

2009年5月26日 16時20分～
東6号館 237

SQUID + PPMS 説明会

量子・物質工学科 石田尚行

目次

- (1) 装置の説明
- (2) 強磁場利用上の注意
- (3) 液体ヘリウム利用上の注意
- (4) 実験実施例
- (5) ご利用方法／その他

研究設備センター

表面・界面構造解析室
化学構造解析室
分析・計測機器室 → SQUID, PPMS
低温室

磁性体・電導体・半導体・超伝導体、その他材料科学では、伝導度、磁化率、熱容量、諸々の物性評価が必要

高感度で測定できて、
温度可変や磁場中の測定をしたいというニーズがある

SQUID と PPMS はどちらも液体ヘリウムを利用し、
超伝導コイルから強磁場を発生できる装置

管理グループが共通：squad@pc.uec.ac.jp

SQUID

研究設備センター（機器分析センター）web

http://www.cia.uec.ac.jp/hp/index.files/setubi_folder/23squad.html

E6-819

石田研究室内に間借りしている状態ですが、ご利用の方は、どうぞご遠慮なくお入り下さい



SQUID

平成7年 導入

オプション類の充実

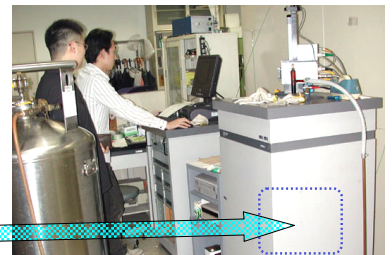
ヘリウム槽の更新、サンプルチャンバーの更新、

制御部分一式の更新、

測定用ソフトウェア (Multi-Vu) の更新

ジョセフソン接合を用いた
素子であり、微小な磁束を
測定できる

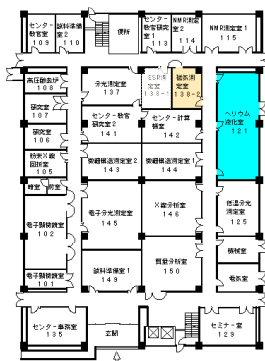
7 T超伝導コイル



PPMS

研究設備センター（機器分析センター）web

http://www.cia.uec.ac.jp/hp/index.files/setubi_folder/26ppms.html



PPMS

平成11年 導入

オプション類の充実

クエンチの恐れがあったときに一度 OH

電源システムの更新、

測定用ソフトウェア (Multi-Vu) の更新

SQUID と外観は似ている
(多方面の測定ができるよ
うにした後発機種)

9 T超伝導コイル



これらの装置による教育効果

予算獲得などのときに書く台詞です：

本装置により最先端のマテリアル科学・工学の研究の場を提供できる。大学院生および学部四年生は、本装置を通じて物性測定や極低温の取扱いを体得することができる。本学はこのような研究教育により、固体物性に強い技術者、研究者を養成することができる。

卒業研究生でもご利用できます

2008年6月24日 16時20分～
東6号館 237

SQUID + PPMS 説明会

量子・物質工学科 石田尚行

目次

- (1) 装置の説明
- (2) 強磁場利用上の注意
- (3) 液体ヘリウム利用上の注意
- (4) 実験実施例
- (5) ご利用方法／その他

強磁場利用上の注意 (SQUID+PPMS 共通)

利用者は、あらかじめ研究設備センター利用者登録を行って、利用予約を行わなければならない。
使用説明および安全講習を受けること。
各機器の利用上の注意事項をよく読み、実験を実施する。

心臓ペースメーカー装着者の入室厳禁。

いつも磁場に対する注意が必要である。
non-magnetic な He/N₂ ストレージ
工具類を固定、隔離
椅子やスパナで思わぬ大事故に。

磁気カード類を近づけないこと。



磁石に吸い付けられたスパナ

「安全手帳」 編集：電気通信大学 安全・衛生委員会



改訂新版H21

「安全手帳」 編集：電気通信大学 安全・衛生委員会

第十四章

Ⅳ. 強磁場発生装置の使用に当たっての注意

本学には強磁場を発生する超伝導マグネットを使用した核磁気共鳴 (NMR) 装置、SQUID、PPMS (Physical Property Measuring System) が設置されている。

超伝導マグネットは液体ヘリウムで冷却されて超伝導状態となったコイルに大量の電流を蓄えて強力な磁場を作り出している。従って、地震などにより超伝導状態が破れると、コイルに蓄えられた電流により急激にジュール熱が発生し、冷却用の液体ヘリウムが急激に蒸発する (危険)。超伝導マグネットがクエンチすると、蒸発したヘリウムガスが部屋に充満し、酸欠状態となり、極めて危険であるので、

- 1) クエンチした場合は息を止めてだちに室外へ退避すること。
- 2) 測定中に地震を感じたら速やかに室外に退避すること。
- 3) 液体ヘリウム充填時にも、操作ミス等で超伝導マグネットがクエンチすることが有るので、いつでも逃げられるように部屋のドアを開放した状態で液体ヘリウムの充填を行うこと。

測定室超伝導マグネットが作り出す磁場は機器分析センター東6-115号室の500MHz NMR装置で11.75T、300MHz NMR 装置で7.05T、東6-114号室の270MHz 装置で6.35T、東6-138-1号室の PPMSで9T、東6-819号室の SQUID で7Tであり、いずれも強力な磁場を発生している。これらの超伝導マグネットからは常に磁場が漏れだしているので、

- 1) 心臓ペースメーカー装着者は絶対に超伝導マグネットのある室に入室しないこと。
- 2) 健康に対する磁場の安全性は明確ではないので測定時以外はむやみに超伝導マグネットに近寄らないこと。
- 3) キャッシュカードなどの磁気カードや電子機器のメモリーを超伝導マグネットに近づけると情報が破壊されるので注意すること。
- 4) 超伝導マグネットの近くには鉄製品を近づけないこと。

クエンチ (quench)

1. 物理的ショックや操作ミスなどの原因で、冷却されている超伝導磁石の中の超伝導線の一部が常伝導になってしまう。
2. 流れている大電流が常伝導になった部分に生じた抵抗で大きなジュール熱にかわる。
3. 液体ヘリウムは非常に蒸発熱が小さく、発生した熱であっという間に大量の液体ヘリウムが蒸発してしまう。

クエンチ (quench)



NMR の例

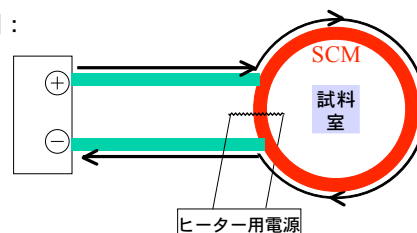
十分な換気の下、メーカー技術者が行っております。
換気の悪い場所では**窒息の恐れ**があります。

<http://grc1.med.tottori-u.ac.jp/kiki/kiki3/nmr.html>

強磁場利用上の注意 (SQUID+PPMS 共通)

磁場の印加、磁場の消去はユーザーの責任において行う。

原理図：



ヒーターをかけながら測定するモードがある
(ヒステリシス測定などに使う)

LHe 消費が多いので注意

クエンチの恐れがあるので、He 液残量と
印加できる磁場の制限に注意
特に夜間の自動運転では He 消費量を見積
もること

- ≤ 30 % 測定しない！
(磁場を利用しない実験は可能)
- ≤ 50 % 1 T まで
- > 50 % 7 T (SQUID)、9 T (PPMS) まで
Magnet Reset (SQUID)
[人為的なクエンチ]

2008年6月24日 16時20分～
東 6 号館 2 3 7

SQUID + PPMS 説明会

量子・物質工学科 石田尚行

目次

- (1) 装置の説明
- (2) 強磁場利用上の注意
- (3) 液体ヘリウム利用上の注意
- (4) 実験実施例
- (5) ご利用方法／その他

液体ヘリウム利用上の注意 (SQUID+PPMS 共通)

高圧ガス保安講習会を受講のこと

液化ガスに関わる諸注意

液体、低温のガス、金属部分に触れない。手袋使用。

急激な気化による窒息に注意する。液のトランスファー時にはドアや窓を開ける。

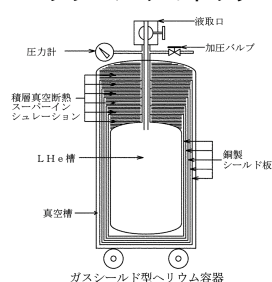
保管時には密閉にならないようにする。

(安全弁はもちろんある)

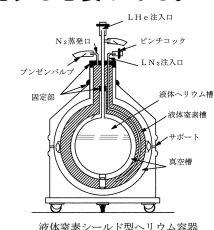
トランスファー中は一時密閉となるが、内圧に注意する。

ノウハウの蓄積がある。経験者に教わること。

SQUID の He デュワー：
ヘリウムだけで冷やす



PPMS の He デュワー：
窒素ジャケット付き
→液体窒素を定期的に補充
する必要がある。



通常行われる液体窒素による**予冷は、SQUID と PPMS の本体には禁止されている** (メーカーの取説に記載がある)。

温調に用いられるニードルバルブ類の閉塞を防ぐためである。

イニシャルトランスファーには、LHe 100 L x2本 を用意
追加チャージは通常 LHe 50 L で足りる。

トランスファーのあらまし

付録 C：ヘリウムの移送方法

SQUID
マニュアルから

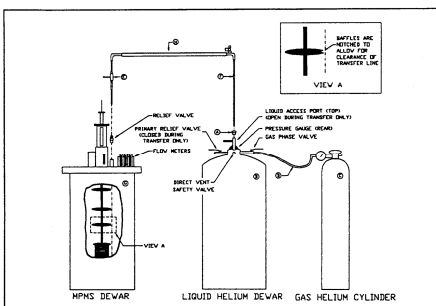


図2 ヘリウム移送時の配置

He ガスで加圧して、LHe を送り込む
トランスファーチューブは LHe ストレージの底面
から数センチ上に保持する

トランスファーのあらまし

SQUID
マニュアルから

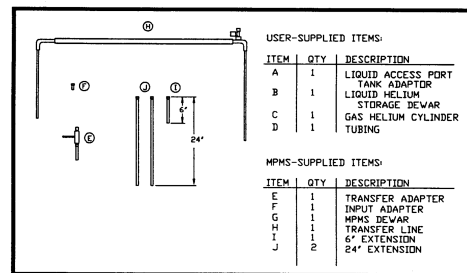


図1 ヘリウム移送用装置

継ぎ手は、液面の高さによって選ぶ
汲み入れ先の液面の直上が理想

真空部分はときどき引き直す

ヘリウムは枯渇資源です！

未来のために残そう

戦略物資である；米国から禁輸されると日本の物理化学
は壊滅的打撃をうける

→ SQUID+PPMS グループの LHe 回収率は、約 95 %

目指せ >100 % !

LHe 供給価格 220円/L (20円値上げ, 08年6月から)
業者からだと、1890円/L

回収ラインを有効に使おう。しかも汚染させないように。

実験室まで来て
いる回収ライン



He 流量計と
純度モニター



「安全手帳」 編集：電気通信大学 安全・衛生委員会

第十章

X. 高圧ガス・液化ガス

2. 液化ガス

ここでは主に低温室で供給している低温液化ガスについて述べる。

(1) 低温液化ガスに対する注意事項

- ・極低温のために凍傷を起こすので低温液化ガスや低温になった金属部分に直接手を触れてはならない。取扱いには革製手袋を用い、時には、保護眼鏡、保護面などを着用する。
- ・低温になる部分の配管には銅、アルミニウム合金、又はステンレス鋼のような低温ぜい性を起こさない材料を用いること。
- ・普通鋼などの材料は低温ぜい性などにより破壊されやすくなり、二次災害の原因となる。液化ガスをこれらの上にこぼさないようにする。
- ・凝相爆発を起こすことがある。液体酸素-固体酸素、液体酸素-油脂または炭化水素燃料など、これらの混入を避けること。
- ・液化ガスは気化すると650～900倍の体積になり、使用場所の空気を置換する。気体によっては窒息の危険があるから換気に十分注意する。
- ・過熱の熱によって、爆発的に気化するから万一の時の逃げ場を確保しておくこと。
- ・液化ガスを密閉容器に入れてはならない。必ず気化ガスの逃げ口を作る。また安全弁や排ガスベントが設けられている場合にも、それらの末端に空気中の水分や炭酸ガスが凍結凝固して詰まっている場合があるのでこれらが正常に機能することを日常よく点検する。
- ・液化ガス容器は、静かに丁寧に扱い、日光の直射しない風通しの良い水平な場所に置く。
- ・液化ガス容器は構造上強度を取れないので実験室内での移動以外の運搬には専用の運搬車を用いる。

「安全手帳」

編集：電気通信大学 安全・衛生委員会

付録Cから
① 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
② 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
③ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
④ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑤ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑥ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑦ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑧ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑨ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑩ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。



目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
① 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
② 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
③ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
④ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑤ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑥ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑦ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑧ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑨ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。
⑩ 目的の達成が早いヘリウムの配管がない場合がある。ここで目的の達成は研究家の安全や低温室の機能に及ぼさないこととする。

安全講習受講者として
署名を頂きます

2008年6月24日 16時20分～
東6号館 237

SQUID + PPMS 説明会

量子・物質工学科 石田尚行

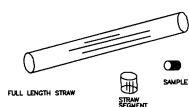
目次

- (1) 装置の説明
- (2) 強磁場利用上の注意
- (3) 液体ヘリウム利用上の注意
- (4) 実験実施例
- (5) ご利用方法／その他

SQUID の実験実施例

試料固定方法

1. ストローの中に挿入できる長さでストローの一部を切り取る。



2. 切り取った小さなストローの中に試料を置く。ここではフェノール樹脂製のピンセットを使用することをお薦めします。試料を希望の方向に置くことは難しく、若干の練習を必要とします。



試料量

感度がよいので、単結晶 1 個 数十 μg の試料が測定できたこともある。
(アピエゾンでストロー内側に直付け) セロテープに付着させた薄膜を測定する方法も聞く



このシャフトの下に左図のように作成したストローをぶら下げる。

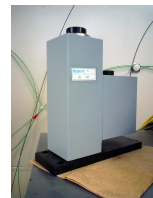
SQUID の実験実施例

測定温度範囲 2 K から 400 K
オープンのオプションあり (800 Kまで)

磁場範囲 $\pm 7 \text{ T}$ ($\pm 70000 \text{ Oe}$)

感度向上用のオプション

RSO ヘッド
 $1 \times 10^{-8} \text{ emu}$

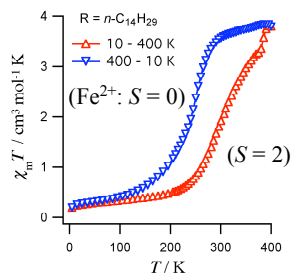


石田研のオプション

光照射 (グラスファ이버と光源)
圧力セル

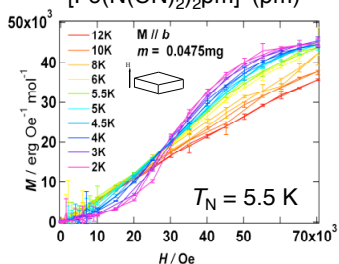
SQUID の実験実施例

[FeL₂(NCS)₂] パウダー



磁化率の温度変化
スピנקロスオーバー

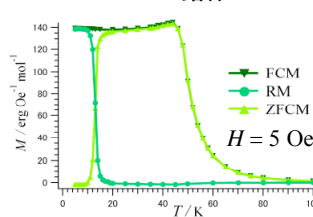
単結晶の [Fe(N(CN)₂)₂pm] · (pm)



磁化曲線
メタ磁性

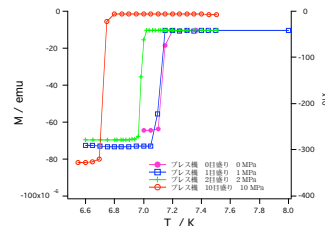
SQUID の実験実施例

Co-Radical 錯体



温度可変測定による磁気転移
磁場中冷却磁化 (FCM)
残留磁化 (RM)
零磁場中冷却磁化 (ZFCM)

BEDT-TTF 塩



超伝導転移
マイスナー効果
圧力セルのマノメータ
に使ったもの

PPMS の実験実施例

PPMS は SQUID とよく似た取り扱いのできる装置で、汎用性を高めてある。

基本的にはこれらの装置は、磁場と温度の設定精度が高い。

多目的用途としては、自分の測定したい物理量に合わせてオプションを購入／自作する。

トップローディングのシャフト状プローブが基本
サンプルスペースの底面に端子が用意されている

PPMS の実験実施例

電導度 通常の 4 端子法、直流／交流

磁気抵抗、ホール効果など磁場がらみの
実験が可能

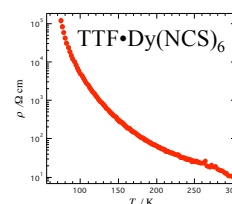
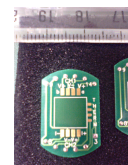
試料を回転させるステージのオプション

試料のマウント

メーカーの提供する試料台
自作する場合もある



バックの最大径
2.54 cm



電導度測定例

PPMS の実験実施例

比熱

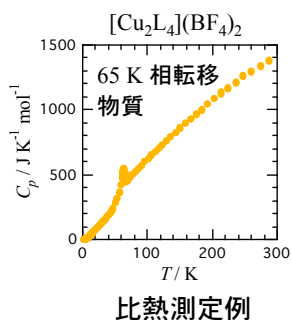
緩和法

むしろ磁場中比熱などが行える

試料のマウント



ワイヤーに吊られた
白い試料台
端子は裏側にある



比熱測定例

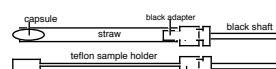
PPMS の実験実施例

AC/DC 磁気測定

磁気測定用プローブ
(交流磁場／検出用の細
かいコイルが巻いてある)

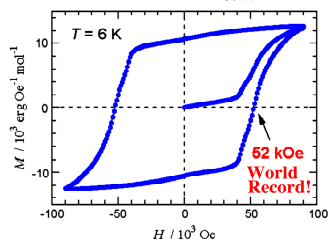
感度は SQUID に劣るが、
1) ± 9 T まで印加できる
2) 交流測定ができる

試料マウント方法 SQUID と似ている

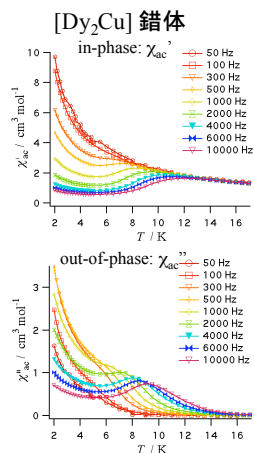


PPMS の実験実施例

Co-Radical 錯体



ヒステリシス測定例
9 Tまでのヒステリシス



交流磁化率測定例

制御用プログラム (SQUID + PPMS 共通) :

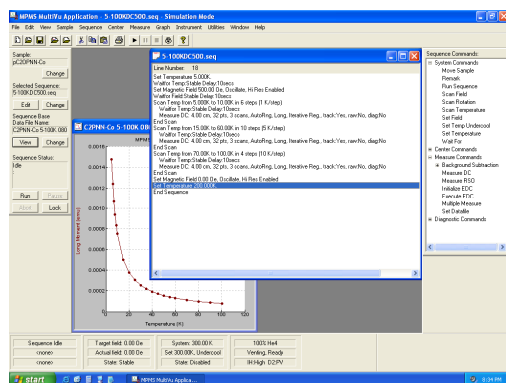
“Multi-Vu”

温度、磁場の設定については、適当なシーケンスを書いて、自動測定する。

メーカー純正のオプションならば、装置のインストールとソフトウェア上の認識ができれば、データを自動取り込みする。

制御用プログラム (SQUID + PPMS 共通) :

SQUIDの例



2008年6月24日 16時20分～
東6号館 237

SQUID + PPMS 説明会

量子・物質工学科 石田尚行

目次

- (1) 装置の説明
- (2) 強磁場利用上の注意
- (3) 液体ヘリウム利用上の注意
- (4) 実験実施例
- (5) ご利用方法／その他

ご利用方法

研究設備センターの装置利用は、**センターへの利用登録申請手続きが必要**です。申請・登録がまだの場合は、併せて研究設備センターまで申請してください。
<http://www.cia.uec.ac.jp/hp/index.files/riyouannai.html>

予約方法は、web からの受付（desknet's）となっています。研究設備センター発行の ID と PW を取得して下さい。

測定の相談（新規測定、長期のマシントイム、不具合情報など）では、squid@pc.uec.ac.jp によるメーリングリストのご利用が便利です。

測定の相談、不具合情報には、掲示板もご利用下さい

一般的なインストラクションご希望の場合、
応じられますので、管理者までお気軽に相談下さい。

込み入った内容の質問の場合、
日本カンタムデザインの技術者を紹介できます。

予約システム：web からの受付（desknet's）の画面

ただし、本年11月以降液化システム更新のため3ヶ月ほど
液化・回収運転ができなくなります。

予算管理者へ

利用に際しては、寒剤等消耗品費用を**受益者負担**の原則でお願いしております。

また、研究設備センターでは、時間当たり課金システムを推奨しており、形式的ですが時間あたりご利用料金を今年度以降定めたいと考えています。

H20年度実績では、
どちらの装置も、御負担額：274円/1時間
（参考：外部からの利用の場合、2万円/1検体）

アイドリング時間が短い方が経済的になります。
季節運転にご協力ください。