

定常磁場 電気分極測定マニュアル

作成 2009/7/21 小鉄 貴広

1. 準備 (前日に行うこと)

1. 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 CuFeO_2 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 μm) あるいは Cu 線 (ϕ 40 μm) がのぞましい。

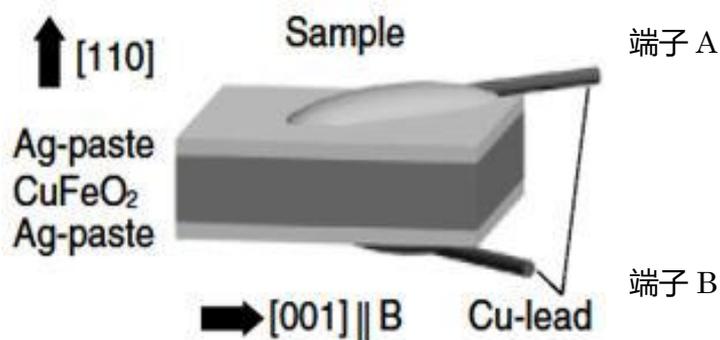


図 1 CuFeO_2 の場合の端子付け例

2. SQUID 用の電気分極測定プローブを準備する。(図 2)

- ・MPMS-XL7(Quantum Design)を使用し、測定は磁場一定のもと、温度 sweep での測定となる。
- ・ロックナットからサンプル位置までの距離は 1230 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 以下のものが望ましい。
- ・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。

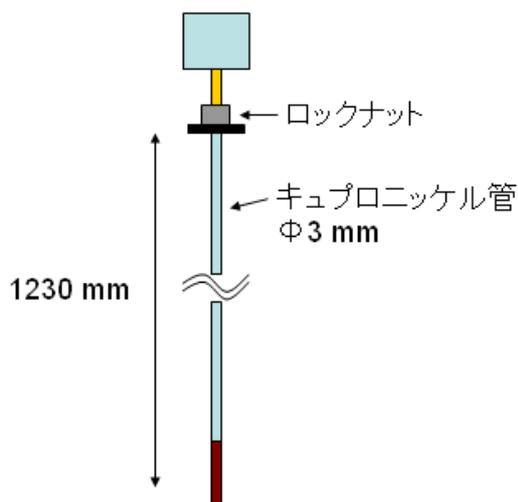


図 2 SQUID での定常磁場電気分極測定プローブ概略図

3. 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 3 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。

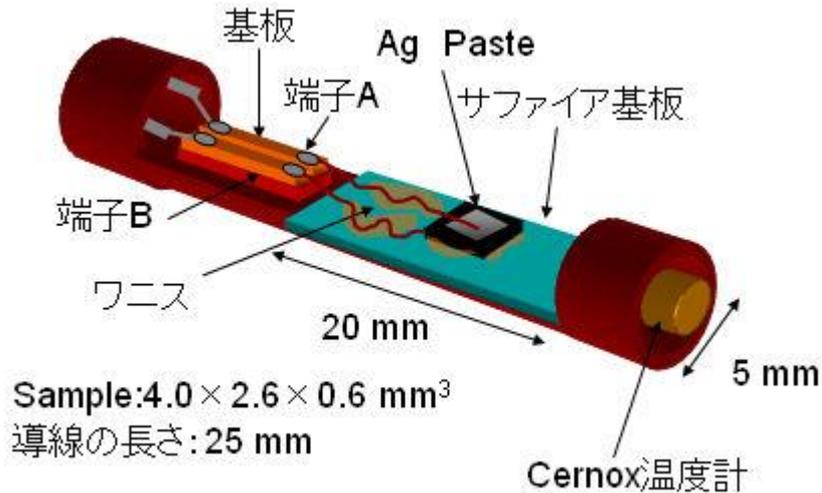


図3 サンプルをプローブに装着図

4. プローブにサンプルをつけたら、サンプル近くの電極基板及び、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. エアロックバルブClose、Ready ランプ(緑)点灯、システム温度300 K、磁場0 Oe、SQUID のHe残量が十分あること(He levelが65%以上)を確認しておく。
2. SQUIDヘッドがStandardになっていることを確認する。
3. エアロックバルブを開ける。
4. バルブコントロールのChamberダイヤログボックスのVent Sample Spaceをクリックし、プローブを入れる。
5. Purge & Seal (黒ボタン) を5~6回を行い、毎回Readyランプが緑に点灯することを確認する。
6. サンプルを磁場中心にする作業をする。
 - ・SQUIDマニュアル4(1)~(5)をする。
 - ・上の操作4(5)Full DC Scanによりサンプル位置 (Position(cm)) を記録しておく。
 - ・上記でサンプル位置が分かると、Utility→Diagnostics→Transport→Move to ()cm

の()ところに、サンプル位置を入力し、磁場中心にサンプルをセットする。

7. 回路を配線する。

- ・ 図4の電気分極測定ボックスを用意する。

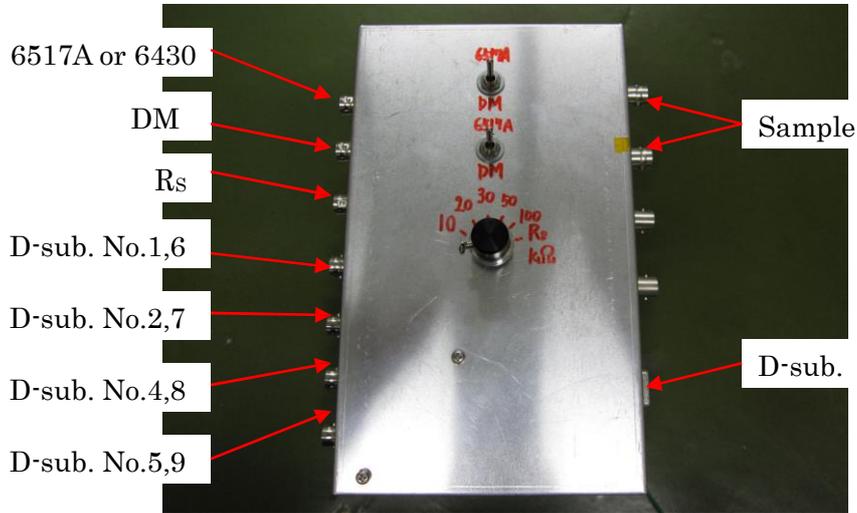


図4 電気分極測定ボックス

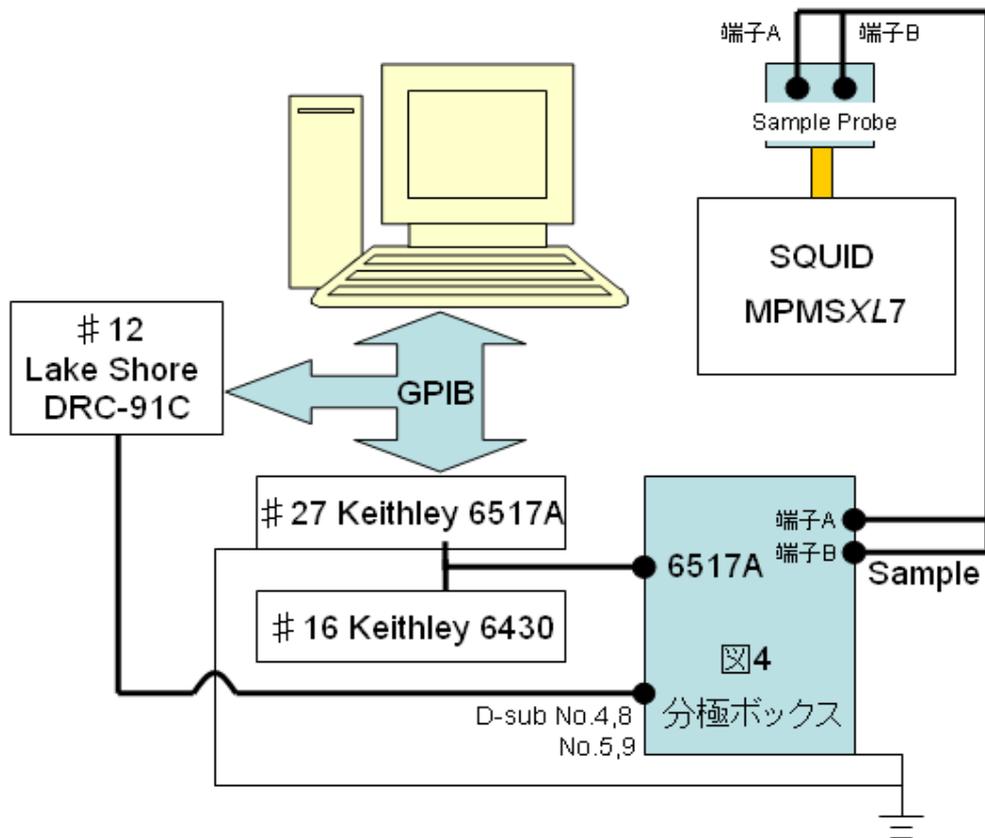


図5 電気分極測定回路

- ・ 図 5 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 をプローブと繋ぐ。
- ・ SQUID で電気分極測定をする際に必要な焦電盗測定器 Keithley6517A を使用する際は、アースを取ることが必須となる。
- ・ Keithley6517A の裏面 (図 6) にある input は 3 軸になっているので 2 軸に変換するプラグを装着する。



図 6 3 軸から 2 軸へ変換するプラグの装着図

- ・ 図 5 で示した BNC 側のシールド線と common を接続する。(図 7 中の赤ケーブル)
- ・ Keithley6517A 裏面にある common からコンセント A にアースをとる。(図 7 中の白ケーブル)

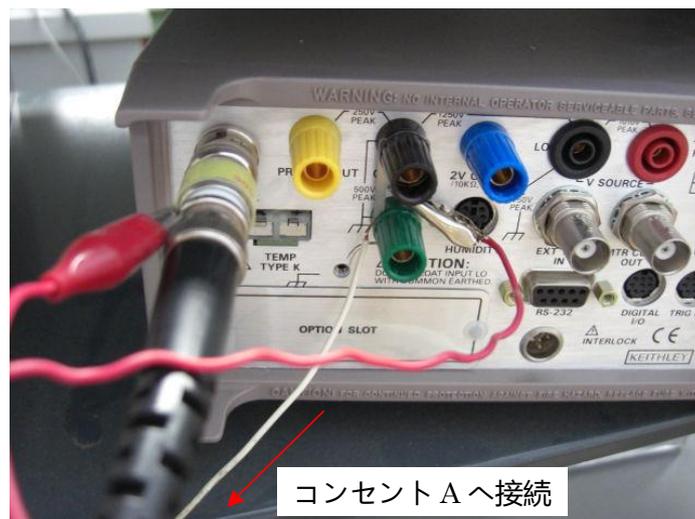


図 7 BNC のシールド線と common を接続した図

- ・ ボックスに付属しているアースをコンセントAのアースへ接続する。(図8)
- ・ 測定皿のノイズ防止のため、使用する3台の機械(直盗電源 Keithley6430、焦電盗測定器 Keithley6517A、温度計 Lake Shore DRC - 91C)の電源プラグはアースを取らずすべて同じコンセントAに繋ぐ。(図8)

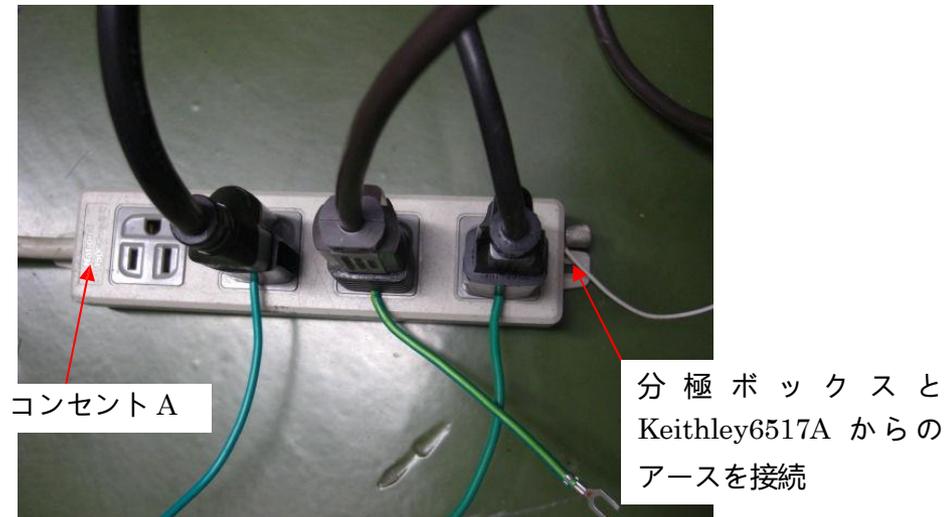


図8 アースの取り方

- ・ 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 と書かれた BNC に直盗電源を印加する。
- ・ 直盗電源に Keithley6430 を用いるときは、本体後ろの input/output に BNC (input に BNC の芯線、output に BNC のシールド線 強磁場下での電気分極測定皿とは逆!) 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 2 K (この温度も任意に決める) まで Poling 冷却する。
- ・ 図9 に電気分極測定回路図を示す。

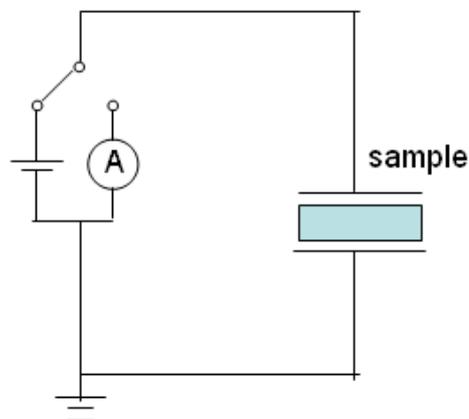


図9 電気分極測定回路図

- ・ 温度が 2 K になったところで Keithley6430 につながっていた同軸ケーブルを Keithley6517A に繋ぎ変え測定開始。

3. プログラムについて

1. 焦電盗測定器 Keithley6517A と温度計 Lake Shore DRC - 91C とパソコンがきちんと通信できていることを確認する。
2. 定常磁場での電気分極を測定する際に使用するプログラムは LabVIEW 「MainProgram_ME_meas_v1.0.vi」 である。これは、温度 sweep させながら焦電盗測定できるプログラムである。(図 10)

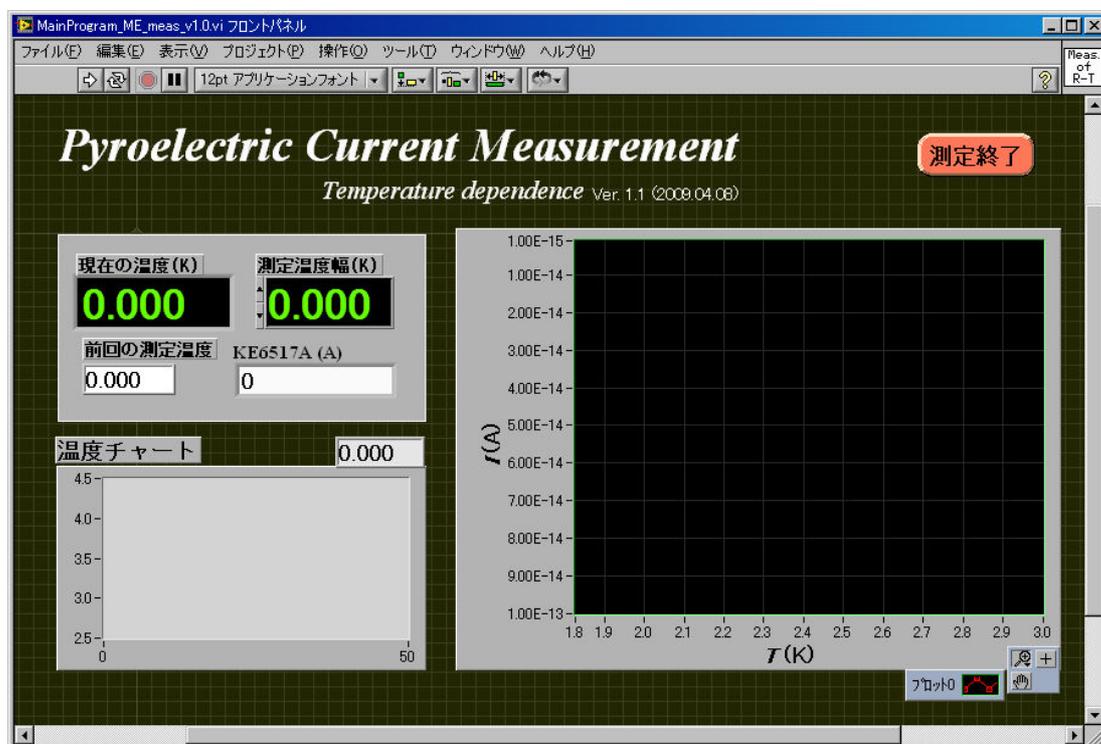


図 10 定常磁場での電気分極測定用 LabVIEW 画面

3. 画面上の設定温度幅を 0.01 K に設定する。
4. SQUID のシステム温度が 2 K になったところで、Keithley6430 につながっていた同軸ケーブルを Keithley6517A に繋ぎ変えプログラムを START させる。
5. 温度 sweep 速度の設定は、SQUID のシステム温度の設定画面上で 2 K/min と設定する。

4. 測定の概略について

1. Poling 電場が端子 A→B の状態にして 2 K まで温度を下げていく。
2. 温度が 2 K になったところで Keithley6430 につながっていた同軸ケーブルを

Keithley6517A に繋ぎ変え、4.3 K 以下では SQUID の温度変化が 2 K/min でしか設定できないので、2 K/min で 30 K まで sweep させる。

3. 2.と同じ作業を Poling 電場が端子 B→A の状態にして行う。
4. 2.,3.の操作で得られたデータは温度に対しての焦電歪の値である。このデータから電気分極の大きさをもとめるには以下の操作を行う。

焦電歪 I_P と電気分極 P の関係には以下の式(1)が成り立っている。ここで S はサンプルの断面積、 Q はサンプルに蓄えられる電荷量である。式(1)を変形すると式(2)になる。

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

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

5. 式(2)より得られたデータに温度変化率の逆数をかけて、温度積分し、サンプルの断面積で割ると電気分極が得られる。

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

1. 直盗電源 Keithley6430 の電場がプラスの場合を測定(Data①)。(図 11)
2. 同様に、直盗電源 Keithley6430 の電場がマイナスの場合を測定(Data②)。

	A	B
0	2.0530	3.7665e-12
1	2.0530	3.3202e-12
2	2.0530	3.3077e-12
3	2.0530	3.2927e-12
4	2.0530	3.2451e-12
5	2.0530	3.2165e-12
6	2.0530	3.2083e-12
7	2.0530	3.1728e-12
8	2.0530	3.1390e-12
9	2.0530	3.1304e-12
10		

図 11 $\text{CuFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_2$ の場合の Poling 電場がプラスのデータ

3. このとき図 9 のデータはそれぞれ A は温度、B は焦電歪の値を表している。
4. 測定開始温度である 2 K 付近は放電場の影響が含まれるので、そのノイズが消える 2.2 K 付近までデータにマスクをかける。また、30 K 付近で分極が完全に消えると予想して、2.2 ~30 K までのデータを用いる。30 K 以降のデータには同様にマスクをかける。
5. テーブル内に新たに列を追加し、式(2)で説明した dt/dT の値を B のデータにかける(C の

データ)。5 K/min で温度変化させているので、 dt/dT の値は $60 \text{ sec}/5 \text{ K}$ より $dt/dT = 12 \text{ sec}/\text{K}$ となる。(図 12)

	A	B	C
26	2.2080	2.8029e-12	3.3635e-11
27	2.2360	2.8008e-12	3.3610e-11
28	2.2670	2.7891e-12	3.3469e-11
29	2.2950	2.7743e-12	3.3292e-11
30	2.3250	2.7659e-12	3.3191e-11
31	2.3480	2.7284e-12	3.2741e-11
32	2.3645	2.7016e-12	3.2419e-11
33	2.3760	2.7064e-12	3.2477e-11
34	2.3855	2.7081e-12	3.2497e-11
35	2.4000	2.6710e-12	3.2052e-11
36			

図 12 CuFe_{1-x}Ga_xO₂ の場合の Poling 電場がプラスのデータ

6. テーブルの温度の列を選択し、「機能」から「降順ソート」を選択する。(図 13 参照)

	A	B	C
25	2.1845	2.8466e-12	
26	2.2080	2.8029e-12	3.3635e-11
27	2.2360	2.8008e-12	3.3610e-11
28	2.2670	2.7891e-12	3.3469e-11
29	2.2950	2.7743e-12	3.3292e-11
30	2.3250	2.7659e-12	3.3191e-11
31	2.3480	2.7284e-12	3.2741e-11
32	2.3645	2.7016e-12	3.2419e-11
33	2.3760	2.7064e-12	3.2477e-11
34	2.3855	2.7081e-12	3.2497e-11
35			

図 13 CuFe_{1-x}Ga_xO₂ の場合の Poling 電場がプラスのデータ

7. 6.の操作後、温度の並びが逆になり 30 K から 2.2 K に向かって並ぶ。

8. マクロの中の「Integral-Curve」を選び、「X コラム」に「A 列の温度」、「Y コラム」に「C 列の焦電値」、「出力コラム」に「D」、初期値を 0 として線積分する。D に出てきた値をさらに、試料の断面積で割り、電気分極の単位を $\mu\text{C}/\text{m}^2$ にするため、 10^{-12} 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。

9. 8.の操作後にグラフを書くと図 14 のようになる。直盗電源 Keithley6430 の電場がマイナスの場合も同様である。

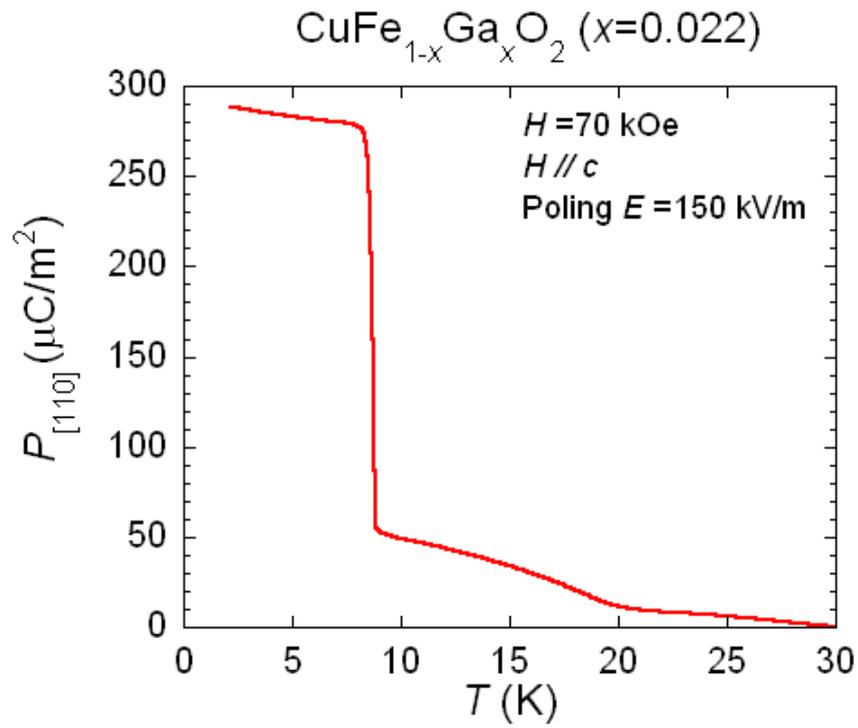


図 14 SQUID での電気分極測定結果