# 30T 級定常強磁場・超低温磁化測定装置の開発 Development of a magnetometer under low temperature and high magnetic fields

東北大・金研 小山 佳一,坂倉 亮,渡辺 和雄 K. koyama<sup>1</sup>, R. Sakakura<sup>1</sup>, K. Watanabe<sup>1</sup> <sup>1</sup>Institute for Materials Research, Tohoku University

## 1. はじめに

強磁場は電子のスピンや軌道運動に直接作用し, 物質内の電子状態を量子化やスピン間相互作用等へ 影響を与えるなど,その物性を評価する上で極めて 重要な要素である。しかし,このような相互作用の エネルギーは小さいことも多々あり,熱ゆらぎに よってそれらの影響は隠されてしまうことがある。 そのため,熱ゆらぎを抑えた低温で強磁場を用いて 測定を行うことが求められている。磁性研究におい て磁化の測定は最も本質的で重要なものであり,現 在,金研の強磁場センターでは 30T 級の定常強磁場 で,温度 1.5 K からの測定を行うことのできる磁化 測定装置が使用されている[1-4]。

今回,我々はその<sup>3</sup>He を用いた温度領域(~0.5K) でさらに 30 T 級の定常強磁場を加えた環境下での 磁化測定を行うことを目指し装置の製作を行った。

### 2. 装置概略

開発する装置は、強磁場センター設置の15T,18 T 超伝導マグネット及び 27 T ハイブリッドマグ ネットで共通に使用できる構造とした。磁化測定法 は、これまで強磁場センターで用いられてきた引き 抜き型磁化測定装置[3,4]の駆動システムを使用し た。開発を行った磁化測定装置をハイブリッドマグ ネットで使用する際の概略図を Fig.1 に示す。駆動 装置は、大きな漏れ磁場にも影響されにくい、位置 決めエンコーダー内蔵超音波モーター(フコク製)を 採用した。モータードライバーはツジ電子社製 PMCD-05XJ-J-08, A/D コンバーターは TEAC 社製 PS-2032GP, 温度コントローラは Cryogenic Control System 社製 Model 62, プリアンプは DL インスツルメンツ社製 1201 を用い, これらの装置 の制御は GPIB を使用して行った。駆動装置の性能 は、(1)負荷重量:600g、(2)移動距離:60mm、(3) 移動速度:70mm/s(max)、(4)停止精度:±0.1mm である。引き抜き速度、位置、距離等の制御と磁場、 温度計測は Labview ソフト用いて遠隔操作できる ようになっている。

ピックアップコイル・インサートは、強磁場セン ター所有の 20T, 18T, 15T 用<sup>3</sup>He インサートに挿入 できるように設計した。さらに、ピックアップコイ ルと<sup>3</sup>He インサートは,かさ上げ管を使用して, 15 T 及び 18 T 超伝導マグネットと 27T 及び 30T ハ イブリッドマグネットで汎用的に使用できるように した。

開発したシステムでは、試料交換にかかる時間を



Fig.1. 磁化測定システムの概略。



Fig.2. 15T-SMを用いた 3He 温度磁化測定装 置の様子。上部に超音波モーターを用いた駆動 部がある。サンプル交換時間を短くするため に、トップローディング機構をつけている。

短縮するため,トップローディング機構を持たせた。 Fig.3 に製作したインサートと試料ホルダー等の 概略図を示す。また,Fig.4 にコイル部の写真を 示す。ピックアプコイルボビンはデルリン製で,そ の外形は 20mm,試料ホルダーが移動するコイル内



Fig.3. 製作したインサートおよび試料ホル ダーの概略図。



径は7mmである。コイルは直径 0.06mm の銅線を 片方約 4900 回巻いたものとそれと逆巻きに約 4900 巻きしたものを一対として構成されている。 このコイルは,補償調整専用コイルを用いて交流磁 場を与えても起電力が発生しないように注意深く調 整した。コイル間距離は 20mm である。温度計は, Cernox 抵抗温度計をコイルセンターに設置した。 コイルは FRP 製パイプを介してステンレスパイプ (SUS304)に接続している。

試料ホルダーの外径は 6mm,内径 4.1mm で, 高さ方向は 10mm 程度まで調整できる用にした。 立方体の試料なら一辺 2.8mm のものまで取り付 け可能である。

磁化の較正は60.92mgのNiの磁化を測定する ことによって行った。

#### 2. Pd の強磁場・超低温磁化測定

引き抜き装置を 18T 超伝導マグネットに設置し, Pd(0.2719g)の測定を T=4.2 K で行い装置の性能評 価を行った。Fig.5 に Pd の磁化測定の結果を示す。

挿入図に示すように、常磁性の Pd の測定で線 形に測定がおこなわれている最初の測定点でのサン プルの磁化が 0.0005emu であった。このとき、引 き抜きによる Pd の磁化信号波形が得られているこ とを確認している。これらから、本装置の測定感度 は 0.0005emu とした。一方、測定点のばらつきに 関しては、18 T に磁場を固定し 10 点の測定を行っ た結果に基づいて評価を行った。その結果、測定点 のばらつきは最も離れている点の間で 0.0003emu であることが確認できた。この時、サンプルの磁化 は約 0.37emu であった。

従来強磁場センターで用いられていた引き抜き 型磁化測定装置[3,4]の測定感度は 0.01emu、ばらつ きは 18 T で 0.003emu だったことから、今回製作 した装置の性能は大幅に向上したといえる。これは 主にコイルの内径を小さくしたことによる。



Fig.5. Pd の磁化測定。

3. NdCu<sub>4</sub>Agの強磁場・超低温磁化測定

この装置を用いて、立方晶 MgCu<sub>4</sub>Sn 型構造をも つ NdCu<sub>4</sub>Ag の強磁場・超低温磁化測定を行った。

安達等の NdCu<sub>4</sub>Ag 単結晶を用いた磁化測定の結 果は、ネール温度  $T_N$ =4.3 K をもつ反強磁性体であ ることを示唆している[6,7]。彼らの温度 2K、磁場 18T までの磁化測定では、[110]方向で、12T 付近に メタ磁性転移の傾向が伺えるが、結晶場や磁気相互 作用などの評価は出来ていない。NdCu<sub>4</sub>Ag の評価に は、さらに低温での強磁場磁化測定が必要である。

測定に用いた単結晶試料は山形大・安達氏から提 供していただいた。

Figs.6-8 に 15T 超伝導マグネットを使用して行っ た,温度 0.5K での各結晶軸方向の磁化曲線を示す。 測定結果からすべての軸方向に対して温度 0.5 K に おいては 1.6 K よりも明瞭な磁化の跳びを示してい ることが確認できた。また,[110]方向に対しては, 1.6 K のときは 4.8 T と 12.2 T で磁化の跳びがみら れていたが, 0.5 K では磁化の跳びがそれぞれ 5.4 T と 12.9 T へと強磁場側に移ることが明らかになっ た。[111]方向では 1.6 K において 4.5 T と 11.4 T の磁化の跳びが, 0.5 K においては 5 T と 11.4 T で磁化曲線の傾きが変化する様子が新たに確認でき た。さらに,[100]方向においては 1.6 K においては 5.1 T でしか磁化の跳びがみられなかったが, 0.5 K



Fig.6. NdCu<sub>4</sub>Ag の[110]方向の磁化曲線。



Fig.7. NdCu<sub>4</sub>Ag の[100]方向の磁化曲線。



Fig.8. Fig.6. NdCu<sub>4</sub>Ag の[100]方向の磁化曲線。

に冷却することによって, 6 T と 11.1 T 付近で二段 階の跳びを確認することができた。

さらに、引き抜き磁化測定装置と<sup>3</sup>He インサート を 27T ハイブリッドマグネットに設置し、<sup>3</sup>He 温度 での強磁場磁化測定を行った。そのときの、実験装 置の写真を Figs.9 と 10 に示す。実験は 1 日 2 シフト で行い、Fig.11 のように 4.2K(HM の SM のみ使用)、 1.7K(HM モード)、 0.6K(HM モード)で測定に成功し た。このとき磁化のばらつきは、14.2T 以下では 0.002emu、14.2~24T では 0.004emu であったが、24



Fig.9. 27T ハイブリッドマグネットに設置した 引き抜き型磁化測定装置。



Fig.10. 27T ハイブリッドマグネットに設置した <sup>3</sup>He ハンドリング装置(奥の青いボックス)と引き 抜き型磁化測定装置。

~27 T でのばらつきは 0.02emu と急激に悪化した。 これは引き抜き装置やサンプルセッティングに起因 するのではなく、水冷マグネットから発生する磁場 ノイズをピックアップコイルが検知したものである。 一方,ハイブリッドマグネットを用いる場合の測 定感度に関しては,Fig.12に示すように,少なくと も0.005emu以上サンプルの磁化があれば測定可能 であることが確認できた。



Fig.11. 27T ハイブリッドマグネットを使用した 0.6K での NdCu₄Ag 強磁場磁化曲線。



Fig.12. ハイブリッドマグネットを用いた場合の低磁場での磁化過程。

## 4. まとめ

新たに引き抜き型磁化測定装置を開発し,<sup>3</sup>He を 用いた温度領域(~0.5K)で 27 Tの定常強磁場下での 磁化測定に成功した。Ni で磁化の絶対値を校正し, Pd や NdCu₄Ag で行い, Table1 に示すような性能 で磁化測定が出来ることを確認した。

Table I.開発した磁化測定装置の性
----------------------

	15 T-SM	18 T-SM	27 T-HM
測定感度	0.0005	0.0005	0.005
(emu)			
ばらつき	0.0003	0.0003	0.002 (3.1 T)
(emu)			0.002 (3.1T~14.2 T)
			0.004 (14.2T~24 T)
			0.02 (24 T~27 T)

参考文献

- [1] エアーピストン方式・引き抜き型磁化測定装置 (東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研 究センター次報告書—付録強磁場センターの主 要設備—参照)
- [2] S. Awaji, K. Watanabe and M. Motokawa, Proc. 15th Int. Conf. Magnet Technology (Beijin:Science Press) (1998) p1473.
- [3] K. Koyama, S. Miura and K. Watanabe, J. Phys. Conf. Ser. 51 (2006) 569.
- [4] K. Koyama, H. Onodera and K. Watanabe, Physca B
- [5] K. Koyama et al.: Rev. Sci. Instrum. 69(1998) 3009.
- [6] 安達等, 東北大学金属材料研究所強磁場超伝導 材料研究センター平成 18 年度年次報告 p86.
- [7] Y. Adachi et al., J. Phys. Conf. Ser. 51(2006) 55.