

Title	光磁気効果の測定にSQUIDを使う試み
Author(s)	近藤, 道雄; 越智, 誠司; 西田, 良男
Citation	大阪大学低温センターだより. 1982, 38, p. 12-15
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/10808">https://hdl.handle.net/11094/10808</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

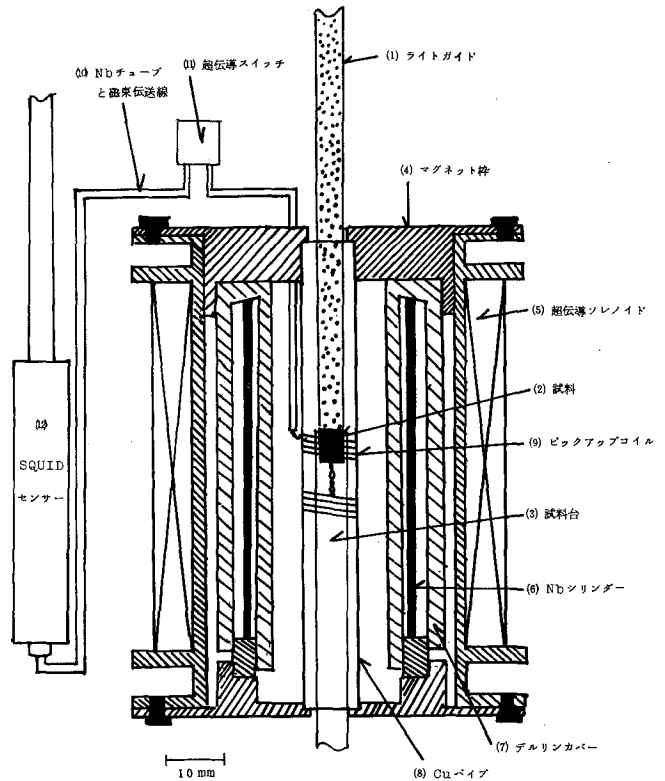
Osaka University

## 光磁気効果の測定にSQUIDを使う試み

基礎工学部 近藤道雄，越智誠司（豊中4669）  
西田良男（豊中4666）

光磁気効果 (photomagnetic effect) というのは物質が光を吸収して磁気モーメントが変化する現象で、ミクロには次の3つの場合があげられる。光吸収により、(i) 束縛電子が解離されて別な位置に捕えられスピン二重項状態が作られる、(ii) 分子が準安定三重項状態に励起される、(iii) 磁性イオンが存在してその磁性状態が変化する。これらは光物性、光化学、光合成、光生物現象に広く起っており、光磁気効果には光の吸収によって生じる電子過程の基本的な情報が含まれている。この現象の利用価値は実験技術の進歩にかかっていると思う。光による磁気モーメントの変化は小さく、如何に高感度の装置を使ってそれを検出するかが問題である。光磁気効果の測定は従来ESRを使って行なわれている。本号の堀氏の話はその一例である。近年開発されたSQUIDは磁気モーメントの検出に高い感度と早い応答をもち、ESRとは違った特徴が期待される。光磁気効果の測定にSQUIDを使ってみる試みは新しい測定法の開発として面白い。このような試みはまだ2,3の初歩的な報告しか見当たらない。我々は光磁気効果の測定を目的とする装置を試作して、前記の(ii)と(iii)の例にあたるナフタレンとルビーで測定を行って、有望な結果を得た。SQUIDは色々の方面に応用される段階に入ったので、その一つの試みをご披露したい。

装置は試料をSQUID帯磁率計の中に置いて光が照射できるようにしておけばよい。第1図にその心臓部の構造を示す。中心を上から降りている



第1図

のが試料(2)に光を導くライト・ガイド(1)である。ライト・ガイドは紫外光には石英棒を、可視・赤外域にはガラス・ファイバーを使った。ライト・ガイドの上には光源として250W高圧水銀灯が、光を断続するためのシャッターと光の波長を選択するフィルターとが置かれている。試料を囲む枠の部分が電磁石で、ドリフトの非常に少ない磁場を発生する(4~7)。我々の装置では磁場の変動率  $\frac{1}{B} \frac{dB}{dt} < 10^{-9} / \text{min}$  になっており、これは  $\frac{1}{e}$  に磁場が減少するのに約2000年を要するという安定度をもっている。SQUIDを使いこなすにはこれ位の安定な磁場が必要で、装置の試作にあたって最も時間を要した個所である。磁場の中に置かれた試料に光があたると一般に磁気モーメントが変化する。試料の磁気モーメントの変化を電流に変えてSQUIDセンサー(2)に伝えるのが、ピックアップコイル(9)と伝送線(10)である。試料とSQUIDセンサーの結合を断続するのが、超伝導スイッチ(11)である。SQUIDはSHE社の330システムを用いた。以下では安定な電磁石と試料支持台の部分を詳しく説明する。

装置の設計には普通の実験室 — ポンプが廻っており、電磁シールドを行っていない — で測定が行なえることを念頭においた。SQUIDは微小な磁束変化、 $10^{-10} \text{ G cm}^2$  ( $10^{-3} \phi_0$ ,  $\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2 \times 10^{-7} \text{ G cm}^2$ ) に反応する高い感度をもつので、安定な磁場を加えることと磁気シールドを完全にすることが第一条件である。

磁場の安定化には2段階の方法を使った。超伝導ソレノイド(5)を永久電流モードで励磁し、さらにNbシリンダー(6)で磁束のトラップを行う。Nbシリンダーは同時に磁気シールドの役割を果している。第1図に示した部分は液体ヘリウム中に漬っている。磁束トラップを行うには、Nbシリンダーを常伝導状態にするので10K近くまで温度を上げなければならない。Nbシリンダー(6)には無誘導に振られたヒーター線が巻かれていて、デルリンで作った断熱カバー(7)でおおわれている。ヒーターに通電(200Ω, 100mA)すると蒸発したヘリウムガスがデルリンカバーの中に溜って、Nbシリンダーの断熱をよくしようとする。この方法で前記の安定な磁場が発生できた。また超流動状態のヘリウム中でも、Nbシリンダーの超伝導を破って磁場の値を変えることが出来る。ただし、手際よくやらないとヘリウムの損失が大きい。

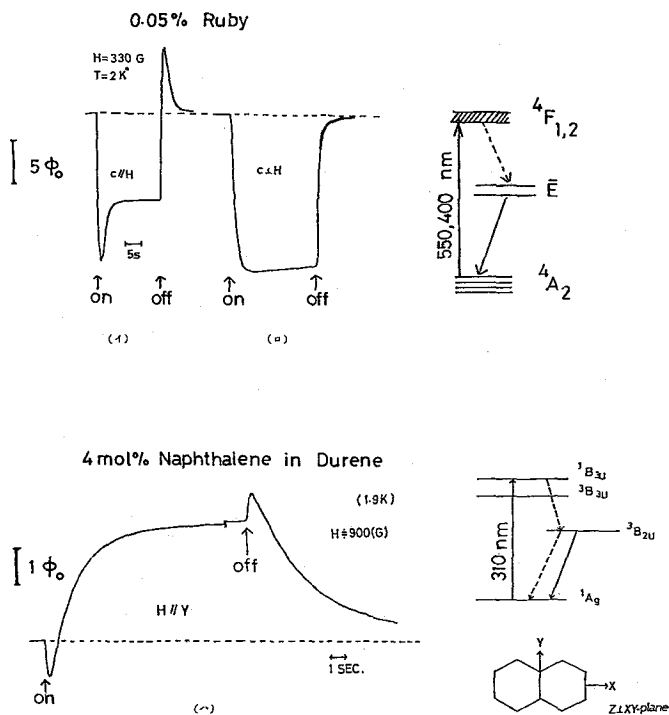
ピックアップコイル(9)は2つのコイルが反対向きに巻かれて直列に接続され、試料は上のコイルの中に入れられる。こうすると、ピックアップコイルは試料の磁気モーメントの変化だけを拾い、一様な磁場の変動には反応しない。このことはピックアップコイルの製作の常識で新しいことではないが、2つのコイルを同じインダクタンスで作ることは実際上できない。1%程度の不均衡で妥協せねばならない。

ピックアップコイルと磁石とを一つの枠に固定することが大切である。両者の間に振動等による相対運動があると、ピックアップコイルは磁束の変化を感じて雑音の原因となる。ピックアップコイルからSQUIDセンサーまでの伝送線は、Nbチューブの中を通して磁気シールドされている。Nbチューブ内で伝送線が動かないようグリースを詰めて固めてある。また、磁場をかける際には、SQUIDや伝送線に磁束がトラップされないように超伝導スイッチ(11)が切断の状態にされる。このようにして、磁場1kG, SQUIDの応答出力周波数をDCが2kHzに設定して試料位置での磁束変化が  $5 \times 10^{-2} \phi_0 / \text{min}$  まで検出できることが確かめられた。これは正味スピンの数  $3 \times 10^{12}$  spins にあたる。さらに、ヘリウムをポンピングして超流動状態にすると、泡による雑音が減り感度が向上することもわかった。しかしながら、温度のゆっくりしたドリフトがその副産物として生じる。温度ドリフトを気にした

くてすむのならば、 $\lambda$ 点以下で測定を行うのが賢明である。

帯磁率計が出来たので、光の導入を行う。光磁気効果は光の照射による直接の効果を測るのが目的であるから、光の吸収に伴う温度上昇は極力避けなければならない。それには、試料を直接ヘリウムに漬けて熱接触をよくすること（ヘリウムを超流動状態にすると一層熱接触はよくなる）、および適当な光学フィルターを挿入して、光磁気効果を引き起す光だけをあてることである。フィルターは試料の吸収スペクトルを参考に選ぶ。次にライト・ガイド、試料台には常磁性不純物を含まない高純度の材料を使い必要がある。ピックアップコイルの近くのライト・ガイドの部分には高純度石英 (suprasil) を、試料台には 99.99% の純銅を用いた。試料台の付近は気化したヘリウムガスが逃げ易い開放的な構造にすることが重要である。さもないと、気化したヘリウムガスが試料を囲み、温度上昇を生じる懸念がある。また、試料とピックアップコイルの結合をよくするためにライト・ガイドと試料を一緒に上下に微動出来る機構を準備しておく必要がある。帯磁率計では長い試料を使うことが出来るが、光磁気効果は光の到達した範囲しか効果が現われないから、試料とピックアップコイルの位置関係が重要となる。我々の装置ではライト・ガイドが動かせると共に、引き抜いて試料の変換も行なえるように設計した。

光磁気効果の測定に移ろう。まず、試料を入れないで SQUID 信号が現われないことを確認しておかねばならない。上記のように注意深く作った装置でも、光を入れると試料が無いにも拘らず SQUID から信号が出てくる。このお化けの原因はまだ完全に掴んでいないが、ヘリウムの気泡がその一因ではないかと思われる。この対策として、試料とピックアップコイルの位置関係の調整、 $\lambda$ 点以下にすること、および光学フィルターを選択等をいろいろ試行することによって、このお化けを試料による信号の  $1/100$  以下に小さくできることが経験的にわかった。これでやっと試料を入れることができる。



第 2 図

第 2 図の上から、(a) 0.05% ルビーの  $H \parallel C$  軸、(b)  $H \perp C$ 、(c) 4 mol% ナフタレン (デュレンで希釈) の光磁気効果の信号を示す。縦軸は上向きが常磁性、下向きが反磁性で、横軸は時間である。光を照射 (on) したとき、切った (off) とき、過渡的な変化を経て定常的な磁気モーメントに移ることが見られる。また (c) を除いて、過渡現象は単一指数関数ではない。解析は省略するが、光照射に伴う磁気モーメントの変化が SQUID を使って測定できることがわかった。

今後、測定技術としてまだまだ検討すべき事項は多い。例えば、試料温度を4.2 K以上に変えること、また光励起状態のESRをSQUIDで同時に検出することも試みたい。SQUIDを用いる方法は、光励起・緩和過程の研究に従来から使われている蛍光の測定、ESRの測定に相補的な手段になると思われる。

ナフタレンの試料の提供、その物性の議論には大阪市大の伊藤公一教授に負っている。また水銀灯の使用には西野種夫助教授、小林融弘助手の好意に感謝したい。