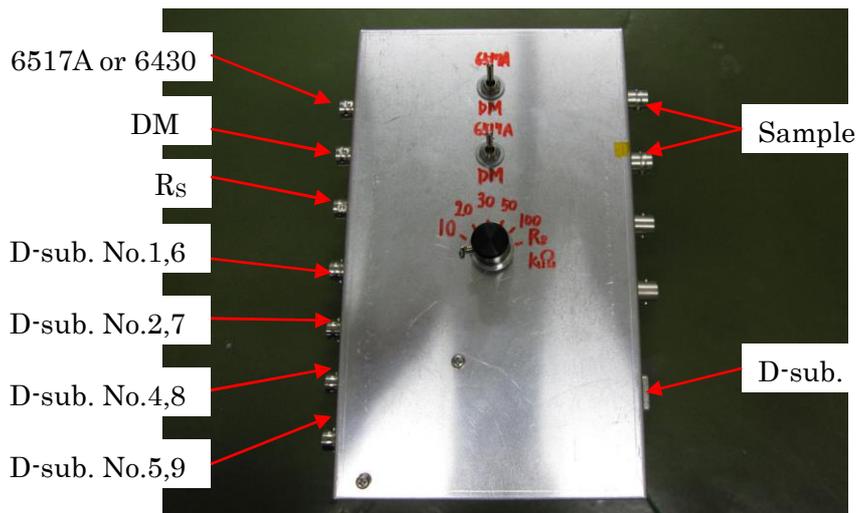


図3 電気分極測定ボックス

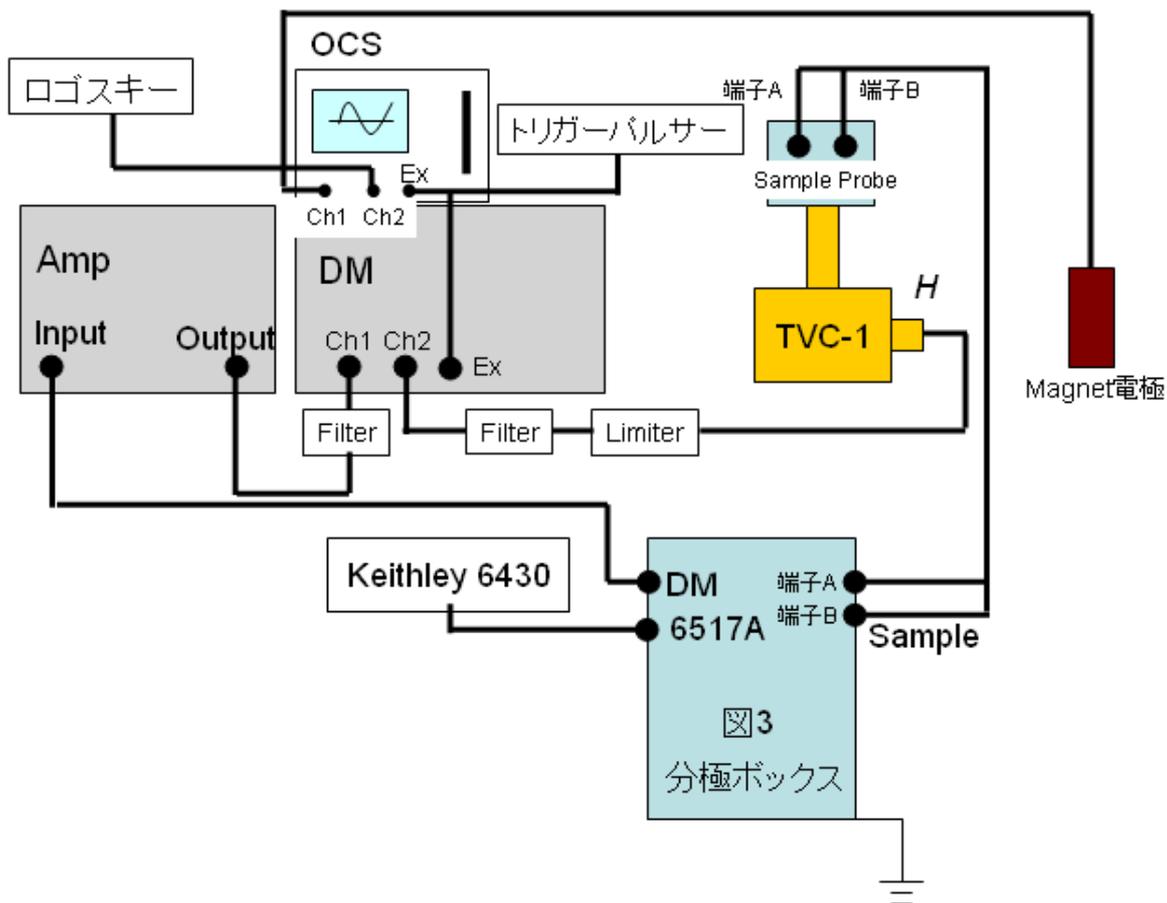


図4 電気分極測定回路

- ・ 図4に示した電気分極測定回路を作る
- ・ 同軸ケーブル端子A,BとD-SubピンCをクライオ内のプローブと繋ぐ
- ・ ボックスに付属しているアースを床の金属部分に接続する(図5)

- ・ 上でボックスからアースをとったので、グラウンドループになるのを防ぐため、直流電源のプラグ部分ではアースをとらない (図 6)



図 5 分極ボックスからアースを金属床にとった写真 図 6 Keithley6430 の電源ケーブル写真

- ・ このとき、サンプルに電場を印加するために、ボックス中央のレバーを両方とも上に向ける (6517A側)
- ・ 6517A と 覗かれた BNC に直流電源を印加する
- ・ 直流電源に Keithley6430 を用いるときは、本体後ろの input/output に BNC (input に BNC の側線、output に BNC の芯線) をつなぎ、No.4 に保存してある設定を呼び出す
- ・ Poling 冷却が必要な場合は、90V (ここの電圧は物質により、臨機応変に変える) を印加しながらヘリウム温度まで Poling 冷却する
- ・ 分極ボックスの DM とかかれた BNC に DM の CH1 をつなぐ
(外部抵抗を繋ぐ場合、中央のつまみを R_s にし、 R_s と 覗いてある BNC に抵抗をつなぐ)
- ・ 図 7 に電気分極測定回路図をしめす

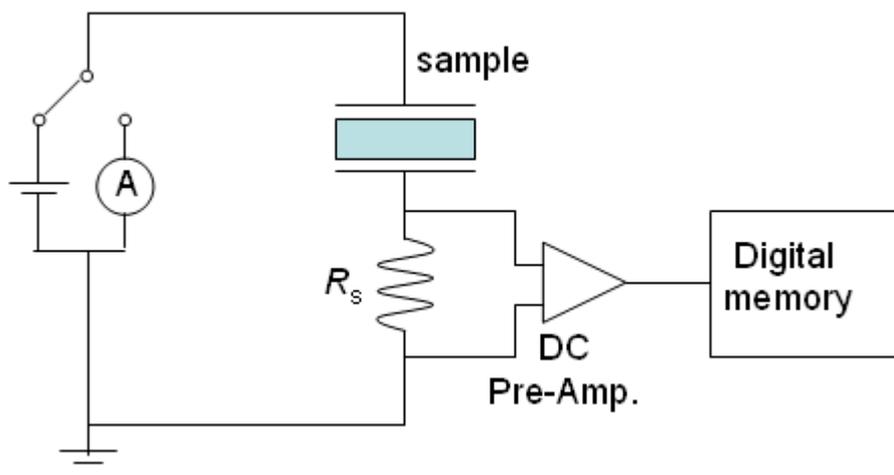


図 7 電気分極測定回路図

8. 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 (1畧間くらい待つ)
 - ・トランスファーの前に回収メータの数値を読み取りノートに記入する
 - ・トランスファー後に、霜をドライヤーを使ってとる
9. 4.2 K になったら、サンプル全体に印加してあった電場を回路全体に印加し焦電流測定するために、ボックス中央にある上にあげたレバーを両方下にさげて (DM側)測定開始。

3. 測定の概略について

1. Poling 電場が端子 A→B の状態にして磁場をうつ。
2. 1.のデータを Memory3,4 に移す。
3. Poling 電場を端子 B→A に切り覗えて磁場をうつ。
4. 以上が 1 つのデータとなる。Memory1,3 のグラフを見て、電場により反転しない成分がある場合はバックグラウンドの処理として 5.の操作を行う。反転する場合は、6.の操作を行う。
5. Memory1,3 で得られたデータをそれぞれ $V_{\text{obs}}(-E)$, $V_{\text{obs}}(+E)$ とすると、(1)に示したように真のデータ $V_0(\pm E)$ と background 成分の足したものとなる。

$$\begin{aligned} V_{\text{obs}}(+E) &= V_0(+E) + \text{background} \\ V_{\text{obs}}(-E) &= V_0(-E) + \text{background} \end{aligned} \quad (1)$$

そこで、 $\{V_{\text{obs}}(+E) + V_{\text{obs}}(-E)\}/2$ を行うと、background のデータだけもとまるので、 $\{V_{\text{obs}}(+E) - \text{background}\}, \{V_{\text{obs}}(-E) - \text{background}\}$ を行うことで、真のデータ $V_0(\pm E)$ がもとまる。さらに、 $\{V_0(+E) - V_0(-E)\}/2$ を行うことで、綺麗な dI/dt のデータが得られる。

6. Memory1,3 のグラフを見て、綺麗にデータが反転する場合はたんに(1)の式をもちいて、 $\{V_{\text{obs}}(+E) - V_{\text{obs}}(-E)\}/2$ を行うことで、綺麗な dI/dt のデータが得られる。
7. 5.,6.の操作で得られた dI/dt のデータを畧間で積分して、サンプルの断面積 S で割ることで(2)式より電気分極 P が得られる。

$$\frac{I_P}{S} = \frac{1}{S} \frac{dQ}{dt} = \frac{dP}{dt} \quad (2)$$

4. 測定の実際について ($\text{CuFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_2$ の場合)

1. 直流電源 Keithley6430 の電場がプラスの場合を測定(Data①)。 (図 8)
2. 同様に、直流電源 Keithley6430 の電場がマイナスの場合を測定(Data②)。噂大磁場をそろえるために、コンデンサーの充電電圧は同じにする。

| | Comment | load_wave0 | load_wave1 | load_wave2 | load_wave3 | v_minus | dhdt_minus |
|---|---------|------------|------------|------------|------------|---------|------------|
| 0 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -516.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 1 | 0.0000 | 272.00 | -28.000 | -512.00 | -28.000 | 272.00 | -28.000 |
| 2 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -512.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 3 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -516.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 4 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -516.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 5 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -512.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 6 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -512.00 | -24.000 | 276.00 | -28.000 |
| 7 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -516.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |
| 8 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -512.00 | -24.000 | 276.00 | -28.000 |
| 9 | 0.0000 | 276.00 | -28.000 | -508.00 | -28.000 | 276.00 | -28.000 |

図8 CuFe_{1-x}Ga_xO₂ の場合の Poling 電場がプラスのデータ

- このとき、必要なデータは図8の中の「load_wave0」、「Mag_field」だけである。それぞれ「dV/dt」、「磁場」の数値である。
- Data①とData②の「load_wave0」、「Mag_field」を抜き出してきて、一つのテーブルを作成する。(図9)

| | m0H(T) | dV/dt_90V | dV/dt_-90V | D | E |
|---|------------|-----------|------------|----|----|
| | C0 | C1 | C2 | C3 | C4 |
| 0 | 9.4934e-05 | 276.00 | -244.00 | | |
| 1 | 0.00018987 | 272.00 | -244.00 | | |
| 2 | 0.00028480 | 276.00 | -244.00 | | |
| 3 | 0.00037974 | 276.00 | -244.00 | | |
| 4 | 0.00047467 | 276.00 | -244.00 | | |
| 5 | 0.00056960 | 276.00 | -244.00 | | |
| 6 | 0.00066454 | 276.00 | -244.00 | | |
| 7 | 0.00075947 | 276.00 | -244.00 | | |
| 8 | 0.00085440 | 276.00 | -244.00 | | |
| 9 | | | | | |

図9 Poling 電場がプラスとマイナスの dV/dt のデータ

- パルス磁場発生直後の生データにはスタートノイズが含まれるので、そのノイズが消える 2 T 付近までデータにマスクをかける。
- CuFe_{1-x}Ga_xO₂ の場合、5~11 T 付近で電気分極が発現するため、Ascending Magnetic Field と Descending Magnetic Field の場合でデータ処理が異なる。まず、Ascending

Magnetic Field の場合のデータ処理の仕方を説明する。

・ Ascending Magnetic Field の場合

- 2~20 T のデータを抜き出し、新たにテーブルを作成し、 $\text{CuFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_2$ の場合、電気分極が完全に消えると予想される 20 T 付近で Offset をあわせる。
- Offset をあわせた後、バックグラウンドを消すために、(プラス電場の dV/dt の Data - マイナス電場 dV/dt の Data)/2 をする。(図 10 中の D のデータ)
- テーブルの磁場の列を選択し、「機能」から「降順ソート」を選択する。(図 10 参照)



図 10 Ascending Magnetic Field の場合のデータ処理画面

9. の操作後、磁場の並びが逆になり、20 T から 2 T に向かって並ぶ。
- ここで D のデータはまだ、 dV/dt なので dI/dt にするために次の計算をする。
$$dI/dt = (D \text{ の DATA }) \times F.S.(V) / 4096 / R_s$$
- 畧間積分が必要なため、time の列に畧間軸を作る。($time = (index() + 1) \times \text{sample rate}$) (図 11 参照)

| | mOH(T) | dV/vt_90V | dV/dt_-90V | D | dI/dt | time | G |
|---|--------|-----------|------------|---------|-------------|------------|----|
| | C0 | C1 | C2 | C3 | C4 | C5 | C6 |
| 0 | 20.027 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 1.4000e-05 | |
| 1 | 19.992 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 2.8000e-05 | |
| 2 | 19.957 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 4.2000e-05 | |
| 3 | 19.922 | 4.0000 | 0.0000 | 2.0000 | 2.4414e-08 | 5.6000e-05 | |
| 4 | 19.887 | 0.0000 | 4.0000 | -2.0000 | -2.4414e-08 | 7.0000e-05 | |
| 5 | 19.852 | 4.0000 | 4.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 8.4000e-05 | |
| 6 | 19.817 | 4.0000 | 4.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 9.8000e-05 | |
| 7 | 19.782 | 4.0000 | 4.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.00011200 | |
| 8 | 19.747 | 4.0000 | 0.0000 | 2.0000 | 2.4414e-08 | 0.00012600 | |
| 9 | | | | | | | |

図 11 Ascending Magnetic Field の場合のデータ処理画面

- マクロの中の「Integral-Curve」を選び「Xコラム」に「time」、「Yコラム」に「dI/dt」、「出力コラム」に「C6」、初期値を 0 として線積分する。C6 に出てきた値をさらに、試料の断面積で割り、積分を逆にしているので -1 をかけると電気分極がもとまる。
- 13.操作後、グラフを覗くと図 12 のようになる。

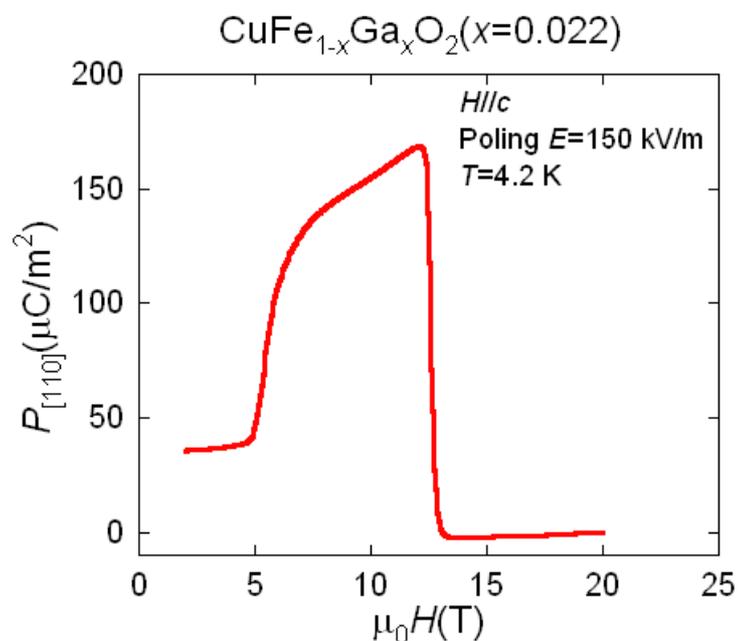


図 12 Ascending Magnetic Field での電気分極グラフ

・ Descending Magnetic Field の場合

- 上記の Ascending Magnetic Field の場合の 9.と 10.を覗く操作で求まる。どちらの操作

もあわせると図 13 のようなデータが得られる。

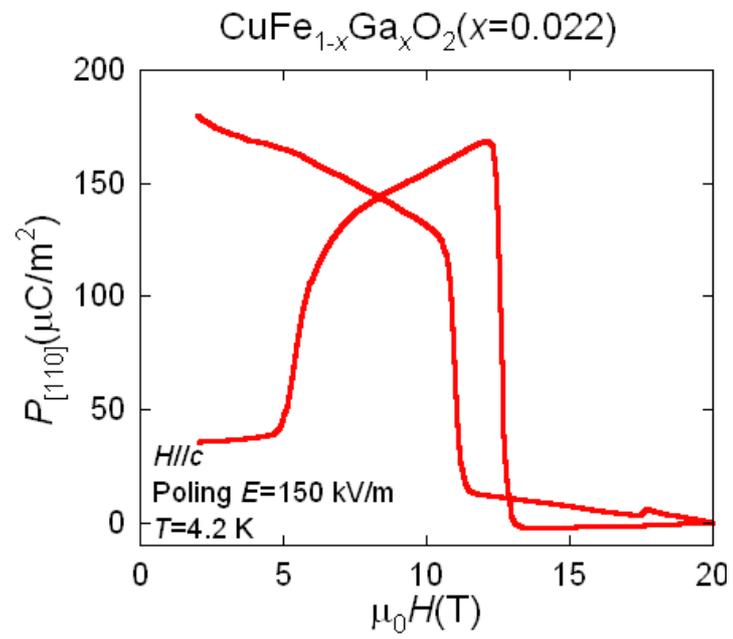


図 13 パルス強磁場での電気分極測定結果