

儀器設備技術手冊與 訓練教材

物理性質量測系統儀

編譯人:大沼薰,陳亮瑜,黃沛盈,鄭又嘉, 李民楷

2022年08月20日

前言簡介

美國 Quantum Design 公司所生產的物理性質量測系統儀可以對各式不同 種類的固態材料進行各種物理性質的量測,包括熱容量,熱傳導,熱電系數,直 流、交流磁化率,與電性傳輸等。配合主體的高磁場超導磁鐵(至16 Tesla),氦 -3 稀釋製冷機(至0.05 K)等選購裝置,能滿足所有材料研究上的需求。其高壓 方面的配件,對地質方面的研究亦有相當的助益。為一理工材料方面都用的到的 材料物理性質分析設備。

本儀器的服務定位設定在服務國內有極低溫(0.05 K)及高磁場(16 Tesla) 量測需求的用戶,鑒於國內其他中心目前並沒有極低溫(0.05 K)及高磁場(16 Tesla)的開放設施,我們希望成大核心設施中心的物理性質量測系統儀能服務全 國用戶。讓國內有極端量測環境需求的用戶不須遠赴海外,並紓解部分國內用戶 申請國外中心時段上的困難。目前大陸的 985 工程在華中科技大學設立的國家 脈衝強磁場科學中心,其脈衝磁場已經可達 90 Tesla,中國國家科學院強磁場 中心的靜態磁場已達 37 Tesla。國內目前在強磁場上的實驗裝置上是落後於大 陸的,希望成大核心設施中心16 Tesla 的物理性質量測系統儀可以補足現今國 內在強磁場下材料行為分析研究上的短板。

本教材的撰寫也獲得 Quantum Design 原廠的支持,我們將使用者手冊中文 化並修訂後,也會放置在原廠網站提供給更多用戶下載。

I. PPMS 俤	義器介紹(Overview of PPMS)	10
1.	操作前注意事項(Safety Precautions)	10
2.	冷媒 (Cryogens)	10
3.	磁鐵 (Magnets)	12
4.	杜瓦瓶 (Dewar)	13
4.1	大容量氮氣夾層杜瓦瓶 (High-Capacity Nitrogen-Jacketed Dewar)	13
5.	探頭 (Probe)	14
5.1	樣品艙(Sample Chamber)	15
5.2	阻抗組件(Impedance Assembly)	15
6.	項板組件 (Top-Plate Assembly)	16
7.	樣品通用載台與相關組件 (Sample Puck and Assorted Tools)	17
7.1	載台安裝工具(Puck-Insertion Tool)	18
7.2	載台接線測試裝置(Puck-Wiring Test Station)	19
8.	溫度控制(Temperature Control)	19
8.1	高溫控制 (High-Temperature Control)	20
8.2	連續低溫控制 (Continuous Low-Temperature Control)	21
8.3	填充模式溫度控制 (Pot-Fill Mode Temperature Control)	21
9.	溫度接近模式 (Temperature-Approach Modes)	21
10.	磁場控制 (Magnetic-Field Control)	22
10.1	控制機制 (Control Mechanisms)	23
11.	磁場接近模式 (Magnetic-Field Approach Modes)	23
12.	液氦計量 (Helium-Level Metering)	24
13.	一般操作守則(General Guidelines)	24
13.1	正確地處理並使用探頭 (Handling the Probe)	24
13.2	供電控制系統的開與關(Powering the System Off and On)	25
13.3	待機模式 (Shutdown Mode)	27
13.4	監控液氦水平 (Monitoring the Helium Level)	27
14.	樣品安裝(Sample Mounting)	29

14.1	樣品安裝守則 1(Guidelines for Mounting Samples)	29
14.2	樣品安裝守則 2(Guidelines for Mounting Samples)	29
15.	樣品圓盤安裝及取出(Sample Puck Installation and Removal)	31
15.1	放入樣品載台(Installing a Sample Puck)	31
15.2	移出樣品載台(Removing a Sample Puck)	33
15.3	關閉空樣品艙(Closing an Empty Sample Chamber)	34
II.	比熱量測套件 (Components of the Heat Capacity Option)	35
16.	比熱量測套件介紹(Overview of the Heat Capacity System)	37
16.1	介紹(Introduction)	37
16.2	比熱量測套件測量什麼? (What the System Measures)	37
16.3	測量比熱的目的(Purpose of Measuring Heat Capacity)	37
17.	比熱量測的範圍(Scope of the Heat Capacity Option)	38
17.1	樣品大小和熱性質(Sample Size and Thermal Characteristics)	38
17.2	量測技術 (Measurement Technique)	38
17.3	樣品艙的壓力 (Pressure in Sample Chamber)	38
18.	安裝與開始操作(Installation and Getting Started)	39
18.1	安裝與連接比熱控制之電纜線 (Install and Connect the Heat Capac	ity
Control	Cable)	39
18.2	設置樣品安裝裝置(Set Up the Sample-Mounting Station)	39
18.3	背景測量 (Performing a First Addenda Measurement)	40
19.	比熱量測之硬體配備 (Heat Capacity Hardware)	41
19.1	熱量計樣品座	41
19.2	樣品安裝裝置(Sample-Mounting Station)	42
20.	高真空系統 (High-Vacuum Hardware)	45
20.1	標準比熱的接觸擋板(Contact Baffle for Standard Heat Capacity)	45
21.	軟體系統介紹 (Overview of System Software)	45
22.	分析模型 (Analysis Models)	46
22.1	熱模型(Thermal Models)	46
22.2	數據擬合(Data Fitting)	46

22.3 從模型參數導出的量化數值(Derived Quantities from Model Paran		
22.4	鬆弛曲線的斜率分析(Slope Analysis of Relaxation Curves) 50	
23.	比熱控制中心 (Heat Capacity Control Center)51	
23.1	安裝指引按鍵選擇(Installation Wizards Tab)52	
23.2	量測分頁 (Measurement Tab)52	
23.3	檔案分頁(Files Tab)53	
24.	量測狀態檢視(Measurement Status Viewer)	
24.1	量測參數(Measurement Fields)55	
24.2	量測圖(Graph)	
24.3	訊息列視窗(Message List Box)57	
25.	撰寫量測步驟序列(Writing Sequences)	
III.	交流磁化率量測系統 (ACMS II)59	
26.	交流量測系統的概述(Overview of the ACMS II Option) 59	
27.	操作理論介紹 (Theory of Operation) 59	
27.1	交流磁化率量測過程(AC Susceptibility Measurement Process)60	
27.2	直流磁化測量過程 (DC Magnetization Measurement Process)61	
27.3	ACMS II 系統中顯著的特點 (Notable Features of the ACMS II System) 62	
27.4	ACMS II 線圈組 (The ACMS II Coil Set)63	
27.5	探頭溫度量測 (Probe Thermometry)65	
27.6	ACMS II 控制模組 (ACMS II Control Area Network (CAN) Module	
Electron	ics)	
28.安裝和:	拆卸 ACMS II 裝置(Installing and Removing the ACMS II Option)	
28.1 硬膏	遭和軟體的初始安裝(Initial Installation of the Hardware and Software) 65	
29.樣品製備和安裝 (Sample Preparation and Mounting)		
29.1 簡介		
29.2 樣品性質 29.3 安裝樣品		
		30.立即模
30.1 交	流磁化率系統量測概述(Overview of ACMS II Measurements) 80 5	

30.2 選擇測量方法(Choosing a Measurement Method)	80
30.3 樣品安裝(Installing a Sample)	81
30.4 進行 ACMS II 測量	85
31 交流磁化率量測範例	89

圖目錄

啚	I.1、PPMS 杜瓦瓶和探頭上的洩壓閥(PRESSURE-RELIEF VALVES)和爆破片
	(RUPTURE DISK)位置示意圖11
圖	I.2、高容量氮氣夾層杜瓦瓶(HIGH-CAPACITY NITROGEN-JACKETED DEWAR)的俯
	視圖和橫截面(尺寸以英寸為單位)14
圖	I.3、PPMS 探頭(PROBE)之主要元件分布圖15
圖	I.4、頂板組件(TOP-PLATE ASSEMBLY)之元件分布剖面圖17
圖	I.5、樣品通用載台的俯視圖和底面圖18
圖	I.6、處於接合時的樣品載台安裝工具19
圖	I.7、載台接線測試裝置19
圖	I.8、PPMS 探頭剖面圖與溫控裝置20
圖	$I.9、改變磁鐵中的磁場:從初始磁鐵的磁場 H_0(A) 改變到 H_F(F), 磁鐵電源$
	首先要產生能夠匹配的磁鐵電流 (B)。開闢加熱器打開 (C),將電流切導入
	到超導線圈中。電流被驅動到新值 (D) ,最後將開關加熱器關閉 (E)。22
圖	I.10、液氦水平量測儀裝置示意圖24
圖	I.11、液氦水平百分比數值相對於探頭和 9T 磁鐵的液位位置圖
圖	I.12、安裝在圓盤上的樣品示意圖30
圖	I.13、中間樣品導線
圖	I.14、檢查樣品的正確電氣連接31
啚	I.15、載台插入 (載台取出) 工具的手柄,上下搬動黑色開闢可以扣緊或放
	鬆31
啚	I.16、載台放入載台插入工具下方的圓柱空間示意圖
圖	II.1、PPMS 比熱量測中樣品和樣品平台的熱連接
圖	II.2、熱量計圓盤上序列號的位置40
圖	II.3、熱量計分解圖
圖	II.4、樣品安裝站的頂視圖
圖	Ⅱ.5、樣品安裝站適用之真空幫浦43
圖	II.6、控制器電纜組
圖	II.7、檔板組件與其配裝之檔板結構圖45
圖	II.8、 擋板組件上之接腳及支架的放大結構圖45
圖	II.9、比熱控制中心的安裝指引按鍵選擇視窗
圖	II.10、比熱控制中心的量測按鍵選擇視窗
圖	II.11、比熱控制中心的文件按鍵選擇視窗
啚	II.12、量測狀態檢視視窗,右側的圖表會顯示一個量測溫度-時間的擬合曲
	線關係圖
圖	III.1、ACMS II 量測的工作原理62
圖	III.2、ACMS II 感測線圈組64
圖	III.3、PPMS 系統中 ACMS II 量測裝置的組件示意圖。67

圖 III.4、線圈組樣品座(4084-850),其中的兩個箭頭指向線圈組序列號的位置 以及用於接觸樣品座插入工具的安裝環......68 圖 III.7、樣品桿導管插入樣品室之示意圖。......69 圖 III.8、樣本傳輸線性馬達 (4096-400) 的前視圖和後視圖。後視圖 (右) 顯示 了有安裝運輸塞(SHIPPING PLUG)的運輸工具;在前視圖(左)中,運輸塞 (SHIPPING PLUG)已經由延長管法蘭(EXTENDER TUBE FLANGE)所取代。.........70 圖 III.11、選項管理器(OPTION MANAGER)視窗。......73 圖 III.12、上方為 ACMS II 備註視窗,下方為 ACMS II 控制中心視窗。74 圖 III.13、MULTIVU 目錄欄和 ACMS II 選項的量測(MEASURE)下拉目錄欄。 ..74 圖 III.19、ACMS II 安裝精靈的最後一個步驟.......84 圖 III.21、交流磁化率對話框。對話框左側的項目顯示了在開始測量之前應設 置的測量條件。對話框右側的項目顯示最後一個立即模式的交流磁化率測 圖 III.22、直流磁化強度量測對話框。對話框左側的項目顯示的測量條件應該 在量測之前設置完成。右側的項目對話框顯示結果最後的磁化強度量測數 圖 III.23、不同振幅下的交流磁化率隨溫度之變化 (A) SN OPAL, (B) IN OPAL 以 圖 III.24、不同外加磁場下的交流磁化率隨溫度變化之量測 (A) SN OPAL, (B) IN 圖 III.25、不同頻率下的交流磁化率隨溫度之變化 (A)SN OPAL, (B) IN OPAL 以及 圖 III.26、(A)對臨界場及臨界溫度做歸一化後的超導相圖。(B)以臨界場做歸一

表目錄

表	II.1 、	不同連接器的引腳編號位置圖例及表格整理	14
表	II.2 、	用於載台背景測量的簡易模型參數	17
表	II.3、	用於簡易樣品比熱測量的簡易模型參數	18
表	II.4、	用於簡易樣品比熱測量的雙 TAU 模型參數	18
表	II.5、	熱容量與比熱常用單位	50
表	II.6、	量測狀態檢視中的量測參數	55
表	II.7、	温度數據的選項	57
表	II.8、	比熱量測步驟序列命令	58
表	III.1	、ACMS II 系統組件	56
表	III.2	、交流敏感性測量的測量模式	37
表	III.3	、避免壓熱系統的最大交流場振幅 (OE)	38

I. PPMS 儀器介紹(Overview of PPMS)

物理性質量測系統儀(The Physical Property Measurement System, PPMS)提供了 一個可多樣參數調整的自動化工作系統,可以執行各種需要精確熱控制的實驗。 PPMS 可以執行磁性、電性傳輸的量測如電阻、磁阻、霍爾量測或熱電相關的測 量如熱傳導,席貝克常數,熱電常數及比熱等,並且能夠修改系統參數以達到並 且執行特殊的實驗要求。 PPMS 具有獨特的開放式架構,一方面可以完全配置 基本的 PPMS 實驗平台或更進一步使用不同並且多樣化的測量選項,成大核心 設施中心所購置的物理性質量測系統儀配備有一顆最大磁場強度為 16 特斯拉的 超導磁鐵、最低溫可達 50 mK 的稀釋制冷系統、交流磁化率量測套件、直流磁 化率量測套件、比熱量測套件、熱傳輸量測套件、自製的電性量測套件以及磁性 與電性量測的壓力艙。

1. 操作前注意事項(Safety Precautions)



注意! 此 PPMS 含超導磁鐵會產生極強且有危險性的三維磁場,並且 PPMS 會使用低溫冷卻液進行溫度控制。與 PPMS 相關的關鍵 安全預防措施包括使用超導磁鐵、使用低溫材料(液體和氣體) 以及用於使用電氣設備,如下所述。

以下, Quantum Design 及其員工與成大核心設施中心要求您使用標準的安全實驗室程序。

- ▶ 須具備基礎常識。
- ▶ 隨時注意 PPMS 系統的狀態和自身周圍的環境。
- 如果系統出現異常或是出現問題,請採取適當的行動。
- 監督並協助沒有使用經驗的用戶,並先對他們進行一般電氣安全程序的介紹 及培訓。
- 進入實驗室的人員需參加公安講習並通過測試後,再完成關於物理性質量測 系統儀的操作培訓後才能接觸儀器。

PPMS 系統本身具有安全保護功能,可防止造成傷害或嚴重的設備損毀。如果您 以非 Quantum Design 所提供的標準操作方式使用設備,則設備所提供的安全保 護防呆機制也可能會受到損害。

2. 冷媒 (Cryogens)



害:(1)當暴露於室溫時,低溫液體會產生劇烈氣化膨脹;(2)
可能會導致嚴重燒傷。

- 使用液氦、液氮或其他冷媒時,請穿戴防護服、保暖手套、護目鏡和具保護 性質的鞋子。避免穿戴寬鬆的手套或者衣物,其可能會低溫液體直接接觸到 皮膚。液態和氣態之冷媒的極冷性質可能導致嚴重燒傷,並有可能導致肢體 喪失知覺。此外,會直接接觸冷媒的儀器表面也將處於極冷狀態,不能直接 接觸皮膚。
- 僅在通風良好的區域使用低溫冷媒。如果是氦容器破裂或有氦氣洩漏,請立 即通風並疏散所有人員。若於通風不良的環境造成氦氣外洩,氦氣會置換空 氣並導致室內人員窒息。由於氦氣輕、容易上升,所以通風良好、天花板高 的房間通常是最安全的環境。



當液氦或液氮於 PPMS 之杜瓦瓶等密封容器中沸騰並膨脹時,如果不釋放該壓 力可能會導致巨大的壓力積聚並產生爆炸反應。PPMS 杜瓦瓶和探頭內含洩壓閥 (pressure-relief valves)和爆破片(rupture disk)可以使氣體冷媒在達到危險壓力之前 逸散,安全配件詳見圖 I.1。



圖 I.1、PPMS 杜瓦瓶和探頭上的洩壓閥(pressure-relief valves)和爆破片(rupture disk)位置示意圖



注意! 如果杜瓦瓶破裂或低温冷媒溢出,請立即將房間通風並疏散所 有人員。

僅在通風良好的房間內進行冷媒的移轉。冷媒沸騰時會膨脹至液體體積的數百倍, 溫度遠低於室溫。相對較小體積的液氮或液氦逸散時,可能會置換所有房間內的 空氣氣體。氮氣和氦氣是無色無味的,當吸入過多造成缺氧時的病徵是**頭暈和失** 去知覺,隨後可能致死。

3. 磁鐵 (Magnets)

	注意!
	所有磁鐵安全預防措施都必須考慮超導磁鐵所產生的三維強磁
	場。
^	▶ 佩戴心律調節器或其他電子醫療設備的人員必須與 PPMS
	杜瓦瓶保持至少 16.5 英尺 (5 公尺)的距離。
<u>/ • \</u>	▶ 鐵磁性物體必須與 PPMS 杜瓦瓶保持至少 16.5 英尺 (5
	公尺) ² 的距離。
	▶ 在斷開磁鐵控制器與探頭的連接之前,磁場必須為零。
	▶ 液氦高度必須至少為 60% 才能使用超導磁鐵。

請勿於磁鐵通電時將磁鐵與磁鐵控制電子設備(6700型或3120型)或任何其他連接系統分離。PPMS超導磁鐵可以捕獲磁通量,因此磁鐵在與帶電系統分離後也可能會有殘磁或超導電流殘餘在磁鐵中的現象,這會導致無法直接對磁鐵進行去磁。

幾種不同的電纜連接於不同功能的磁體控制。如果有斷開探頭與磁鐵控制系統連接的需求,需要確認磁鐵在切斷任何連結電纜之前(與樣品端之連結除外)已調整至零磁場。只有樣品端的量測電纜線(於 PPMS 探頭上的灰色 Lemo 電纜)是唯一可以在磁鐵通電時安全斷開的電纜,其他的電纜必須保 持連接狀態,不可移除。

任何佩戴心律調節器或其他帶電之機械醫療設備的人都必須與 PPMS 杜瓦 瓶保持至少 16.5 英尺 (5 公尺)的距離。因磁鐵會產生三維磁場,所以相隔 距離也包含位於兩側房間(實驗室)和設備上層與下層樓層的人員。 PPMS 產生的磁場可能會對任何佩戴心律調節器或其他電子醫療設備的人造成危 害。以上信息應張貼於 PPMS 實驗室和鄰近的區域,以便佩戴此類設備的 人能注意且避免。若您有任何疑慮,請在進入實驗室前諮詢有關人員。

重要提醒:在無人注意及看管時,自動控制系統可能會在量測進行時自動打開磁 鐵磁場,並且 PPMS 的三維磁場可穿透附近的牆壁、天花板和地板。成大核心 設施的 PPMS 在 16T 時的 5 高斯線約為 3.5 公尺,且已經依此設置了物理屏障, 在不清楚磁場大小之前,任何佩戴心律調節器或其他帶電之機械醫療設備的用戶 請勿貿然靠近磁鐵。

- PPMS 裝置提供的超導磁鐵會產生強磁場,且我們沒有配置磁屏蔽(QD的設計磁屏蔽裝置其屏蔽效果有限)。所以,PPMS 的超導磁鐵會干擾 CRT 顯示器,影響電子顯微鏡、使信用卡消磁、吸引任何鐵磁工具等等。
- Quantum Design 建議您測量 PPMS 周圍的磁場並且於磁場之測量值 5G 的 分界畫一條線,標示出低於 5G 的位置。這條線的位置會因為不同系統而 有所差異,必須親自測量。這條線是通常距杜瓦瓶之邊緣約 3-10 英尺 (1-3 米)。當磁鐵通電產生磁場時,勿使大型鐵磁物體(例如:氣瓶、螺絲起子、 板手和大型工具)位於該線區域內,因被 PPMS 強磁場所吸引的物體可能會 導致人員受傷與 PPMS 設備損毀。PPMS 實驗室中的氣瓶應固定在牆上, 並且只能讓專業操作人員使用大型工具。
- 液氦液位面必須保持高於超導磁鐵,若超導磁鐵不是完全被液氦覆蓋將有很 大機率會損壞磁鐵,例如:不受控制的淬磁。

4. 杜瓦瓶 (Dewar)

杜瓦瓶是保存液氦的主要裝置,並使探頭與超導磁鐵浸入液氦中,主要構造為鋁 製,外層為高反射性的超絕緣材料,有助於減少液氦蒸發。外層通過杜瓦瓶頂部 的閥門抽真空(可參考圖 I.2)—此排氣閥不可擅自觸碰。 杜瓦瓶中安置了一冷 凍幫浦,將活性炭降溫至液氦的溫度,利用孔洞材料的大表面積與凡得瓦力抓附 氣體分子,提供中高真空以利量測套件運作。

大多數 PPMS 裝置可以有三種不同類型的杜瓦瓶做使用:標準杜瓦瓶、氮氣夾 層杜瓦瓶(nitrogen-jacketed dewar)、或大容量氮氣夾層杜瓦瓶(the high-capacity nitrogen-jacketed dewar)(圖 I.2)。另外,可以依照特殊情況使用 EverCool 系統所 提供的 14T、16T 縱向磁鐵或 7-T 橫向磁鐵。

注意:由於物理限制, EverCool 系統所提供的 14T、16T 縱向磁鐵或 7T 橫向 磁鐵需具有特殊的杜瓦瓶,本手冊不多做討論。若需要更多有關 EverCool 杜瓦瓶的資料,請參閱 PPMS EverCool 杜瓦瓶配件用戶手冊。如果對其他種類之杜 瓦瓶有任何疑問,請聯繫 Quantum Design 的客戶服務。

4.1 大容量氮氟夾層杜瓦瓶 (High-Capacity Nitrogen-Jacketed Dewar)

大容量氮氣夾層杜瓦瓶(High-Capacity Nitrogen-Jacketed Dewar)僅可用於具有 7T 或 9T 的縱向磁鐵的 PPMS 系統。圖 I.2 為高容量氮氣夾套杜瓦瓶的的俯視圖和 橫截面圖,可裝載 87 L 液氦和 48 L 液氮。



圖 II.2、高容量氮氣夾層杜瓦瓶(High-Capacity Nitrogen-Jacketed Dewar)的俯視 圖和橫截面(尺寸以英寸為單位)

5. 探頭 (Probe)

探頭(可參考圖 I.3)主要位於杜瓦瓶內並且浸置於液氦中。PPMS 探頭為一配備精 密組件的設備,結合了基本的溫度控制元件、超導磁鐵、液氦位面計、氣體管線、 樣品-圓盤連接器和各種電氣接線。探頭主要由幾個同心的不銹鋼管和其他重要 元件組成,最外層將樣品艙與液氦隔離。真空絕熱層包含兩個同心管並由一個密 封的真空區域隔開,減少樣品艙和液氦之間的熱交換。外真空管壁和內真空管壁 之間的真空空間包含高反射之熱絕緣材,以減少熱輻射進入液氦所造成的的蒸發 損失。鋁製隔熱罩在真空區域中會將熱量導到沒有液氦的杜瓦瓶頸部。探頭底部 的金屬波紋管(bellows)可防止外真空管與隔熱罩因膨脹係數不同而造成的損壞。 探頭底部的蓋子只是用於保護波紋管,並沒有密封,所以液氦可以流入毛細管並 提供冷度。探頭的主要部件是樣品艙、阻抗元件、可變式磁鐵、擋板桿和探頭, 我們將詳細討論樣品艙與阻抗元件的結構和功能。



5.1 樣品艙(Sample Chamber)

樣品艙位於兩個真空管內。樣品艙下半部 3.9 英寸(10 厘米)的區域由銅製 成以使底部溫度均勻分布。樣品艙的最底部裝有一個 12 個腳位(12-pin)的連 接阜,該連接器連接底部的樣品載台。兩個溫度計和一個加熱器位於樣品盤連 接阜的正下方,並且十分靠近銅樣品載台和其連接阜,其有助於樣本在實驗過 程中保持良好的溫度穩定性。樣品盤、加熱器和溫度計的接線從樣品艙的外部 向上延伸到探頭。樣品載台連接阜的引腳(pin)會接到位於探頭上灰環(grayringed) Lemo 連接阜的引腳。

樣品艙和內部真空管之間的區域稱為冷卻圓環(cooling annulus)。液氦被負壓吸 取並通過阻抗管(impedance tube)後流入冷卻環,使其能夠均勻加熱和冷卻樣品 艙。

5.2 阻抗組件(Impedance Assembly)

阻抗組件可以控制從杜瓦瓶到冷卻環之間液氦的流通。該組件由一個毛細管 (阻抗)、可以加溫阻抗的加熱器,以及可偵測組抗組件溫度的溫度計。當阻 抗被加熱,管內會形成氣泡阻礙液氦的流動;當加熱器關閉使阻抗冷卻,大量 的液氦將冷卻阻抗管並流入冷卻環中,冷卻環中的液氦會根據其中的壓力蒸發 或是填充冷卻環。另外,探頭底部的蓋子會保護阻抗元件不被毀損。 新式探頭(製造自 1998 年 1 月至今)附有連續低溫控制 (Continuous Low Temperature Control CLTC) 選項,具有經過精密調諧的第二阻抗並且與初級阻抗並聯。

6. 頂板組件 (Top-Plate Assembly)

項板組件(可參考圖 I.4)用於密封樣品室,並由頂板(top plate)、中心環(centering ring)、O型橡膠圈(O-ring)、鉸鏈夾(hinge clamp)、頂板擋板組件(top-plate baffle assembly)和一個螺紋適配器(threaded adapter)。頂板為可以隔絕樣品室入口的 KF40 管口蓋板(blank flange)。用一個帶中心環的O 形橡膠圈安裝在管口蓋板和 出入口之間,並使用夾具將管口蓋板固定在出入口的頂部,以便密封樣品艙。 頂板擋板組件是一組熱輻射檔板安裝在玻璃纖維(G-10) 桿上,並直接連接在管 口蓋板的底部。這組擋板可將溫差限制在樣品艙的特定區域,有效幫助隔絕熱輻 射與溫度控制,使系統可以達到低至 1.9K 的溫度。擋板桿末端的螺紋適配器可 以將其他組件連接到竿上。須注意某些 PPMS 量測會以不同的方式密封樣品艙,可能不適用圖 I.4 之頂板組件。



圖 IV.4、頂板組件(Top-plate assembly)之元件分布剖面圖

7. 樣品通用載台與相關組件 (Sample Puck and Assorted Tools)

樣品通用載台(圖I.5)是一個特殊模組件可以為 PPMS 提供更多可調整的彈性 空間。樣品通用載台可以提供使用基本 PPMS 平台量測的實驗乘載樣本且不需 要移動樣品。不過像是 AC 測量系統(ACMS) 套件和載台旋轉套件,不能夠使 用樣品通用載台。



圖 I.5、樣品通用載台的俯視圖和底面圖

樣品通用載台是一個直徑為 0.91 英寸 (2.3 公分)的圓盤,由高電導率的無氧 銅所製成,能夠保持熱均勻分布,並且鍍金以防止氧化。樣本艙的溫度計和加熱 器直接安裝於圓盤下方,因此機台量測溫度與樣品的溫度在合適的參數下將無限 接近,若是選擇其他樣品承載方式,通常在此樣品附近會有一個額外的溫度計。 圓盤的底部包含 12 個焊點(solder pads),可使用自備的電線使焊點與樣品連接, 而這些焊點會連接到圓盤底部的 12 個引腳。安裝圓盤時,底部的 12 個引腳會 連接到樣品通用載台連接器位於樣品艙的底部,然後最終連接到位於探頭上灰環 (gray-ringed) Lemo 連接器的引腳。載台是對插設計以確保接上連接阜時正確對 齊。另外,其中一個焊點是方形而不是圓形,此焊盤可作為參考點將樣品引線連 接到正確的焊盤。

每個 PPMS 量測類型可以選擇不同樣品載台,因此可以將不同的樣品安裝在不同的圓盤上,還可以為不同類型的實驗配置不同的載台。

7.1 載台安裝工具(Puck-Insertion Tool)

載台安裝工具是一根長桿,用於將載台安裝在樣品艙中。當上方的鎖平躺於長 桿上時(如圖 I.6 所示),載台安裝工具的底部就會與樣品載台接合,工具會通 過圓盤外緣的凹槽抓住圓盤。



圖 V.6、處於接合時的樣品載台安裝工具

載台安裝過程只需要將樣品室加熱到室溫後幾秒鐘即可放入。

7.2 載台接線測試裝置(Puck-Wiring Test Station)

載台接線測試裝置(可見圖 I.7)可以用於測試樣品與載台間的連接是否正常。 測試裝置包含三組接點(全導線串聯):一個 Lemo 連接器、載台連接阜和 12 個香蕉插頭(banana jack)。 PPMS 測量套件(例如,熱容量)具有標準模板, 當使用標準模板時可以標記香蕉插頭的功能。



圖 VI.7、載台接線測試裝置

8. 温度控制(Temperature Control)

PPMS 探頭的橫截面及溫度控制之元件可參考圖 I.8。探頭的外層是一個真空區 位於液氦和冷卻環之間,並填充超反射之絕緣材,可以大大減少樣品室和 4.2 K 液氦之間的熱交換。其中的鋁製隔熱罩設計可以將熱量引導到探頭的頸部,而不 是進入液氦中,減少液氦的消耗量。若此真空層之真空度變差,則很難達到良好 的溫度控制,也會提高液氦的消耗量。

冷卻環也是溫度控制的重要區域。真空幫浦不斷地從杜瓦瓶中抽出氦氣,提供負 壓以吸取液氦通過組抗管進入冷卻環。氦蒸氣流過冷卻環的速度會以 PPMS 6000 型控制器中的流量控制閥所控制。

樣品室通常也將氦氣保持在幾托耳(torr)的低壓力之下,這樣的話樣品艙的艙壁 與樣品可以藉由氣體分子的運動做熱交換,加速系統與樣品間的熱平衡。樣品艙 有一個頂板擋板組件,有助於隔離底部的樣品艙與來自頂部室溫的熱輻射。這個 擋板組件可以使樣品艙達到系統之最低溫度。

樣品溫度由安裝在樣品圓盤之電連接器下方的鉑電阻溫度計(platinum resistance thermometer) 和 負 溫 度 係 數 溫 度 計 (negative temperature coefficient (NTC)

thermometer)所控制。鉑溫度計較為正確的溫度範圍為大約為 80 K 到 400 K; NTC 溫度計變化較大的溫度範圍大約為 1.9 到 100 K。至於 80 K 到 100 K 之 間為兩個溫度計讀數的加權平均值。另一個 NTC 溫度計(未顯示在圖 I.8 中), 安裝在樣品艙的正上方,可以測量艙體的溫差。



圖 VII.8、PPMS 探頭剖面圖與溫控裝置

8.1 高溫控制 (High-Temperature Control)

在溫度高於約 4.2 K 時, 系統藉由抽出冷溫氦氣來冷卻樣品艙, 並以可調變的 速率通過阻抗管進入冷卻環並且穿過樣品艙外。即使樣品艙的溫度沒有繼續下 降, 系統仍然保持氦氣流量在約為 100 cc/min 的速率通過冷卻環。加熱器(block heater)安裝在樣品艙底部(可參見圖 I.8), 用於加熱樣品艙。加熱器會將樣品 加熱到所需溫度並加熱冷卻環中的蒸汽, 從而均勻地加熱整個樣品艙。為了將 樣品空間中的溫差最小化, 系統在樣品艙較高的地方使用設置了頸部加熱器 (neck heater), 此加熱器位於樣品上方和頸部溫度計附近。流量控制閥、加熱器 與頸部加熱器會藉由量測樣品溫度和頸部溫度作為調整數據, 可以進行快速的 升降溫控制(最大升溫和降溫速率約為 6 K/min)。

8.2 連續低溫控制 (Continuous Low-Temperature Control)

系統使用連續低溫控制 (CLTC) 裝置抽出低溫氦氣來調節低於 4.2K 以下的溫 控,並藉由精細調整過後的 CLTC 裝置通限制氣體流量來達成低溫的溫度控 制。當完全關閉第一阻抗(primary impedance)的流量,氦氣會從 CLTC 阻抗通 過冷卻環冷卻樣本艙。若需加熱,系統加熱器可以直接加熱氣體和樣品艙。 冷卻時,當樣品空間中的溫度達到約 11 K,CLTC 模式會進入一個預冷階段。 預冷能夠減少樣品艙中的溫差,進而使裝置在控溫過程中可以平穩過渡氦氣的 沸點 4.2 K ,讓樣品艙可以平穩降溫。預冷方法使用多個反饋參數。在預冷期 間會導致系統暫時失去溫度控制 (系統需在特定溫度區間等待一定時間),反 映在防止液氦在頸部冷卻時聚集在冷卻環空間狀況的發生。另外,預冷過程的 持續時間取決於系統的微調參數。

8.3 填充模式温度控制 (Pot-Fill Mode Temperature Control)

在填充模式(pot-fill mode)下, 系統會在溫度約 4.2 K 時開始填充(pot fill), 系統會將固定量的液氦充滿冷卻環並同時控制氦的沸點,這時液氦會通過初級阻抗管(primary impedence)同時關閉阻抗加熱器。這個填充程序由冷卻環和杜瓦瓶之間的壓力差來調節。當冷卻環幾乎充滿(大約需要 45 分鐘),阻抗加熱器會打開,並且加熱阻抗管直到管內的氦氣壓力大到能夠阻止液氦從任一端進入,這種狀態通常被稱為"on the pot"。

- 這種狀態只能將溫度保持在 1.9 K 左右幾個小時,樣品艙周圍的液氦提供了 均勻、穩定的持溫環境。不過,若是使用此模式要保持在接近液氦沸點的溫度 非常困難,因為高溫和填充模式中的控制機制不相同。
- 當系統"on the pot"時,可以通過打開或關閉 6000 控制器的流量控制閥與使用 加熱器來升高或降低溫度。冷卻時,系統會打開流量控制閥來降低液氦上方的 壓力,進而可以降低氦的沸點,在冷卻環中液氦的溫度也會相應下降。加熱時, 系統會稍微關閉閥門,使環內的壓力增加,從而提高了氦的沸點。此加熱器可 以用於短時間內加溫。

另外,若要將溫度從低於 4.2 K 重新設置於高於 4.2 K,大約需要 45 分鍾清 空冷卻環,此期間系統無法控制樣本艙的溫度。因此,新型的 PPMS 都是使用 連續低溫模式為主,只有在第二組抗管堵塞時才需切換到此模式應急。

9. 温度接近模式 (Temperature-Approach Modes)

PPMS 可以使用快速穩定(fast-settle)模式或不超過(No-overshoot)模式來接近所設置的溫度。快速穩定(fast-settle)模式可以非常迅速地改變溫度,但它不太適合有遲滯現象的樣品。在快速穩定模式下,溫度控制硬體首先需要高於或低於溫度設定點,以克服樣品艙中的溫差,然後硬體回到設定點。在不超過(No-overshoot)模式下,PPMS 緩慢接近溫度設定點,不會高於或低於溫度設定點。在不超過模式

下達到熱平衡會需要較長的時間。

10. 磁場控制 (Magnetic-Field Control)



圖 I.9 說明了通過電磁線圈的電流改變來對磁鐵產生磁場。基本流程如下: 1.6700 型磁鐵或 3120 型控制器與磁鐵中的電流匹配。

2. 一小部分超導線(開闢(persistent switch))被加熱器加熱。

3.被加熱的超導線脫離超導態,從而讓磁鐵控制器導入電流進入先前被隔離的超 導電路。

4. 磁鐵控制器將磁鐵中的電流大小及方向改變來產生新的所需磁場。



圖 VIII.9、改變磁鐵中的磁場:從初始磁鐵的磁場 H₀ (a) 改變到 H_f (f),磁鐵 電源首先要產生能夠匹配的磁鐵電流 (b)。開闢加熱器打開 (c),將電流切導入 到超導線圈中。電流被驅動到新值 (d) ,最後將開闢加熱器關閉 (e)。

開關加熱器通常在達到磁場設定值後會關閉,讓整個磁鐵恢復到超導態。當開關 處於超導狀態時,磁鐵處於永久模式(Persistent mode)。在永久模式下,磁鐵中的 電流不會消散,因此可以關閉電流電源。磁鐵也可以在驅動模式(Driven mode)下 運行。驅動模式下會將電流源保留在磁路中以驅動電流。磁場在驅動模式下因不 用花費加熱與冷卻開關的時間,因此可以更快地變化,但缺點是磁鐵電源控制器 的嗓訊會進入超導磁鐵中,因此與永久模式相比,驅動模式的磁場嗓訊會更大。

10.1 控制機制 (Control Mechanisms)

對於每個 PPMS,樣本艙中的磁場是磁體中電流的一個已知函數。系統會依據 自己場與電流的比值來做校準。為了確保磁場於磁體充放電時能夠適當產生, 在開闢加熱器關閉之前,來自電源的電流將通過兩個校準電阻磁控制器 (calibrated resistors magnet controller)其中之一。這兩個電阻器分別用於高功率 和低功率,並且需使用適當的電阻器來產生適當的電流。電阻兩端的壓降會直 接與磁體中的電流成正比,因此等同於與樣品艙內的磁場成正比空間。該磁場 是根據壓降來計算的,如果系統觀察到該磁場不在磁場設定點(set point)下的特 定範圍內,磁鐵電流會被做調整直到磁場強度的偏差在可接受的範圍內。對於 7T 和 9T 的縱向磁鐵,在磁場強度高於 9500 Oe 時,其磁場偏差必須在設定 值附近大約 1.5 Oe 範圍內。對於低於 9500 Oe 的設定值,磁場偏差必須於位 於設定值約 0.15 Oe 範圍內。對於 14T 磁鐵,磁場強度高於 15000 Oe 時, 磁場必須在設定值大約 3 Oe 範圍。對於低於 15000 Oe 的設定點,磁場偏差 必須處於設定值約 0.3 Oe 範圍內。以上所描述的磁場都是由電阻兩端的壓 降所計算。在 6700(Model 6700)中,校準電阻的溫度係數為 30 ppm/°C,因此 儀器受到室溫變化的影響非常小,因此,其對磁場的影響極小。需要注意的是, 以上 PPMS 系統顯示的磁場僅用通過超導線圈的電流來計算—也就是磁場值 不考慮任何背景干擾源或磁鐵中的剩餘磁場。

當開闢加熱器關閉後,其超導磁鐵中的磁場鬆弛(magnetic field relaxation)或磁 通蠕變(flux creep)仍然可以發生。為了盡量減少這種影響,PPMS也有提供了 振盪模式(Oscillate mode)作為消除殘磁影響的特殊之充磁技術。

11. 磁場接近模式 (Magnetic-Field Approach Modes)

PPMS 使用振盪模式(Oscillate mode)、不超過模式(No-Overshoot mode)或線性模式(Linear mode)來接近場設定值。

在振盪模式下,磁鐵控制器允許磁體超過或低於磁場設定點約30%,然後以振盪 方式接近設定點,每循環都重複低於或超過設定點30%。振盪模式可能會影響有 磁滯現象的樣品而不建議使用,其最好的用途是幫助消除磁場鬆弛(magnetic field relaxation)。當磁鐵消磁到零場時,應使用振盪模式使磁鐵中的剩餘磁場盡可能 變小或消失。

在不超過模式下 (No overshoot mode) ,磁鐵被充電至當前磁場與磁場設定值之 間差異 70%,然後磁場會只從一個方向慢慢接近設定值,以 70% 的量連續增加 或減少,直到磁場足夠接近設定點(不超過設定值)並驅動。使用不超過模式時, 充電方向不會反轉但會產生磁場鬆弛,也就是當磁鐵進入永久模式(Persistent mode)時,磁鐵中的實際磁場可能與顯示的磁場略有不同,對有磁滯現象的樣本 適合使用不超過模式。

線性模式(Linear mode)是最快的磁鐵充電模式,線性模式會將磁鐵直接充電到磁

場設定點後再做細微調場(fine-tune)。場過沖和磁場鬆弛都可能在此模式下發生。 **重要:**設置測量參數時,溫度接近模式與磁鐵充電接近模式中都有不超過(No-Overshoot)模式,要注意不要混淆。

12. 液氦計量 (Helium-Level Metering)

液氦位面計位於探頭長桿內、在樣品艙和真空管之外,配置為四線電阻測量的超 導線。因為其中一部份沒有浸入液氦的超導體仍具有電阻性,所以導線的電阻與 瓶中所需填補的液氦高度成正比。讀取資料上,PPMS 機台顯示的會是填充百分 比,例如:100% 表示杜瓦瓶已滿、75%表示杜瓦瓶的液氦量剩四分之三,依此 類推。液氦位面計不會延伸至杜瓦瓶的最底部,所以顯示 0%意味著杜瓦瓶中位 面計沒有被液氦蓋過,但不表示瓶中全空。不過,當位面計沒有被液氦蓋過,探 頭中阻抗管進氣口未浸入液氦中時,將會無法進行溫度控制。

液氦位面計量測實際液面時會產生熱,所以液氦位面計通常不會持續量測,只會 每小時自動檢查一次,在填充液氦時才需要持續監測液氦的位面。



 $LEVEL = 100\% - R/R_0$

圖 I.10、液氦水平量測儀裝置示意圖

13. 一般操作守則(General Guidelines)

PPMS 是一種精密的實驗室儀器,設計堅固且適應性強,但是複雜且部分元件 脆弱。本章節會提供指導及其關鍵部件的適當使用和維護,可以幫助預防損 壞,並確保提供最佳測量。

13.1 正確地處理並使用探頭 (Handling the Probe)



探頭是複雜、精緻且昂貴的設備必須小心使用。探頭必須使用探頭正下方的板 (圖II.3)來支撐。探頭與磁鐵端之間的長管無法作為支撐探頭的全部重量的 部分,而且很容易損壞,若要使探頭水平放置需要提供足夠的支撐工具。

當探頭放入(取出)杜瓦瓶時必須緩慢而小心。藉由小心及緩慢地將探頭深入 杜瓦瓶可以減少由熱探頭引起多餘的氦氣蒸發,也可以避免探頭因洩漏(leak) 造成凍結或沸騰時造池的嚴重設備毀損。此外,可以觀察設備的突發異常狀況, 例如:將探頭緩慢移入和移出液氦時可以及時發現冷凝現象(condensation)或氣 體從安全閥中洩漏。

探頭的原始包裝箱和襯墊請務必保留,以便在使用時發生意外事故時可以隨時 將探頭運回 Quantum Design 公司進行修改、選配套件安裝或維修。

13.2 供電控制系統的開與關(Powering the System Off and On)

PPMS 硬體設備為維護系統安全,通常都必須保持電源開啟的狀態,包括 Model 6000 型、Model 6700 型和真空幫浦。

重要:在關閉 Model 6000 的電源之前,請確認系統處於關閉模式(Shutdown mode),磁鐵處於永久模式(Persistent mode),磁場為零 (0) Oe。另外,磁導線 及藍色 Lemo 連接器必須**解除**連接到系統。如果發生停電,建議按照順序先 關閉所有電源組件後關閉主系統斷路器,最後拔掉電源插頭,磁導線和藍色 Lemo 須仍連接在系統上。當電源恢復時,使用開電(Power on sequence)中的順 序打開系統。

如果系統處於閒置狀態(Idle)無需關閉系統,但可以調整至待機模式(Shutdown mode)來節省氦氣。

重要:待機模式(Shutdown mode)不會關閉系統,但會利用 Model 6000 型做監 控系統並同時減少氦氣的使用。

13.2.1 斷電(Power Loss)

在斷電期間或關閉系統電源時,保持磁導線連接,因為磁導線可以將磁鐵中 的電流安全地排除。另外,藍色 Lemo 也須持續連接到系統。

重要:請勿在電源關閉時隨意斷開藍色 Lemo 或磁鐵導線與系統的連接。 當 Model 6000 的電源重新關閉並打開時, Model 6000 會保留預設的參數、 程序文件和儲存再數據緩衝區中的所有資料, 也會保留原先的磁場。為了保 持主板上 RAM 的資料不易損毀及遺失, Model 6000 中主板上的鋰電池可 以使用大約 10 年。

當 PPMS 斷電時,軟體方面會自動處於關閉模式(Shutdown Mode)(待機模式) 模式,但在開始量測後突然停電,PPMS 則會移除任何測量中的設置(例如, 溫度、磁場),同時,系統將停止控制任何電機設備。其他當電源中斷後不 會保留或恢復的包括執行命令(command)以及 Model 6000 所輸出的任何指 令,像是回 0V 之類比輸出(analog outputs)。如果在跑序列進行量測時發生 斷電,程序將停止運行。當電源恢復後,會需要重新設置測量參數並重新測 量。

當一個或多個組件的電源被關閉時,系統將無法有效地監控自己的狀態。例 如,Model 6000 假使當一個組件斷電,所有組件都會持續正常運行;如果關 閉 Model 6000 電源幾個小時而流量控制閥打開,幫浦將保持運行去填充液 氦到冷卻環。因此,該系統將需要非常長的時間來加熱冷卻環使溫度上升至 4.2 K 以上。建議按照以下程序關閉 PPMS,並且注意在關閉之前須將 PPMS 置於關閉模式(shutdown mode)—按照這些程序將有助於使系統處於穩定並 且節省氦氣的狀態。

13.2.2 斷電程序(Power Off Sequence)

- 1. 如果磁場非處於永久模式(Persistent Mode)磁場也
- 不為零 (0) Oe 時,須按照以下順序重新設定:

a. 選擇儀器(Instrument) >> 磁場(Field) (可參考右圖)。

b. 在磁場(Field)之對話框中,將模式設置為永久 (Persistent)且設置點(Set Point)為零 (0) Oe。

- c. 單擊設置(Set)按鈕。
- d. 讓對話框保持打開的狀態以便隨時監控場的變化 直到在 1000 Oe 的範圍內。
- e. 在此對話框中,單擊關閉(Close)按鈕。
- 2. 將系統置於關閉模式(Shutdown Mode),使系統進入穩定狀態:
- 若欲使用 Model 6000 ,請選擇 CTRL >> 交互控制(Interactive Control)>>8. 關機模式(8. Shutdown Mode)。
- 若欲使用 MultiVu,請從 MultiVu 視窗頂部的儀器(Instrument)下拉清 單中選擇關閉(Shutdown)。
- 3. 停用任何已啟動(active)選項,例如:功能選項((Utilities)>> 啟動選項 (Active Option)。
- 4. 退出 MultiVu 程序並關閉電腦電源。
- 5. 斷開探頭處的冷卻環線(annulus line)。中斷冷卻環波紋管的快速接頭連接讓系統流動停止,但依舊須將其留在連接器中。
- 6. 關閉各個 PPMS 組件的電源,包括真空幫浦。
- 7. 關閉 PPMS 機台背面的主斷路器。
- 8. 最後可從插座上將 PPMS 插頭拔除。

Status			
Field -132746.0 Oe			
State Persistent			
Control			
Set Point 0.0			
Rate 100.0 De/sec			
Approach Linear 💌			
Mode Persistent			
Set Close			

×

Field

13.2.3 開機程序(Power On Sequence)

1. 將 PPMS 電源線插上插座。

- 2. 打開 PPMS 機台背面的主斷路器。
- 3. 打開電腦電源。
- 4. 打開各個 PPMS 組件的電源,包括真空幫浦。
- 5. 啟動 MultiVu 程式。
- 6. 將溫度設置為 5K: 儀器(Instrument) >> **溫度(Temperature)**。此時設備會自動打開閥門並開始從管線抽真空。
- 7. 等待五分鐘讓系統穩定。
- 8. 重新連接探頭處的冷卻環線(annulus line)。
- 9. 設置新溫度。
- 10. 啟動(active)一個選項。

13.3 待機模式 (Shutdown Mode)

待機模式(Shutdown Mode)並不會關閉系統,但設定在此模式有助於節省氦氣, 同時 Model 6000 也會保留在監控系統的狀態。若系統欲處於閒置狀態(Idle)來 節省氦氣,建議將模式設置在關閉模式。當控溫硬體處於待機模式時,軟體會 自動調整流量控制閥以保持流過冷卻環的流量大約 100 cc/min,同時關閉系統 加熱器,並降低阻抗加熱器的電流。不過需要注意的是,當進行這些調整時, PPMS 不會保持在一個穩定的溫度。

重要:在將系統調整至關閉模式之前,磁鐵必須處於永久模式,並且磁場必須 為零 (0) Oe。

當您啟動關閉模式時,軟體會自動將控溫裝置處於待機模式(standby mode)並同時密封(seal)樣品艙。這些設置將會顯示在 Model 6000 的前方面板上和 MultiVu 視窗底部的狀態欄中。

- 若欲使用 Model 6000 將系統設定至關閉模式,請選擇按下 CTRL >> 交
 互控制(Interactive Control) >> 8. 關機模式(8. Shutdown Mode)。
- 若欲使用 MultiVu 將系統設定至關閉模式,請從 MultiVu 視窗頂部的儀
 器(Instrument)下拉清單中選擇關閉(Shutdown)。

若要結束關閉模式,請設置新的溫度值:在 MultiVu 視窗中,選擇儀器 (Instrument) >> 溫度(Temperature)。

13.4 監控液氦水平 (Monitoring the Helium Level)

杜瓦瓶中的液氦量必須維持監控,尤其是使用磁鐵的情況下,必須注意液氦水 平必須高於 60% 才能將磁鐵充磁至高磁場;沒有磁場的情況下,才能將液氦 水平下降到 30%再重新填满杜瓦瓶。 許多情況下是可以安全地將液氦傳輸到正在運行及量測的 PPMS 杜瓦瓶。但如果杜瓦瓶中磁鐵正在充磁(ramping)或溫度低於 5 K 時,請勿將液氦灌入杜 瓦瓶。

13.4.1 液氦水平:使用磁鐵的情況下 (Helium Level: Using a Magnet)

PPMS 不像汽車,在燃油表讀數幾乎接近空的時候,汽車都還可以運行; PPMS 如果磁鐵未完全浸入液氦的情況下操作磁鐵,PPMS 有可能會嚴重損 壞,像是已充磁的超導磁鐵沒有完全浸入液氦時,可能會發生不受控制的淬 磁(quench),使磁鐵升溫,升溫將會使磁體失去超導特性並且會以電阻熱的 形式釋放大量能量。



圖 IX.11、液氦水平百分比數值相對於探頭和 9T 磁鐵的液位位置圖

圖 I.11 標示了大致的液氦水平含量相對於 PPMS 9T 磁體(但確切水平位 面會因為不同磁鐵的頂部位置不同而有所差距)。為了確保磁鐵保持在完全 浸入液氦的狀態,每當液氦水平位面低於約 60%的時候都需要灌入液氦。 如下一節所述,液氦位面位置的變化並不會依照一定的速率去改變。如果打 算讓液氦的含量降至 60% 以下,請先確認磁鐵並沒有進行充磁、沒有磁場。

注意! 請務必保持液氦水平位面高於超導磁鐵(液氦水平位面數值高於 60%)。超導磁鐵損壞的可能性很大,像是如果超導磁鐵沒有 完全被液氦所覆蓋,會造成不受控制的磁鐵焠火(quench)。

13.4.2 液氦水平:不使用磁鐵的情況下 (Helium Level: Not Using a Magnet)

若在測量過程中不會使用到磁鐵,也建議需要於液氦含量達到 30% 時進行 監測,液氦含量保持在 30% 或 30%以上有助於防止發生嚴重的溫度控制問 題。雖然一般每天的靜態氦氣蒸發率通常少於 5-7 升, PPMS 氦氣的實際蒸 發率會因環境條件和系統的使用方式而有所差異。例如,當液氦含量達到 30% 時,液氦下降(蒸發)的速度會高於當液氦 30%位面以上的情況——杜瓦瓶 內部的形狀和氦液位面計的性質會造成即使有絕對蒸發率但也不會使液氦 位面呈恆定百分比下降。當杜瓦瓶裝滿或幾乎是空的這兩種情況,液位面會 下降得更快速,因為杜瓦瓶容器頂部和底部較窄。

在開始長時間的實驗之前,請仔細考慮氦氣消耗率,尤其是在 PPMS 運行 自動化量測之前。如果在測量過程中沒有使用磁鐵的需求,系統是可以在液 氦含量低至 12% 的情況下仍保持溫度控制。不過,若低於 12%,液氦會無 法覆蓋阻抗管造成系統失去控制溫度的能力,另外,污染物如氮冰與氧冰也 會進入阻抗並產生堵塞,會導致其他的問題。當氦含量達到 12% 時,很難 準確監測氦含量。為了避面以上的問題,還是建議始終將氦氣水平位面保持 在 30% 左右。若您有加裝冷凝器,則不須留意這個問題。

14. 樣品安裝(Sample Mounting)

有非常多需要考慮的因素會影響樣品安裝技術,樣品座類型,也包括樣品載台 和塑料吸管。這些考慮因素有像是實驗的溫度範圍、樣品的電性與磁性。

14.1 樣品安裝守則 1(Guidelines for Mounting Samples)

使用的樣品安裝方法必須能夠承受實驗的溫度範圍,舉例來說,並非所有膠 水和膠帶都能在低溫下保持很好地接合性。此外,不同元素、材料之間的熱 膨脹係數也需要被考慮。樣品載台是導電的,所以電導線全部接在除了在焊 點外的任何地方或樣品載台上就會造成集體短路。通常,樣品不能直接電性 接觸圓盤,才能保證唯一的導電路徑是直接通過樣品。其他樣品放置選項, 例如 PPMS 旋轉器(rotator)是由特殊的絕緣材料所製成,所以即使樣品直接 接觸樣品放置盤也不會在量測時造成短路。若 PPMS 將用作磁力量測,知道 樣品座的磁性也很重要,首先需要在沒有樣品的情況下測量樣品座的磁性, 確定其對樣品的測量是否有影響與影響量多寡。

一般來說,樣品必須牢固地安裝在樣品座上,使位置保持不變也能防止在樣 品艙內有樣品掉落的情況發生,因為若是樣品掉落在樣品艙中,通常需要花 精力與時間找回樣品並清潔腔室。

14.2 樣品安裝守則 2(Guidelines for Mounting Samples)

有許多方法可以將樣品固定到樣品載台上。導線通常會被焊接到樣品,導線的 類型和連接方法因材料與量測方式而異。連接材料可以使用膠帶、導電環氧樹 脂、潤滑油、膠水和塗料等等,導電墊片另外也可以覆在半導體薄膜樣品上。 每種方法都有其熱、電、磁性和反應特性。

如果使用圓盤作為樣品座,請先確定用於電性接觸的適當焊盤與規劃導線的位

置排列。

若要從載台底部移開 PC 板連接器,將焊腳連接到焊盤會較簡單。為此,需要 從載台底部卸下螺釘。圓盤底部有開洞,以便在重新連接時,兩個組件可以正 確裝配在一起。







圖 X.12、安裝在圓盤上的樣品示意 圖

圖 XI.13、中間樣品導線

請確定引線是否全部穿過載台邊緣的凹槽,如圖 I.12 所示。請注意,如果引線 超出載台的外緣,很容易會損壞載台插入工具。此外,因為樣品載台會導電需 要使用絕緣電線。在某些量測下,裝置一組中間導線與焊盤接觸也是可行的, 如圖 I.13 所示。然後您可以處理樣品與另一組引線—例如,使用銲槍與銀膠— 使其接點與載台隔絕。當完成樣品和導線連接的準備工作後,可以確認有妥善 將樣品導線連接到載台並將樣品連接到中間導線。為防止短路,必須使用具有 高電阻率的物質(富有黏性,大多可以為膠帶)將樣品和載台分開。同時也需要 考慮絕緣材料的相態,因為在個別實驗的溫度範圍中,不一定能保證材料的導 電與超導特性。絕緣體的熱導率也可能會因實驗的性質需要被考量。 樣品和圓盤保持良好的熱導通也很重要,可以確保系統溫度計的溫度有確實地 反應樣品的溫度。如果樣品與圓盤的熱導通不良,熱傳導將通過導線或通過氦 氣,這比通過載台要慢很多。載台的表面可以換成量測所需要的幾何形狀。首 先從載台底部取下螺絲,然後取下 PC 板連接器,確保在換置過程中不會損壞。 小心操作以避免損壞到載台邊緣。此外,您還可以在執行其他量測(像是熱處 理)之前,從載台底部移除 PC 板連接器。若是想要在樣品載台放入樣品艙之 前先確認電性連接,可以在樣品安裝在樣品載台後使用電壓表先進行測試。以 圖 I.14 為例,可以使用儀器的探針輕輕接觸載台底部的鍍金插座來做確認。



圖 XII.14、檢查樣品的正確電氣連接

此測試可以檢查是否存在短路或連接不良的情況等等,或者另一種方式是將載 台插入 P150 樣品接線測試台並使用對位的香蕉插孔,也可以達到相同的目的。 需要注意的是,載台底部會插入測試台的塑料環中,因此任何接地短路只能通 過直接接觸載台本身來測量。然而,當載台放入樣品艙,它會接觸金屬並真正 接地。為確保數據的正確性,需要確認載台表面沒有短路。

15. 樣品圓盤安裝及取出(Sample Puck Installation and Removal)

15.1 放入樣品載台(Installing a Sample Puck)

將樣品安裝在載台上並將導線焊接到適當的焊盤後,可以按照以下說明將圓盤 放入樣品艙。

1. 扣緊載台插入(取出)工具需要通過上下搬動位於頂部的黑色開闢,如圖 十五所示。

2. 將樣品及載台朝上,放入插入(取出)工具的底部空心圓柱空間。樣品將在圓 柱內,連接器和焊盤會在圓柱外(見圖 I.16)。





圖 I.15、載台插入(載台取出)工具 的手柄,上下搬動黑色開闢可以扣緊 圖 XIII.16、載台放入載台插入工具 或放鬆

下方的圓柱空間示意圖

旋轉樣品載台以確定它是否正確位於樣品插入工具的空心圓柱空間中,載

台需要能夠平穩旋轉。

 通過向下向上翻轉位於頂部的黑色開關來使載台插入工具固定與釋放載台。
 如果開關完全按下,使開關與手柄呈垂直(見圖 I.16),該工具應該要可以抓 緊載台的外緣而不會鬆脫。

5. 要確認樣品載台是否固定在載台插入工具的空心圓柱空間中。樣品平台必須呈水平且不能夠旋轉,否則可能會在樣品艙造成載台鬆動而掉落或造成樣品 艙底部的銷釘彎曲。如果載台卡在樣品艙內,可能需要拆卸探頭才能將其拿出。

注意!

載台插入工具(和載台)將插入樣品艙,請確認載台在插入工具的空心圓柱 空間內是呈現水平,並牢固地連接到工具上,才能確保載台不落入樣品艙。 此外,當工具插入樣品艙時,須注意握緊工具並使底部呈水平。如果載台卡 在樣品艙中即必須拆卸探頭才能將載台取出。

6. 確認樣品艙內的溫度是否等於或高於 298K。艙室在大氣中,溫度必須至少為 298K,以防止幫浦將空氣打入艙室。如果艙室的溫度低於 298K,請將其設置為 298K 並等到它達到室溫。(設置溫度可以使用 CTRL>>3. 立即操作 (Immediate Operations) >> 1. 溫度(Temp) 於 Model 6000 目錄中,或使用 MultiVu 狀態(Status)欄中的快捷方式。

注意!

在打開樣品艙之前,務必要將樣品室恢復到室溫。這可以防止幫浦將空氣打 入艙室或艙體內部的空氣成分冷凝,這兩種況發生都可能會導致探頭故障, 例如閥門堵塞和失去溫度控制。

7. 確認磁體產生的磁場是否小於1特斯拉。如果大於1特斯拉,請設置磁場 小於1特斯拉並等待磁鐵達到設定磁場(選擇儀器(Instrument)>>磁場(Field) 打開 MultiVu 磁場之對話框)。

注意!

當磁體位於高磁場時,請勿將載台插入工具(或任何其他物體)放入樣品艙, 因為施於插入工具上的感應磁力將無法預測而可能導致使用者損壞設備。

8. 洩壓排氣(Vent)需使用乾淨且乾燥的氣體樣品室,有助於保持樣品室不受空氣中的物質汙染。欲對艙室進行排氣(Vent),點選 Model 6000 目錄中的 CTRL >>1. 交互控制(Interactive Control)>>5. 持續洩壓排氣(Vent Continuous),也可以使用 PPMS MultiVu 應用軟體選擇儀器(Instrument) >> 腔室(Chamber) >> 持續洩壓排氣(Vent Cont.)。

9. 打開鉸鏈夾(hinge clamp)並從樣品室入口取下 KF 管口蓋板(blank flange)。 如果由於內部壓力低而導致管口蓋板無法移動,請勿硬開;應先讓艙內的壓力 與外部大氣壓力相同後再打開。

10. 從樣品室入口取下 O 形環。

11. 輕輕地將載台插入工具放入樣品艙,直到樣品載台接觸艙室底部的載台連 接器。請勿在接觸後持續用力下推。

12. 慢慢旋轉載台插入工具,直到樣品座上的卡榫落入對應的凹槽,操作者會 感覺到載台鎖定到位。

13. 輕輕向下推載台插入工具,以接合載台並確保與載台之間確實有緊密的電 接觸。

14. 鬆開載台插入工具,然後將工具升高幾公分。需要注意在提起時是否有趕 受到阻力,若有阻力表示插入工具依然緊抓著樣品座,因此需要移除樣品載台 並且再做嘗試。

15. 從樣品艙中取出載台插入工具。

16. 將 O 形環放在樣品艙入口上方,然後使用 KF 管口蓋板蓋上。

17. 將鉸鏈夾放在樣品艙入口周圍的位置,然後鎖住。

18. 清理並密封(Purge and seal)樣品艙。欲清理和密封艙室時可以於 Model 6000
目錄中選擇 CTRL >>1. 交互控制(Interactive Control) >> 2. 清理和密封
(Purge and seal)或 使用 MultiVu 中的儀器(Instrument) >> 腔室(Chamber)>>
清理/密封(Purge/Seal)。

完成上面步驟後系統已經可以進行實驗量測。若是想要再了解後續步驟,請參 閱到需求相應的手冊。在操作儀器並進行量測後會發現編寫一個序列自動執行 測量是很實用的,在物理特性測量系統命令手冊(Physical Property Measurement System Commands Manual)和物理性能測量系統: PPMS MultiVu 應用程序用戶 手冊(Physical Property Measurement System: PPMS MultiVu Application User's Manual)中都有詳細操作步驟可以參考。

15.2 移出樣品載台(Removing a Sample Puck)

從樣品室中取出載台的步驟基本上與安裝的步驟相同只是反向操作回去。 1. 確認樣品艙溫度是否高於 298 K。溫度必須至少為 298 K 以防止幫浦將空 氣打入艙室。如果溫度低於 298 K,請將系統設置為 298 K 並等待艙室達到 室溫。

注意!

在打開樣品艙之前,務必要將樣品室恢復到室溫。這可以防止幫浦將空氣打 入艙室或艙體內部的空氣成分冷凝,這兩種況發生都可能會導致探頭故障, 例如閥門堵塞和失去溫度控制。 2. 確認磁體產生的磁場是否小於1特斯拉。如果大於1特斯拉,請設置磁場
 小於1特斯拉並等待磁鐵達到設定磁場。

 > 洩壓排氣(Vent)需使用乾淨且乾燥的氣體注入樣品室,有助於保持樣品室不 受空氣中的物質汙染。欲對艙室進行排氣(Vent),點選 Model 6000 目錄中的
 CTRL >> 1. 交互控制(Interactive Control)>> 5. 持續洩壓排氣(Vent Continuous),也可以使用 PPMS MultiVu 應用軟體選擇儀器(Instrument) >>
 腔室(Chamber)>> 持續洩壓排氣(Vent Cont.)。

4. 打開鉸鏈夾(hinge clamp)並從樣品室入口取下 KF 管口蓋板(blank flange)。 如果由於內部壓力低而導致管口蓋板無法移動,請勿硬開;應先讓艙內的壓力 與外部大氣壓力相同後再打開。

5. 從樣品室入口取下 O 形環。

6. 向上翻動位於工具頂部的黑色開闢,鬆開載台插入工具。

 7. 輕輕地將載台插入工具放入樣品艙,直到樣品載台接觸艙室底部的載台連 接器。

通過向下向上翻轉位於頂部的黑色開闢來使載台插入工具固定與釋放載台。
 如果開闢完全按下,使開闢與手柄呈垂直(見圖 I.16)。

 9. 輕輕地將插入工具從樣品艙中提起,一開始應該有將載台從凹槽孔上拉的 阻力。

10. 確認樣品載台是否在插入工具上。如果不是,則返回步驟 6。如果是, 向上搬動黑色開關鬆開,讓載台安全落入手中。切記不要失手掉落載台。

以上步驟結束,可以插入另一個載台、在樣品艙中安裝其他 PPMS 配件,或 關閉樣品艙。

15.3 關閉空樣品艙(Closing an Empty Sample Chamber)

未安裝樣品時,請使用以下程序關閉樣品艙。

1. 將 O 型環和 KF 管口蓋板放在樣品艙入口上方。

2. 將鉸鏈夾放在樣品艙入口周圍的位置,然後鎖住。

 清理並密封(Purge and seal)樣品艙。欲清理和密封艙室時可以於 Model 6000 目錄中選擇 CTRL >>1. 交互控制(Interactive Control) >> 2. 清理和密封(Purge and seal)或 使用 MultiVu 中的儀器(Instrument) >> 腔室(Chamber)>> 清理/密 封(Purge/Seal)。

物品	描述	數量
	包含樣品安裝樣品	2
	座。	
	加熱器和溫度計在	
	載台上控制並監測	
熱量計載台和防熱輻射金屬罩	樣品的溫度。載台	
	電線為樣品提供熱	
	連接到樣品座。	
	載台的一種,含有	1
	連接樣品座和載台	
	的線。如果原來的	
	載台上的支架電線	
•	斷裂有可能會直接	
懸空支架載台	接觸載台。	
	使用載台連接鎖和	1
	真空吸力器,使樣	
	品在安裝的過程中	
樣品安裝站	能夠穩定載台。	
	包含能夠讀取載台	1
	的電子溫度計和驅	
	動載台的加熱器之	
	電器。	
5.0		
#-1		
0 0		
0		
比熱 CAN 模組		
	將比熱控制器的卡	1
	連接到探頭。	
電線組件		

II. 比熱量測套件 (Components of the Heat Capacity Option)
16. 比熱量測套件介紹(Overview of the Heat Capacity System)

16.1 介紹(Introduction)

本章包含以下内容

- 第 1.2 節為比熱量測的概述。
- 第 1.3 節討論測量測比熱的目的。

16.2 比熱量測套件測量什麼? (What the System Measures)

Quantum Design 的比熱量測可以測量在恆壓下的比熱值 $C_p = (\frac{dQ}{dT})_p$ 。

與其他測量比熱的技術一樣,Quantum Design 的比熱量測控制增加或移除到樣品中的熱量,同時監測由增加或移除熱量所產生的溫度變化。在測量過程中,以恆定功率施加已知的熱量,並持續固定一段時間,加熱之後會給予相同時長的冷卻時間。

樣品座加熱器和樣品座溫度計連接在樣品座的底部。(可見下圖 II.1)。纖細的導線提供樣品座上的加熱器和溫度計電流,並提供熱連結與結構支撐的作用。樣品 通過使用一層薄薄的導熱膠黏接到載台上,提供較佳熱接觸。

樣本腔中的真空系統提供了合適的真空環境,使熱樣品座和載台之間藉由氣體所 提供的熱連結可忽略不計,因此,熱傳導完全經由導線連接載台與熱庫。這為熱 庫(thermal bath)提供了可循環的熱連接,並具有相應較大時間常數可以使樣品座 和樣品,在測量過程中都有充足的時間達到熱平衡。



圖 XIV.1、PPMS 比熱量測中樣品和樣品平台的熱連接

16.3 测量比熱的目的(Purpose of Measuring Heat Capacity)

固體比熱的測量可以提供有關材料晶格、電性和磁性的資訊。特別是當在遠低於 德拜溫度(Debye temperature)的溫度下進行比熱測量,可以直接探測材料電子與 磁子的能階,進而能夠在理論和實驗之間進行比較。雖然電子傳輸的測量(例如 電阻率)更為常見,但對於連結實驗和理論之間的關係,比熱測量更能夠清晰地 做比較。任何涉及計算能帶密度和能階的物質統計理論都可以預測比熱的值。 從實際的例子來看,材料中用於製造熱力裝置,像是製造冰箱、低溫恆溫器等的 材料必須都必須進行熱性質量測。熟悉這些材料於比熱方面的知識對於任何成功 的熱材設計都很重要。

17. 比熱量測的範圍(Scope of the Heat Capacity Option)

17.1 樣品大小和熱性質(Sample Size and Thermal Characteristics)

在比熱量測中,基本的樣品座配置可容納微小(但非微米級)的樣品,重約 1 至200 毫克之間。有鑑於熱量計的熱性質,對於大多數固體,在這個質量範圍會產 生多樣的弛豫時間(Relaxation time)常數,可能在 1.9 K 時為一秒左右或在 300 K 時為數分鐘。在一次比熱測量中,可能需要測量將近 10 個時間常數來確定時 間。因此若是測量非常大的樣品可能會非常耗時。然而,載台背景比熱限制了樣 本的最小尺寸。當樣品比熱相較於載台背景比熱來得小時,會犧牲測量的精度(一 般為總熱量的百分比來表示)。

由於測量比熱的技術在自然界中很多種,樣品的幾何形狀和熱擴散率必須使得樣 品的熱擴散時間相比於量測的時間常數來得小。當樣品達到內部熱平衡所需的時 間較長或等於測量時間,量測到的比熱值會太小。雖然這問題在軟體中顯示會為 樣品與樣品座之間的不良熱接觸,但使用具有相對較快的熱傳時間的樣品來獲得 正確的比熱數仍然很重要。當樣品的熱擴散時間較長的情況下,有必要使用具有 相對平坦的樣品,以減少熱通過樣品路徑。

17.2 量测技術 (Measurement Technique)

許多不同的量測技術 (Stewart 1983) 都可以針對不同的樣本大小和精度要求 (高 解析率與精度),像是 Quantum Design 公司之比熱量測也結合了最佳測量精度和 穩定分析的弛豫技術(Relaxation technique)。在每次測量週期後(一個加熱期與隨 後的一個冷卻期),比熱量測將樣品平台的整個溫度響應用理論模型擬合,該模 型可計算樣品平台對熱庫、樣品平台和樣品本身之間的熱弛豫 (Hwang、Lin and Tien 1997)。當樣本和平台的熱接觸較差時,樣品平台和樣品本身之間的熱弛豫 效應的修正項必須被考慮。Quantum Design 公司用了成大田聰老師團隊所提出的 數學模型後,儘管接觸不良,軟體仍可以量測及顯示出正確的比熱值。

另外,數值擬合方法是 Quantum Design 比熱量測軟體中提供的主要數據分析方法,此技術會假設比熱在一個測量週期涵蓋的溫度下會大約維持於定值。如果比熱對溫度變化相對敏感,可以使用軟體中進階斜率計算分析,可藉由單次鬆弛周期來加速比熱的量測方式。因此量測方法限制較多,若欲使用此方法量測,請先諮詢李民楷。

17.3 樣品艙的壓力 (Pressure in Sample Chamber)

將樣品平台連接到樣品座接腳之間的電線可以提供良好可控的熱偶合,與熱庫連

接。為了消除氣體運動所提供的熱傳導,探頭內的壓力必須小於約 1 毫托,因此,為了提供比熱量測所需的高真空環境,量測時需要開啟系統中的冷凍幫浦。 置於樣本空間中的活性炭架(Charcoal holder),當溫度低於 10 K 時,有助於降 低樣本空間中的底部壓力。當開啟高真空系統時,樣本空間頂部的壓力基本約為 0.01 mTorr。

18. 安裝與開始操作(Installation and Getting Started)

18.1 安裝與連接比熱控制之電纜線 (Install and Connect the Heat Capacity

Control Cable)

標準比熱量測和含 Helium-3 的比熱量測都使用相同的控制器電纜線,不過連接 方式會略有不同,需要按下列方式連接電纜線:

- 1. 將比熱控制器電線上的灰色電纜線連接器(Lemo)連接到 PPMS 後面的灰 色接頭。
- 2. 將另一端標有"比熱控制器"的接頭連接到 CM-E 比熱模組。
- 將標有"P1 User Bridge"和"P2 System Bridge"的小型 4 腳 Lemo 連接器連接 到適當的端口。若是 Helium-3 比熱量測,將其連接到 Model 6000 主機上的 "P1-User Bridge"端口。若是標準比熱量測,將其連接到 Model 6000 主機上的 "P2-System Bridge"端口。

如果使用 DR Insert 運行比熱量測,必須使用 DR 比熱電纜線(Heat Capacity Cable)/RF 過濾器(Filter Box)。該電纜線的 DB-15 端須連接到 CM-E 比熱模組。 當 DR 探頭深入 PPMS 的樣品艙時,探頭必須連接到過濾器終端。如果您的系 統使用較新的 CAN 模組時,接線較為簡單,直接將另一端的接頭接上 CAN 模 組即可。

18.2 設置樣品安裝裝置(Set Up the Sample-Mounting Station)



- 1. 將真空幫浦放在地板上。
- 確認真空幫浦的插頭插在正確伏特數的供電插座。確認正確後,再將電源連 接到幫浦並且可以打開電源開關。
- 3. 將樣品安裝站放在靠近真空幫浦的桌子上。
- 將真空幫浦的真空軟管連接到樣品安裝站後端的軟管插銷(hose barb)。確認軟管是否牢固地連接到軟管插銷上。

18.3 背景測量 (Performing a First Addenda Measurement)

系統順利安裝後,就可以嘗試第一次測量了。本章節會介紹該系統在沒有 Helium-3 或 DR 插件的情況下如何做基本操作。相較於把背景測量和樣品測量 都完整教導,本章節只會著重在背景測量的部分。背景測量會包括測量樣品座的 比熱。這種測量一定要在安裝樣品之前進行,目的是量測載台精確的背景比熱。 請依下列步驟執行。

- 在電腦中啟動 MultiVu 軟體後欲執行比熱量測,需先從功能列中先選按實用 (Utilities)>>啟動選項(Activate Option) >>比熱套件。當比熱控制中心視窗出現,單擊準備背景測量(Prepare Addenda Measurement)按鈕。這將啟動一個 指引功能精靈(Wizard)來幫助您安裝樣品座進行載台背景測量。
- 2. 您的系統應該已經得到了一個經過校準的樣品座(參見圖 II.2)。在樣本座的熱 接觸鰭片上塗抹少量的 N-grease,然後按照指引功能中的說明打開樣本空間, 放入樣品座,然後將樣本空間的空氣抽除。請務必記下樣品圓盤上的序列號 碼(圖 II.2),因為在指引功能的下一步中會需要此序號。另外,請確保您的熱 反射擋板組與活性炭架接合正確不會晃動。如果希望在架設好以上配置後操 作比熱測量,應先在平台上塗抹一些 N-grease 或 H-grease。



劫县山同郎上古司贴仏仏

圖 XV.2、熱量計圓盤上序列號的位置

- 3. 繼續按照指引功能進行操作,請單擊下一步(Next)按鈕,輸入完樣品座序號後,將會被要求驗證當前樣本座的校正檔是否正確。顯示的序號必須與自己輸入的一致。若我們必須要重新選擇正確的校正檔,必須單擊更改(Change)按鈕並從列表中選擇正確的校正檔。
- 4. 為樣品座選擇正確的校正檔後,當您按下下一步(Next)按鈕時,系統將對樣品 座進行測試。請勿持續點選,繼續等待直到螢幕出現"成功!(Success!)"訊息。 如果系統無法正確驗證樣品座,請檢查電纜線連接並點選重新測試(Test Again)按鈕進行重試。
- 在指引功能的下一部分中,您需要打開一個數據文件以保存測量結果。點選 打開新文件(Open New File)按鈕並指定文件。在確定數據文件後並返回到指 引功能後,單擊完成(Finish)以完成設定。
- 回到比熱控制中心視窗的測量(Measurement)選項,單擊新建載台背景量測 (Create New Addenda Table)按鈕以打開測量對話框。
- 7. 在測量對話框中,單擊預設值(Suggest Default)按鈕以填寫參數建議。對於較

短的測量,可以嘗試將開始(Start)和結束(End)溫度更改為 300 和 200,並使用五個溫度設定點。

- 8. 單擊確定(OK)來開始測量。然後測量狀態檢視會出現並顯示每次測量的進度。
- 9. 在測量開始一小段時間後,可以先最小化測量狀態視窗後繪製數據點,然後 單擊比熱控制中心視窗查看(View)中的數據文件(Data File)按鈕。最小化控制 中心,使其視窗不覆蓋到圖形。最小化不會影響到測量。
- 10. 測量完成後,您可以預熱並將樣品艙充入氦氣,然後取出樣品座。

19. 比熱量測之硬體配備 (Heat Capacity Hardware)

本節介紹基本的比熱量測硬體配件。

19.1 熱量計樣品座

熱量計樣品座(參見下頁圖 II.3)包含一個電阻平台加熱器,平台溫度計和樣品 座溫度計(因此處的溫度與樣本溫度以及系統溫度差異大,較新的設計已取消這 個溫度計)。平台加熱器和平台溫度計是連接到樣品平台的底部。樣品座溫度計 埋在樣品座內。平台溫度計測量的溫度樣品平台的溫度。樣品座溫度計則測量樣 品座(作為熱量計的熱庫)的溫度。

八條 75 微米的導線將樣品平台懸掛在樣品座外框(puck frame)的中間。這些導線 (平台兩側各四條)負責平台加熱器與平台溫度計之間的電性連接,也負責平台跟 樣品座外框之間的熱傳導途徑。儘管導線暴露於外界,但樣品座外框和電線保護 罩能有效保護電線。

熱接觸鰭片(chuck)位於樣品座外框的下方和綠色玻璃纖維連接器的上方,可以與 樣品艙底部有熱接觸。熱接觸鰭片包括對位卡榫(indexing key),它會對準卡進凹 槽以將樣品座鎖定連接在樣品艙內。

另外,樣品平台在出廠時並不會多做校準,若有校準需求,校準的樣品座可從 Quantum Design 購買。在測量比熱之前必須先校準樣品平台不同溫度的阻值。



圖 II.3、熱量計分解圖

19.1.1 樣品座外框(Puck Frame)

樣品座外框包含導熱線和樣品平台。如果樣品座外框損壞也可以做更換,比熱 量測套件有多包括一個備用圓盤外框。如果導線斷了,可以卸下並更換樣品座 外框。樣品座外框頂部的兩個螺絲與底部的兩個螺絲可以連接外框到樣品座本 體。

19.1.2 熱輻射防護蓋(Thermal Radiation Shield)

熱輻射防護蓋剛好緊扣在樣品座的頂部。在測量過程中,防護蓋保護樣品平台 和樣品本身不受樣品空間中熱表面產生的熱輻射影響,從而保證能更準確地讀 取樣品的溫度。熱輻射防護蓋同時也是一個保護蓋,覆蓋導熱線和樣品平台。 另外,為了防止電線和平台損壞,於不需要實施量測的時候也請在樣品座上蓋 上熱輻射防護蓋。量測系統的護罩邊緣(包含 3He 與 DR)並不是完美的圓形, 因此,在防護蓋與樣品座外框之間要達到緊密接合需要通過將防護蓋放在樣品 座上後,稍微旋轉蓋子直到迫緊,要達到只需握住蓋子就可以輕鬆支撐整個組 件的重量的程度。相反的,若要移除防護蓋,稍微旋轉鬆開即可。如果蓋子沒 有正確拴緊,那麼您可以小心地將屏蔽罩放在堅硬的表面上,滾動一個邊緣使 其略微變形,再重新蓋上試試。

19.2 樣品安裝裝置(Sample-Mounting Station)

為了避免損壞固定樣品平台的八根電線,樣品安裝裝置使用一個樣品座互鎖臂配 合真空吸引以穩定樣品座和平台。通過穩定樣品座和平台,安裝裝置通過簡易的 放置就能將樣品輕鬆安裝或移除於平台,同時也防止導線受到壓力。圓盤互鎖臂 呈現彎曲型以配合樣品座外框形狀。當互鎖臂被推向支撐座,互鎖臂會扣住並幫 助固定樣品座。真空軟管插銷處安裝在平台支撐座旁的洞孔並真空向下吸引平台 將其固定到位。



圖 II.4、樣品安裝站的頂視圖

19.2.1 真空幫浦 (Vacuum Pump)

真空幫浦是樣品安裝裝置組件的一部分。真空是通過連接到樣品安裝站後部軟 管倒鉤上的真空軟管所施加。



注意!

請將真空幫浦放在地板上或是堅固的表面上。幫浦操作時會振動,可能會造成振動移出桌子邊緣,甚至拖動任何附著物(包括 樣品安裝台)。



圖 XVI.5、樣品安裝站適用之真空幫浦

19.2.2 控制器電纜組 (Controller Cable Assembly)

比熱控制器電纜組件配備溫度計和加熱器啟動機,在 Helium-3 和標準比熱量 測運行時皆位於 Model CM-E 比熱控制器和樣品座熱量計之間。此電纜組也 將輔助樣品座溫度計(標準量測時)或主控溫溫度計(Helium-3 量測時)連接 到 Model 6000 的橋式通道。



圖 XVII.6、控制器電纜組

另外,配備無線電波段濾波器(integrated RF filter box)的電纜組件會與 DR 量測 一起使用。

表 II.1、不同連接器的引腳編號位置圖例及表格整理



7 DR HC FILTER BOX

PUCK	GRAY LEMO CONNECTOR AT PROBE HEAD	4-PIN LEMO ON MODEL 6000 AT BRIDGE CHANNEL 4	dsp port or HC Module	DR HC Filter Box	DESCRIPTION
3	3		3	3	Heater I+
4	4		10	4	Heater I–
5	5		4	5	Heater V+
6	6		11	6	Heater V–
7	7		2	7	Chip Therm I+
8	8		9	8	Chip Therm I–
9	9		8	9	Chip Therm V+
10	10		15	10	Chip Therm V-
11	11	1			Puck Therm I+
12	12	2			Puck Therm I–
13	13	3			Puck Therm V+
14	14	4			Puck Therm V-
			1		Ground

20. 高真空系統 (High-Vacuum Hardware)

與比熱量測結合使用的高真空系統可降低樣品室中的真空度,進而最大程度地減 少樣品平台熱量因對流運動傳導所造成的熱量散失。比熱套件的高真空系統可選 擇渦輪幫浦或低溫幫浦。

20.1 標準比熱的接觸擋板(Contact Baffle for Standard Heat Capacity)

渦輪幫浦或低溫幫浦高真空系統中,接觸擋板為一個組成部件。接觸擋板位在樣 品做的上方並與樣品室的等溫區域進行熱接觸。接觸擋板與等溫區的熱接觸可以 於標準比熱量測樣品座形成溫度較均勻分布的環境,通過使接觸擋板的溫度與樣 品艙壁(靠近樣品座)的溫度相同。此配件在低溫量測時很重要,他會阻隔室溫的 輻射熱加熱樣本空間。

先需將活性碳架鎖入位於擋板組件底部的黃銅配件(圖II.6)。為了減少擋板的不 必要磨損,請只在使用高真空系統時使用檔板組件。小心地使用檔板避免精密接 腳有其他接觸。

接觸擋板包括一個可拆卸、可鎖入擋板組件底部的活性碳架(charcoal holder)(圖II.7)。活性碳架有助於防止樣品室溫度低於 10K 時,氦氣吸附在樣品平台上。 支架只在樣本座執行校準量測時移除。



Figure 3-7. Baffle Assembly with Contact Baffle

圖 XVIII.7、檔板組件與其配裝之檔板結構圖





A. Charcoal Holder Removed for Puck Calibration

B. Charcoal Holder Installed for Normal Operation

圖 XIX.8、 擋板組件上之接腳及支架的放大結構圖 圖Ⅱ.7、 擋板組件上之接腳及支架的放大結構圖

21. 軟體系統介紹 (Overview of System Software)

Heat Capacity 比熱軟體應用程式為適用比熱量測的軟體,可處理多種熱量計算, 像是加熱器和溫度計的低溫控制到最終轉化為比熱數值和刪減背景比熱的運算 (subtraction of addenda)。比熱軟體還能管理校正檔並將校準或測量數據保存到任何數據文件中。在 MultiVu 中,可以通過選擇目錄中之功能選項((Utilities)>>啟 動選項(Activate Option)來執行。

22. 分析模型 (Analysis Models)

22.1 熱模型(Thermal Models)

將原始數據轉換為比熱數值的核心是將樣品平台的溫度與時間化為函數之數學 模型。

22.1.1 簡易模型 (Simple Model)

簡易模型是對原始測量數據的最基本分析,它假設樣品與樣品平台熱接觸良好 且兩者溫度相同的況下做建模。在簡易模型中,平台的溫度 T 為時間 t 的函 數(等式 II.1)

$$C_{total}\frac{dT}{dt} = -K_w(T - T_b) + P(t) \dots (II.1)$$

其中 C_{total} 是樣品和樣品平台的總比熱; K_w 是支撐導線的導熱率; T_b 是熱庫 (樣品座外框)的溫度; P(t)是加熱器的功率。在量測加熱時P(t)等於 P_0 ,在 冷卻時P(t)等於零。該方程的解由特徵時間常數(τ)等於 C_{total}/K 的指數函數解 出。

Heat Capacity 比熱軟體使用簡易模型來做樣品平台背景比熱量測(addenda)·並 在樣本與載台熱接觸量好時可以近似大多數樣品的行為。然而,當樣品和樣品 平台之間的熱接觸較差,軟體將會使用更複雜的雙 Tau 模型來測量比熱。

22.1.2 雙 Tau 模型 (Two-Tau Model)

當樣品與平台的熱接觸不良,熱無法迅速的從載台傳導到樣本上,將導致兩者 之間產生溫差,Heat Capacity 比熱軟體將會使用雙 Tau 模型來計算樣品的比 熱。雙 Tau 模型會模擬樣品平台和樣品之間的熱流影響,以及樣品平台和樣 品座之間的熱流影響。雙 Tau 模型由以下等式表示:

$$C_{platform} \frac{dT_p}{dt} = P(t) - K_w (T_p(t) - T_b) + K_g (T_s(t) - T_p(t))... (II.2)$$
$$C_{sample} \frac{dT_s}{dt} = -K_g (T_s(t) - T_p(t))... (II.3)$$

其中 $C_{platform}$ 是樣品平台的比熱; C_{sample} 是樣品的比熱; K_g 是兩者之間的熱 導率(由於兩者間的潤滑油脂決定)。 $T_p(t)$ 為樣品平台溫度和 $T_s(t)$ 則為樣品溫度。

22.2 數據擬合(Data Fitting)

透過使用非線性二次方以上擬合算式,系統會將簡易模型之解與實際量測進行比

較,給出最小擬合偏差的參數值來確定比熱。擬合偏差(chi square)對擬合中變 化微小的擬合參數之敏銳性可以用於估計比熱的標準誤差。

除了進行載台本身的比熱量測時,一般樣本量測都會先以雙 Tau 模型之擬合解為主。判斷的條件是當雙 Tau 模型得出的比熱數值僅在擬合計算時,擬合偏差 值比簡單模型小的時候才適合使用。在某些情況下,雙 Tau 模型的擬合不會收斂, 在這種情況下系統會重新以簡易擬合計算。無法收斂的擬合結果容易發生在當樣 品完全附著在平台上,在這種情況下,簡易模型就可以提供正確的量測值;在樣 品附著不良且受熱不均情形下,或是樣品之比熱相較於樣品平台的比熱值太小的 情況下,也可能會出現擬合困難。在這些情況下,樣本耦合(sample coupling)都會 顯示為 100%。

22.3 從模型參數導出的量化數值(Derived Quantities from Model Parameters)

22.3.1 簡易模型: 載台背景量測 (Simple Model: Addenda Measurement)

載台背景測量僅使用簡易模型來計算比熱。在這種情況下,從量測狀態檢視者 (Measurement Status Viewer)中取得的測量計算項目詳列於表 II.2

STATUS VIEWER FIELD	EXPRESSION FROM MODEL
Total Heat Cap	Ctotal
Sample Heat Cap	zero
Addenda Heat Cap	C _{total}
Time Const (tau1)	C _{total} /K _w
Time Const (tau2)	Zero
Sample Coupling	100%

表 II.2、用於載台背景測量的簡易模型參數

22.3.2 簡易模型: 樣品量測 (Simple Model: Sample Measurement)

當樣品比熱測量的分析數值無法從雙 Tau 模型解出時,用於樣本載台背景量 測的簡易擬合會較適合用於分析數據。樣品的比熱值(Sample Heat Cap)是通過 擬合的總比熱減去樣本載台的背景比熱來計算的。在這種情況下,量測狀態檢 視者(第 24 節)中的測量領域計算項目詳列於表 II.3 所示。

STATUS VIEWER FIELD	EXPRESSION FROM MODEL
Total Heat Cap	Ctotal
Sample Heat Cap	Ctotal - Caddenda
Addenda Heat Cap	Caddenda
Time Const (tau1)	C _{total} /K _w
Time Const (tau2)	Zero
Sample Coupling	100%

表 III.3、用於簡易樣品比熱測量的簡易模型參數

22.3.3 雙 Tau 模型: 樣品量測 (Two-Tau Model: Sample Measurement)

當雙 tau 模型擬合剛好適合樣品比熱的測量數據時,載台背景比熱Caddenda從 先前測量的載台背景比熱量測中取得並且 Cplatform在擬合過程中會被視為等 於 Caddenda的常數。在這種情況下,量測狀態檢視者中的計算項目詳列於如表 II.4 所示。

表 IV.4、用於簡易樣品比熱測量的雙 Tau 模型參數

STATUS VIEWER FIELD	EXPRESSION FROM MODEL
Total Heat Cap	Cplatform + Csample
Sample Heat Cap	Csample
Addenda Heat Cap	Cplatform
Time Const (tau1)	$1/(\alpha - \beta)$
Time Const (tau2)	1/(α + β)
Sample Coupling	$100 \times K_g/(K_g + K_w)$

其中α和β的值可由下式得出

$$\alpha = \frac{K_w}{2C_{platform}} + \frac{K_g}{2C_{platform}} + \frac{K_g}{2C_{sample}}$$

β

$$=\frac{\sqrt{K_g^2 C_{sample}^2 + 2K_g^2 C_{sample} C_{platform} + K_g^2 C_{platform}^2 + 2K_w^2 C_{sample}^2 K_g - 2K_w C_{sample} K_g C_{platform}}}{2C_{platform}^2 + 2K_w^2 C_{sample}^2 K_g - 2K_w C_{sample}^2 K_g C_{platform}}}$$

2*L_{sample}L_{platform}*

... (II.4)

22.3.4 等效德拜溫度 (Equivalent Debye Temperature)

系統程式還可以將樣品比熱表示為等效的德拜溫度(Equivalent Debye Temperature),但須在建立量測檔案時輸入樣品質量、分子量和分子式。德拜模型成功地解釋了聲子所造成的比熱(從晶格貢獻)。但聲子,電子和磁振子都

晶格比熱(lattice heat capacity)和溫度(T)的一般表示式為:

$$C_{v} = 3 \operatorname{rNk} \int_{0}^{\infty} \left(\frac{hv}{2kT}\right)^{2} \operatorname{csc} h^{2} \left(\frac{hv}{2kT}\right) g(v) dv \dots (\text{II.5})$$

其中 r 是每分子中的原子數,N 是分子數,k 是波茲曼常數。從 v 到 v+dv 的頻率範圍內的聲子能態(phonon modes)密度由 g(v)dv 表示。在德拜模型中, 能態密度函數g(v)是通過假設聲子傳遞並通過晶體晶格是由擴散中的線性波 導出,此擴散關係式相同於聲子穿過連續性同向性(isotropic)固體。為了解釋真 實固體中的晶格間距,德拜理論訂定了一個截止點頻率 v_D,v高於v_D時的能態 密度函數為零,如下列公式

$$g(v) = \frac{3v^2}{v_D^3} \text{ for } v \leq v_D \dots \text{ (II.6)}$$

 $g(v) = 0 \text{ for } v > v_D \dots (II.7)$

在物理上 v_D 對應於在有限的空間中,能夠於原子晶格中傳播的最小聲子波長。 v_D 與聲速和固體的彈性特性有關。德拜溫度定義為 θ ,其中 $hv_D = \theta k$ 。將g(v)代入上述的比熱公式,可以得到 C_v 和 θ 之間的關係式如下:

$$C_{v} = 9 \text{rNk} \frac{T^{3}}{\theta^{3}} \int_{0}^{\theta/T} \frac{x^{4} e^{x} dx}{(e^{x} - 1)^{2}} \dots (\text{II.8})$$

該關係式包含兩個眾所周知的非金屬固體的 C_v 限制值,在高溫下 $C_v \rightarrow 3rNk$, 而在足夠低的溫度下,

$$C_{\nu} \longrightarrow \frac{12}{5} rNk\pi^4 \left(\frac{T}{\theta}\right)^3, \dots (\text{II.9})$$

上述是常見的T³定律。

在實驗上,可以通過測量已知分子數量 N 的比熱來確定θ,每個分子有 r 個 原子,溫度為 T。然後可以將確切數值代入上述的關係式即可得出θ。對於完 美的德拜固體,θ不隨溫度變化。然而,在實際固體中,晶格效應、電子效應 和其他對比熱有影響的參數皆會導致θ隨溫度變化。

特別重要的一點是,利用應用程序所計算的德拜溫度數值會先假設樣品比熱僅 包含來自於晶格貢獻的效應值。沒有特別專用於計算包含電子、磁性或結構效 應的應用程式或代入參數。

使用溫度函數來表示的等效德拜溫度圖,最一開始是由 M. Blackman 在"固體 比熱理論(The Theory of the Specific Heat of Solids)"(Blackman 1942)中所提出。

22.3.5 量測單位(Measurement Units)

表 II.5 中,總結了熱容量和比熱相關的常用表示及測量單位。通用測量單位為

μJ/K 用來表示熱容量。數據文件中樣本量測數據可以決定特定單位,除了 J/K 以外的單位也是可用的。我們可以在已打開的數據文件中定義特定的樣本數據 以記錄測量結果。如果你沒有定義所有樣本數據,應用程序仍會收集數據,但 它會以單位 μJ/K 來表示其熱容量單位而不是您所選擇的單位。

	UNITS	FORMULA
HEAT CAPACITY	μJ/K	
MASS SPECIFIC HEAT	μJ/mg-K μJ/g-K J/g-K cal/g-K	μJ/K/mass μJ/K/mass 0.001 × (μJ/K)/mass 0.0002390057 × (μJ/K)/mass
MOLAR SPECIFIC HEAT	mJ/mole-K J/mole-K cal/mole-K	$(\mu J/K) \times molwght/mass$ 0.001 × $(\mu J/K) \times molwght/mass$ 0.0002390057 × $(\mu J/K) \times molwght/mass$
GRAM-ATOM SPECIFIC HEAT	J/gat-K cal/gat-K	$\begin{array}{l} 0.001\times (\mu J/K)\times molwght/(mass\times atoms)\\ 0.0002390057\times (\mu J/K)\times molwght/mass\times atoms) \end{array}$

表 II.5、熱容量與比熱常用單位

22.3.6 估計比熱誤差(Estimated Heat Capacity Error)

在數據文件和量測狀態檢視(Measurement Status Viewer)中,比熱也包含了估計的誤差項。軟體會根據擬合運算與輸入的樣品質量來得出此誤差項。 樣品比熱誤差項的有四種表示方式:

- 總比熱誤差(Total Heat Capacity Error):該誤差來自於計算擬合的均方值偏 差對比熱參數變化的敏感性(sensitivity)。熱容量是擬合中的一項參數。
- 載台背景比熱誤差(Addenda Heat Capacity Error):這是在載台背景量測期 間所計算,並且數值項會保存在載台背景量測表中。
- 樣品質量誤差(Sample Mass Error):如果在創建數據文件中將質量誤差項 輸入樣品資訊,並且將結果表示為每單位質量的熱容量,則測出的結果會 包含質量分數誤差。
- 擬合偏差誤差(Fit Deviation Error):考慮在擬合和測量之間會存在較大偏差的建模錯誤(modeling error),測量的背景雜訊(noise)較小,軟體中會包括此項,值會等於擬合偏差(以K為單位)除以溫度升高值。須注意:最後一項不是隨機的誤差,而是建模誤差(modeling error)。

所有以上四項都以正交方式相加,以獲得對誤差的估計量測。

22.4 鬆弛曲線的斜率分析(Slope Analysis of Relaxation Curves)

在 22.1 和 22.2 章節中描述的熱模型和數據擬合運算皆假設在單個測量週期所涵 蓋的溫度範圍內,比熱值大致維持在一個常數。但是,這個假設並非在所有情況 下都適用。雖然這個方法可以讓量測加速,請注意,使用其量測的值可能不正確。

22.4.1 單曲線斜率分析-一階相變(Single-Curve Slope Analysis (First-Order

Transitions))

在一階相變中,例如需考慮與相態轉換相關的"潛熱"時,比熱在相轉變溫度下 會呈無限值。在實際樣本中,在這樣的相轉變時,比熱會呈現一個非常窄的峰 值。如果這個峰的峰寬小於在鬆弛測量的溫度升高值,結果可能會使此峰被系 統大幅度抹平或是有可能完全被去除。

當樣品溫度通過一階相變升溫和降溫時,有關比熱的溫度依賴性將會表現於得 到的溫度響應曲線中。該分析的主要方程式是由部分重新排列簡單模型 (Simple Model)所得出的, *C_{Total}為溫度*的函數:

$$C_{Total}(T) = \frac{-K_w(T-T_b) + P(T)}{S(T)}, \dots (\text{II.10})$$

其中S(T) = dT/dt是鬆弛曲線的斜率,P(T)是加熱器功率,都由溫度的函數表示。

在一次鬆弛測量中,加熱和冷卻部分的曲線都可以使用使用此表達式獲得比熱。 加熱部分的曲線下,加熱器功率P(T)是一個常數 P_0 ;冷卻部分的曲線下,P(T)為零,每次鬆弛測量都可以得到這兩部分的 $C_{Total}(T)$ 曲線。電線的熱導率 K_w 可以先用近似前面描述的標準曲線擬合方法(standard curve-fitting method)來得出。 在實際情況下,與溫度有關的 $K_w(T)$ 會需要參考導線的電導率表(由校準程序的 第 2 階段得出整理)。軟體的單曲線斜率分析也考慮了這種溫度相關性,此外 包括一個 adhoc 偏移(offset)參數 $K_{os} = K_w(T_b) \times \frac{static offset}{100}$ %(Static offset 可 參考靜態偏移圖)。因此,使用此軟體可以準確地描述單曲線斜率分析算式, 如下式:

$$C_{Total}(T) = \frac{-\int_{T_b}^{T} (K_w(T') + K_{os}) dT' + P(T)}{S(T)} \dots (\text{II.11})$$

加熱(或冷卻)速率S(T)必須從一組可能帶有雜訊的溫度測量來估計。因此,需要特定一個平均參數來優化溫度解析率與比熱解析率。該軟體使用斜率平均技術,也就是定加熱或冷卻期間,加熱曲線(或冷卻曲線)的一個百分比。例如,如果此移動平均寬度 (Moving Average Width, MAW) 為 5%,然後斜率S(T)於特定溫度下,是在通過該溫度附近 5% 的溫度測量值擬合出一條線來估計。 在測量數據中,若選擇 MAW=0,即使用相鄰 T(t)的值(計算斜率所需的最小 值)。

23. 比熱控制中心 (Heat Capacity Control Center)

比熱軟體有一個控制中心,其中包括所有常用的比熱量測命令。藉由其容易操作

的按鍵選擇視窗和軟體提示指示,熱容量控制中心可以進行基本的系統操作,例 如:安裝樣品、創建數據文件或校準文件,以及設置和運行即時模式(immediatemode)量測,以上都能夠更加容易上手也很方便。比熱控制中心會在比熱量測被 啟動後立即打開,即使可能會以最小化來顯示,在該比熱量測停止之前不會關閉。 圖 II.8 至圖 II.10 說明了在比熱控制中心中的按鍵選擇。

在比熱控制中心的按鍵選擇區域下方,查看(View)中的命令按鈕可以打開測量狀態檢視、比熱錯誤備註、正在測量之數據文件標題和當前數據文件的 MultiVu 圖。 測量狀態(Meas Status)按鈕始終處於啟用狀態。錯誤備註(Error Log)按鍵只在錯 誤訊息記錄到比熱錯誤備註時才會啟用。樣品資訊(Sample Info)按鍵和數據文件 (Data File)按鍵只在數據文件處於啟動狀態時才會啟用。

比熱控制中心底部的狀態區域會標示出啟動的校准文件和載台背景量測表,並整 理比熱系統中的一般狀態資料。

23.1 安裝指引按鍵選擇(Installation Wizards Tab)

安裝指引(Installation Wizards)按鍵選擇中的命令會啟動樣品座安裝指引。有三 個樣品座安裝指引:一個用於校準,一個用於載台背景量測,一個用於樣品量測。 每個指引都會根據不同步驟,讓使用者完成安裝樣品座、準備校准和附錄或樣品 量測。使用樣品座安裝指引能確保使用者在開始校準或執行量測之前,完成所有 必要的程序。

🚰 Heat Capacity [HeatCap.dat]	_ 🗆 ×
Installation Wizards Measurement Files	
Quantum Design, Inc. Heat Capacity System	
Prepare Sample Measurement	
Prepare Addenda Measurement	
Prepare New Puck Calibration	
	Help
View Meas Status Error Log Sample Info	Data File
Calibration [PUCK10.CAL]	
Addenda #4 measured on 4/24/00 from 1.8294 to 303.	49 K
Idle	
Done.	

圖 II.9、比熱控制中心的安裝指引按鍵選擇視窗

23.2 量测分頁 (Measurement Tab)

測量分頁中的命令會啟動樣本/載台背景量測或於非零磁場中校準溫度計。一次

只能運行一個立即模式(immediate-mode)量測(Measurement)命令。在量測進行中, 所有量測(Measurement)分頁選項中的命令按鈕都不能點選。

🚰 Hea	t Capacity [HeatCap.dat]	_ 🗆 ×	
Installation Wizards Measurement Files			
	•		
	Measure Sample Heat Capacity vs Temperature		
	Create New Addenda Table		
		1	
Calibrate Thermometer In Magnetic Field			
View			
Mary Chatra L. Country Left L. Data Ella			
Meas Status Error Log Sample Inro Data File			
Calibratio	n [PUCK10.CAL]		
Addenda	a #4 measured on 4/24/00 from 1.8294 to 303.49 K		
Idle			
Done.			

圖 XX.10、比熱控制中心的量測按鍵選擇視窗

23.3 檔案分頁(Files Tab)

檔案分頁中的按鈕可以選擇數據文件、校准文件和載台背景量測表。輸出數據文件(Output Data File)命令可以創建新的數據文件,也可以將背景量測數據複製到現有的數據文件,或關閉正在啟動的數據文件。校準文件(Calibration File)命令可以選擇校准文件或載台背景量測表。讀取和重新處裡(Read and Reprocess)命令,僅在數據文件處於啟動狀態時可以啟用,可以讀取自非啟動數據文件中的原始比熱值,也可以將每個測量值寫入啟動文件。讀取和重新處裡(Read and Reprocess)通常用於修復那些包含不準確或不完整樣品資訊的數據文件。

Heat Capacity (SIM) [HeatCap.dat]			
Installation Wizards Measurement Files Diagnostics			
Output Data File			
Calibration File Switch to New Addenda Tables			
File Manipulation			
Read and Reprocess Another Data File			
Raw Data File Viewing and Post Processing			
View			
Meas Status Error Log Sample Info Data File			
Calibration [Puck1.cal]			
Addenda #1 measured on 6/24/97 from 1.8331 to 397.65 K			
Idle			

圖 XXI.11、比熱控制中心的文件按鍵選擇視窗

24. 量測狀態檢視(Measurement Status Viewer)

一旦比熱量測開始,測量狀態檢視視窗就會打開並顯示量測的進度。測量中每一環節(任務)的名稱都會顯示在使窗底部的消息列表。當比熱軟體收集數據時,會 在視窗左側的量測面板(measurement-field panels)中顯示數據,並將原始數據繪製 為圖形,可以參閱圖 II.11。



圖 XXII.12、量測狀態檢視視窗,右側的圖表會顯示一個量測溫度-時間的擬合 曲線關係圖。

24.1 量測參數(Measurement Fields)

在量測狀態檢視視窗中,為了要計算出大多數量測參數的數值,比熱軟體會將樣 品平台測量出來的溫度響應,與樣品平台溫度響應的理論模型去做比較。通過系 統性地改變理論模型中的參數,軟體會選擇適合的參數來提供最好的擬合值。最 **佳擬合(Best fit)**會對應於測量中模型平方偏差的最小值。在某些情況下,軟體會 計算一個誤差項,其前面會有一個加減號(土)運算子顯示於量測參數面板中。誤 差表示當參數改變時,擬合程度的變化。

量測場(Measurement Fields)	定義
Total Heat Cap	樣品和樣品平台的總熱容(條件:樣品
	在平台上),以μJ/K 為單位。
	Total Heat Cap 是根據擬合計算出來
	的。
Sample Heat Cap	樣品的比熱。
	Sample Heat Cap 是根據擬合和載台背
	景計算表計算出來的。基於用戶選擇
	的測量單位,數值可以表示為熱容量
	或比熱。
	對於載台背景測量, Sample Heat Cap
	數值為零。
	對於樣品測量, Sample Heat Cap 可以
	通過減去被景量測值後,於正在啟動
	中的背景量測計算表中的 Total Heat
	Cap 中找到。如果載台背景未測量,載
	台背景量測值為零,僅會給出 Total
	Heat Cap 。
Addenda Heat Cap	載台背景的比熱,以 μJ/K 為單位。
	Addenda Heat Cap 計算自啟動中的背
	景量測表,通過在平均樣本溫度處做
	插值運算求得。
	對於載台背景測量,Addenda Heat Cap
	與 Total Heat Cap 相同。
	對於樣品測量, Addenda Heat Cap 是
	根據啟動中的背景量測表來求得。
Time Const (tau1)	樣品的長時間常數,以秒為單位。
	對於載台背景測量,時間常數 (taul)

表 V.6、量测狀態檢視中的量測參數

	是簡單模型中的單個時間常數。
	對於樣品測量,時間常數 (taul) 是來
	自雙 tau 模型的 taul。
Time Const (tau2)	樣品的短時間常數,以秒為單位。
	對於載台背景測量,時間常數 (tau2)
	為零。
	對於樣品測量,時間常數 (tau2) 是來
	自雙 tau 模型的 tau2。
Sample Coupling	來自雙 tau 模型中樣品和平台之間的
	熱耦合,以百分比來表示。100% 表示
	完美的熱接觸。0% 表示沒有熱接觸。
	少於 90% 將被視為熱接觸不良。
Base Samp Temp	加熱前樣品的溫度,以K為溫度單位。
	Base Samp Temp 溫度是由擬合確定,
	通常與設定點(set-point)溫度相同。
Avg Samp Temp	最高和最低温度的平均值,以 K 為溫
	度單位。Avg Samp Temp 溫度是由擬
	合確定。
	對於載台背景測量, Avg Samp Temp
	是樣品平台最高和最低溫度的平均
	值。
	對於樣品測量, Avg Samp Temp 是樣
	品最高和最低温度的平均值。
	對於雙 tau 模型,樣品平均溫度可能
	與樣品平台平均溫度稍微不同,因為
	模型會考慮兩者之間的熱流。
Temp Rise	在一量測周期中,最低溫度和最高溫
	度之間的差值,以K為溫度單位。表
	示量測中的溫度解析率。
Fit Quality (Chi Sq)	由模型中的均方偏差擬合來確定並表
	示為一個 normalized chi square。由於
	系統誤差可能相對於隨機誤差占較多
	的比例,Fit Quality (Chi Sq)通常更適
	合作為一個擬合的相對指標而不是絕
	對指標。在特定量測中,值若是與鄰近
	測量 (neighboring measurements) 相比
	更大,可能代表是一個不佳的測量。
Debye Temp	根據 Sample Heat Cap 和使用者定義的

樣品資訊來確定,以K為溫度單位。
Debye Temp 是通過德拜關係(Debye
relation)反算得來的,也指出了聲子在
給定溫度下的比熱貢獻。計算假設
Sample Heat Cap 只包含晶格貢獻。數
據文件被打開時,如果沒有樣品或沒
有足夠的樣品資料被定義,不會計算
德拜温度。

24.2 量测圖(Graph)

比熱軟體會在量測狀態檢視視窗中,繪製溫度與時間的關係圖。位於量測圖表上方,有四個框格可以選擇應用程式繪製溫度數據的類型。四個框格為任選的複選框。圖 II.11 中的數據圖為樣品平台的擬合溫度和測量溫度與時間的關係圖。

•	
選項(Option)	定義
Sample Platform Temp (fit)	根據模型得出的平台溫度
Sample Platform Temp (measured)	根據量測結果得出的平台溫度

表 VI.7、温度數據的選項

• 放大圖表

Sample Temp (from fit)

Heater Power (measured)

欲放大圖形的某個區域,請單擊圖形,然後向下拖曳並向右形成矩形區域。 當您向下拖曳時,矩形中涵蓋的區域會被放大。當您鬆開鼠標按鈕時,繪圖 會自動調整,只顯示區域矩形內的溫度測量點和測量時間。若要將圖表恢復 為原始大小,請單擊放大的任意位置圖形,然後向上和向左拖曳矩形。您也 可以選擇量測狀態檢視中的**撤消縮放(Undo Zoom)**,以將圖形恢復為其原始 大小。

根據雙 Tau 模型得出的平台温度

提供的加熱器熱能

平移圖表

要在圖形中平移,請按住鼠標右鍵並在圖形上拖動。你可以從左到右或從右 到左拖曳。選擇量測狀態檢視中的撤消縮放(Undo Zoom),可以將圖形恢復 為其原始大小。

24.3 訊息列視窗(Message List Box)

量測狀態檢視底部的信息列視窗會按照比熱系統新舊量測順序進行彙整排列。啟 動中的任務名稱或最新的任務名稱會被重點標示在列視窗中。被重點標示的任務 名稱會與出現在比熱控制中心底部的狀態面板中的名稱一樣。

25. 撰寫量測步驟序列(Writing Sequences)

原本在比熱控制中心需要手動啟動的操作,使用比熱序列命令可以自動化所有即

時模式(immediate-mode)下的比熱系統。例如,在單個 MultiVu 序列命令文件中 加進包括比熱測量和磁體控制的命令,只需發出一個 PPMS MultiVu 中開始 (Run) 的命令,就可以提示系統自動進行樣品在不同磁場下的比熱測量。

序列指令(Sequence Command)	定義
Field Calibrate	添加磁場校正動作做磁場校準
New Addenda	建立新的背景量测表
New Datafile	移建新的數據文件
Puck Calibration Pass 1	建立新的樣品載台校準文件
Puck Calibration Pass 2	建立新的樣品載台校準文件
Recalibrate/Verify Table	單個溫度計重新校準表
Sample HC	量測比熱與溫度關係
Switch Addenda	移建新的背景量测表

表 VII.8、比熱量測步驟序列命令

有關創建和編輯序列文件的詳細信息以及有關所有標準 PPMS 序列命令,可以 參考物理性能測量系統: PPMS MultiVu 應用程序用戶手冊(Physical Property Measurement System: PPMS MultiVu Application User's Manual)。

備註:使用比熱命令(例如:New Addenda 或 Sample HC)於序列時,沒有必要在**掃描溫度(Scan Temperature)**循環中放置命令。序列命令本身就會執行所有必要的溫度命令,所以任何手動輸入的命令可能會與自動命令發生衝突。

III. 交流磁化率量测系統 (ACMS II)

26. 交流量測系統的概述(Overview of the ACMS II Option)

物理性質量測系統儀 (PPMS) 的交流磁化率量測系統 (ACMS II) 設計了一種多 功能線圈組。除了以多重感應為基礎(mutual-inductance-based)的線圈設計來量測 頻率在 10 到 10,000 Hz 之間的交流磁化率,線圈組還可以直接使用直流磁化 強度(DC magnetization; DCM)的量測指令來測量直流磁化強度,無需再更改硬 體、樣品或樣品台。新一代的 ACMS II 技術除了提供不同頻率下的交流磁化率 和直流磁化強度量測能力,也同時保持友善的用戶界面。通過與 PPMS 的自動 控溫和控場系統連接, ACMS II 套件為磁學材料之研究提供了一個功能強大的 全自動工作站。

ACMS II 中的線圈組包含驅動、檢測和校準線圈; ACMS II 系統同時包含溫度 計和電性連接系統。線圈組須與樣品導管(sample rod guide tube)配合使用,線圈 組直接安裝在 PPMS 樣品艙中。樣品會連接到樣品棒的末端,在測量過程中樣 品位於線圈組的中心。縱向的樣品運動由樣品傳輸組件控制。ACMS II 樣品傳輸 組件安裝在 PPMS 探頭的頂端。其線性馬達(linear motor)提供快速且非常平滑 的縱向樣品運動。

27. 操作理論介紹 (Theory of Operation)

在交流磁化率的測量中,一個震幅可調的交流驅動磁場疊加在外部直流磁場上, 在樣品中引起一個隨時間變化的磁化效應。隨時間改變的磁矩引起的磁通量變化 會在拾波(pickup)線圈中產生一個感應電動勢(emf),該感應電動勢與磁化強度成 正相關,允許ACMSII在樣品靜止的情況下進行測量。檢測電路(detection circuitry) 以基頻處(交流驅動場的頻率)為中心,會分離一個窄頻帶(narrow frequency band) 的訊號來計算交流磁化率以增進量測的造訊比,在ACMS II 的量測頻率響應範 圍為 10 至 10,000 Hz。另一方面,直流磁化強度的量測則為使用 DCM 指令; 當樣品被 PPMS 的超導磁鐵之外部磁場磁化時,樣本傳輸裝置會使樣本在中心 (線圈組中)兩個檢測線圈中振盪。線圈組會收集樣本震動所產生的感應電動勢, 其與磁化強度、振幅和振動的頻率成正相關。

為了瞭解交流磁化率的量測原理與內容,首先我們考慮一個非常低的頻率(例如: 1 Hz),其測量會與直流磁力計最相似。在這種情況下,樣品的磁矩會等同於直 流磁化強度實驗測量中的 M(H) 曲線。只要交流(AC)場夠小,感應出的交流磁

矩就是 $M_{AC} = \left(\frac{\partial M}{\partial H}\right) \cdot H_{AC} \sin(\omega t)$,其中 H_{AC} 是驅動場的振幅, ω 是驅動頻率, $\chi =$

 $\left(\frac{\partial M}{\partial H}\right)$ 是 M(H) 曲線的斜率,稱為磁化率(susceptibility)。磁化率是 ACMS II 中最 重要的量測值。 隨著施加的直流磁場的變化,不同區段的 M(H)曲線都能給出不同的磁化率。交流測量的一個明顯的優勢就是其量測對 M(H) 的微小變化非常敏感。由於交流 測量對 M(H) 的斜率很敏感而不是絕對磁矩,所以即使在絕對磁矩很大的地方 也可能會檢測到很小的磁化率變化。

在較高頻率下,由於樣品中的動態效應(dynamic effects),樣品的交流磁矩不一定 與直流磁化曲線相同。因為這個原因,交流磁化率通常被稱為動態磁化率。在較 高頻率的情況下,樣品的磁化可能會滯後於驅動場施加時,此效應可以由磁力計 電路(magnetometer circuitry)檢測到。因此,交流磁化率測量會產生兩個量值:磁 化率的大小(χ)和相對於驅動信號的相位偏移(phase shift)(φ)。因此,我們也可以 將磁化率視為具有同相(in phase)(或實部)分量的χ',和異相(out of phase)(或虛部) 分量的χ''。此兩個參數之關連如下式:

$$\chi' = \chi \cos \varphi, \quad \chi'' = \chi \sin \varphi \dots (\text{III.1})$$

 $\chi = (\chi'^2 + \chi''^2)^{1/2}, \quad \varphi = atan2(\chi'', \chi') \dots (\text{III.2})$

其中 $atan2(\chi'',\chi')$ 是 χ'',χ' 兩個參數的 $arctan(\chi'',\chi')$ 函數

在交流測量與直流測量最相似的低頻範圍內,實部分量 χ' 只是上面討論的 M(H) 曲線的斜率。虛部 χ'' 則表示樣品中本身的耗散過程(dissipative processes)。 在導電樣品中,耗散是由於渦流電流(eddy currents)。自旋玻璃(spin-glasses)的弛 豫和不可逆性會產生一個非零 χ'' 。在鐵磁材料中,一個非零虛部的磁化率可以 表示因為永久磁矩導致的不可逆指定邊界(domain wall)移動或吸收。此外, χ' 和 $\chi''都對於熱力學的相變非常敏感,並且經常用於測量相轉變溫度。交流磁力儀$ $(AC magnetometry)可以探測所有這些有趣的現象。普遍的量測像是 <math>\chi$ 與溫度的 關係, χ 與驅動頻率的關係, χ 與直流磁場偏移的關係,以及 χ 與交流磁場振幅的 關係。

27.1 交流磁化率量测過程(AC Susceptibility Measurement Process)

交流磁化率量測不會直接測量樣品的磁矩,而是測量磁矩的微分dM/dH。因此, 如果樣品間的交流磁化率相同,即使具有非常不同的磁矩仍然可以對變化的磁場 具有相同的響應。ACMS II 中的交流磁化率量測選件會相對於 PPMS 超導磁鐵 施加的外加磁場在疊加一個小的交變場,以量測樣品的交流磁矩響應。此響應的 幅度和相位會被記錄。另外, ACMS II 也可以記錄樣本的同相位和正交分量 (quadrature components)響應。須注意紀錄的振幅是表示磁矩變化(dM)而不是絕對 磁矩或磁化率。為了獲得交流磁化率,您必須將磁矩變化的幅度去除以交變場的 振幅(dH),以下為公式:

$$\chi_{ac} = dM/dH \quad \dots (\text{III.3})$$

重要的是,需要記住這只是樣品磁化曲線中的局部斜率 M(H) 而不是"直流的"磁 化率

 $\chi = M/H \quad \dots (\text{III.4})$

需要注意的是,在具有非線性磁化曲線的樣品量測中,交流磁化率和"直流的"磁 化率之間的區別是很重要的。

在交流磁化率測量期間,由初級線圈組產生的交變磁場會疊加在 PPMS 超導磁 鐵產生的直流磁場上。這種交變場會由交流刺激響應 (AC stimulus response, ACSR) 之高速電子電路板形成,並發送到數位類比轉換器(digital-to-analog converter)。類比信號會被放大並用於控制精確的交流場感應電流,最後發送到驅 動和補償線圈。

一般情況下,樣品會使用校準線圈進行三點測量以提高測量的精度。第一次讀數 是將樣品位於底部檢測線圈的中心來測量。然後將樣品重新定位到頂部檢測線圈 的中心進行第二次讀數。第三次讀數是將樣品重新定位到底部線圈的中心再次進 行量測所得出。在以上三個讀數量測中,信號都是用鎖定放大器(lock-in amplifier) 所量測,經過一個低通濾波器(low-pass filter),並通過數位-類比轉換器 (A/D)進 行數位化。三點測量會將兩個底部線圈信號的總和與頂部線圈信號乘以2的數 值來進行比較,這樣就可以對樣本磁矩和量測中背景值的偏移(drift)進行校正。 當底部-頂部-底部線圈三點讀數量測完成後,樣品會被放置在底部檢測線圈。之 後會將校準線圈切換到具有相反極性的模式中再讀取兩個讀數。

交流磁化率的高諧波(Higher harmonics)已被用於探測許多凝態物理的特性,包括 超導材料中釘扎力(pinning force)的強度、峰值效應(the peak effect)、晶格內超導 和晶格間超導性(intra- and intergranular superconductivity)的區別、釔鋇銅氧超導 體中的半能隙(pseudo-gap)和自旋玻璃行為。在當前版本(03.2014)中, ACMS II 為使一次諧波能提供更準確可靠的值,進行了優化。

27.2 直流磁化测量過程 (DC Magnetization Measurement Process)

直流磁化量測過程的基本操作原理是由於樣品在線圈組的中心做上下振動,磁通 量會在拾波線圈(pickup coils)細中變化並形成感應電動勢,類似於振動樣品磁量 儀的概念。拾波線圈(pickup coils)組會與 ACMS II 共享,設計為一階梯度計配 置(first-order gradiometer configuration)且由兩個串聯的反繞線圈組成,位於樣品 的正上方和下方。感應電壓與時間的關係式由下式給出:

$$V_{coil} = \frac{d\Phi}{dt} = (\frac{d\Phi}{dz})(\frac{dz}{dt})$$
 ...(III.5)

在等式(III.5)中,Φ 是通過拾波線圈的磁通量,Z 是樣品相對於線圈的垂直位置, t 是時間。對於正弦振蕩的樣本位置,電壓由以下等式得出:

 $V_{coil} = 2\pi f CmA \sin(2\pi f t) \dots (\text{III.6})$

在等式(III.6)中,C 是耦合常數,m 是樣品的直流磁矩,A 和 f 分別是振幅和振

盪頻率。

磁矩測量的數據獲得會涉及測量磁矩的正弦電壓響應係數,此係數來自檢測線圈。 圖 III.1 說明了如何使用 DCM 選項量測磁矩數據。



圖 XXIII.1、ACMS II 量測的工作原理

樣品會連接到由線性馬達做正弦驅動的樣品桿末端。振盪中心位於拾波線圈組 (pickup coil set)的垂直中心,拾波線圈設置在一階梯度計(first-order gradiometer) 中。振動的精確位置和振幅由馬達控制模組(motor module)中的光學線性編碼器 信號(optical linear encoder signal)控制,信號回饋來自樣本傳輸裝置中的線性馬達 (linear motor transport)。拾波線圈中的感應電壓會被放大並且在 ACMS II 檢測模 組中以鎖相放大的方式檢測(lock-in detected)。ACMS II 檢測模組會使用位置編 碼器的信號作為同步檢測的參考。該編碼器信號來自馬達控制模組。以同步處理 方式結合了編碼器的訊號與感應電壓隨時間的變化後, ACMS II 檢測模組可以 統合分析來自編碼器的同相位、正交相位信號以及來自拾波線圈的放大電壓。運 算後的數據將通過 CAN 總線(bus)發送到 PC 上運行的 MultiVu 應用程式。

27.3 ACMS II 系統中顯著的特點 (Notable Features of the ACMS II System)

Quantum Design ACMS II 採用獨特設計的樣本傳輸線性馬達來使樣品在產生移動或振動時能正確回報位置。相較於其他使用短程共振聲音線圈(short-throw resonant voice-coil)所設計的振動樣品磁力計,可以發現 DCM 樣本傳輸線性馬達設計在 40 赫茲下運行,具有快速震盪的能力,行程甚至有可能超過 6.5 公

分。

由於拾波線圈的靈敏度不太受大磁場的影響,即使環境位於 PPMS 磁鐵可達到的最大磁場中,ACMS II 仍可以執行各種敏感量測。

ACMS II 的檢測線圈會使用標準插入工具組件(standard insertion tool assembly)將 樣品置入樣品艙。此法將易於重新配置線圈組與微調未來拾波線圈的設計。由實 際操作中可以發現,拾波線圈的配置可以輕易地做調整,就像換一個樣品一樣簡 單。

ACMS II 量測選件很容易啟動或停用,就像其他 PPMS 量測選件一樣。這設計 的模組化使操作者能夠簡單並成功地執行各種類型的測量。例如,您可以通過插 入不同的樣品座或探頭進行最先進的比熱量測、磁性量測或電阻量測。

27.4 ACMS II 線圈組 (The ACMS II Coil Set)

ACMS II 線圈組具有雙重用途,首先可以使用 ACMS II 套件進行交流磁化率的 測量,以及可以進行直流磁化強度的量測。檢測線圈(參見圖 III.2)可以支援這兩 種量測。

為了量測交流磁化率,線圈組會包含一個交流驅動線圈,此驅動線圈可以提供一個感應交變磁場(alternating excitation field);線圈組也包含一個檢測線圈組,此線 圈組會被感應而在樣本磁矩和激發場中產生響應。用於驅動、校準和檢測線圈的 銅繞組(copper windings)會彼此同心並排且與 PPMS 的超導直流磁體也成同心 排列。

驅動線圈會縱向纏繞在檢測線圈組的最外圍。場的振幅值須根據交變場的頻率和 PPMS 探頭內的溫度來做應用,在任何溫度下,從 10 Hz 到 10 kHz 頻率範圍 中,驅動線圈都可以產生高達 17 Oe 的交變場。隨著頻率的增加和溫度的降低, 場的振幅可以加大,不過也是會受到自熱問題(self-heating)的限制。在低於 25 K 的溫度下,頻率夠高的大振幅交變場可以加熱 PPMS 樣品艙和 ACMS II 的線 圈組。

檢測線圈使用一階梯度計的配置排列,以幫助隔離樣本信號受到來自背景源的雜 訊影響,並在進行直流量測時為樣本提供可靠的中心演算法(centering algorithm 可將樣本準確地置於中心)。梯度計訊號會針對中心位置周圍的平坦響應(flat response)進行優化,以使量測對於啟動過程中的微小變化不敏感。這種配置利用 了一組串聯的兩個反繞銅線圈(相隔約2公分)。直流磁化強度量測中,將恆定磁 場施加於量測區域,樣品則是位於梯度計中心的位置縱向振動,並且利用法拉第 定律來感應信號。交流磁化率量測期間,交變場是施加到測量區域並疊加到超導 磁鐵的直流場上,樣品則是位於檢測線圈的中心。檢測線圈的信號響應了樣品磁 化强度的變化。

補償線圈(compensation coil)位於交流驅動線圈的外部。驅動線圈和補償線圈是反 繞並串聯,使它們接收到相同的激發信號。一個淨場(net field)保持在測量區域內, 但在測量區域之外,來自兩個線圈的感應場會互相抵銷。這有效地將感應場限制 在線圈組內,從而減少儀器與測量區域外的導電材料產生作用,像是樣品艙的艙 壁、磁芯(magnet core)...等等。每個 ACMS II 系統都是單獨校準,以使驅動和補 償線圈能於樣品位置產生適當的淨感應訊號。

每個檢測線圈還包含一個低導電係數的校準線圈。這兩個單圈的校準線圈串聯並 位於每個檢測線圈的中心,當樣品量測時,相位和震幅會通過將樣品放置在兩個 檢測線圈之間並切換校準線圈進入檢測線圈電路,使校準精度提升。



圖 III.2、ACMS II 感測線圈組

除了 ACMS II 驅動線圈提供的交變場外, PPMS 平台還可以在 AC 和 DC 測 量期間提供恆定場。恆定場的大小可以高達 16 T,最大磁場大小取決於 PPMS 中超導磁鐵的類型。PPMS 超導磁鐵所產生的磁場具有高均勻性,在測量區域可 以限制磁長的不均勻度在約 0.01% 內。

Quantum Design ACMS II 最顯著的特點之一是它能夠準確地分離交流磁力矩響 應(AC moment response)的實部和虛部部分。根據線圈的電阻和導電特性,所有 交流電磁儀器在驅動信號和測量信號之間都互有相移(phase shifts)。這些相移取 決於像是溫度和交流驅動頻率...等等的參數,因此也可以說是容易受到各種測量 參數的變化。能夠做到將樣品相移與儀器本身產生的相移分開是非常重要的。通 過在沒有樣品的情況下實際對於每個測量點執行測量, ACMS II 會校正於儀器 相關的相移,而後再使用校準線圈去模擬具有實際樣品的響應。

27.5 探頭溫度量測 (Probe Thermometry)

ACMS II 線圈組安裝在 PPMS 樣品艙的底部,因此 PPMS 的自動溫度控制功 能可用於控制 ACMS II 線圈組。

除了 PPMS 溫度計,ACMS II 也在線圈上直接安裝了一個溫度計。該溫度計有助於減少熱滯後(thermal lags)的誤差,特別是在高溫情況下。樣品藉由 PPMS 樣品艙中低壓氦氣的熱導率,與 ACMS II 溫度計保持緊密的熱連接。

這樣的設計提供了快速的熱響應時間。精確的溫度控制硬體設備和自動化軟體提供了快速且方便使用的溫度測量。

27.6 ACMS II 控制模組 (ACMS II Control Area Network (CAN) Module Electronics)

ACMS II 線圈通過灰環(gray-ringed) Lemo 連接到 PPMS 電子設備,該連接器位於 PPMS 樣品艙的底部。此配置使用現有電子線路建構至 PPMS 硬體,因此無需外加額外的接線和連接器。

ACMS II 選件包括一個安裝在 Model 1000 模組控制系統中的 ACMS II CAN 模 組。 ACMS II 模組提供電子訊號以產生所需的激發電流於驅動線圈中,並有效 地測量和分離樣品交流磁化率中的實部與虛部分量。 AC 板中最核心的部分是 高速刺激響應 (AC stimulus response, ACSR) 卡,用於產生交流訊號源並處理檢 測線圈的響應訊號。

ACMS II 還使用了馬達控制模組。馬達控制模組包含的電子設備可以控制樣品 傳輸線性馬達。

28. 安裝和拆卸 ACMS II 裝置(Installing and Removing the ACMS II Option)

28.1 硬體和軟體的初始安裝(Initial Installation of the Hardware and Software)

本章節將介紹如何安裝初始的 Quantum 交流磁化率量測系統 (ACMS II)。這些 程序僅適用於第一次設置和使用 ACMS II 裝置。若是在停用後,重新安裝 ACMS II 裝置並使用不同的量測項目 (例如,熱容量量測),則需要使用並按照 "啟用 ACMS II 量測裝置軟體"中的程序執行再次安裝。

表 III.1 列出了 Quantum Design ACMS II 量測模式下所需的組件,必須先確認在 開始安裝過程之前有從原廠商收到表中所有的組件。

COMPONENT	PART NUMBER	ILLUSTRATION
Linear Motor Transport	4096-400	Figures 2-1, 2-6, 2-7, 2- 8, 5-1, 5-2,
Extender tube flange (sometimes referred to as the "Bottom Weldment Flange") and O-rings	4096-418 or 4096-450 and VON2-030	Figures 2-1, 2-6, 2-7, 2- 8, 5-1
Storage Case	4096-150	Figure 5-2
ACMS II Coilset Assembly*	4084-850	Figures 2-1, 2-2, 2-3, 4-4, 5-3, 5-4
Sample Guide Tube	4096-301or 4096-350	Figures 2-1, 2-4, 2-5, 5-5
Sample Rods	4096-352or 4096-275	Figures 2-1, 5-6
Sample Holders (paddle-shaped)	4096-392	p. 3-4
Sample Straws	4096-391	p. 3-5
Signal Cable Assembly	3084-801-01 or 3084-801-02 or 3084-801-03	Figures 2-1, 2-8, 5-9
Motor Drive Cable	3096-200 or 3096-201	Figures 2-1, 2-8, 5-10
Model CM-A Motor Module**	4101-100	Figures 2-1, 2-8, 5-11
Model CM-M ACMS II Module	4101-430	Figures 2-1, 2-8, 5-12
ACMS II Option User's Kit	4084-810	Figure 5-7

表 VIII.1、ACMS II 系統組件

*This item is shipped in the ACMS II Option User's Kit. **This item might be pre-installed in the system.

安裝過程

若是要執行完整的初始安裝步驟(原廠商或工廠並未安裝任何裝置或組件),則 其過程會包括以下階段:

- ➢ 安裝和確認模組控制系統、CAN 網絡適配器和 CAN 驅動程序軟體(之前 並沒有其他安裝在系統上的 CAN 相關測量裝置)
- ▶ 插入控制模組
- ▶ 加熱樣品室,並將磁場設置為零,隨後將樣品艙洩壓排氣(Vent)
- ➤ 安裝 ACMS II 線圈組樣品座 (coilset puck)
- ▶ 插入樣品導桿(sample rod guide tube)
- ▶ 安裝樣本傳輸線性馬達(linear motor transport)
- ▶ 完成電性連接
- ➢ 安裝 MultiVu 軟體應用程式和 ACMS Ⅱ 軟體
- ▶ 啟動 ACMS II 裝置設備
- ▶ 配置 ACMS II 線圈組

完整 ACMS II 量測裝置的初始安裝總時長應該會小於 30 分鐘。如果只執行了 部分的安裝,請確實檢查每個安裝的步驟說明,以確保沒有錯過任何關鍵重要的 步驟。



圖 XXIV.3、PPMS 系統中 ACMS II 量測裝置的組件示意圖。

28.1.1 安裝模組控制系統和 CAN 網絡適配器(Install the Modular Control System and CAN Network Adapter)

首先,只有在 Model 1000 的模組控制系統以及驅動程式軟體皆尚未安裝在 PPMS 和 PC 時,才需要按照此步驟進行配置;而如果上述的系統程式已經配置使用 Quantum Design 模組,可以直接跳轉到下一小節。若是要安裝 Model 1000、CAN 網絡適配器和 CAN Manager 驅動程式軟體,需參閱 Model 1000 模塊控制系統用 戶手冊。

系統確認

當使用者完成 Model 1000 和其他組件的安裝後,需要先確認系統:

- 1. 確認電源線已經連接到 Model 1000 上並且電源開闢呈開啟的狀態。
- 2. 確認 Model 1000 前面的綠色電源 LED 有亮。
- 3. 確認 Model 1000 是否藉由 CAN 網路電纜線連接到 PC 上的 CAN 適配器。

28.1.2 準備量測系統 (Prepare the System for Option Installation)

準備 ACMS II 量測裝置的配置,首先會使用 MultiVu 應用程式將樣品室加熱到 300K,並且磁場設置為 0 Oe,隨後將樣品艙洩壓排氣(Vent)。之後,需要將當前 安裝在樣品艙室中的任何樣品座或量測裝置取出,當使用者執行此操作時,請務 必也將樣品艙室出入口固定 KF 40 O-ring 的標準中心環(standard centering ring)移 除,因為 ACMS II 量測時會置入一個特別設計的樣品導管組。

- 1. 將系統溫度設置為 300 K。
- 2. 將磁場設置為0Oe。



在嘗試安裝或拆卸線性電機傳輸之前,需確認附近沒有其他的 磁場設備干擾(例如:NMR 或其他實驗所需的磁鐵)。

3. 將樣品艙洩壓排氣(Vent)。

注意!

- 4. 移除安裝在樣品艙中的任何樣品座或組件。
- 5. 卸下頂部樣品艙室出入口的標準圓心環(或任何其他硬體)。

28.1.3 安裝 ACMS II 線圈組 (Install the ACMS II Coilset)

線圈組樣品座包含 ACMS II 驅動線圈和檢測線圈,以及一個溫度計監測樣品溫 度。通過使用標準樣品座插入工具可以將線圈組樣品座插入樣品艙,其安裝步驟 與插入其他類型的樣品座相同程序 (有關更多信息,請參閱系統用戶手冊)。注 意:必須先安裝樣品座再插入樣品管(sample tube)。

- 1. 在系統上,確認所有物品已從樣品艙開口中取出,包括標准中心環。
- 2. 確認檢測線圈組圓盤(4084-850)的序列號(serial number), 如圖 III.4 所示。 該序列號在後續步驟中將用於識別線圈組的校準數據。
- 3. 使用樣品座插入工具將線圈組插入樣品艙,如圖 III.5 所示。



圖 XXV.4、線圈組樣品座(4084-850), 圖 XXVI.5、使用插入工具安裝 其中的兩個箭頭指向線圈組序列號的 ACMS II 線圈組樣品座之示意圖 位置以及用於接觸樣品座插入工具的

PUCK EXTRACTOR

COILSET PUCK

28.1.4 置入樣品導管 (Insert the Sample Tube)

安裝環

樣品導管包含低摩擦軸承套(bearing sleeves),可將樣品桿置於線圈組的中心。圖 III.6 中示意了樣品導管之組件(sample-tube assembly),可以看到樣品導管組件的 頂部包括一組圓心環和一個定位柱(stabilizer post)。當樣品導管插入樣品艙的時 候,定位柱(stabilizer post)會伸入樣品艙和位於樣品線性電機傳輸上的延長管輪 緣(extender tube flange),如圖 III.7 所示。定位柱(stabilizer post)的主要功能是在 傳輸系統已安裝時充當引導,並保持系統中樣本運動的準直。



圖 XXVII.6、樣品桿導管組件 (圖中以 4096-301 為例)。

使用以下步驟安裝樣品管組件。

- 確認已從系統頂部卸下標准圓心環。(並確認另一個 ACMS II 量測專用的圓 心環組已經安裝到樣品桿導管組件中)
 注意:不能在樣品線性電機運輸與樣品艙之間使用標准圓心環。為符合安全 機制,ACMS II 量測系統不能安裝在非 ACMS II 量測特定的組件上,例如 ACMS II 的樣品桿導管組件,其中帶有一組特定的圓心環以及穩定柱。
- 檢查樣品管圓心環上的O型橡膠圈(O-ring)是否有灰塵或污垢,若是有受到汙染就必須擦拭乾淨並且使用真空潤滑油輕輕塗抹於橡膠圈上。
- 3. 以圖 III.7 為參考步驟圖,小心地將樣品管組件放入樣品艙中,直到 ACMS II 的圓心環組位於頂部蓋板上。

28.1.5 安裝樣品線性傳輸馬達(Mount the Sample Linear Motor Transport)



注意!

在嘗試安裝或拆卸線性傳輸馬達之前,需確認附近沒有其他的 磁場設備干擾 (例如:NMR 或其他實驗所需的磁鐵)。

樣品線性傳輸馬達(sample linear motor transport)如圖 III.8 所示,其功用在於可以 移動樣品。當樣品管插入樣品艙後,線性電機運輸可以直接安裝於樣品艙的開口 處。在安裝線性電機運輸之前,必須先卸下運輸塞(shipping plug)並安裝延長管輪 緣(extender tube flange)組件。



圖 XXIX.8、樣本傳輸線性馬達 (4096-400) 的前視圖和後視圖。後視 圖 (右)顯示了有安裝運輸塞(shipping plug)的運輸工具;在前視圖 (左)中,運輸塞(shipping plug)已經由延長管法蘭(extender tube flange)所取代。

注意!

- 在安裝直流線性電機運輸裝置時要非常小心,其具易碎、沉重且重量大約在10公斤(22磅)左右的特性。
- 必須始終使用 ACMS II 專用的組件(例如:專用的圓心環組),以確保設備安全並正常得運行。
- 始終使用法蘭夾(flange clamp)(圖七)將線性電機傳輸裝置固定在定位柱 (stabilizer post)上。
- 1. 準備延長管法蘭(extender tube flange):
 - 找到延長管法蘭和法蘭 O 型橡膠圈 (組件號 VON2-030)。
 - 使用無絨的紙巾(例如:Kimwipe)擦拭法蘭頸部以去除灰塵或污垢。
 - 將 O 型橡膠圈放入延長管法蘭的頸部,並用力按壓 O 型橡膠圈以確保
 它完全就位。

- 擦拭O型橡膠圈並使用真空油輕輕塗抹。
- 在未安裝的時候,將延長管法蘭放在乾淨的紙或無絨的布上。
- 從儲存箱中取出樣品線性電機運輸裝置及其支架將它們放置在穩定的工作檯 面上,使電機保持垂直。
- 3. 從樣本傳輸線性馬達底部拆下運輸塞(shipping plug)(III.8)。
- 確認延長管輪緣的O型橡膠圈仍在原位,並且其暴露的表面是乾淨的。如果 有灰塵或髒污,請將其清潔並使用真空油輕輕塗抹。
- 以圖 III.8 為例,將延長管法蘭旋進樣本傳輸線性馬達底部直到連接牢固。需 注意只能用手擰緊管子。
- 從支架上取下樣本傳輸線性馬達,並使其一直保持直立的狀態。例如,可以 使用一隻手握住線性電機運輸裝置的頂管、另一手則托住延長管法蘭上去支 撐重量。
- 7. 將樣本傳輸線性馬達傳送裝置放在系統的頂部法蘭上,方法是將電性連接器 連接於恆溫器(crostat)的後部。線性電機運輸應滑過樣品桿導管組件頂部的定 位柱(stabilizer post)。圖 III.9 顯示定位柱在樣品艙的位置、線性電機運輸的正 確方向,以及設備的其他相關部件。
- 8. 確認圓心環組緊夾於頂部法蘭和線性電機運輸之間。
- 9. 將法蘭夾連接到法蘭上,法蘭夾需持續將線性電機運輸固定於定位柱上。



圖 XXX.9、將樣品線性電機傳輸裝置安裝在定位柱頂部上。
28.1.6 完成系統連接(Complete the System Connections)

以圖 III.10 作為安裝步驟,完成 ACMS II 部件的電性連接。連接器安裝之後, 需確認其連接是否牢固。



圖 XXXI.10、PPMS 上的 ACMS II 量測部件連接。

28.1.7 啟動 ACMS II 軟體(Activate the ACMS II Option Software)

使用以下說明安裝 MultiVu 和 ACMS II 軟體應用程序於電腦。如果已購買了 ACMS II 量測配件作為新系統的一部份,可以直接跳到下面的第三步驟"確認 ACMS II 軟體是否已正確安裝......"。

- 1. 如果尚未安裝最新版本的 MultiVu 軟體程式,請先安裝。
- 2. 通過啟動 ACMS II 的安裝精靈(setup wizard)並按照其中指示的安裝步驟來安裝 ACMS II 軟體。
- 3. 通過從 MultiVu 中啟動(activate)來確認 ACMS II 軟體是否已正確安裝:
 - a. 啟動 MultiVu 應用程序。
 - b. 在 MultiVu 主目錄欄上的功能列(上方的應用視窗)中,先選按功能 (Utilities)目錄。
 - c. 選擇功能(Utilities) >>啟動選項(Activate Option)。
 - d. 隨後,選項管理器(Option Manager)視窗會開啟。單擊 ACMS II,然後單擊 "啟動(Activate)"按鈕(如圖 III.11 視窗所示)。

Option Manager	X
Available Options : ACMS II Dilution Refrigerator Electrical Transport Heat Capacity for DR Heat Capacity for He3 Helium3 Multi-Function Probe Resistivity Rotator Thermal Transport Torque Magnetometer VSM Activate>> (< Deactivate Connection Diagrams Close	Active Options :

圖 XXXII.11、選項管理器(Option Manager)視窗。

4. 當啟動 ACMS II 選項後,將會立即發生以下三件事。

校準。

- ACMS II 訊息(Log)視窗和 ACMS II 控制中心(Control Center)將會開啟(參考圖 III.12)。控制中心視窗中,可以看到四個版面或按鍵選項(tab),分別為 安裝(Install)、數據文件(Data File)、樣品(Sample)和進階(Advanced)。安裝 (Install)選項通常會在控制中心開啟時為於最前面的位置。(當運行模擬模式時,ACMS II 控制中心(Control Center)的標題會為 ACMS II.) 需注意,設定 ACMS II 系統(Configure ACMS II System)之按鈕位於艙室 狀態(Chamber Status)版面的下方;點選此按鈕可以用來確認和測試線圈組的
- 樣本傳輸線性馬達將執行歸位(Home)操作。在歸位操作期間,系統會藉由經 歷一個完整的運行週期,找到傳輸的完整過程區段。運行週期會在樣本位置 的頂部作結束。
- MultiVu 目錄欄上的查看(View)、樣品(Sample)和量測(Measure)目錄可以顯示 ACMSII 的特定功能,例如在 ACMS II 控制中心(Control Center)視窗 (圖 III.12)底部的狀態(Statue)欄顯示"ACMS II 就緒(ACMS II Ready)"和 ACMS II 特定命令可以在量測(Measure)下拉目錄(圖 III.13)。

ACMS II Log		
1/17/2014 5:04:15 PM 1/17/2014 5:04:16 PM 1/17/2014 5:04:22 PM 1/17/2014 5:04:22 PM 1/17/2014 5:04:22 PM 1/17/2014 5:04:22 PM 1/17/2014 5:04:22 PM 1/17/2014 5:04:26 PM 1/17/2014 5:04:46 PM 1/17/2014 5:04:46 PM	ACMS II Release 0.1.0 Build 8 Connecting to the CAN network Initializing Motor module Module name : Quantum Design Linear M HW Version : 3101-100 E3 Serial No. M SW Version : SRV No X-over 01.03.11 Initializing ACMS II module Module name : ACMS HW Version : 3101-430 A0 Serial No. SW Version : 00.08.16 Illegal or missing ACMS Module SROM dat Checking motor limits and homing motor Initializing coil thermometer Unable to read ACMS thermometer resistar Unable to initialize coil thermometer. Using ACMS II Ready	• III +
<	4	.tł.

ACN	IS II [No D	atafile]			-0		
Install	Data File	Sample	Advanced				
Cham	per Status						
		1					
Instal	I/Remove				Configu	re ACM	SII
Instal	I/Remove ample				Configu Sy	stem	SII
Instal S	I/Remove ample Adv. Loca	te M	easure DC	Measu	Configu Sy	re ACM: rstem Help	SII

圖 III.12、上方為 ACMS II 備註視窗,下方為 ACMS II 控制中心視窗。



- 圖 XXXIII.13、MultiVu 目錄欄和 ACMS II 選項的量測(Measure)下拉目錄欄。
- 5. 確認檢測線圈組樣品座上的序列號,並且測試線圈組溫度計和執行系統校準。

29. 樣品製備和安裝 (Sample Preparation and Mounting)

29.1 簡介

本章包含以下信息:

- 第 29.2 節討論對使用 ACMS II 選項的樣品限制。
- 第 29.3 節介紹如何安裝使用 ACMS Ⅱ 選項的樣品來進行量測。

29.2 樣品性質

您的交流和直流测量結果的品質將受到樣品尺寸和形狀以及磁矩大小的影響。

29.2.1 尺寸和形狀

ACMS II 中檢測線圈的幾何形狀限制了可測量樣品的尺寸。圖 III.4 給出了 ACMS-II 線圈組圓盤的尺寸。為了使樣品和样品載台安裝到檢測線圈中而不會 產生與線圈組的內壁摩擦的高風險,它們的直徑應小於 6 毫米。摩擦加熱(特 別是在低溫下)和高場測量中的噪訊是樣品載台和線圈組之間摩擦的常見症狀。 在交流磁化率的測量中,樣品需在檢測線圈中保持垂直居中,因此準確讀取交流 磁特性需要樣品高度小於約 6 毫米,這是由於檢測線圈之一的高度為 14 毫米, 準確的量測須使樣本的垂直尺寸小於線圈長度的一半。對於直流測量來說,因樣 品需在檢測線圈之間做上下振動,導致直流磁矩對樣品尺寸和形狀比交流測量更 敏感,直流響應是根據套件中所包含的 Pd 標准樣本進行校準,因此量測 DC 磁 矩對於這些相同尺寸的樣本來說,是可以達到相同的精確度。由於該測量與 VSM 套件使用的測量方法相同,並且 ACMS-II 線圈設計的比 VSM 檢測線圈 大,因此 ACMS-II 套件與 VSM 套件中的 DC 測量磁矩相比,ACMS-II 套件 對樣本大小和形狀的依賴性較小(見圖 VSM 套件用戶手冊 1096-100 中的 3-1)。

29.3 安裝樣品

29.3.1 準確的樣品定位

ACMS-II 系統使用觸底技術(touchdown technique)使樣品在檢測線圈中自動居中。 這種技術在第 30 章中有詳細描述。要優化觸底過程,請在準備工作中特別注意 兩個步驟:

○ 確認樣品安裝在樣品位置量測裝置上距離樣品載台底部 25 毫米附近。

Quantum Design 為您提供了一個特殊的樣品安裝量測小工具(見圖 III.17), 用於定位樣品。 ○ 確認樣品載台的末端有一個非常明確的接觸面,用於執行觸地操作。

○ 樣品架的總長度應為 96 毫米:如果使用吸管,則在與吸管適配器 (4084-815)

組裝時將吸管切割成 83 毫米以提供正確的總長度 Quantum Design 建議您將 樣品定位在距離樣本載台底部 25 mm 之處。線圈組底部檢測的圓盤表面上方距 離量測線圈組的中心之高度約為 30 mm,因此 25 mm 的偏移量會留下 5 mm 的安全間隙。請注意,對於直流測量,將有來自樣品載台底部的"末端效應"信號 會加總至樣本的訊號當中。對於反磁性(M(H) 中的負斜率)的樣品載台材料(例 如吸管),將產生順磁性的貢獻。

29.3.2 ACMS 樣品安裝技術

Quantum Design 提供的樣品載台專為安裝在安裝小工具上而設計。使用安裝小 工具可以更好地確定支架的總長度和样品的確切位置。易碎的石英載台是專為磁 性非常小的樣品而設計,而泛用性較高的吸管則提供了多功能性。



- A. 石英載台是從直徑 4 毫米的石英棒重新切削而成的。表面 微裂紋的消除提高了石英載台的機械強度。浸泡硝酸可去除 石英載台的表面雜質。光滑的表面使清潔載台變得容易,但 會減少膠水的附著力。轉接頭由玻璃填充的聚碳酸酯製成, 絕不能接觸各式有機溶劑,尤其是丙酮。石英片的外粘合表 面經過打磨,以幫助與環氧樹脂粘合。在製作石英載台時, 其頂端上添加了一個互補的形狀墊片,並放入含有環氧樹脂 的適配器內。環氧樹脂經過特殊選擇,可承受高溫 (400 K) 和低溫條件。該組件是在定制夾具中直接固化。
 - a. 對於平行於場的薄膜樣本安裝(參見左側的圖 III.14),不 要超過載台的寬度。強磁性的樣品可以使用黃銅載台固定 並獲得更好地保護。將石英載台放入樣本位置量測裝置。 使用尖銳的牙籤或其他工具,滴一小滴膠水至載台上,將 薄膜放在膠水上並按下以確保粘合。讓它達到完全乾燥的 條件。如果樣品可以承受熱量,可將樣本置入樣本腔中, 將溫度提高到 340 K後,淨化(purge)樣品室。返回 300 K 後,執行淨化(purge)和密封(seal)樣本室。樣本牢固後,可 在 300 K 或更低的溫度執行樣本定心(sample centering)程 序。要取出樣品,輕輕拿起石英載台,不可對適配器的連載 的處於, 上, 4 匹方, 茲上に可以可取应到美術唱四边表

圖 XXXIV.14、石英載 接處施加太大的壓力。薄木板可以吸取溶劑並緩慢釋放來 台 溶解凝膠。等待溶劑滲透,用適當的力矩釋放樣品。

- b. 對於單晶樣品和低溫分析,將 GE 7031 塗在晶體上,然後 固定在石英載台上。粉末的樣本可將少量細粉混入一滴導 熱膠中,雖然用這種技術很難得到定量的質量。如果導熱 膠在完全乾燥之前尚未固化,像 5 特斯拉這樣的大場會導 致粉末沿著優選的晶軸排列,該晶軸通過降溫可被凍結在 適當的位置。卡普頓(Kapton)膠帶也是固定少量材料的有效 方法,但須使樣品和膠帶沿運動軸對稱。注意膠帶會被實 驗室環境中的灰塵隨機污染。
- c. 要清潔石英載台,請使用對應於膠水的溶劑。棉籤可使所 有溶劑遠離聚碳酸酯適配器(尤其是丙酮)。不要使用超聲 波震盪器,這可能會在連接點造成裂縫。常見的斷點位於 適配器連接處,這是由於施加在樣品桿上的側向力引起。 在不當的樣品安裝和清潔過程中會經常發生破損。

B. 透明塑料吸管和適配器



圖 XXXV.15、ACMS II 樣品桿 (4096-352) 和吸管適配器 (4084-815)

Quantum Design 提供了一種特定類型的透明吸管(QD 料號 #AGC2-BOX),使 用吸管適配器(料號 4084-815)牢固固定。適配器通過推動主體倒鉤上的吸管 (很像 QD 舊型的吸管倒鉤適配器)連接,然後旋緊外框以固定吸管。 對以下樣品使用吸管:

- 重直於場的薄膜樣本:對角線尺寸 = 5.8mm (例如,4.1 x 4.1mm 方 形膠片);這個最好將膠片放置在推薦的 25mm 位置附近並使用兩段 較短的乾淨的吸管壓扁後沿長軸對折,再從兩端塞入吸管中,妥善的 安裝可使薄膜樣本不動。
- 2. 平行於場的薄膜:寬度 = 6mm;這個寬度將確保薄膜不會滑動,但請 注意,如果需要精確的薄膜垂直對齊,石英載台可能是首選,對於太 小的散裝樣品或薄膜,請考慮剪下約 71 mm 的一段吸管並旋轉九十 度,以便它可以插入另一根稻草中。此法可提供更小的內部樣品安裝 直徑。在插入主吸管後若需加強固定內吸管,可用針在組件附近戳幾 個孔,使孔通過通過外吸管和內吸管。

C. 樣品清潔用品

用於黃銅載台異丙醇 (IPA)、丙酮、甲苯、硝基甲烷的專用棉籤



圖 XXXVI.16、樣品清潔用品

D. 目前僅介紹了將樣品固定到支架上的幾種方法和材料。這主要目標是在測量過程中保持樣品可被視為點源偶極子。因為任何膠水或膠帶的使用都會產生對總磁矩的貢獻,應用該材料需思考其與待測物的合適度並以樣本為中心對稱塗部。

 膠水這個術語鬆散地應用於將樣品固定到支撐材料上的任何材料。通常,材料 會隨著時間的推移而硬化,過程會隨著溫度的升高和保持在真空下而加速。氧 氣液化或吸附到非常高表面積的材料上將在大約 50 K 時產生的磁性特徵。 每種材料都有特定的最佳使用條件範圍;在最低溫度下最好使用 GE-7031,最 容易移除的是使用 Duco 水泥。由於製造商通常不會公開每種膠水的成分含 量,因此很難了解其磁性。一般的規則是無色材料的磁性低於有色材料,因為 材料中使用的染料往往具有磁性特徵。但是,對用戶來說是最好是以量測來驗 證膠水的磁性。 a) 被廣泛使用的 GE7031 清漆是一種乙烯基酚醛粘合劑(安全標籤 H=1;F=4; R=3;PE=3)。隨著容器中的散裝 GE 膠老化,它會變得更濃厚。添加異丙醇(IPA) 和/或甲苯會稀釋溶液。清潔時甲苯為最佳輔助。儲存時間過長或氧化過程會導 致溶液顏色變深。這往往是與增加的磁性特徵相關。理想的溶液是淺褐色或蜂蜜 色溶液,可以自由流動,在這種狀況下無需添加額外的溶劑。

b) 容易獲得的 Duco 水泥在室溫下可用於固定熱性能相似的材料,如石英上的 石英。脆性 Duco 水泥冷卻到 150K 以下時,不同的材料伸縮比將迫使其裂開。 Duco 可能會變稠,但會變乾或固化成稀薄的殘留物。經常使用它的一個關鍵原 因是 Duco 在丙酮中的溶解度佳。用 Duco 固定的粉末,可浸泡在丙酮中移除 Duco 並輕鬆恢復。

c)容易獲得的強力膠(氰基丙烯酸酯)是一種快速乾燥、非常牢固可用於室溫測量的粘合方法。非常薄的性質允許低質量、低磁性的運用。在較冷的溫度下,它可能無法容納不同熱性能的材料。其所需的溶劑是硝基甲烷。硝基甲烷易燃,應小心處理。沾有硝基甲烷的棉籤可以有效率地將樣品從載台上楔出。請參閱MSDS以了解正確的使用這些溶劑時的通風要求。

2. 膠帶是一種簡單有效的固定石英載台的方法。它將防止樣品在測量過程中丟失。如果重量跟樣品對稱,背景訊號可以相當小。保持膠帶不染上實驗室周圍的帶有磁性灰塵是首要課題。

a) Kapton 膠帶通常在低溫下使用,可從 Quantum Design 獲得。在 1.8 K 到 400 K 的整個範圍內, Kapton 膠帶的性質變化不大。作為點源可能在室溫下顯示 10⁻⁶ emu 大小的磁性。就像用吸管一樣,如果膠帶均勻分佈在載台,不會對樣本的量測結果有影響。為了取代普通的吸管, Kapton 管可通過醫材的供應鏈取得, 並且可以在雜質含量最低的情況下提供靈活的直徑選擇性。甲苯或異丙醇 (IPA) 等有機溶劑,有助於在膠帶取下後,溶解載台上的殘膠。

b)可以將薄的鐵氟龍膠帶纏繞在石英載台上以固定樣品位置而不使用膠水。然 而,該技術往往會產生顯著的氧氣訊號,其會在 50K 左右出現。作為預防措施, 可在流程中先使樣本加熱,再使用氦氣對樣本腔做充吹來帶走氧氣。鐵氟龍膠帶 可以使用於儀器的整個溫控範圍,但通常加熱至 350K 就足以去除氧汙染。當 鐵氟龍像包裹樣品的範圍太短,近似為點源偶極時,可測量到更顯著的鐵磁貢獻。 每批鐵氟龍膠帶均應進行雜質檢測。 c)標準的封口臘膜 (Parafilm)和各種蠟材料可用於固定樣品。使用時要注意蠟的最高暴露溫度,而避免融化。這些類型的材料通常的背景磁性都非常小,適用於對空氣敏感的樣品或需要回收的樣品。

30. 立即模式量测(Immediate Mode Measurements)

本章節包含:

30.2 交流和直流測量過程和比較兩種測量類型

30.3 解釋如何安裝樣品並將其置中

30.4 說明如何執行交流和直流測量

30.1 交流磁化率系統量測概述(Overview of ACMS II Measurements)

ACMS II 既是交流感應器,又是直流磁力計。兩種測量類型的區別很重要。直流磁化量測是在特定溫度下施加的磁場中測量樣品的磁矩。而交流磁化量測雖不會直接測量樣品的磁矩,但是會靈敏許多。

一旦 ACMS II 電性連接到系統後,它就會執行直流磁化量測和交流磁化量測。 不需要安裝其他硬體或軟體來轉換兩者。實際上可以在單個序列中對樣品進行兩 次測量。為了節省時間,可以在每個測量步驟測量直流磁化率和交流磁化率。如 果磁化標準與磁化率標準不同,則可以配置序列以個別執行每次測量。

*第一次測量樣品之前,它應該置中於 ACMS II 中的檢測線圈。

在 30.3 節中將會討論定心方法。

30.2 選擇測量方法(Choosing a Measurement Method)

在 ACMS II 選項中,交流測量的靈敏度比直流測量高近三個數量級。導電樣品 通常在交流測量下會產生更大的信號。然而在某些情況下,直流測量比起交流測 量,能產生更好的結果。例如磁矩接近交流量測的底躁(~1 × 10⁻⁸emu)的弱 順磁樣品,通常更容易在 PPMS 超導磁鐵施加的直流場中檢測到,因為較大的 直流場提高了樣品的磁矩,使其遠高於直流測量的底躁(~0.5 × 10⁻⁶ emu)。此 時,直流量測較為適當。大多數 PPMS 平台至少包含 7-T 的直流超導磁鐵,而 ACMS II 僅能持續施加高達 ±10 Oe (1 T = 10,000 Oe) 的交變場。此外,大型或 不對稱樣品載台通常需要採用直流量測方法來解釋背景來源。其他對稱性和場均 勻性問題,例如小的外加場通常也需要使用直流方法。

在決定要使用交流還是直流、測量方法時,還有許多其他點需要考慮。

您需要對於所檢測的樣本類型,選擇合適的置中和測量技術。需要考慮的樣品 特性包括磁性類型、磁矩、導電性、形狀和尺寸。此外,外加場和溫度也很重 要。最後,應考慮實驗檢測的性質。交流磁化率測量與直流測量有根本上的不 同,因為它反映的是在相對小的場變化中,樣品的磁矩變化,而不是在一個相 對較大的固定場中,樣品的絕對磁矩。若您想討論特定的考量因素,您可以聯 繫 Quantum Design,或成大核心設施中的技術人員。

Operating Modes

ACMS II 測量和样品置中可以在立即模式或程序模式下運行。ACMS II 控制中 心上的量測命令和 PPMS MultiVu 量測目錄上的命令會立即執行操作,但每個控 制中心和目錄上的命令必須手動選擇。 ACMS II 的測量序列命令包含在 PPMS MultiVu 程序文件中,在程序運行時會自動執行。任意數量和測量程序的命令組 合可以包含在程序文件中。

只有在選擇 ACMS II 測量數據文件來存儲數據時,才會保存來自立即模式測量 或樣品置中的量測數據。測量和選定的系統數據會在序列模式測量時讀取,樣品 置中的量測數據將自動保存到指定的數據文件。

立即模式的測量對話框會顯示上次相同類型的測量結果(見圖 III.21)。序列模式 測量對話框不會顯示測量結果,但您可以使用它來選擇要保存的系統數據到指定 的 ACMS II 測量數據文件。

*您可以使用 ACMS II 控制中心執行的一般系統操作。控制中心的自動化程序有助於確保安裝新樣本時完成必要的程序並建立數據文件。本章說明了控制中心的使用。

30.3 樣品安裝(Installing a Sample)

30.3.1 連接樣品並測量樣品偏移量(Attach a Sample and Measure the Sample Offset)

1. 使用第28章討論的技術將樣品連接到樣品載台上。

2. 使用樣品位置量測工具測量樣品中心到樣品架底部的距離,讀取刻度位置, 如圖 III.3 所示。這個距離稱為樣本偏移量。準確測量樣品位置至 0.5 毫米的準確度。ACMS II 硬體可以容納 0~25 毫米的偏移量(即樣品位於樣品架的底端)。 然而,樣本偏移量小於 20 毫米可能會導致樣品載台磁性"末端效應"的信號。 而大於 25 毫米的樣品偏移量,會在測量時有樣品架對載台表面發出怪聲的風險。 從安裝台上取下樣品載台(帶有已安裝的樣品)並將其牢固地固定在樣品桿 的末端。

 檢查樣品桿和樣品載台,確保它們是直的。偏差可能導致線圈組中的樣品或 樣品載台摩擦,這將在量測中造成低溫加熱和施加磁場瞬間的嗓訊。



圖 III.17、從樣品量測工具上讀取樣品位置

30.3.2 啟動 ACMS II 選項和控制中心(Activate the ACMS II Option and Control Center)

- 1. 若要啟動 ACMS II 應用程序並打開 ACMS II 控制中心,請選擇功能選項 (Utilities)>> 啟動選項(Active Option)。
- 此時系統也會進行回家 (Home) 操作來判斷樣品傳輸的全範圍 通過觸底然 後回到裝載(頂部)位置來方便移除樣品。

30.3.3 樣品安裝(Install the Sample)

- 1. 在 ACMS II 控制中心的安裝選項中,點擊安裝/移除樣品(Install/Remove Sample)。
- 點擊 Open Chamber 按鈕(在說明區下方)。精靈會將樣品室的溫度設定到 室溫後,在樣品室注入乾淨的氦氣,然後將樣本傳輸移至頂部,說明 (Instructions) 區域將顯示這些過程的狀態。
- 3. 當說明區域顯示樣品室已充滿氦氣且傳輸已在頂部位置時,使用下面的順序

安裝樣品桿和樣品。

- 如果您尚未測量樣品偏移位置,請使用樣品位置量測工具,從樣品載台末端 獲取樣品偏移量(請參閱第 30.3.1 節)。
- •將樣品載台連接到樣品桿上。
- 從線性馬達傳輸裝置的頂部取下蓋子。
- 將附有樣品載台的樣品桿插入樣品端入口,直到樣品桿頂部的磁力鎖與 線性馬達的磁力鎖環嚙合。 確認磁力鎖已接合磁力鎖環。

*重要提示:當樣品通過上方時,將受到高達200高斯 垂直磁場的影響。如果這對您的樣品來說是不可接受的, 請聯繫您當地的 Quantum Design 服務人員或成大核設 中心的技術人員。

- 4. 點擊 ACMS II 下方安裝精靈的下一步 (Next)。
- 打開一個新的或現有的輸出數據文件。請注意,此處輸入的所有參數均用於 參考,不用於計算樣品的磁矩。
- 點擊對話框底部的下一步 (Next)。如果您使用樣品位置量測工具定位樣品, 您可以在這裡掃描樣品的偏移量或手動輸入偏移量。
 - 從彈出選單中選擇交流或直流定心掃描。
 - 樣品的信號必需要大於 ~10⁻⁵ emu 才能使用直流定心掃描。這可能需要 外加磁場以磁化您的樣品。
 - •磁污染和样品載台的末端效應會掩蓋樣品信號,所以建議用已知的近似樣
 本來驗證掃描結果。
 - 進階置中 (Advanced Centering) 模式會將馬達定在固定高度,不會允許觸 底置中。因此一般不太建議。



圖 XXXVII.18、大的正磁矩的直流置中掃描範例

7. 單擊對話框底部的下一步(Next) (圖 III.18)。 此按鈕會打開最後一個 ACMS II 安裝精靈的頁面(圖 III.19),它會顯示樣品偏移位置和相關說明。

Chamber Status
300 K, Stable, Purged and sealed
Instructions
You have entered a sample offset position of 25.02 mm for touchdown centering. Make sure the cap is on the transport and press "Close Chamber" to obtain the initial touchdown position and purge the sample chamber. You may select a normal purge/seal or an extended purge.
Close Chamber Use Extended Purge

圖 XXXVIII.19、ACMS II 安裝精靈的最後一個步驟

在您計劃使用低溫 (T<270 K) 時,請選擇使用延伸清理(Use Extended Purge)。 請注意,這10 分鐘的延伸清理必須在開始測量溫度變化之前完成。

1. 將蓋子放在線性馬達傳輸裝置上,然後單擊關閉艙室(Close Chamber)。

*重要提示:當觸底操作進行時,請勿在計電腦上執行任何 CPU 密集型任務。

2. 您現在可以設置系統以執行樣品測量。

30.3.3.1 觸底操作(THE TOUCHDOWN OPERATION)

通過觸底操作完成自動樣品置中。要執行一個觸底操作,線性馬達傳輸裝置要降 低樣品桿直到樣品載台末端接觸線圈內部的底面(圖 III.20)。此時,軟體基於 線圈組的尺寸和樣品載台上的樣品位置,可以量測出線圈組和樣品之間確切的偏 移量。然後線性傳輸裝置會將樣品的中心移動到線圈組的中心,按以下關係繼續 測量:

量測位置=(觸底位置)+(線圈組高度)-(樣品偏移量) 其中線圈組高度為40毫米。



圖 XXXIX.20、觸底置中操作

30.3.3.2 安排觸底操作 (SCHEDULING TOUCHDOWN OPERATIONS)

該軟件通常在指定的時間間隔(通常為 10 分鐘)或溫度間隔(通常為 10 K) 自動執行觸底操作。也可以在程序中(**直流>>樣品置中**)立即量測模式(**測量>>** MultiVu 下拉選單中的**直流置中樣品)**進行觸底操作。

30.4 進行 ACMS II 測量

僅當 ACMS II 硬件已安裝時,才能進行 ACMS II 測量安裝並在 PPMS MultiVu 軟件中啟動 ACMS II 選項。請參閱第 30.3.2 節安裝和啟動 ACMS II 套件。

樣品在第一次測量前,應先執行定心程序以獲得樣本相對於 ACMS II 套件的檢 測線圈的偏移值。樣本經歷大的溫度變化後,應重新定心,並建議用不同的測量 方法執行定心程序。參考第 30.3.2 節的說明並執行定心程序,以使樣本居中。

在進行測量之前,您可能需要參考第 30.2 節 "選擇測量方法" 和第 30.2.2 節 "操作模式"。

30.4.1 進行交流磁化率测量

30.4.1.1 在立即模式下進行測量

簡而言之,您在立即模式下進行測量,首先須安裝樣品,然後定義和進行測量。 完成以下步驟以獲得量測數據:

- 如果要選擇不同的數據,請選擇 ACMS II 控制中心的數據文件 (Datafile) 分 頁來選擇一個現有文件或創建一個新文件。控制中心的"性質" (Property) 分 頁顯示存儲在所選數據文件的標題中,用戶所輸入的樣本性質信息。如果在沒 有選擇數據文件時運行測量,數據將被丟棄。
- 2. 將樣品安裝在合適的樣品載台上。請參閱第 3.2 節。
- 3. 選擇 ACMS II 控制中心的樣本 (Sample) 分頁。然後選擇更換 (Change) 按 鈕並將樣品插入樣品室。第 3.3 節描述了這個過程。
- 選擇 ACMS II 控制中心的測量 AC 按鈕或選擇 Measure >> ACMS II AC Susceptibility 菜單選項。 ACMS II 交流磁化率對話框打開(見圖 圖 III.7)。

Settings Center	ing Advanced	Last Measure	ement	
Measure Type Multiple Measure	surements	Temperature	299.99	к
Repetitions	5	Field	0.1440467983	0e
Continuous M Excitation	leasuring	Moment	3.46354E-12	emu
Amplitude (Oe)	3	Phase	0.0335892	deg
Frequency (Hz)	10,15,20,3	Moment Std. Dev.	5.56322E-13	emu
 Time (secs) Cycles 	5	Settings ca while	annot be change e measuring	d
			_	

圖 III.21、交流磁化率對話框。對話框左側的項目顯示了在開始測量之前應設 置的測量條件。對話框右側的項目顯示最後一個立即模式的交流磁化率測量 結果。

5.交流測量設定如下。

- a. 在進階 (Advanced) 分頁中,選擇交流磁化率測量類型和進行相關
 參數的設定。三點測量模式可以用於即時模式交流測量。但是五點 測量是默認和最準確的測量模式。最快但最不準確的模式是單點測量。參見表 III.2。
- b. 在設置 (setting) 分頁中,定義施加到樣品的交流場正弦波振幅。並 非所有振幅值都可以在所有頻率與溫度範圍下實現。交流場的振幅 在所有頻率下都可以產生高達 10 Oe 的強度。
- c. 在設置 (setting) 分頁中,定義施加到樣本上交流場的頻率。
- d. 同樣在設置 (setting) 分頁中,定義測量的時間(秒)或週期數。時間(秒)指定每次測量收集數據的持續時間,系統會自動調整成正

弦波週期的整數倍,用以平均數據。另一方面,若選擇週期數的選 項,系統將記錄設定次數的量測數據並對其平均。

測量模式	在哪裡測量	建議採用的情境
五點	(1) 線圈陣列中心	這提供了一個經校準的
	(2) 底部檢測線圈	測量與溫度漂移補償。兩
	(3) 頂部檢測線圈	次的中心量测(在
	(4) 底部檢測線圈	bottom-top-bottom 之前
	(5) 線圈陣列中心	和之後測量措施)可以抵
		銷線性的溫度漂移。
三點	(1) 底部檢測線圈	這提供了更快的校準測
	(2) 頂部檢測線圈	量但沒有溫度校正。應
	(3) 底部檢測線圈	該對適合大多數測量。
一點	 (1) 底部檢測線圈 	用於最快但不需準確數
		值的測量。單點測量使
		用以前的四點或五點測
		量校準。

表 III.2、交流敏感性測量的測量模式

e. 在交流磁化對話框中選擇測量 (Measure) 按鈕。測量開始。

30.4.1.2 渦電流 (Eddy current) 造成的系統加熱與交流場的應用限制 (LIMITATION OF THE APPLIED AC FIELD DUE TO EDDY CURRENT HEATING)

渦電流 (Eddy current) 造成的系統加熱與交流場的應用限制在低溫下, ACMS II 產生的交流場會導致 PPMS 樣品和 ACMS II 的感應線圈加熱。交流場在樣品腔 中的銅部分會感應生成渦電流,導致焦耳加熱。為了防止這種升溫,用戶應注意 在低於 25 K 的溫度下施加的交流場強度。表 III.2 顯示了建議最大施加場作為 溫度、頻率和測量時間的函數,應用於確保溫升小於約 0.25%。如果更多,可以 應用更大的字段溫升是可以忍受的。請注意,17 Oe 大約是 ACMS II 套件可以 生成最大交流場振幅。

T		Freque	ncy (Hz)		
Temperature (K)	10	100	1000	10000	
10	17	17	17	11	Exc
4	17	17	17	7.7	citat
2	11.9	9.4	6.8	1.7	ion
1.9	9.4	6.8	5.1	0.85	() Fie
1.8	5.1	5.1	4.3	0.85	e)

表 IX.3、避免壓熱系統的最大交流場振幅 (Oe)

30.4.2 進行直流磁化強度測量

30.4.2.1 在立即模式下進行測量

簡而言之,您在立即模式下進行測量,首先須安裝樣品,然後定義和進行測量。 完成以下步驟以獲得量測數據:

- 如果要選擇不同的數據,請選擇 ACMS II 控制中心的數據文件 (Datafile) 分 頁來選擇一個現有文件或創建一個新文件。控制中心的"性質" (Property) 分 頁顯示存儲在所選數據文件的標題中,用戶所輸入的樣本性質信息。如果在沒 有選擇數據文件時運行測量,數據將被丟棄。
- 2. 將樣品安裝在合適的樣品載台上。請參閱第 29.2 節。
- 3. 選擇 ACMS II 控制中心的樣本 (Sample) 分頁。然後選擇更換 (Change) 按 鈕並將樣品插入樣品室。第 29.3 節描述了這個過程。
- 4. 選擇 ACMS II 控制中心的 DC Measure 按鈕或選擇測量 ACMS 直流磁化 強度選項。直流磁化對話框打開。

Settings C	entering	Advanced	Last Measur	ement	
Excitation P Peak	arameters 2.0	mm	Temperature		К
Amplitude Frequency	40.0	Hz	Field		0e
Max. Accel.	126.331	m/sec ²			_
Max. Moment	-1250	emu	Moment		emu
Ranging Autorang Range (n	nV) [1	00 👻	Moment Std. Dev.		emu
Data Logg	ging s	elect			

圖 III.22、直流磁化強度量測對話 框。對話框左側的項目顯示的測量 條件應該在量測之前設置完成。右 側的項目對話框顯示結果最後的磁 化強度量測數值。

- 5. 定義直流測量如下:
 - 定義振幅峰值和平均時間以獲得測量值。

 選擇用於電壓讀值的取樣模式。自動倍率選擇 (Autorange) 可改變 放大器的倍率,在每次測量開始時進行設置,以便選擇最佳倍率。 粘性自動倍率選擇(Sticky Autorange)可防止增益倍率發生變化,直 到絕對必要為止。固定範圍(Fixed Range) 僅使用一個用戶指定的 放大倍率。

6. 在直流磁化對話框中選擇開始按鈕。測量開始。

31 交流磁化率量測範例

相較於直流磁化率的量測,交流磁化率的量測可以對外加擾動的磁場的振幅與 頻率做變化,也因此,交流磁化率的量測更適合於解析動態的磁性行為,以下 我們將以有著特殊形貌的奈米化超導體作為例子¹,這個例子有趣的地方在於其 特殊的晶粒形貌是由絕緣的模板來提供,而這些絕緣體會形成超導體中的人工 釘札點,並使得渦漩存在於超導體中,我們利用此一特性賦予第一類超導體第 二類超導體的行為。交流磁化率是解析渦漩動態的重要工具之一,我們以此例 來介紹交流磁化率的量測能力,主要是此例包含了變振幅,變頻率以及不同外 加磁場的量測,希望能對用戶有些微的幫助。

31.1 超導體在不同震幅交流場下之交流磁化率隨溫度之變化

我們將錫、銦與汞利用高壓填充至相同的模板當中後,來研究其超導行為的變 化,首先我們可以看到,超導體的交流磁化率量測的實部與虛部有著截然不同 的表現,交流磁化率實部的數據隨溫度的降低,可以看到在超導相變溫度以 下,其反磁性越來越大而達到飽和,而虛部的數值會在相變溫度之下先上升, 達到峰值後下降至零,在此系統中,虛部的數值為零是由於渦旋被完全釘札所 致。此外,我們也可以看到震幅的增加會將待測物的超導相變溫度推向較低的 溫度與相變的寬化。且振幅會正比於量測的訊號,歸一化後會使得其躁訊比增 加,因此,某些系統在振幅的設定上須留心。在插圖中,我們可以觀察到,其 虛部的峰值溫度與震幅有特殊的關係,在超導相變寬度在 0.5 K 的情況下,合 適的量測參數設定仍可將此關係明確分析確認。



圖 XL.23 不同振幅下的交流磁化率隨溫度之變化 (a) Sn opal, (b) In Opal 以及(c) Hg Opal

31.2 超導體在不同強度外加磁場下之交流磁化率隨溫度之變化

由上節得知,在超導體的交流磁化率量測當中,交流場的振幅大小的影響,是 類似於電阻量測中的電流強度,當其超過了某一個特殊的值後,會造成超導相 變往低溫移動與相變的寬化。太小,又會造成數據的量測品質不佳。只要做好 合適的參數設定,就可以取得品質好的數據,我們以不同的奈米化超導體在固 定振幅與頻率,其超導性隨外加磁場的變化為例,來展示我們交流磁化率套件 的量測成果。



圖 XLI.24 不同外加磁場下的交流磁化率隨溫度變化之量測 (a) Sn opal, (b) In Opal 以及(c) Hg Opal

31.3 超導體在不同頻率交流場下之交流磁化率隨溫度之變化

利用交變場去擾動渦漩態,在交流磁化率的虚部可以得到所有渦漩運動造成的 能量耗損之總影響,且在不同外加磁場下,渦漩的運動動態也會變化,我們以 固定振幅與外加磁場,在不同頻率的交流場量測的交流磁化率對溫度的變化為 例,可以看到不同頻率量測的交流磁化率,其虚部的峰值會隨頻率的增加而往 高溫處移動。插圖所示的數據為虛部峰值的局部放大,實線為多項式的擬合, 用以近似確實的峰值溫度。



圖 XLII.25 不同頻率下的交流磁化率隨溫度之變化 (a)Sn opal, (b) In Opal 以及(c) Hg Opal

31.4 數據深入分析

由於超導體在臨界溫度以下會發生梅斯納效應,此時超導體會出現抗磁性,反 映在交流磁化率量測中的表徵是實部的負值。相較於電阻的量測,磁性的反應 會較不明顯,我們實際上的經驗是,在相同溫度下,當某些超導材料電阻已為 零時,其反磁性貢獻可能還相當的小,這種狀況會取決於材料本身的行為。目 前從磁性量測決定超導溫度的做法大部分可分為兩種,一種是利用線性回歸, 另一種是從數據中去尋找反磁性起始的溫度點,因本例的材料大部分的體積是 被模板佔據,故採用第二種方法。依此法所取得的超導溫度經歸一化後可得此 有著特殊型貌的奈米化超導體之相圖,其渦漩態的活化能對應於磁場的變化也 可以經計算後得出,只要參數設置得宜,我們可以得到品質優異的數據組。



圖 XLIII.26、(a)對臨界場及臨界溫度做歸一化後的超導相圖。(b)以臨界場做歸一化後的渦漩態活化能對外加磁場強度的變化。

參考文獻:

 Lee, M. K. *et al.* The morphologic correlation between vortex transformation and upper critical field line in opal-based nanocomposites. *Sci Rep* **11**, 4807, doi:10.1038/s41598-021-84343-1 (2021).