

3P035

応力下磁化測定法の開発及び、低圧下抵抗測定法の開発

(阪大院・理) ○渡邊 あかり, 大西 功二, 山本 貴, 中澤 康浩

【序】 分子性固体は、比較的弱い力で凝集しているため結晶がやわらかいという特徴を持つ。そのため、応力により分子間距離が大きく変化し、物性も変化する。一般には、1 kbar 以上の静水圧と一軸圧下では、低温物性測定法が確立している^[1]。その一方で、「1 kbar 未満の弱い圧力」および、「延伸」での報告例は限定的である。これは、「弱圧」の場合、ヘリウムガスを用いた煩雑な装置が必要であり、「延伸」の場合は、そもそも研究例が極めて少ないからである。そこで我々は以下の 2 種の応力印加法の研究に力を入れている。①低温で「圧抜け」を起こすことなく、弱い一軸圧を印加できる機構の開発。②以前開発された延伸下電気抵抗測定法を基に^[2]、延伸下磁化率測定法の開発を目指している。今回は両者の測定法開発に一定の目途が立ったので報告する。

【弱圧用圧力セルの開発】 従来の金属製ピストンシリンダー型圧力セルでは、圧力セルと圧力媒体との間で、熱収縮率に差があるため、「圧抜け」という現象が起こってしまう。この現象は、静水圧・一軸圧のどちらでも起き、特に弱圧ではその影響は深刻である。ところで、延伸下電気抵抗測定法では延伸装置を総樹脂製にすることで、低温での圧力の急変を防止することができる。そこで、従来のピストンシリンダー型圧力セルと同じパーツを



図 1: 総樹脂製圧力セル

総て樹脂で作製した (図 1)。総樹脂製にすることで、全部品の熱収縮率は一定に保たれるので、圧抜けの心配は皆無となる。原則的に応力は樹脂と試料の熱収縮率と印加した圧力で決定される。従って、低温での圧力決定に際し不確定要素は存在しないはずである。

室温で新しい圧力セルを用いた動作実験を行った。試料の代わりにひずみゲージを樹脂中に封入し、引っ張り圧縮試験機を用いて一軸圧を印加し、このときの応力 - 歪み曲線を求めた。その結果、今回作製した圧力セルでは 10 bar から数百 bar の圧力を再現性良く印加することができた。

【延伸下磁化率測定用装置の開発】 延伸により絶縁化の抑制や、超伝導転移温度の上昇が可能である^{[2][3]}。再現性を確認するには、熱収縮率の差に由来する応力変化を防ぐ必要がある。延伸下電気抵抗測定法と同じく総樹脂製の装置にする必要がある。結晶を樹脂で覆うに際して、樹脂と有機結晶が反応しないように、慎重な樹脂の選定を行った。一般に樹脂は反磁性を示す。そのような樹脂中でも測定物質の SQUID 応答を検出できるか否かは、本装置開発上の鍵となる。そこで、磁性や磁化率の大きさが異なる 3 種類の物質を樹脂で覆い、どのような応答が現れるかを調べた。

SQUID 応答を図 2 に示す。用いた物質は(a)YBCO、(b)(BEDT-TTF)₂FeCl₄、(c)(ds-DMe-DCNQI)₂Cu である。

図 2.(a)に示すように、応答が大きい超伝導物質(今回の試料では $\sim 1.0 \times 10$ emu/g)では、

樹脂で覆う前後の磁化率にほとんど違いが無かった。従って、磁化率測定は容易である。図 2.(b)は、有機導体としては比較的大きな磁化率($\sim 2.0 \times 10^{-5}$ emu/g)をもつ物質の応答である。試料由来の応答が、樹脂の反磁性成分に勝っている。樹脂の寄与を差し引くことで容易に、定量測定ができることが分かった。図 2.(c)は、より小さな磁化率($\sim 6.7 \times 10^{-6}$ emu/g)をもつ物質の応答である。樹脂の反磁性成分の応答は試料の応答と同程度なので、磁化率が相殺され、解析が困難になる恐れが出てきた。そこで発想を逆転して、試料を大量の樹脂で覆い、安定した反磁性成分として信号を検出する方法を思いついた。この場合樹脂のみの SQUID 応答を差し引くことで、定量性は確保できるはずである。そこで今回は、(d₈-DMe-DCNQI)₂Cu を大量の樹脂で覆ったものの磁化率測定を行った。各温度の磁化率と 300 K の磁化率の差： $\chi(T) - \chi(300\text{ K})$ 、を求め、これと樹脂抜きを試料（普通の (d₈-DMe-DCNQI)₂Cu）の $\chi(T) - \chi(300\text{ K})$ を比較した（図 3）。このようにして求めた磁化率の差は樹脂中で 2.075×10^{-6} emu/g (2 K) であり、樹脂抜きでの値(2 K で 1.922×10^{-6} emu/g) とほぼ一致した。

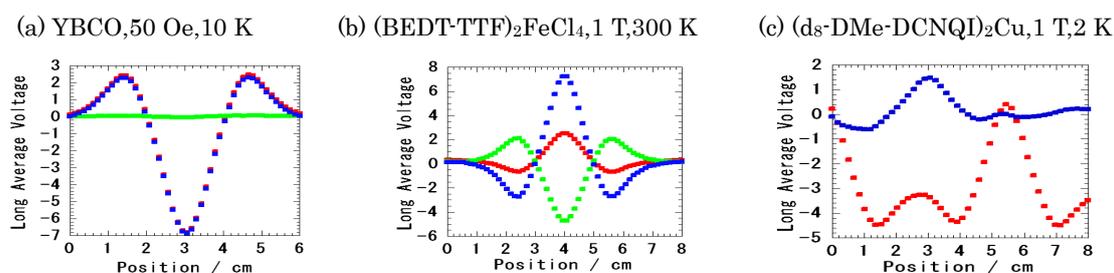


図 2: 樹脂中試料の SQUID 応答の様子。緑のプロットは樹脂のみ、赤のプロットは測定物質を樹脂に埋めたときの応答、青のプロットは測定物質を樹脂に埋めたときの応答から樹脂のみの応答を差し引いたもの。

(d₈-DMe-DCNQI)₂Cu では図 3 の赤のように、ヒステリシスが生じることが知られている。ところが、樹脂中ではヒステリシスが抑制される現象が観測された。これは、樹脂で覆うことにより、試料の急劇な構造変化（ヤーンテラー歪み）が抑制されたためと考えられる。この現象は延伸下電気抵抗測定からも支持される^[2]。磁化率の絶対値については当日報告予定である。

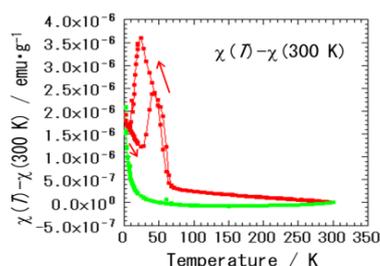


図 3: 各温度の磁化率と 300 K の磁化率の差。赤のプロットが常圧条件下の (d₈-DMe-DCNQI)₂Cu の結果。緑のプロットが樹脂中での結果。

【参考文献】

- [1]: M. Maesato, Y. Kaga, R. Kondo, S. Kagoshima., *Rev. Sci. Instrum.* **71**.176 .(2000).
- [2]: T. Yamamoto, R. Kato, H. M. Yamamoto, A. Fukaya, K. Yamasawa, I. Takahashi, H. Akutsu, A. A.Sato, P. Day., *Rev. Sci. Instrum.* **78**. 083906. (2007).
- [3]: H. Kusunohara, Y. Sakata, Y. Ueda, K. Tada, M. Kaji., *Solid State Commun.* **74**. 251. (1990). T. Ishiguro, H. Ito, Y. Nogami, Y. Ueda, H. Kusunohara., *Synth.Metals.* **41-43**.1911.(1991).