

LCR, 誘電測定機器, DSC

理学部 増山博行

機器分析センター管理の理学部369室に、今年度、ヘリウム循環型極低温冷凍器（イワタニプランテック製、クライオミニD510/CW303）が設置され、室温から10Kまでの温度が手軽に得られるようになりました。クライオスタットは光学用の窓を持つとともに、8本の測定用リード線を持っており、既存のLCRメータおよび誘電測定機器と組み合わせて、この温度範囲での回路素子の電気抵抗、キャパシタンス、インダクタンスの計測、DE履歴曲線、焦電流などの測定が可能です。以下、369室の各機器の概要と測定例を紹介します。

1. LCRメータ

これは、回路素子の複素インピーダンスを測定し、自己インダクタンス（L）、キャパシタンス（C）もしくは電気抵抗（R）を測定しデジタル表示する、安藤電気製の機器（AG4311）です。測定できる範囲は、Lが0.1nH～1.8kH、Cが0.0001pF～199mF、Rが0.1mΩ～19.9MΩで、測定周波数は100Hzから100kHzまでの31の周波数、測定信号は1mVから5Vの値を選べ、±35Vまでのバイアス電圧も印加できます。測定はパソコン（PC98）からGPIBを介して制御され、測定結果（各回路要素の実部と虚部）は、測定時間、測定温度のデータともどもフロッピーディスクに記録され、作図ソフトで容易にグラフ表示されます。なお温度はDMM（HP製3478A）で熱電対の起電力を読み込み、パソコンで温度に変換されます。パソコンは平成6年度には学内LANに接続の予定です。

図1に高温超伝導体 $YBa_2Cu_3O_7$ の電気抵抗の測定例を示します。95K付近で急激に電気抵抗が減少し、超伝導状態に転移していきることが分かります。

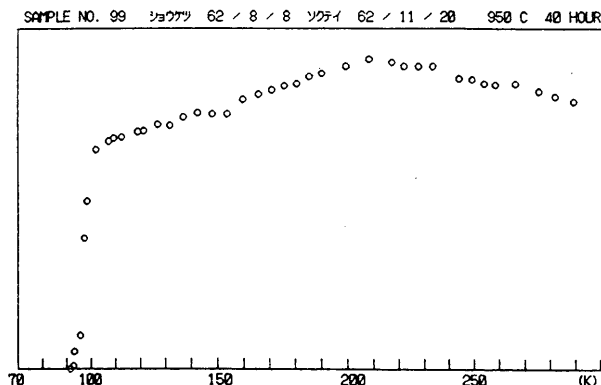


図1 電気抵抗の測定例

強誘電体チオ尿素に金箔電極をつけてキャパシタンスを測定し、この結晶の誘電率を測定した例が図2です。169K以下が強誘電相で、161K付近での誘電異常は特異なドメイン構造を反映したものと考えられています。また、175K、200Kの異常は、構造相転移に関するものです。

従来は液体窒素温度から300℃の範囲が測定可能でしたが、前述冷凍器の設置で、10Kまでの極低温での物質の電気的性質、相転移を調べることが出来るようになりました。

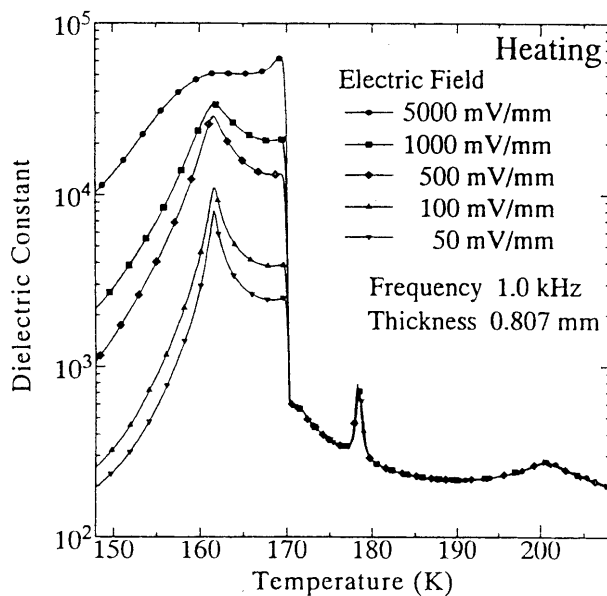


図2 誘電率の測定例

2. 誘電測定機器

強誘電体の物性研究に欠かせない、焦電流の測定とDE履歴曲線の観測が可能です。焦電流は結晶の自発分極が温度変化する際に発生します。その微小電流を測定するのがアドバンテック製の高感度デジタル電圧計 (R8240) で0.01pA~19.999mAの範囲の測定が可能です。LCRメータと同様に、測定時間、温度、電流値がパソコンに取り込まれ、フロッピーディスクに記録されます。この電流の積算により、自発分極の温度依存性が求められます。

DE履歴曲線の観測にはソーヤ・タウ回路 (図3)、交流信号源 (岩通製FG330) と増幅器 (BOP50M)、デジタルストレージスコープ (岩通製SS5802)、XYレコーダ (YEW3083) が用意されています。パソコンから任意の波形をDAコンバータ (高砂AP-1228T) を介して変換入力して極低周波の観測を行うことも可能です。図4には強誘電性液晶CS1011の40℃、60HzのDE履歴曲線を示します。横軸が印加電場E、縦軸が電束密度Dで、常誘電体であれば原点を通る直線ですが、強誘電体では膨らみができ、縦軸との接点が残留分極値を与えます。

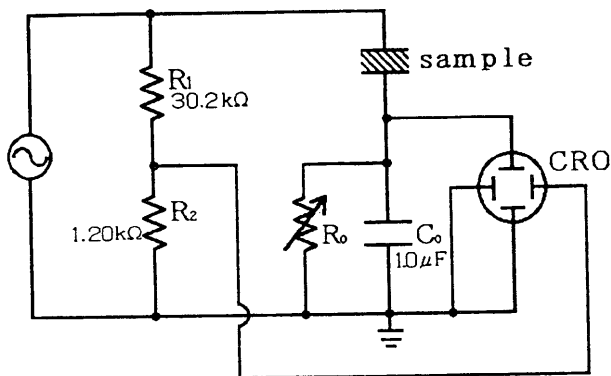


図3 ソーヤ・タウ回路

印加電圧を R_1 と R_2 で分割したものがオシロスコープ (CRO) の横軸に、試料と直列に入った標準コンデンサー (試料よりはるかに大きい電気容量) の電圧が縦軸に入り、それぞれ電場Eと電束密度Dに比例する。

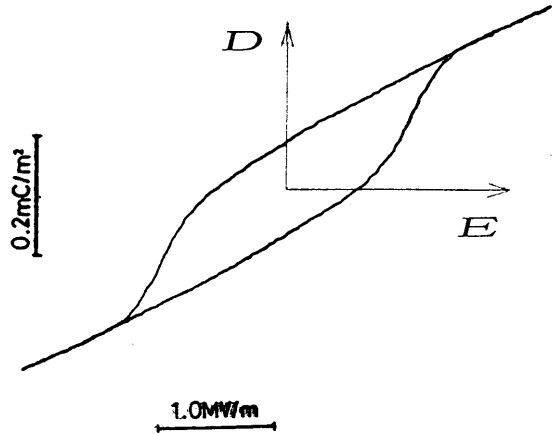


図4 DE履歴曲線の観測例

3. DSC

示差走査熱量計 (Differential Scanning Calorimeter) はリガク製のDSC8230Bで、測定感度 (0.1~50 mcal/secのレンジ) が高いことが特徴です。数mgのタンパク質を溶かした溶液の熱変性の開始温度、吸収熱量も精度よく測定されます。通常は室温から500℃の範囲ですが、低温用アタッチメントをつけると-150℃から測定可能です。高感度の反面、サンプルチャンバー周辺は華奢な部分もあり、取扱いは細心の注意が必要です。

図5は多形間のreconstructive転移を行う Rb_2ZnI_4 の熱異常を示します。試料は約24mg、昇温速度2K/minでの測定で転移エントロピーは13J/K・molで

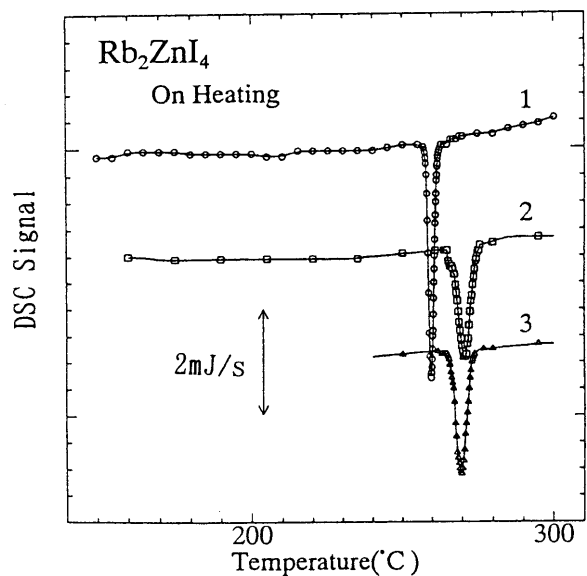


図5 構造相転移に伴う潜熱の測定例

した。室温が α 相，約270℃から上の温度が β 相ですが，バージン結晶では転移温度が10℃低く，かつ転移はシャープであることが分かります。

このほか，メトラーの電子天秤（AE240）があります。0.01mgの精度で試料の重量測定が出来ます。なお，369室の機器はDSC以外，複数の機器を組み合わせた測定系ですので，初めて使用する場合はあらかじめ習熟する期間が必要です。