

MPMS3 利用者講習会 2023

理学研究科 野口 悟 (磁気特性測定システム管理委員会)

1. 概要 それでは、MPMS3 利用者講習会を行います。まず、装置の概要について簡単に説明しますので、「概要」をクリックしてください。MPMS の意味と測定原理について簡単な説明がありますので読んでください。結局何を測定するのかというと「磁化」です。試料の磁化を高感度かつ簡便に測定するのがこの装置です。測定条件は印加磁場±7T(テスラ)まで、温度範囲は 400 K から 1.8 K までです。磁化測定ですが、詳しくは直流磁化の他に交流磁化測定もできますので知っておいてください。この装置は液体ヘリウムと液体窒素が必要です。液体ヘリウムは磁化測定の要となる高感度センサー「SQUID」を動作させるため、また 7T の強磁場と 50 K 以下の極低温環境を得るために必要です。液体窒素は液体ヘリウムの蒸発を抑制するために必要です。液体ヘリウムは 10 日毎に、液体窒素は毎週補給しなければなりません。液体窒素の補給は測定に影響しませんが、液体ヘリウムの補給は測定を中断して行いますので、ご注意ください。より詳しい説明は [概要 MPMS3 Brochure.jp 本体のみ](#) をクリックするとカタログが読めますので、各自勉強してください。なお、カタログ中の取り消し線部分の「VSM」は本装置に付いていません。そのかわり AC 磁化モードがありますのでオプションの文言を取り消しています。

2. 装置 それではつぎにマニュアル (使用説明書) について見ていきましょう。「講習会資料」の「[講習会用マニュアル 20190722](#)」をクリックしてください。2019 年度の講習会資料です。2 ページ目の写真が装置の全体です。これが C10 棟 223 室に設置されています。このうちユーザーが操作するのはトランスポートの部分と PC だけです。PC の本体はマグネット電源の下にありカバーを左に開くとすぐわかります。データを持ち帰るときに使う USB ポートが本体にあります。通常は PC モニターを見ながらマウスとキーボードを操作するだけです。デュワーの中に液体窒素と液体ヘリウムがたまっており、ポンプコンソールでヘリウムガスの流量を制御しています。いずれもユーザーが操作するところはありません。マグネット電源(カバー内側)ですが、右側にも同様なカバーがあり、これを右に開くとサンプルロッドが 1 本または 2 本ありますので覚えておいてください。PC は装置制御の関係で Windows 10 English 版になっています。ネットワークに常時接続されていますので、データのやり取りは非常に便利になっていますが、コンピュータウィルスを持ち込まないよう、くれぐれもご注意ください。

3. 状態表示 それでは 3 ページ目を見てください。はじめ PC モニターは省エネモードになっているかもしれませんが、マウスを動かすと画面が見えるはずですが。通常、MPMS3 の測定ソフトである {MultiVu} が立ち上がっています。3 ページ目の図 1 の下の方に枠で囲っている部分があります。ここがステータス表示部で重要な情報が集約されています。一番左がシーケンス (測定手順書) の状態表示で後述します。左から 2 番目からが装置のハードに関する状態表示で、重要な個所ですから、中央に大きく拡大しています。これは説明のための拡大図ですから実際のモニター画面では小さなステータス表示を見てください。さて拡大図の一番左は温度です。上段が実際の温度、中段は設定温度 (目標値)、下段が温度変化のスピード(設定値)とモードです。ここをクリックして温度の条件を変えることができます。次に左から 2 番目は磁場です。これも温度と同様、上段が実際の磁場、中段が設定値、下段が磁場変化のスピード(設定値)とモードです。ここをクリックして磁場の条件を変えることができます。次に左から 3 番目は上段がチャンバー (試料室) の圧力です。760 Torr が大気圧ですから試料交換の時は 760 Torr を確認します。通常測定では 3 - 8 Torr 程度です。中段はチャンバーの状態通常は「Purged」で試料交換時は「Flooding」です。下段は液体ヘリウムの残量と液体窒素のステータスです。ヘリウム残量は 25% 以下で黄色、10% 以下で赤色になります。また、液体窒素は残量が少ないと赤色です。これら黄色または赤色の表示が出ているときは私までご連絡ください。左から 4 番目は SQUID のステータスですが、通常気にすることはありません。一番右は本装置では現れませんのでこれも無視してください。

さて、使用開始前の確認ですが、上部に赤ペンで書き込んでいるように温度 180 K、磁場 0 Oe、チャンバー 3-8 Torr 程度がデフォルトです。正確には温度 180 K \pm 1 K、磁場 0 Oe \pm 5 Oe です。これが使用前ということは使用後もこの値にセットしておかなければなりませんのでご注意ください。

4. 予約手続 以上、装置の概要について述べました。それでは実際の利用方法について順に説明します。まずはマシンタイムの予約です。マシンタイムは 9:00-21:00 あるいは 21:00-9:00 が基本単位です。例えば 10:00-22:00 で予約すると 2 単位とみなし、9:00-翌日 9:00 までと解釈するのでご注意ください。まず、Yahoo カレンダー (ID:helium_opu、PW:**C10、今回よりホームページを公開していますので一部伏字です) にアクセスし、予約状況を確認します。空いているところに予約を記入します。通常、毎週火曜日に液体窒素を注入しますが、測定には影響ありません。ヘリウムトランスファーの予定が入っている場合はその間測定中断をお願いします。Yahoo カレンダーに記入した上で私までメール連絡し、私から了解のメールを受け取った時点で予約が成立します。私からの了解メールは研究推進課にも cc されますので、研究推進課の飯阪さんあてに「機器利用申請書 (MPMS3) .xlsx」を提出してください (担当教員又は事務員)。

5. 測定準備 マシンタイム当日は C10 棟 223 室のカギと測定試料等をもって 223 室に入ります。223 室のカギは利用グループにつき 1 つお渡ししています。新規利用などでカギをお持ちでないときは私までご連絡ください。また、休日や時間外に C10 棟に入るためにはカードキーが必要です。別途、研究推進課で所定の手続きをお願いします。さて、223 室に入るとまず、机の上に使用記録簿が立てておいてありますので必要事項を記録してください。次に状態表示を見て温度 180 K、磁場 0 Oe、チャンバー 3-8 Torr 程度の Purged を確認してください。たまに温度 300 K とかチャンバー 760 Torr の場合があります。その場合は記録簿に状況を記録してください。また、それに関連して不都合があるときは私までご連絡ください。

6. 試料セット 使用開始前の確認が終われば試料をセットします。試料交換は温度を 300 K にしなければできませんので、まずはじめに温度 300 K をセットしましょう。さきほどの温度ステータスをクリックすれば設定できます。たまに受け付けてくれないときがあります。その場合、もう一度クリックしてください。その際、速度は赤ペンの通り 40 K/min でモードは「Fast Settle」です。磁場はゼロになっているはずですが。

次に 4 ページ目をご覧ください。試料のセット方法ですが、一番よくつかわれるのはストローです。ストローは MPMS3 装置の対面の机の左壁側の段ボール箱にたくさん備えていますので、ひとつ取り出して全長約 150 mm (15 cm) になるようはさみで切って使用します。切れ端も使い道があるのですぐには捨てない。それで、ストローの所定の位置に試料を固定します。これには綿を両側から詰めて押さえるか、ストローの切れ端を 2 個折り曲げて両側から抑えるなどがよく行われています。試料の大きさや形状磁化の大きさなどによっていろいろな工夫がありますが、ポイントはこれら付加物の磁化が無視できるかどうかということです。MPMS3 で使用されるストローは磁化が小さい材料で作られているとのことですが、試料の量が少ないなど、磁化が非常に小さい場合は試料なしのいわゆるブランク測定を行い差し引きすることも行われます。

ストローはプラスチックのねじ (図 2 の左の小さなやつ) の直な部分に差し込み、ねじはサンプルロッドにねじ込みます。サンプルロッドは 2 ページの図で説明した右側のカバーを開いたところにあります。ねじ込むとき、またはねじを外すときはサンプルロッドをねじらないよう気を付けてください。具体的にはお互いのねじの部分 (オスネジとメスネジの部分) を持ってねじることです (意味が通じるかな?)。

なお、ストロー以外にも断面が半月形の石英ホルダー (平たくグリスなどで接着できる試料向き) や真鍮製の丈夫な試料ホルダー (室温以上 400 K までの高温でストローが変質する恐れがある場合向き) があり、これらは研究推進課の別室で保管しており、貸出可能ですので、私までご連絡ください (ただし、高価で壊れやすく取扱注意です)。また、特殊な測定用の試料ホルダーについても利用者の責任で使用していただいて構いません。

7. 試料セット (続き) ここで説明する試料のセットが一番肝心なところですから細かなところまでよく理解してください。マニュアルの 5 ページ目です。はじめにセットしたので温度はもはや 300 K に達していると思います。マニュアルに書いているアイコンまたは PC モニター上のプルダウンメニューから「Install/Remove

Sample」を選択し「サンプル交換ウィザード」を開きます。ここで 300 K に達していれば「Open Chamber」がクリックできます。そうすると試料室が大気圧になりトランスポート（2 ページの図を見よ）の黒いフタが簡単に外れます。（このフタはアルミ製で O リングの上に乗っているだけですが、チャンバーが負圧の時は簡単に外れませんので、外れないときは無理に外そうとせず、チャンバーのステータスを確認すること。）フタを外すとサンプルロッドがセットされているときは図 5 のようになっていきます。図 5 の中央の黒い（実際は青い）部分がサンプルロッドの上端でこれを上に持ち上げるとサンプルロッドが外れます。ただし「結構強力な磁石」で吸い付いているので、手ごたえがあり、「まっすぐ上に持ち上げないとサンプルロッドのカップリングが折れるので要注意」です（これだけは実際に手ごたえを確かめないと感触が伝わらない）。もしサンプルロッドがなければ図 5 の青い部分がなく、そこにサンプルロッドをまっすぐ差し込んでください。サンプルロッドの青い部分は 6 個の磁石のところだけ肌色に塗られていますがそのうちのひとつだけ黒点がついていて、その向きを手前にしろ、とマニュアルには書いている（個人的には意味不明）。ともかくこれで試料をセットしたので、黒いキャップをかぶせて、いわゆるハード作業は終了です。あとはすべて PC 操作になります。

8. サンプル中心 (“Next>>”ボタン) をクリックすると測定データ保存先のファイル設定画面になります。通常、前回測定の情報が出てきますので「新規のファイル作成」を行ってください（そうでないと前回測定者ファイルに追記、最悪上書きされることになります）。ファイルは基本的にグループごとにフォルダーを作成して管理していますので、それに準じてください。ファイル名を入力すると次はサンプル情報の記入画面がでてきます。これは測定には全く影響を与えません。ただのメモですが、できるだけきちんと書き込んでおくとデータファイルに保存されますのでこまめな記入を推奨します。

次に、Sample location（サンプル中心）を行います。以下、マニュアルに記載の通りです。通常 1000 Oe 程度の磁場を印加します。典型的な結果が 6 ページ目の図 6 に示されています。試料が反磁性の場合は上下反転の図になります。この図が表示されるまで結構（1 分ぐらい）時間がかかりますのでそのつもりで。装置のトランスポートをながめていると試料棒が上下に動いているのがわかります。図 6 のような左右対称のきれいな結果の場合「サンプル中心が 66 mm でも 70 mm でも問題ありません」ので、これでセット完了です。「Close chamber」を押して自動で Purge（通常 5 回）と Seal を行います。この際、シューとガスが漏れる音がすると 7. の最後に説明した「黒いキャップ」が正しく乗っていない、または O リングが外れている、などのトラブルが発生していますので、研究グループの熟練者や教員などに連絡して対処し、それでも解決しなければ私までご連絡ください。正常に終われば Finish をクリックして終了です。サンプル中心を取るための磁場が印加されたままですからご注意ください。

9. シーケンス シーケンス（マニュアルはシーケンスと表記）は「測定手順書」のことで、予めこれを作成しておき、実行をクリックすれば手順書通りに装置が動作し自動計測します。温度や磁場を指定する「set」コマンドやその条件下で磁化を測定する「measure」コマンドが基本で、それらを組み合わせて磁化の温度依存性や磁化の磁場依存性を測定するコマンドなどがあり、またデータの保存ファイルを指定するコマンドなどもあります。不慣れな方は先輩や他人様のシーケンスファイルを参考にしてください。その場合はかなり細かなところまで眺めて理解して活用することです。2, 3 の一般的な注意をしておきます。温度をセットして磁場をセットする場合、そのまま書くと温度と磁場をほぼ同時にセットし始めます。温度をセットした後、磁場をセットする場合は、温度セットの後に「wait」コマンドを入れること。初心者的にはこれが一番よく忘れる項目です。「まめに「wait」コマンドを入れる」ことがポイントです。もう一つよくあるミスは室温からいきなり 5 K 以下にするときです。5 K 以上はヘリウムガスを流して冷却しますが、5 K 以下はヘリウムを液体で溜め、それを減圧することによって冷却します。即ち液体をためる時間が必要になります。そのため、シーケンスとして 10 K にセットしそこで 10 分 (600 s) 待つことが必要です。最後にもう 1 点、他人様のコピーでなく自分で作成する場合、知らずに VSM のシーケンスを使う時があり、その場合は動きませんので注意してください。MPMS3 は元々 VSM 主体で開発された装置とのことで、デフォルトが VSM になっているところが随所があり、ソフト面での難点になっています。「VSM のシーケンスは使わない」こと。シーケンスは PPMS とも類似し

ていますので PPMS を使ったことがある人にはとっつきやすいと思います。

測定データはグラフコマンドで随時確認できますが、説明は割愛します。グラフ上で右クリックして設定変更するなど、わかりやすいと思います。ただし、これもデフォルトが VSM になっていますので、はじめに必ず設定変更が必要です。

10. 最後に 測定が終了すれば試料セットコマンドで試料を取り出します。その後、必ず Purge and Seal でチャンパー3-8 Torr 程度にし、温度 180 K、磁場 0 Oe にセットしてください。机の上の使用記録簿に必要事項を記録してください。装置の不調など気づいた点があればメモを残してください。測定データは USB メモリにコピーするか、インターネット経由でコピーして持ち帰ります。通常の PC 操作と同じです。この際、コンピュータウイルスを PC に入れないよう、十分信頼できる USB メモリを使用してください。また PC の中にあるデータは管理しませんので、ご承知おきください。なお、PC は基本的につけっぱなしです。MPMS3 の測定ソフトである {MultiVu} が立ち上がった状態で放置しておいてください。以上で終了です。

以下、参考までに思いつくことを書いておきます。(1) 装置本体のトランスポート下のアップダウンボタンについてマニュアル7ページに赤ペンで書き込んでいます。正常時は緑色で、これが点滅しているのはシーケンス動作中を表します。赤の点滅は何らかの異常です。不明の時はご連絡ください。さらにこれらのボタンはチャンパーのスイッチを兼ねています。アップボタンを押せばベント(大気圧)になります。ダウンボタンを押せば Purge and Seal を行います。(2) データは拡張子が .dat ですが、CSV 形式のテキストファイルですので、エクセルでカンマ区切りで読み込むのが便利です。また、生データ raw.dat も保存できます。生データは普段見ることがありませんが、変なデータが得られたときに原因を調べるなどの場面で役に立ちます。基本的に生データを保存することをお勧めします。シーケンスファイルもテキストファイルです。(3) 測定中に多くのグラフを開いたりして測定プログラムに負担をかけると温度制御をしなくなるなどの不調が現れるときがあります。そのほとんどの場合、PC をシャットダウンし、CAN タワーの電源を一旦切り、1分後に CAN タワーの電源をいれ、PC を起動させ、{MultiVu} を立ち上げると復帰します。要は、通信状態、またはメモリをリセットするわけです。その手順書を別紙で作成していますので、それに従って操作を行って構いません。不慣れで不安があれば私までご連絡ください。(4) 本 MPMS3 は共通利用装置ということで、液体ヘリウム、液体窒素の供給を研究推進課で行い、大変使いやすい装置になっています。現在、ヘリウム高騰の影響で使用料金が高くなり、申し訳ありません。少しでも安く、ということで今年度より 21時から翌9時までの夜間料金を 6000 円から 4000 円に値下げしています。装置の利用率を上げることによって料金を下げることが可能です。多くの方のご利用をお待ちします。

昨年度のトラブル例として、CAN のリセットがうまくいかなかった、サンプルロッドの破損、大きな磁化の測定でデータが乱れる、などがあります。個別の事例ですので、この説明会では割愛しますが、おかしいと思った時はまず近くの熟練者に尋ね、次に私までご連絡ください。状況によって賠償を求めたり、利用料金のキャンセル処理を行います。また、今年度

以上で MPMS3 利用者講習会 2023 講習を終了します。受講者は、氏名と所属、学年などの記入をお願いします。これは講習会のエビデンスとして必要ですのでご協力をお願いします。よろしく願い申し上げます。(野口悟 noguchisatoru@omu.ac.jp)

(2020.6.8 作成) (2023.5.10 修正)