成大核心設施中心
Core Facility Center, NCKU

儀器設備技術手冊與訓練教材

超導量子干涉磁化儀

SQUID

撰寫人：楊章君

2022 年 6 月 30 日

目錄

1、前言簡介 5
2、背景知識與原理 7
2.1、超導量子干涉磁化儀發展史 7
2.1.1、1984, SQUID Mark 1 7
2.1.2、1995，MPMS-XL 8
2.1.3、2006, SQUID VSM 8
2.1.4、2013, SQUID MPMS3 8
3、機台介紹 9
3.1、SQUID 硬體架構 9
3.2、樣品傳輸裝置(Motor) 10
3.3、超導磁鐵 11
3.4、量測理論 12
3.5、交流磁化率 13
3.6、溫度控制 14
3.6.1、溫度區間 300 K~11 K 15
3.6.2、溫度區間 10 K~1.8 K 15
3.6.3、 溫度區間 1.8 K~0.4 K 16
3.6.4、溫度區間 300 K~1000 K 16
3.7、 軟體程式 18
3.7.1、 量測溫度區間 1.8 K~300 K 18
3.7.2、 量測程序撰寫-磁滯曲線 MH curve (moment vs Field / hysteresis loop) 23
3.7.3、 量測程序撰寫-磁化率 MT curve (moment vs temperature) 27
3.7.4、 量測時查看數據圖 29
3.7.5、 量測程序撰寫-交流磁化率(AC susceptibility) 31
3.7.6、 量測溫度區間 300K~1000K 33
3.7.7、 量測溫度區間 0.42K-1.8K 35
3.7.8、 iQuantum He3 降溫及量測程序撰寫 39
3.7.9、 氦三製冷機量測程序撰寫-磁置曲線 MH curve 41

3.7.10、氦三製冷機量測程序撰寫-磁化率 MT curve 43
4、機台操作 47
4.1、樣品封裝..... 47
4.2、 量測溫度區間 1.8 K~300 K 的樣品封裝..... 47
4.2.1、 粉末、塊狀樣品的封裝..... 48
4.2.2、 薄膜樣品封裝..... 49
4.3、 量測溫度區間 0.4 K~1.8 K 的樣品封裝..... 50
4.4、 量測溫度區間 300 K~1000 K 的樣品封裝..... 52
4.5、 量測區間間隔的設定..... 53
4.6、 樣品固定..... 53
4.7、 數據檔案開啟..... 55
5、其他事項 59
5.1、 儀器定期維護..... 59
5.2、 渦捲式幫浦(Scroll Pump)定期更換密封環(tip seal)..... 59
5.2.1、 更換渦捲式幫浦 Scroll Pump 步驟..... 59
5.2.2、 換下的渦捲式幫浦(Scroll Pump)後續處理..... 60
5.3、 定期過濾冰水機蓄水池中的水..... 61
5.4、定期將 SQUID 的壓縮機重開機..... 61
5.5、 定期補充 SQUID 杜瓦瓶中的液氦量..... 62
5.6、 替換氦氣鋼瓶..... 62
5.7、 清潔電磁閥..... 66
5.8、 杜瓦瓶真空層重新抽真空..... 66
5.9、 儀器停機升溫..... 66
5.9.1、 儀器復機步驟..... 67
5.10、 樣品數據分享..... 72
6、附件資料 76

圖表目錄

圖 1-1、超導量子干涉磁化儀外觀。.....5
圖 2-1-1、超導量子干涉磁化儀發展史。.....7
圖 3-1-1、超導量子干涉磁化儀外觀。.....9
圖 3-1-2、超導量子干涉磁化儀內部圖。.....9
圖 3-2-1、樣品傳輸裝置(Motor)外觀。.....10
圖 3-2-2、樣品傳輸裝置(Motor)內部的馬達及磁鐵。.....11
圖 3-3-1、SQUID MPMS3 的超導磁鐵。.....11
圖 3-3-2、電源供應器產生的雜訊對量測訊號的影響。.....12
圖 3-4-1、超導量子干涉磁化儀的量測線圈設計為 2nd Order Gradiometer。.....12
圖 3-5-1、交流磁化率的虛部及實部。.....13
圖 3-5-2、SQUID MPMS3 交流磁化率的最大可外加磁場及頻率而改變。.....14
圖 3-6-1、超導量子干涉磁化儀探頭外觀。.....14
圖 3-6-2、超導量子干涉磁化儀氣體流量監測介面。.....15
圖 3-6-3-1、氦三製冷機系統介面。.....16
圖 3-6-4-1、高溫套件系統介面。.....17
圖 3-7-1、樣品桿與樣品放入樣品傳輸裝置。.....18
圖 3-7-2-1、程序撰寫介面。.....23
圖 3-7-2-2、MPMS3 Monent vs. Field 撰寫介面。.....24
圖 3-7-2-3、MPMS3 Monent vs. Field，選擇 VSM 量測及 DC 量測介面。.....24
圖 3-7-2-4、以固定磁場間隔 500 Oe 量測磁滯曲線。.....25
圖 3-7-2-5、設定磁場間隔以量測磁滯曲線。.....25
圖 3-7-2-6、設定不同量測間隔後的 Sequence 介面。.....26
圖 3-7-2-7、以不同的磁場間隔量測磁滯曲線。.....26
圖 3-7-3-1、Sequence 撰寫介面。.....27
圖 3-7-3-2、MPMS3 Monent vs. Temperature 撰寫介面。.....28
圖 3-7-3-3、MPMS3 Monent vs. Temperature，選擇 VSM 量測及 DC 量測介面。.....28
圖 3-7-3-4、磁化率。.....29
圖 3-7-5-1、Sequence 撰寫介面。.....31
圖 3-7-5-2、MPMS3 Monent(AC) vs. Temperature 撰寫介面。.....32
圖 3-7-5-3、MPMS3 Monent(AC) vs. Temperature，AC 參數設定介面。.....32
圖 3-7-6-1、裝高溫套件前須修改 Vsm.ini 高溫套件狀態。.....33
圖 3-7-8-1、iHelium3 Option Control Center 介面。.....40
圖 3-7-9-1、iHelium3 Sequence 撰寫介面。.....42
圖 3-7-9-2、iHelium3 Monent vs. Temperature 撰寫介面。.....42
圖 3-7-9-3、iHelium3 修改 DC 量測參數介面。.....43
圖 3-7-10-1、iHelium3 Sequence 撰寫介面。.....44
圖 3-7-10-2、iQ Monent vs. Temperature 撰寫介面。.....45

圖 3-7-10-3、iQ Monent vs. Temperature 撰寫介面。 46
圖 4-1-1、樣品桿與樣品放入樣品傳輸裝置。..... 47
圖 4-1-2、不同材質的樣品載台。..... 47
圖 4-2-1、粉末、塊狀樣品封裝在吸管中。..... 48
圖 4-2-1-1、7mm 寬的吸管推入吸管中。 48
圖 4-2-1-2、樣品位置要距離吸管底部 66 mm，在底部寫上樣品名稱。 49
圖 4-2-2-1、薄膜樣品封裝在吸管中。..... 49
圖 4-2-2-2、薄膜樣品推入吸管中。..... 49
圖 4-2-2-3、薄膜樣品推入吸管中。..... 50
圖 4-2-2-4、薄膜樣品在吸管中固定。..... 50
圖 4-3-1、氦三製冷機的樣品載台。..... 50
圖 4-3-2、氦三製冷機中樣品載台的樣品封裝。..... 51
圖 4-3-3、高溫套件的樣品是固定在具有加熱功能的樣品載台上。..... 52
圖 4-5-1、磁滯曲線量測間隔取得不好，導致數據點太少。..... 53
圖 4-6-1、薄膜樣品沒有固定好，導致數據點跳掉，樣品因震動而傾斜。..... 54
圖 4-6-2、再將薄膜樣品固定好，量出的數據品質就好多了。..... 54
圖 4-6-3、薄膜樣品量測完後，基板上的東西已所剩無幾。..... 54
圖 4-7-1、Excel 打開.dat 檔。..... 55
圖 4-7-2、Excel 中的.dat 檔。..... 56
圖 4-7-3、磁滯曲線(MH)擷取的數據。..... 56
圖 4-7-4、磁滯曲線為封閉曲線。..... 57
圖 4-7-5、磁化率(MT)擷取的數據。..... 57
圖 4-7-6、磁化率大部分為開放曲線。..... 58
圖 5-3-1、淨水器架設於蓄水池上。..... 61
圖 5-7-1、清潔電磁閥。..... 66
圖 5-8-1、杜瓦瓶真空層重新抽真空。..... 66
圖 5-9-1-1、開啟 PID control(圖左下)以維持杜瓦瓶內氦氣氣體壓力。 71
圖 5-9-1-2、冷頭開始降溫時，開啟 Log 檔紀錄。..... 72
圖 5-10-1、Dy_2O_3 之磁滯曲線及磁化率。 73
圖 5-10-2、$Nd_2Ru_2O_7$ 之磁化率。..... 73
圖 5-10-3、Mo_3P 之磁化率及磁滯曲線。..... 74
圖 5-10-4、鐵基合金之單體添加對環形磁芯的飽和磁化強度的影響。..... 74
圖 5-10-5、在不同溫度生成的 FSO 薄膜在室溫下的磁滯曲線。..... 74
表 1-1、SQUID 的功能規格 6
表 3-4-1、VSM 及 DC 量測模式比較 13
表 4-4-1、依量測需求快速檢索表..... 18
表 4-4-1、不同溫度區間的樣品封裝方式。..... 52

1、 前言簡介

圖 1-1、超導量子干涉磁化儀外觀。

超導量子磁化儀是高靈敏度的磁性量測儀器之一，目前在成大核心設施中心的超導量子磁化儀型號是 MPMS3，儀器之前的名稱是 Superconducting Quantum Interference Device，縮寫是 SQUID，SQUID 由 Quantum Design 生產，其公司目前在台灣有經銷商，SQUID 的儀器維修、耗材購買、配件購買都可以直接找經銷商購買。

超導量子干涉磁化儀可量測溫度範圍 1.8 K~400 K、外加磁場+-7 Tesla 的磁滯曲線及磁化率，搭配成大現有的高溫套件、氦三製冷機，量測溫度範圍可拓展至 0.42 K~1000 K，為目前全台唯一提供此溫度區間的磁性量測服務。

這本使用手冊會先表列出超導量子干涉磁化儀的規格、再從背景知識、儀器功能及儀器量測理論介紹，接著講解樣品量測軟體撰寫、樣品封裝，最後是儀器維護事項。

表 1-1、SQUID 的功能規格

功能	規格
溫度變化範圍	1.8 K~400 K
溫度穩定性	±0.5 %
最大磁場範圍	-7 Tesla~ 7 Tesla
磁場均勻性	4cm 內的變化量為 0.01%
充磁速率	最快可達 700 Oe/sec
最大量測磁強	10emu
直流磁化率靈敏度	<2500 Oe: $1x10^{-8}$emu(量測時間小於 10 秒) >2500 Oe:$8x10^{-8}$emu(量測時間小於 10 秒)
交流磁化率靈敏度	$5x10^{-8}$emu
高溫套件溫度變化範圍	300 K~1000 K
高溫套件溫度穩定性	2 %
高溫套件溫度正確性	±0.5 K
氦三製冷機溫度變化範圍	0.42 K ~ 1.8 K
氦三製冷機溫度校準精度	2 %

2、 背景知識與原理

Quantum design 之 SQUID MPMS3 為用於量測小型實驗樣品的磁性量測儀器，由超導線圈及超導量子干涉元件(Superconducting Quantum Interference Device, SQUID)進行極為靈敏的磁性量測，超導量子干涉元件對於微小磁場變化有很高的靈敏度，利用超導環路中之磁通量為量子化及約瑟芬接合點(Josephson Junction)限制超導電流等效應所製出的超導元件，可量測微小至 $1x10^{-8}$emu 的磁化強度(moment)，是一種極高靈敏度的磁力計。

為了優化量測速度及靈敏度，MPMS3 採用 VSM(vibrating sample magnetometer)量測模式，量測時，樣品在感應線圈中以固定頻率震盪，VSM 模式量測的好處是可利用量測時的振幅來放大訊號，比起普通的前置放大器，SQUID 感應器具有更好的靈敏度可以來接收這些小訊號。

MPMS3 內的超導磁鐵可提供高達 7 Tesla 的磁場，超導磁鐵以及 SQUID 都得用液氦冷卻，液氦也用於冷卻樣品艙，透過 GHM 控制氦氣流量，可做 2 K~400 K 的樣品艙溫度控制，詳細的運作原理於第三章做介紹，SQUID MPMS 系列是透過 Quantum design 不斷研發及改良才有今日的強大量測功能，2.1 節將概略介紹 SQUID MPMS 的發展史。

2.1、 超導量子干涉磁化儀發展史

圖 2-1-1、超導量子干涉磁化儀發展史。

2.1.1、 1984, SQUID Mark 1

第一台使用超導量子干涉元件(Superconducting Quantum Interference Device, SQUID)技術作為磁性量測的 SQUID ”Mark 1” 誕生於 1984 年 7 月，他具有可提供 2 Tesla 磁場的超導磁鐵，使用階段掃描(step scan)來做 DC 量測，超導量子干涉元件能量測極為微小的磁化強度變化成功引起了使用者的興趣，使用者期待 MPMS 至少要有能提供 5 Tesla 磁場的能力，也幾乎是從 MPMS ”Mark 1”發貨的那天開始，Quantum Design 開始新的重大設計，讓 MPMS 可使用提供更大磁場的超導磁鐵和改進儀器的電子配置，歷時一年多，SQUID ”Mark 1”超導磁鐵可提供最大 5.5 Tesla 的磁場。

1986 年，首個超導溫度高於 30 K 的超導材料鈣鈦礦基材料被發現後，學術界掀起了探索

超溫超導材料的熱潮，也提高了對超高靈敏度低溫磁性量測儀器的需求。

2.1.2、 1995，MPMS-XL

MPMS-XL 為首款搭載持續低溫控制(Continuous Low-Temperature Control, CLTC)及往復式磁學量測模式(Reciprocating Sample Option, RSO)功能的磁性量測儀器，RSO 提升量測的靈敏度，除了基本掃描(stander scan)之外，這一代改進了樣本傳輸裝置(motor)以及樣本桿。

2000 年，氦氣，作為一個稀少的不可再生資源，隨著使用量提高，其價格也不斷飆漲，Quantum Design 意識到這點，並開始針對液氦封閉循環系統做研發，也就是後來的 EverCool 系統。

2.1.3、 2006, SQUID VSM

2003 年，同一家廠商的另一台儀器：物理性質量測系統儀 PPMS 首先開始使用新的 VSM 量測系統，VSM 具有高穩定性的線性震動控制，但是由於 SQUID 的訊號處理跟 PPMS 的訊號處理有差異，所以一直到 2006 年 VSM 才開始使用在 SQUID 上，這時候推出的新機型 SQUID-VSM 除了使用新的 VSM 量測技術之外，還改進了超導磁鐵跟樣品艙變溫的控制，超導磁鐵使用快速開關(QuickSwitch)可提供充磁速率最高 700 Oe/s、更穩定的磁場；GHM(Gas Handling Module)控制樣品艙的變溫，降溫速率最快可達 30 K/min。

2.1.4、 2013, SQUID MPMS3

MPMS3 除了既有的 VSM 量測模式之外，也可以做 DC 量測，因為 VSM 量測模式很容易受到樣本幾何形狀的影響，儀器在做訊號校正有時校正的不好會有比較大的偏差，所以 MPMS3 才會有 VSM 模式+DC 模式。

參考資料：

Quantum Design – a Brief History of a company Successful in Superconductivity
https://snf.ieeecsc.org/sites/ieeecsc.org/files/EUCAS2009-RN13.pdf

3、 機台介紹

3.1、 SQUID 硬體架構

SQUID 的儀器硬體，外觀上半部右邊是模塊塔(module Bay Tower)，包含：樣品傳輸裝置、SQUID、磁場控制…等模塊，左邊是超導磁鐵的電源供應器，樣品傳輸裝置(sample transport)後面有渦輪幫浦(turbo pump)，渦輪幫浦是在用高溫套件會使用到的；放置樣品時，樣品桿從中間柱狀的樣品傳輸裝置(sample transport)放入。

圖 3-1-1、超導量子干涉磁化儀外觀。

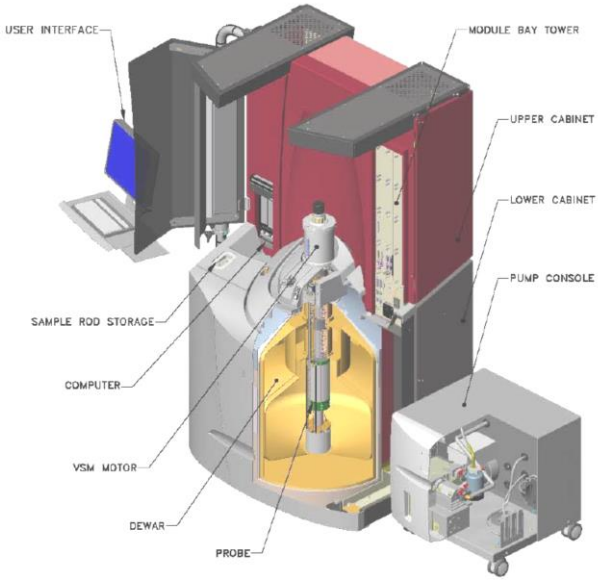


圖 3-1-2、超導量子干涉磁化儀內部圖。

樣品桿跟樣品從樣品傳輸裝置(Motor)放入，下半部是杜瓦瓶，杜瓦瓶是真空絕熱容器，可存放液態氦，讓儀器內的超導磁鐵維持在超導溫度以下，超導磁鐵需要在超導溫度以下才能形成超導態，這樣才能以低電壓產生強大的磁場。

3.2、樣品傳輸裝置(Motor)

圖 3-2-1、樣品傳輸裝置(Motor)外觀。

首先從樣品放入儀器的部分開始介紹，樣品放入儀器時，樣品桿樣品傳輸裝置(Motor)放入，樣品傳輸裝置(Motor)內有一顆馬達，可以讓樣品在量測時做震盪：

1. 樣品傳輸裝置(Motor)對樣品位置的定位精確度可到 10 micron。
2. 樣品震盪時的運動軌跡是一個三角波。
3. 樣品在移動過程折返時會有加速跟減速是在感應器的量測範圍外的。

SQUID 的量測模式有 VSM 模式及 DC 模式，VSM 量測是在樣品位置做小幅度 0.5 mm ~ 5 mm 的快速震動；DC 量測為在量測過程中，在定位點做 1 cm~3 cm 的比較長程的移動。

為什麼量測時樣品要震盪？雖然 SUQID 是量測樣品的磁性，但在量測訊號時感應器是接收電訊號，樣品在外加磁場無變動且靜止時不會產生感應電動勢，也就量不到訊號。樣品震動時，感應線圈內的感應器會偵測樣品移動時的感應電動勢，把這個電訊號傳送到 SQUID 轉換成磁矩，也就是我們看到的磁性量測數據。

樣品傳輸裝置(Motor)利用馬達來振動樣本，內部有許多永久磁鐵，樣品放入樣本艙時經過這些永久磁鐵就有可能被磁化，例如：軟磁材料。永久磁鐵的強度大約 1000 Oe，樣品放入樣本艙後我們會加 1000 Oe 來定位樣品位置，並用振盪消磁的方式將磁場降至 0 Oe，這樣也可以消除因為放進樣品傳輸裝置(Motor)時經過永久磁鐵而造成樣品被磁化。

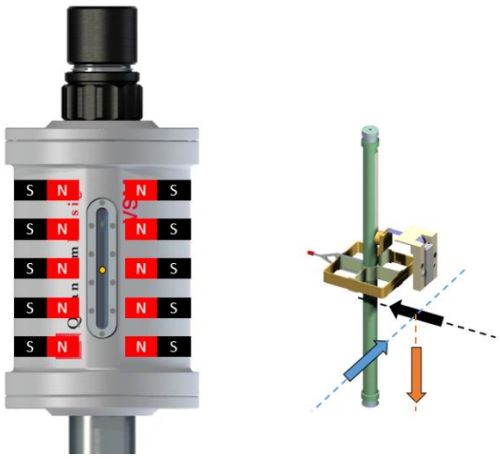


圖 3-2-2、樣品傳輸裝置(Motor)內部的馬達及磁鐵。

3.3、超導磁鐵

SQUID MPMS3 的磁場由超導磁鐵提供，這部分介紹超導磁鐵以及其充磁方式，示意圖如下。

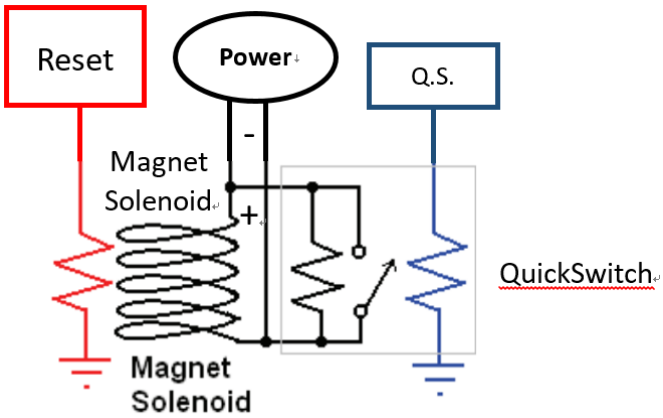


圖 3-3-1、SQUID MPMS3 的超導磁鐵。

超導磁鐵的特性是 0 電阻，超導磁鐵中有電流時，電流可以在超導磁鐵的迴路內一直循環，若不破壞超導迴路這時侯外部電流及電壓是無法導入超導磁鐵裡的，要對 MPMS3 的超導磁鐵充磁時，電源供應器需製造一個電位勢，才能改變超導磁鐵的磁場。新的設計是電阻與線圈並聯，這樣到達設定的磁場後，電源供應器提供的電位勢為零，可以節省電源供應器的反應時間與功耗。當我們要改變超導磁鐵的磁場時，加熱器(Heater) 加熱快速開關(Quick switch)使之脫離超導態，讓電源供應器的電流進入先前被隔離的超導電路，當超導磁鐵充磁到我們要的磁場之後，快速開關的加熱器會關掉，快速開關快速冷卻到超導溫度以下時，超導磁鐵回復到超導態的封閉迴路，超導磁鐵迴路中是穩定的磁場。

超導磁鐵的開關(Switch)也可作為過濾器(filter)，過濾超導磁鐵的電源供應器在交流電

轉換成直流電的過程產生的雜訊，如果使用驅動方式(drive mode)讓電源供應器的雜訊進入超導磁鐵，雜訊的訊號強度大約 10^{-6} emu，對小訊號樣品量測來說會造成不可忽視的影響。

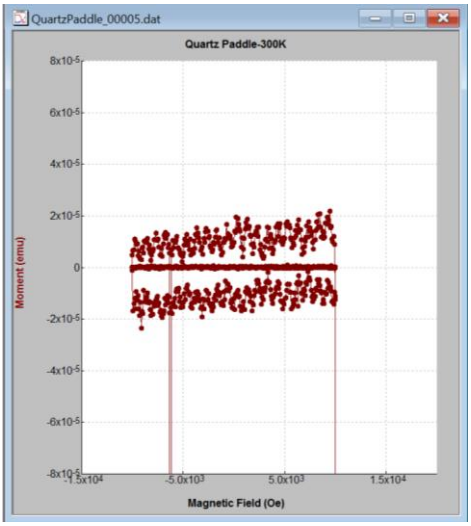


圖 3-3-2、電源供應器產生的雜訊對量測訊號的影響。

3.4、量測理論

SQUID MPMS3 的感應線圈設計是 2nd Order Gradiometer，DC 量測模式量測時會做兩次掃描，扣掉訊號背景後再做擬合，量測中新增了自由中心(Free Center)的擬合，可以讓量測訊號的擬合更好。

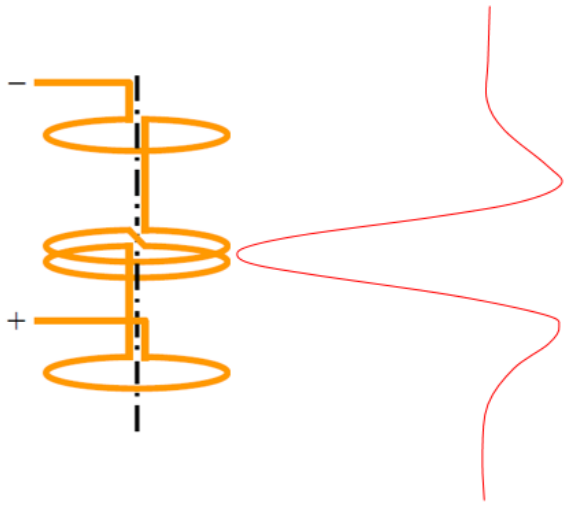


圖 3-4-1、超導量子干涉磁化儀的量測線圈的設計為 2nd Order Gradiometer。

VSM 模式量測的好處是可利用量測時的振幅來放大訊號，因為利用四個感應線圈量測到的訊號很小，比起普通的前置放大器，SQUID 感應器具有更好的靈敏度可以來接收這些小訊號，量測時的感應電動勢跟量測時的振幅平方成正比，以 sin 波來模擬樣品移動時的訊號，根據 2 倍頻的數據來做放大，樣品振動產生的訊號有可能會影響電訊號，SQUID 可以利用鎖相放大器

去除這些干擾的訊號。

表 3-4-1、VSM 及 DC 量測模式比較

	優點	缺點	使用時機
VSM mode	・快速 ・恆定磁場和恆定的溫度	・無法儲存原始數據(raw data) ・樣品振盪時會受到 G 力	・快速得到數據圖 ・需要高密度量測點 ・大樣本量測 ・具有強磁滯的樣品、高磁場小訊號樣品。
DC Scan Mode	・可儲存原始數據(raw data) ・樣品移動時對樣品造成的力較小	・量測時間長 ・量測時的移動距離較長可能造成是在磁場及溫度不均勻的環境下量測。	・使用吸管樣品載台 ・需要扣除較複雜的背景訊號 ・液體樣品

3.5、交流磁化率

交流磁化率(AC Susceptibility)為在樣品上外加一個交變磁場，樣品為磁性物質的話其磁偶極會隨著交變磁場做週期性的振盪變化，樣品產生感應電動勢就會產生一個延遲的反應，感應線圈收集到的訊號就會跟交變磁場有相位差，交流磁化率有實部跟虛部，虛部表示某種程度的能量損失，為磁矩受到磁場動的變化。

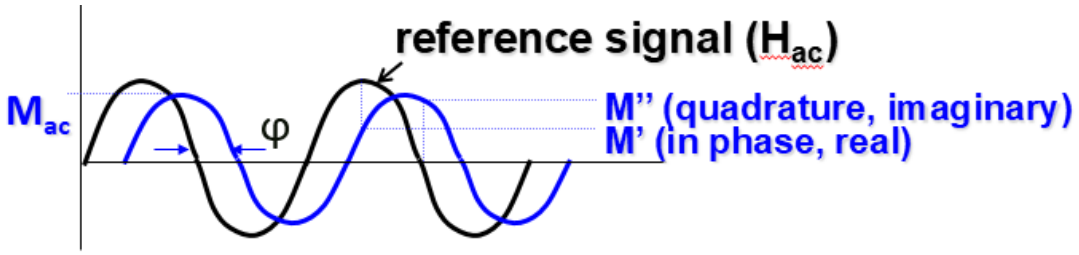


圖 3-5-1、交流磁化率的虛部及實部。

以自旋冰系統為例，自旋冰系統的交流磁化率虛部峰值就會隨著交變磁場的頻率變化，超導材料也可以從交流磁化率觀察到相變，在剛進入超導態時，超導的渦漩還沒有被超導體釘紮住，渦漩運動時就會造成磁損產生，等到在低溫時，渦漩無法移動，也就不會有磁損。

因為 SQUID MPMS3 量測線圈設計造成其物理上的限制，可容許的最大外加交流磁場會因為頻率而改變，隨著頻率變大，可外加的交流磁場會變小。

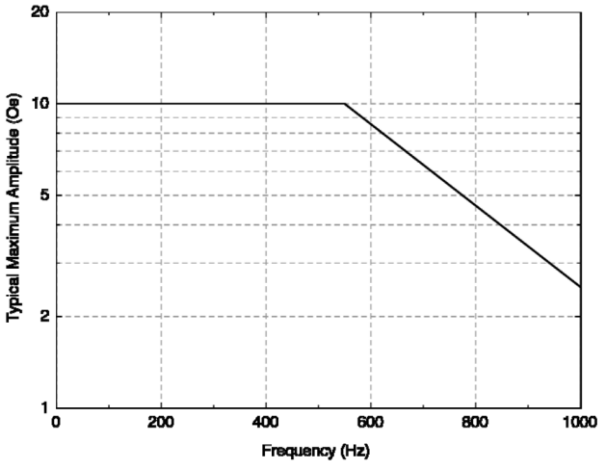


圖 3-5-2、SQUID MPMS3 交流磁化率的最大可外加磁場及頻率而改變。

3.6、溫度控制

在杜瓦瓶中的液態氦除了可以讓超導磁鐵維持在超導溫度、降溫超導線圈、減少量測時的雜訊，也可以用來降溫樣品，SQUID 用來控制降溫的是探頭上的 GHM (Gas Handling Module)，GHM 可以根據降溫的目標溫度來決定要使用哪一種降溫模式，300 K~11 K 的降溫區間時使用 CFE (counterflow exchanger)模式，10 K~1.8 K 使用 CLT (continuous low-temperature)模式。

圖 3-6-1、超導量子干涉磁化儀探頭外觀。

探頭上還有磁鐵引線(Magnet Leads)，他可以提供快速的溫度控制，並減少液態氦的蒸發速率。

接下來會介紹不同的溫度區間的降溫機制：300 K~11 K、10 K~1.8 K、使用氦三製冷機可以降溫至 1.8 K~0.4 K，以及使用高溫套件可以升溫至 300 K~1000 K。

3.6.1、溫度區間 300 K~11 K

樣品放入樣品腔準備降溫，這時候氣體控制器透過 CFE 模式吸取低溫氦氣，讓氦氣溫度回到室溫之後再藉由與系統的熱交換降溫，另一端有渦捲式幫浦(scroll pump)一直抽氣製造壓力差，就可以利用焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)來帶走熱量，樣品艙得以降溫，這種降溫方式可以讓樣品降溫到 11 K，看到這裡，會不會疑惑：為什麼要先把低溫的氦氣回溫到室溫後再降溫呢？這樣不是很多此一舉嗎？原因是 CFE 控制模組無法精準控制低溫氣體的流量，只能讓氣體回到室溫再透過熱交換的方式來增加低溫氦氣的流量，以達到快速降溫。

3.6.2、溫度區間 10 K~1.8 K

要降到更低溫 11 K~1.8 K 時，會用 CLT 模式吸取溫度更低的液氦，流動通過樣品腔外圍將樣品降到最低 1.8 K，一樣是利用渦捲式幫浦(scroll pump)抽氣製造壓差，來做焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)來帶走熱量。

焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)

真實氣體(相對理想氣體而言)會因在等焓的環境下自由膨脹，而使溫度上升或下降。

資料來源：https://reurl.cc/LpLDo9

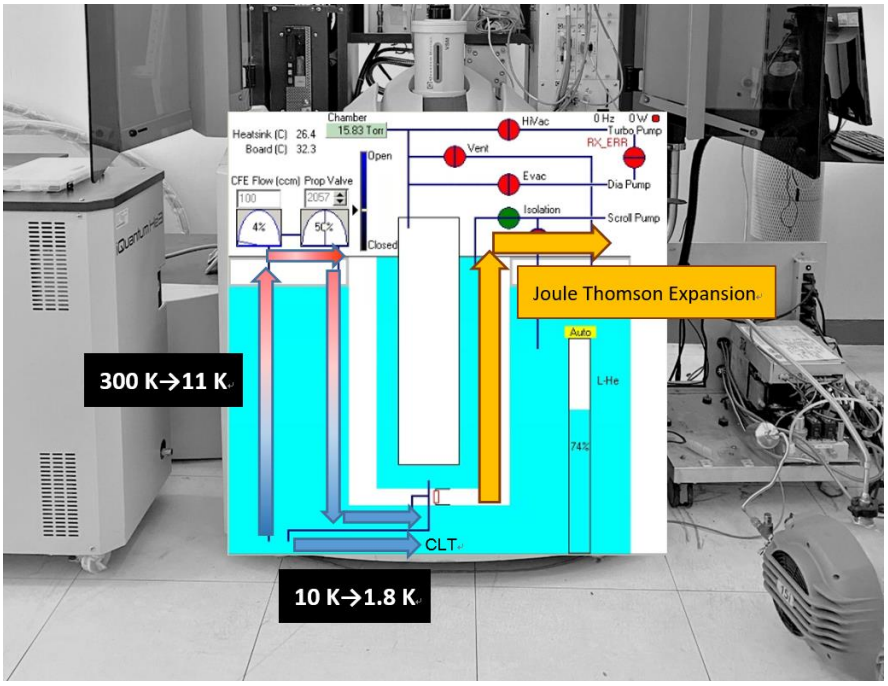


圖 3-6-2、超導量子干涉磁化儀氣體流量監測介面。

3.6.3、 溫度區間 1.8 K~0.4 K

要降溫到 0.4 K 需要使用氦三製冷機(iQuantum He3)，相較於 SQUID 降溫 1.8 K~300 K 這段範圍都是用氦四氣體做熱交換來降溫樣品，氦三製冷機是直接利用在樣品艙內冷卻凝結液態氦三，加上渦輪真空幫浦(turbo pump)以及渦捲式幫浦(scroll pump)抽氣製造的壓差來做焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)來降溫樣品到 0.4 K，操作流程：

1. 樣本裝入氦三置入器(He3 insert)中。
2. 氦三置入器裝入 MPMS3 樣品傳輸裝置上。
3. MPMS3 樣品艙抽真空至 20 torr 以下。
4. 氦三置入器抽真空至 $1x10^{-4}$ Torr。
5. SQUID 降溫至系統最低溫 1.5 K 並等待氦三置入器內的氦三氣體開始凝結成液態。
6. 氦三製冷機的加熱器(Heater)以及渦輪真空幫浦(turbo pump)開啟，控制溫度至目標溫度(0.4 K~1.8 K)。

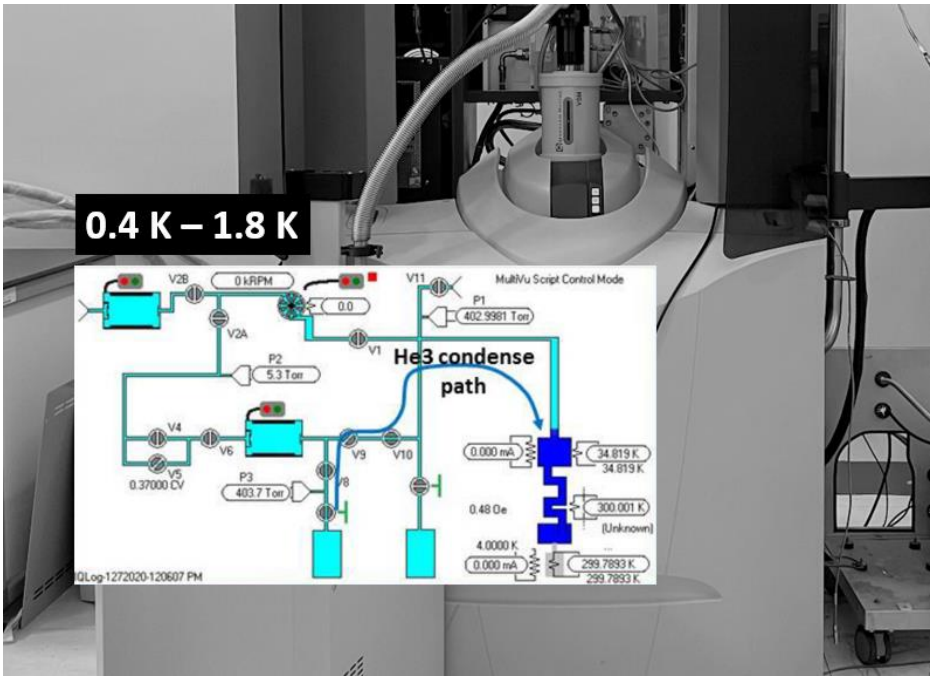


圖 3-6-3-1、氦三製冷機系統介面。

3.6.4、溫度區間 300 K~1000 K

300 K ~1000 K 需使用高溫套件，高溫套件利用直接加熱樣本載台上的加熱器(heater)來做控溫，把樣品放入樣品艙後須將樣品艙抽真空至 20 mtorr 以下甚至更低，因為氣壓在 20 mtorr 以下，氣體的熱傳導就沒有顯著的貢獻，以確保樣品艙內除了樣品區域外不會有多餘的氣體熱傳導，才可以開始加熱加熱器來做樣品的升溫以及量測。

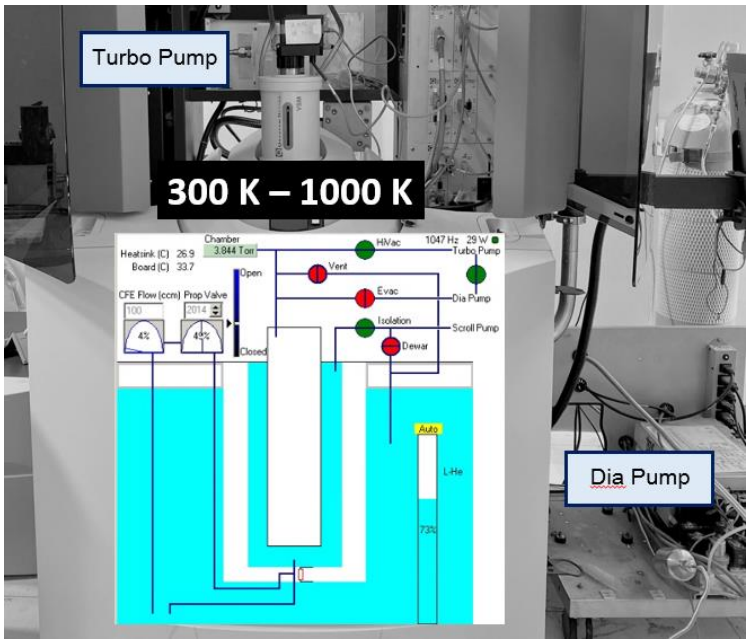


圖 3-6-4-1、高溫套件系統介面。

3.7、軟體程式

儀器的磁性量測包含磁滯曲線及磁化率，這裡會介紹在 SQUID 內放入樣品以及 SQUID 軟體的量測程序(Sequence)撰寫，以下放上總表，讀者可依照自己的量測需求快速參閱本章內容。

表 3-7-1、依量測需求快速檢索表。

量測溫度範圍/樣品類型/頁碼	放樣品流程	量測程序撰寫 MH curve	量測程序撰寫 MH curve	量測程序撰寫 AC
0.4 K-1.8 K	P34	P40	P42	P31
1.8 K -300K	P18	P22	P26	P31
300 K -1000 K	P31	P22	P26	P31

圖 3-7-1、樣品桿與樣品放入樣品傳輸裝置。

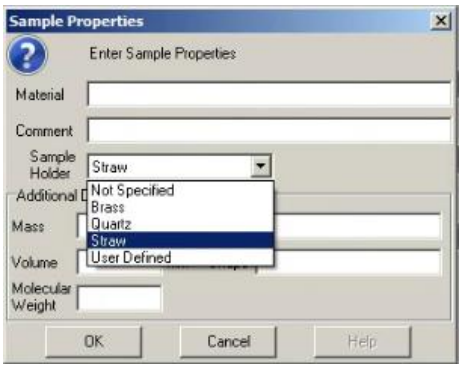
SQUID 樣品艙破真空後，把樣品桿放進樣品艙，並外加一個 1000 Oe 的磁場並對樣品位置做定位，確定樣品在樣品艙內的位置後才會將樣品艙抽真空，撰寫量測程序(Sequence)、讓程序執行量測，放樣品步驟以及程序撰寫會依據量測溫度(1.8 K~300 K、300 K~1000 K(高溫套件)、0.42 K~1.8 K(iQuantum He3))會有些微的不同，以下用量測溫度區間做分別，並用條列式呈現放樣品步驟及程序撰寫。

3.7.1、量測溫度區間 1.8 K~300 K

事前確認：

1.工作列 Sample ➔ Properties

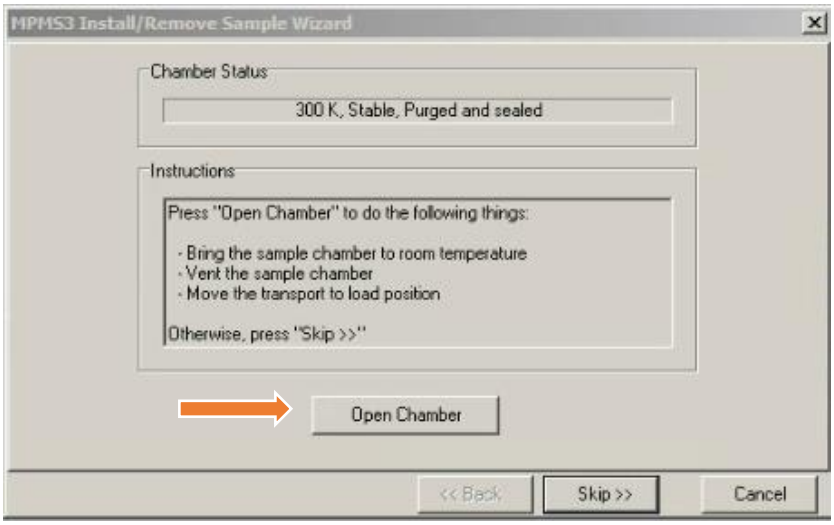
2.依據 Sample Holder 材質選擇：Brass、Quartz 或 Straw。



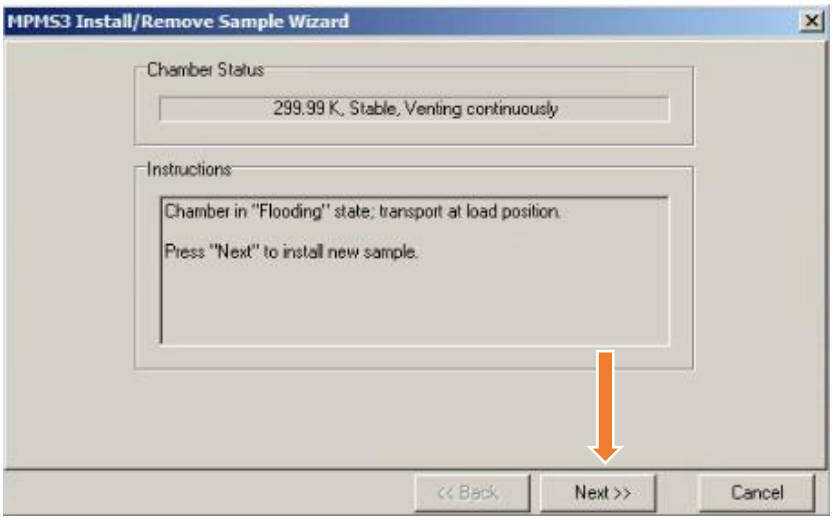
放樣品步驟：

1.工作列的”Change Sample”

2.按”Open Chamber”



3. 等待樣品艙內充滿氦氣，放入樣品後點”Next”

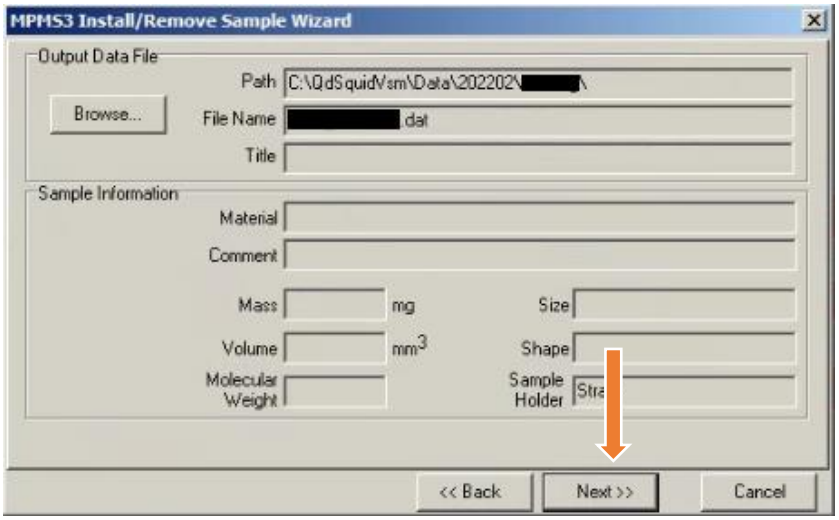


4.樣品固定在樣本桿上，放入樣品艙

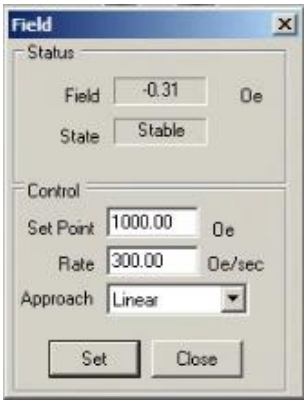
5. 確認 Sample Holder 材質是否正確

正確 ➔ 點”Next”

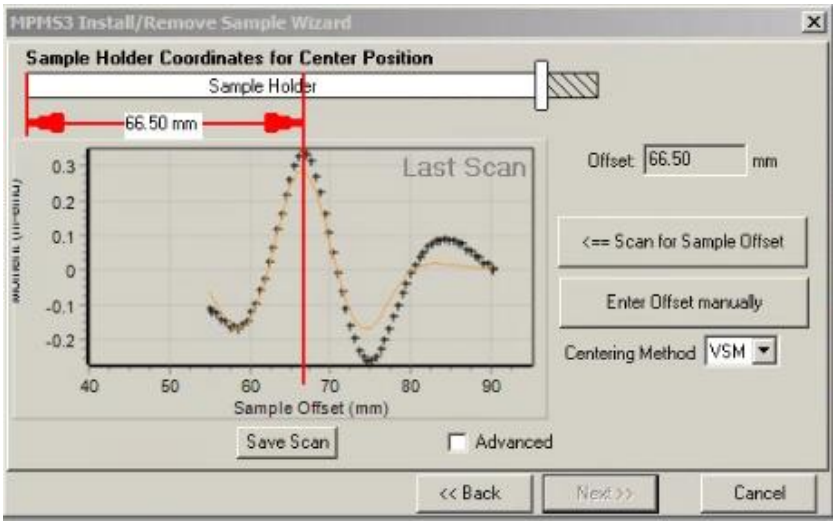
不正確 ➔ 重做”放樣品步驟”-事前確認 1. 及 2.



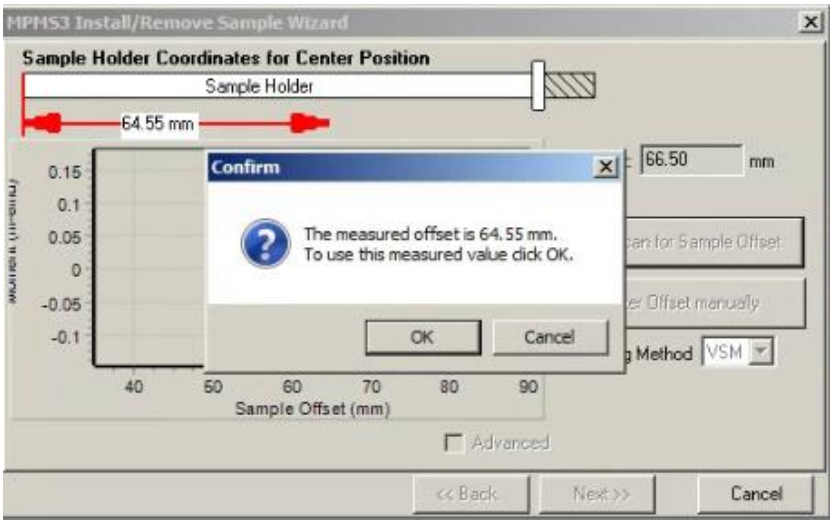
6.加磁場至 1000 Oe



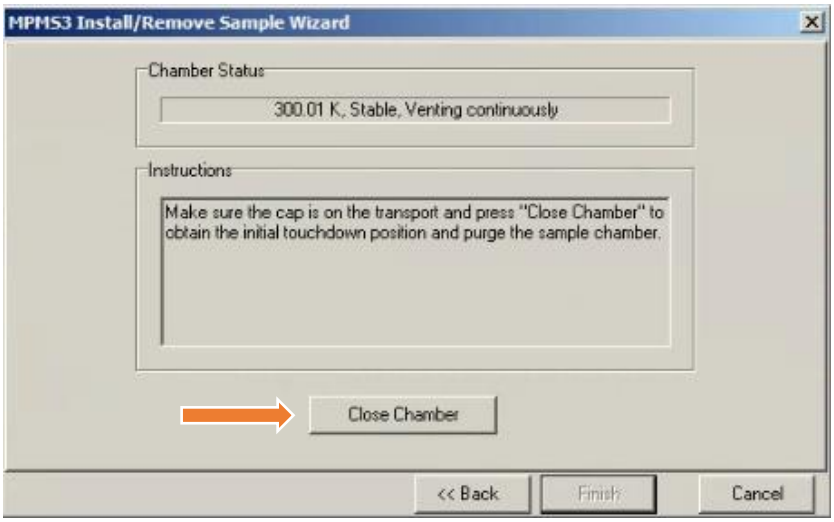
7.按”<==Scan for Sample Offset”，量測樣品在腔體內的位置



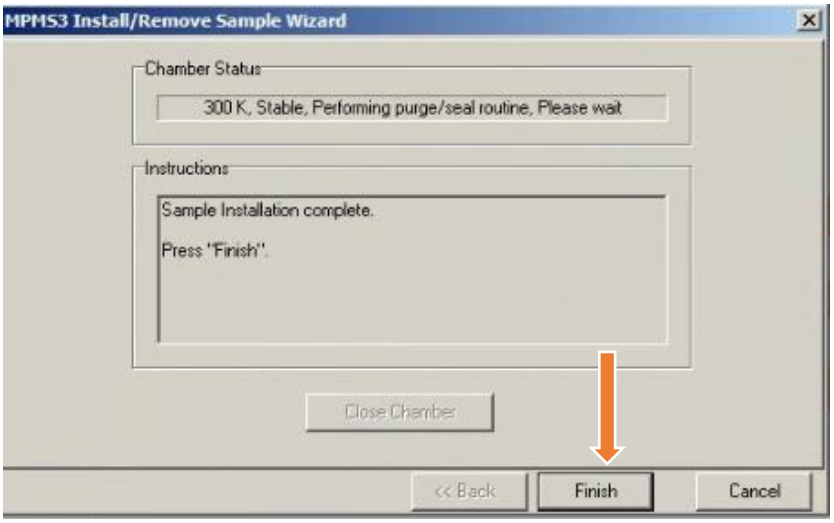
8.等待 Scan 結果出來後，按 “Next >> “



9.按”Close Chamber”



10.按”Finish”，等待真空度抽至 20 torr 以下就可開始跑 Sequence。



室溫量測(300K)可在關閉艙體後開始跑量測程序，低溫量測須等真空度抽至 20 torr 以下(系統有防呆，真空度沒有抽到 20 torr 以下會跳出警告)。

3.7.2、 量測程序撰寫-磁滯曲線 MH curve (moment vs Field / hysteresis loop)

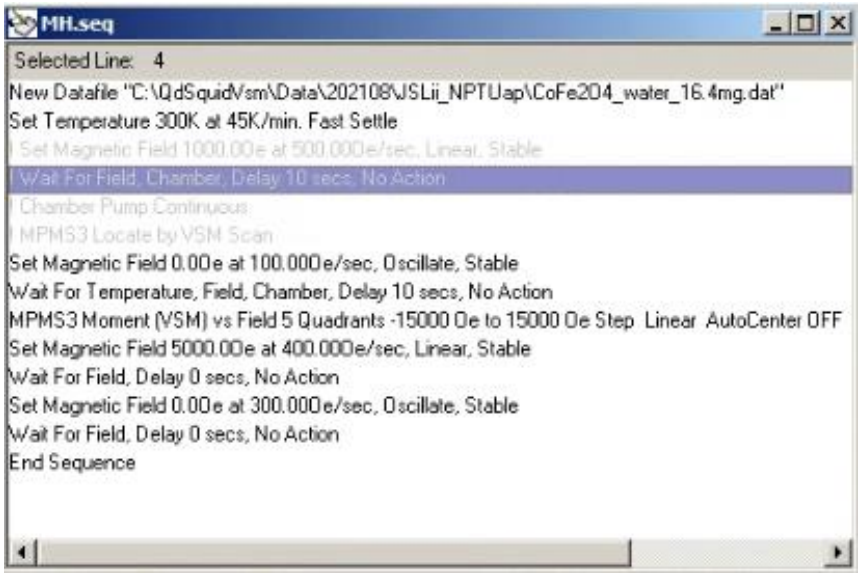


圖 3-7-2-1、程序撰寫介面。

磁滯曲線(MH curve)是在固定的溫度下，量測外加磁場改變時的樣品磁化強度，一個量測軟體開始撰寫時，要告訴儀器：

1. 量測的數據(data)要存在哪裡、要用甚麼命名。
2. 設定量測溫度。

量測溫度不為室溫(300K)的話，量測前最少需等待 5 分鐘。

3. 做磁滯曲線量測。

磁滯曲線的量測設定，可以決定加磁場的速率以及每隔多少磁場量測一個點，點選”MPMS3 Monent(VSM) vs Field5 Quadrants …”開始設定

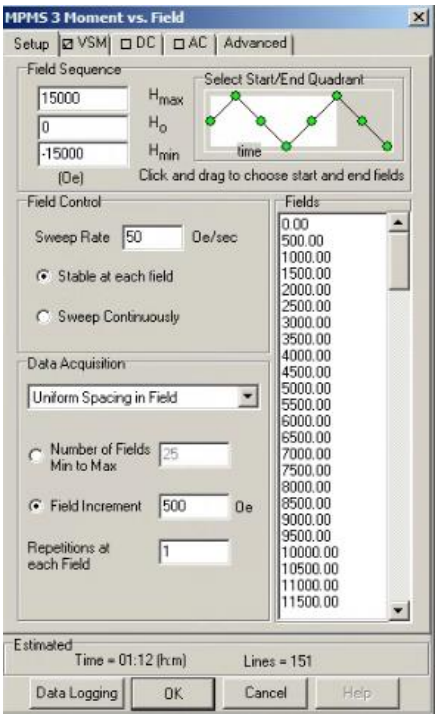


圖 3-7-2-2、MPMS3 Monent vs. Field 撰寫介面。

設定好量測磁場範圍、每隔多少磁場量測一個點、加磁場的速率後，可選擇要使用哪種量測模式：VSM 量測及 DC 量測。

VSM 量測中，可修改震盪振幅(Peak Amplitude)、平均時間，震盪振幅會影響磁性量測訊號的放大倍率，例如圖中的震盪振幅是 2 mm，適合量磁性 2.86 emu 以下的材料，震盪振幅越大，訊號的放大倍率越大，故在量測小訊號樣品時，震盪振幅通常會設定 4 mm~5 mm。

DC 量測中，可修改掃描距離以及掃描次數、掃描時間。

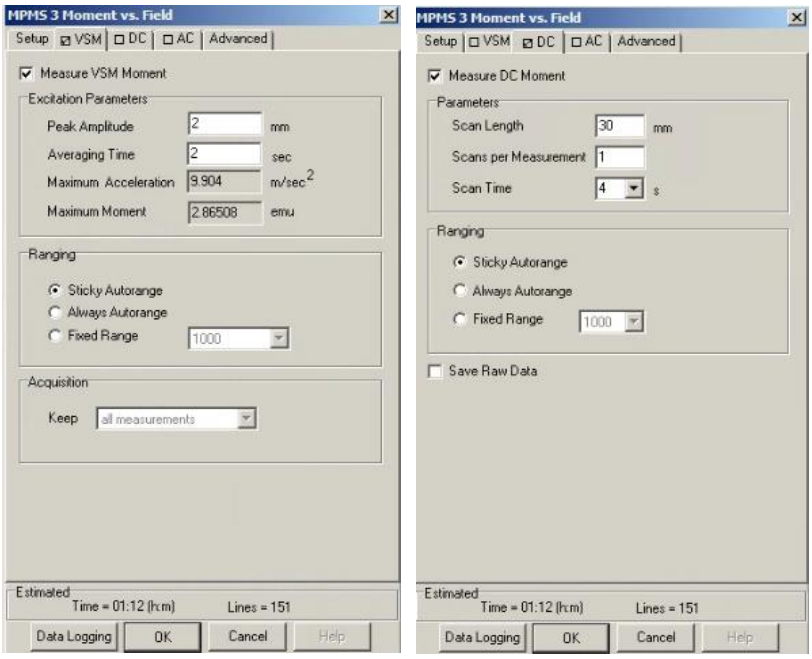


圖 3-7-2-3、MPMS3 Monent vs. Field，選擇 VSM 量測及 DC 量測介面。

4.量測完成，回溫到 300 K。

5.當外加磁場大於 5000 Oe，則先將磁場降(Linear)至 5000 Oe，再做震盪(Oscillate)消磁，以消除超導磁鐵本身的殘磁，且不會造成杜瓦瓶壓力升高與節省時間。

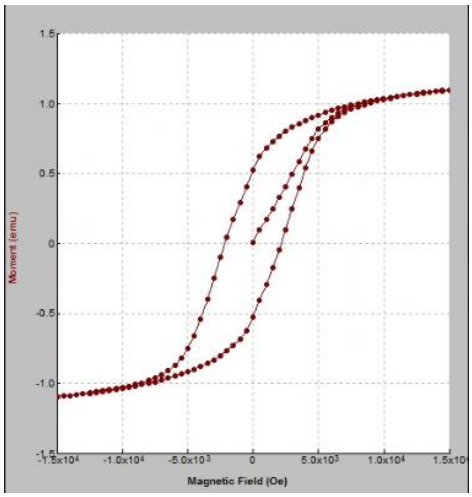


圖 3-7-2-4、以固定磁場間隔 500 Oe 量測磁滯曲線。

以圖 3-7-2-4 這個例子來說明，用戶要量測磁場範圍 15000 Oe 的磁滯曲線，每隔 500 Oe 量測一點，除了量測間隔以及加磁場的速率之外，也可設定 VSM 模式的震盪振幅、DC 模式走的路徑長度，這個設定量出來的結果如圖 3-7-2-4，每個數據點都是間隔 500 Oe。

如果要量測不一樣的間隔呢?也是可以的，點選”MPMS3 Monent(VSM) vs Field5 Quadrants …”開始設定，把不同的量測間隔分開設定。

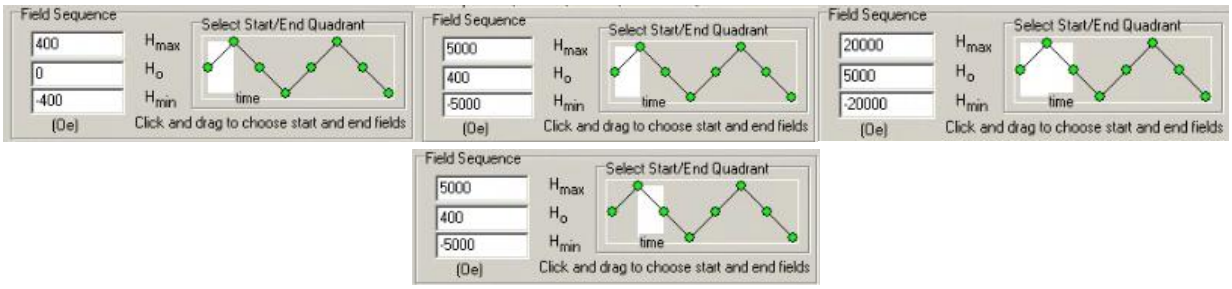


圖 3-7-2-5、設定磁場間隔以量測磁滯曲線。

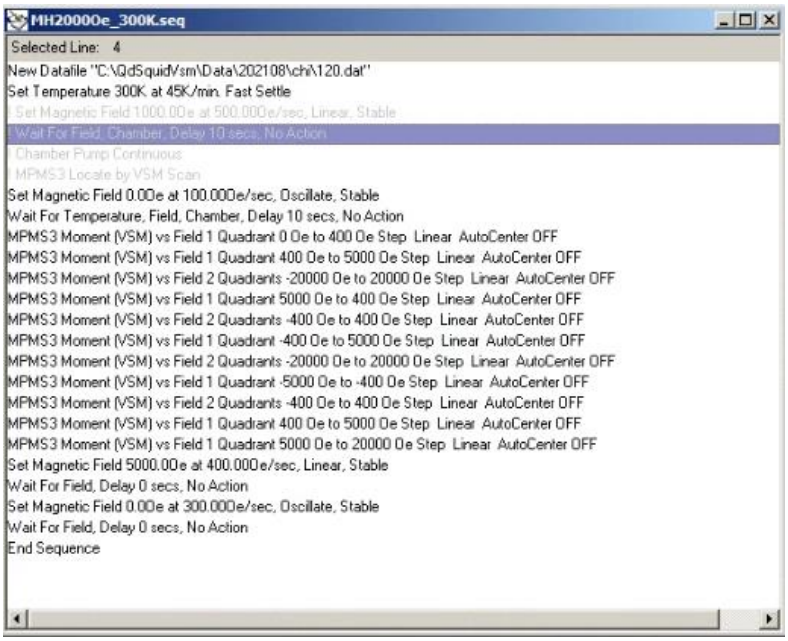


圖 3-7-2-6、設定不同量測間隔後的 Sequence 介面。

設定完不同的量測磁場間隔後，回到程序介面，會出現好多個量測指令，量測出來的結果如圖 24，也可以看出不同磁場區間量測的點的密集度不同。

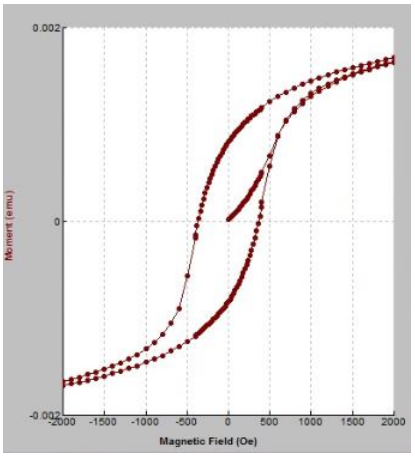


圖 3-7-2-7、以不同的磁場間隔量測磁滯曲線。

3.7.3、 量測程序撰寫-磁化率 MT curve (moment vs temperature)

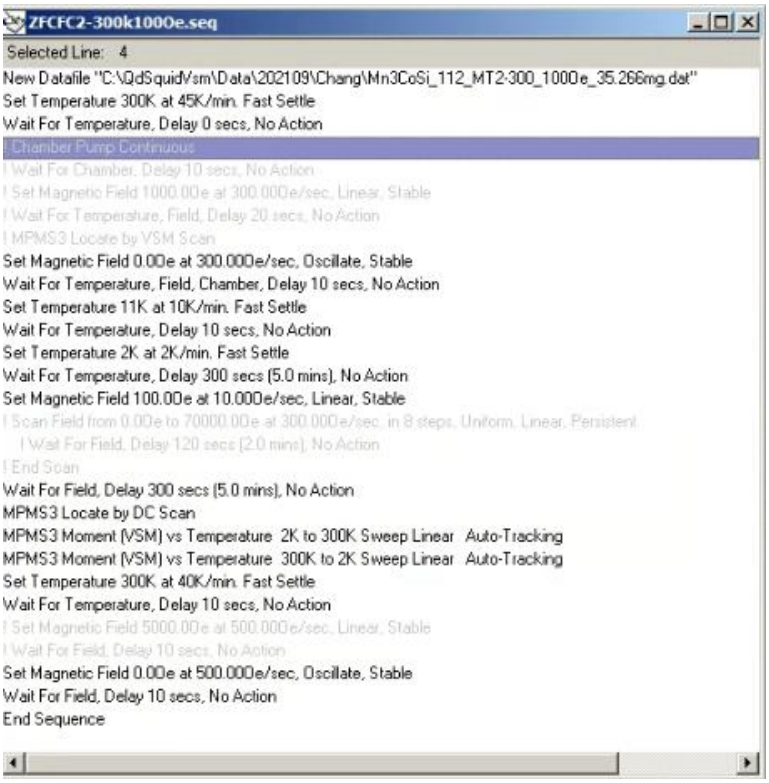


圖 3-7-3-1、Sequence 撰寫介面。

磁化率(MT curve)是在固定的磁場下，量測溫度改變時的樣品磁化強度，量測磁化率有分成 ZFC、FC 及 FCW：

ZFC：降溫過程不加磁場，降到低溫後加磁場，升溫量測。

FC：降溫過程加磁場，降溫量測。

FCW：降溫過程加磁場，升溫量測。

一個量測軟體開始撰寫時，要告訴儀器：

1. 量測的數據(data)要存在哪裡、要用甚麼命名。
2. 設定量測溫度。

量測溫度不為室溫(300K)的話，量測前最少需等待 5 分鐘。

3. 設定磁場，等待 5 分鐘。
4. 做磁化率量測。

磁化率的量測設定，可以決定溫度改變的速率以及每隔多少溫度量測一個點，點選”MPMS3 Monent(VSM) vs Temperature …”開始設定

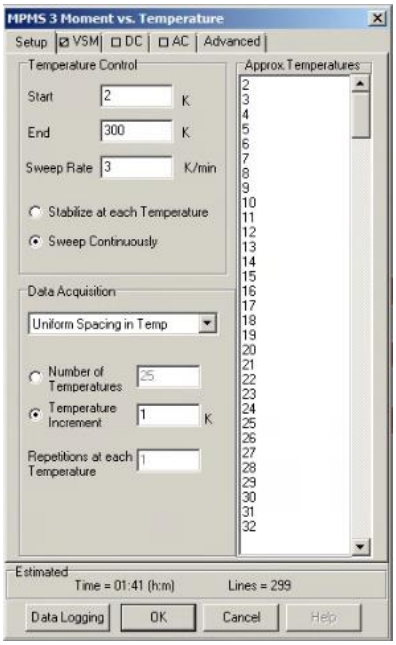


圖 3-7-3-2、MPMS3 Monent vs. Temperature 撰寫介面。

設定好量測溫度範圍、每隔多少溫度量測一個點、升降溫的速率後，可選擇要使用哪種量測模式：VSM 量測及 DC 量測。

VSM 量測中，可修改震盪振幅(Peak Amplitude)、平均時間，震盪振幅會影響磁性量測訊號的放大倍率，例如圖中的震盪振幅是 2 mm，適合量磁性 2.86 emu 以下的材料，震盪振幅越大，訊號的放大倍率越大，故在量測小訊號樣品時，震盪振幅通常會設定 4 mm~5 mm。

DC 量測中，可修改掃描距離以及掃描次數、掃描時間。

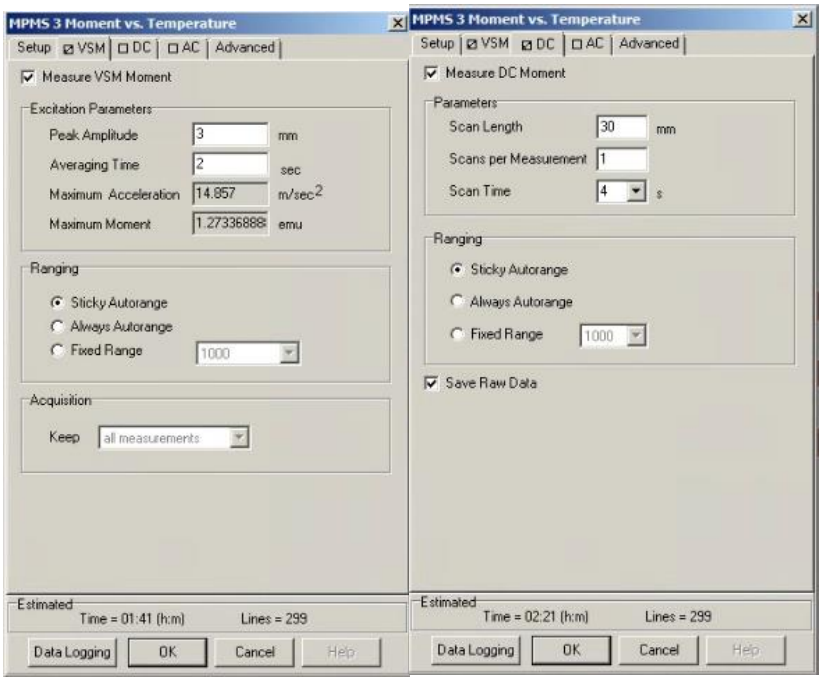


圖 3-7-3-3、MPMS3 Monent vs. Temperature，選擇 VSM 量測及 DC 量測介面。

4. 量測完成，回溫到 300 K。

5.當外加磁場大於 5000 Oe，則先將磁場線性(Linear)降至 5000 Oe，再做震盪(Oscillate)消磁。

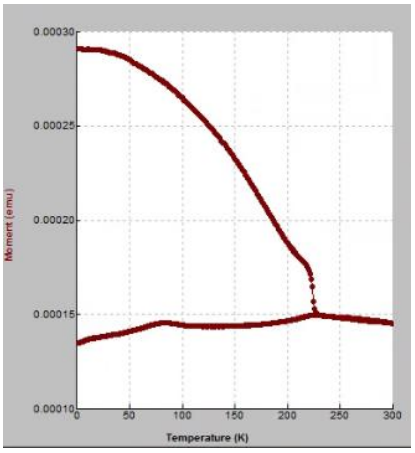
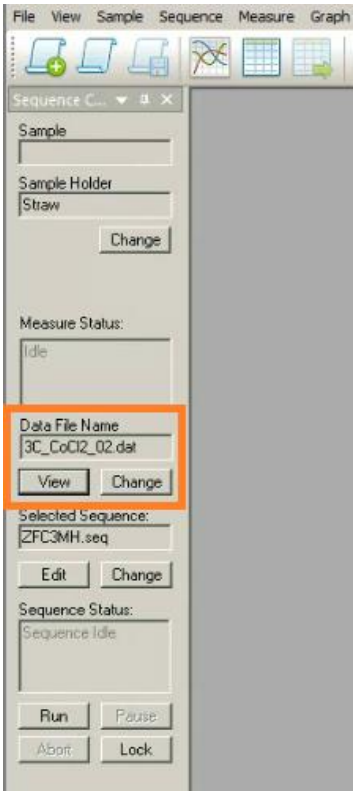


圖 3-7-3-4、磁化率。

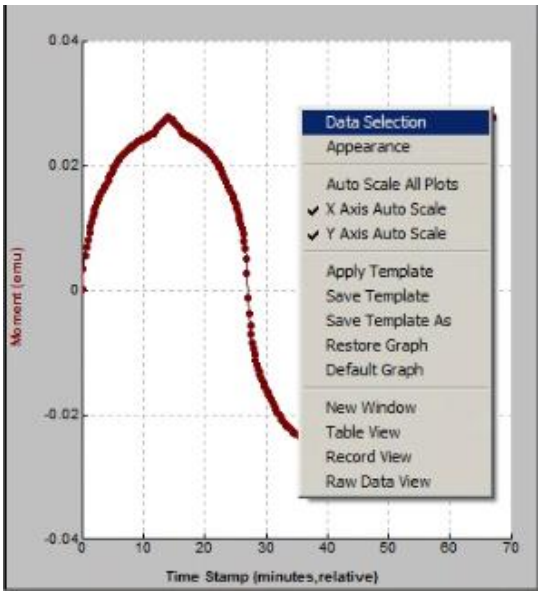
3.7.4、量測時查看數據圖

SQUID 在量測過程中，可隨時在電腦上查看樣品量測的數據：

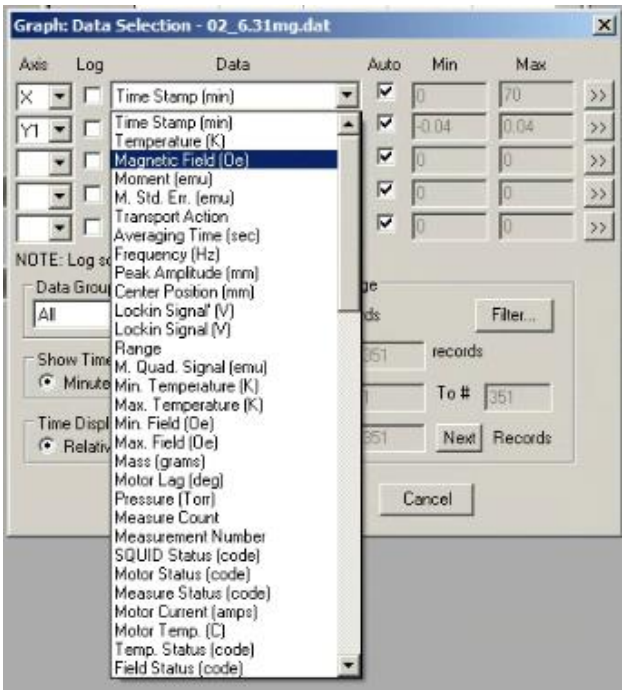
1.由左側狀態列點選 Data File Name 的 View 可查看量測中的數據圖。



2.數據圖預設的 X 軸為時間(min)，Y 軸為 Monent(emu)，在圖上點右鍵，選擇 Data selection。



3.若是量測磁滯曲線，X 軸是 Magnetic Field(Oe)、量測磁化率的話 X 軸是 Temperature(K)；Y 軸的話使用 VSM 模式是 Monment(emu)、使用 DC 模式的話是 DC Monment Free Ctr(emu)。



3.7.5、 量測程序撰寫-交流磁化率(AC susceptibility)

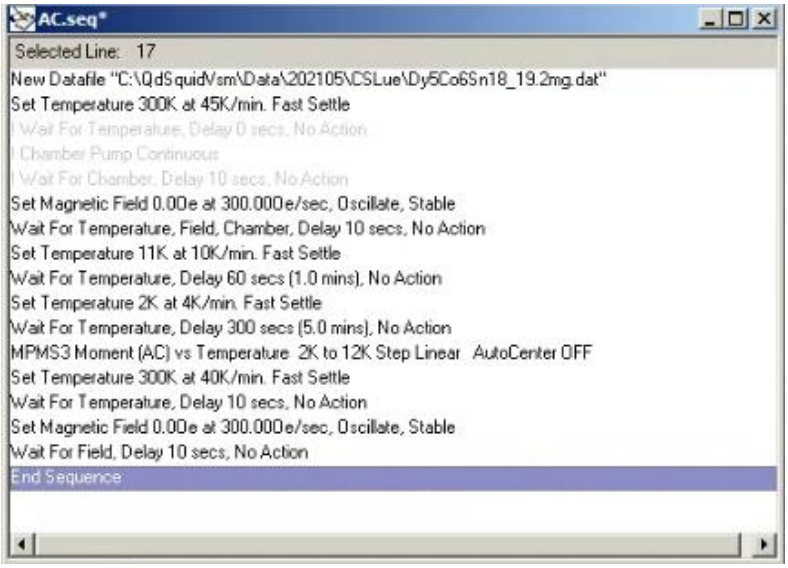


圖 3-7-5-1、Sequence 撰寫介面。

一個量測軟體開始撰寫時，要告訴儀器：

1. 量測的數據(data)要存在哪裡、要用甚麼命名。
2. 設定量測溫度。

量測溫度不為室溫(300K)的話，量測前最少需等待 5 分鐘。

3. 做交流磁化率量測。

交流磁化率的量測設定，可以決定溫度改變的速率以及每隔多少溫度量測一個點，點選”MPMS3 Monent(AC) vs Temperature …”開始設定

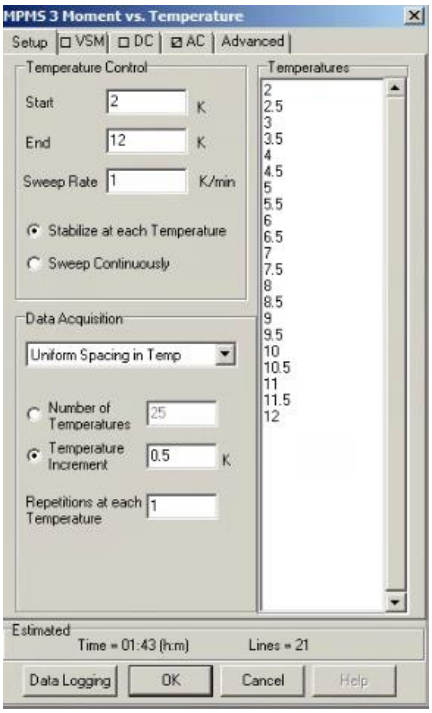


圖 3-7-5-2、MPMS3 Monent(AC) vs. Temperature 撰寫介面。

設定好量測溫度範圍、每隔多少溫度量測一個點、升降溫的速率後，點選”AC”那欄可以設定交變磁場的頻率。

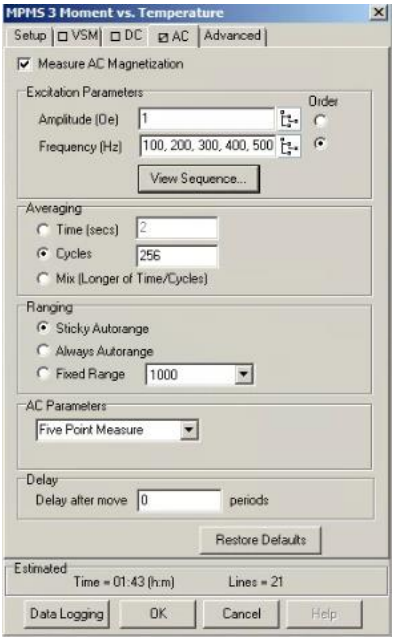


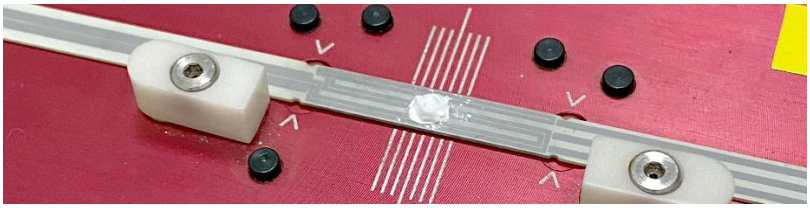
圖 3-7-5-3、MPMS3 Monent(AC) vs. Temperature，AC 參數設定介面。

4. 量測完成，回溫到 300 K。

3.7.6、 量測溫度區間 300K~1000K

事前確認：

・高溫套件的樣品載台(sample holder)須於前一天以氧化鋁膠固定樣品，膠要完全乾掉。



・關閉 MPMS3 MultiVu，打開 Computer ➔ OS(C:) ➔ QdSquidVsm ➔ SVsm ➔ System ➔ Vsm.ini

將 Vsm.ini 檔案中最後一行 OVEN TYPE = 改為 1。

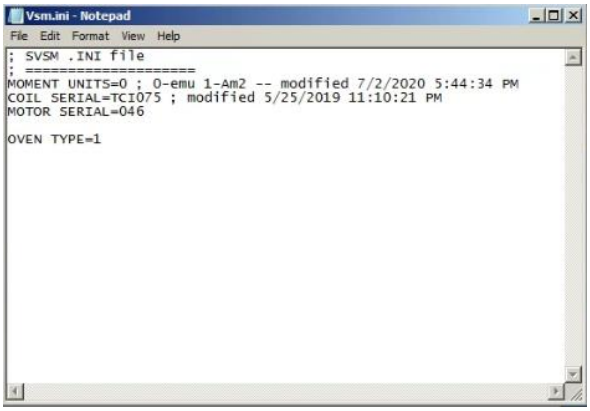


圖 3-7-6-1、裝高溫套件前須修改 Vsm.ini 高溫套件狀態。

・Vsm.ini 存檔，打開 MPMS3 MultiVu。

・工作列 Sample ➔ Properties

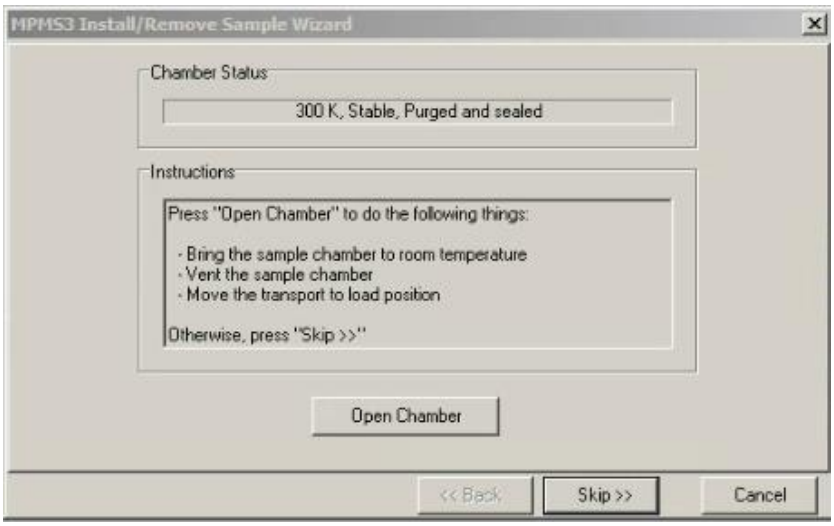
・選擇 Sample Holder 材質：Oven

・High Vacuum Unit 的線接在 VSM Oven Module 上。

放樣品步驟：

1.工作列的”Change Sample”

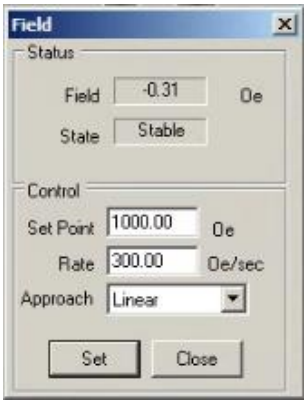
2. 按”Open Chamber”



3.放入樣品後點”Next”，Select VSM operating mode to use 選擇”Oven”。

sample holder 樣品位置要用 Copper foil shield 包住，否則 sample holder 升溫時，熱量無法集中在樣品位置，溫度會升不上去。

4.加磁場至 1000 Oe



5.按”<==Scan for Sample Offset”，量測樣品在腔體內的位置

6.等待 Scan 結果出來後，按 “Next >> “

7.按”Close Chamber”

8.按”Finish”，等待真空度抽至 20 mtorr 以下就可開始跑量測程序。

真空度抽至 20 mtorr 以下可防止樣品艙內有多餘的氣體熱傳導，多餘的熱傳導會讓系統帶走加熱器產生的熱量，sample holder 無法順利升溫。

執行量測程序前，請先確認：
・樣品艙真空度在 20 mtorr 以下。

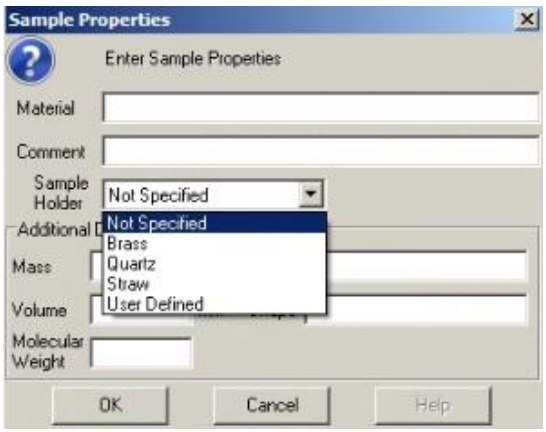
高溫套件的 Sequence 撰寫如同 1.8K~300K， 撰寫高溫套件的 MT 量測 Sequence 時，需要注意的是要將樣品先升溫到目標溫度，加磁場消磁、再降溫至 300K、加磁場、開始量 ZFC(例如：量測 300K~750K 的 ZFCFC，外加磁場 1000 Oe，過程會是：300K 升溫至 750K ➔ 加 1000 Oe ➔ 震盪消磁至 0 Oe ➔ 750K 降溫至 300K ➔加磁場 1000 Oe ➔從 300K 量測至 750K(ZFC) ➔750K 量測至 300K(FC))

3.7.7、量測溫度區間 0.42K-1.8K

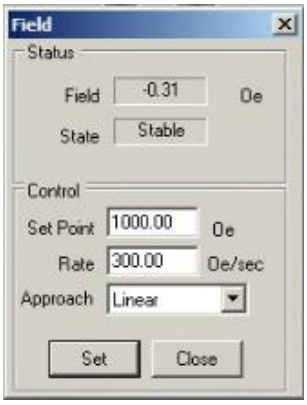
溫度區菸 0.42K~1.8K 需搭配使用氦三製冷機來降溫至此溫度區間。
事前確認：
・關閉電腦➔關閉模塊塔(Module Bay Tower)➔開啟模塊塔(Module Bay Tower)，等待 2 分鐘➔開啟電腦

・清理樣品傳輸裝置(Sample transport)上的 O 形封環(O-ring)、連接樣品傳輸裝置及 iQuantum He3 管路之 O 形封環(O-ring)。
・工作列 Sample ➔ Properties

Sample Holder 材質選擇”Not Specified”



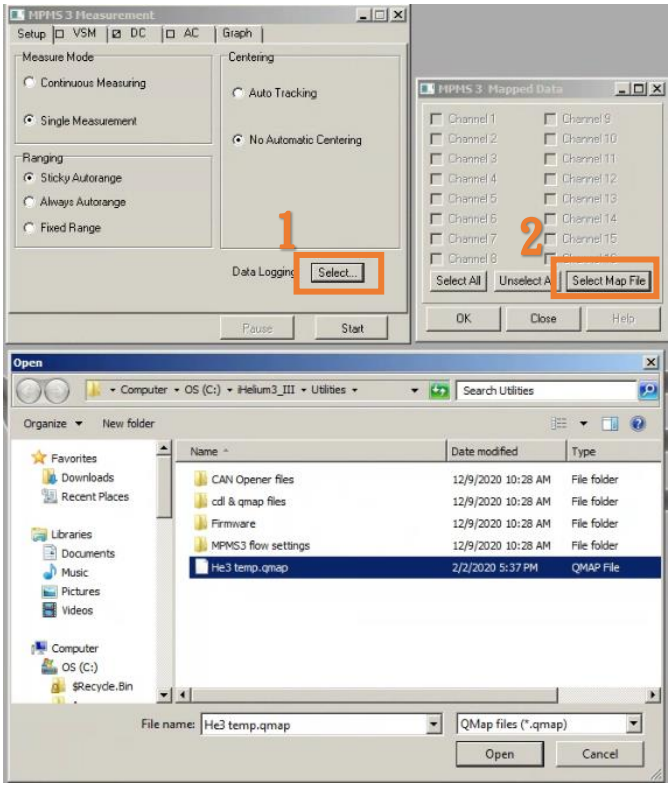
放樣品步驟：
1. 將 He3 樣品載台放入氦三置入器(He3 insert)中，鎖上上蓋。
2. 將氦三置入器放入 MPMS3 。
3. 按”purge”抽真空度至 20 torr 以下。
4. 裝上氦三置入器的波紋管(Bellow)，開啟 iQuantum He3 電源。
5. 加磁場至 1000 Oe。



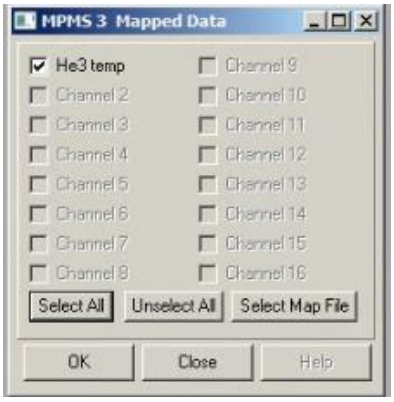
6. 定位(Located)樣品位置(應在 5x mm ~60 mm 左右)
7. 降磁場
8. 左側狀態列點選 Data File Name 的 Change，手動建立數據(data)檔案儲存位置及檔名。
9. 開啟上側工作欄的 MPMS3 Measurement，DC 欄中的 Centering 選擇：No Automatic Centering。

如果 Centering 中沒有選擇 Auto Tracking 或 No Automatic Centering，即使選擇 DC 量測，系統也會執行 VSM 量測，請在使用 iQuantum He3 開始量測之前確認 MPMS3 Measurement，DC 欄中的 Centering 選擇：No Automatic Centering。

10. Setup 欄，右下方的 Data Logging 選擇”Select...”開啟 MPMS3 Mapped Data ➔ 選擇”Select Map File” ➔ 資料路徑：Computer > OS(C:) > iHelium3_III > Utilities 選擇 He3 temp.qmap ➔ 按”Open”。

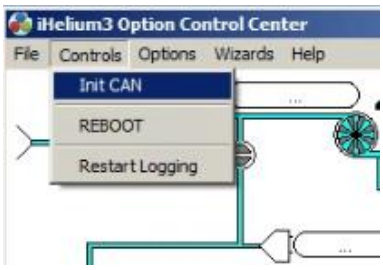


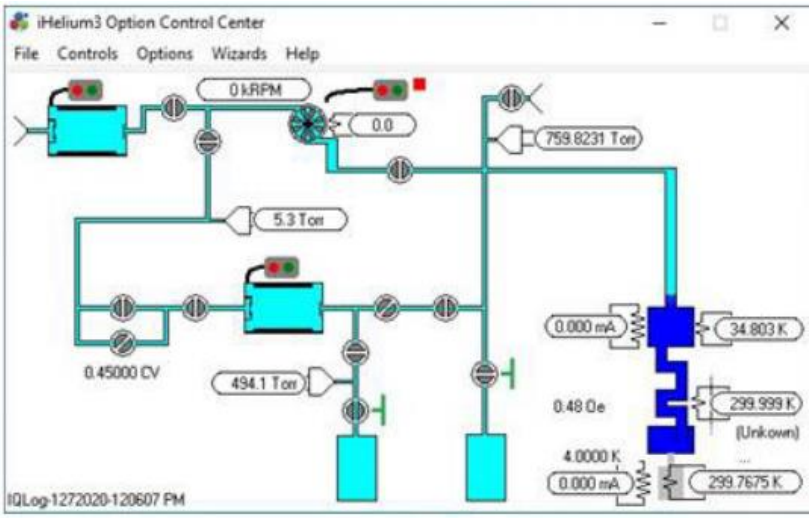
11.按”Select All”，確認He3 temp有被勾選後按”OK”。



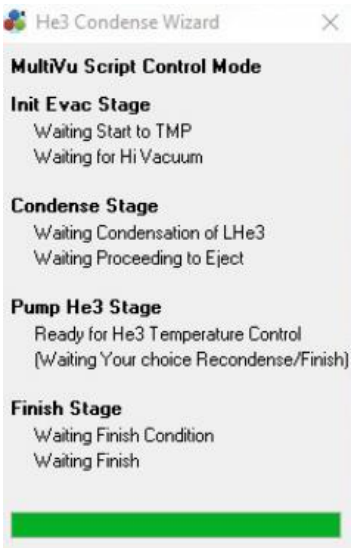
註：MPMS3 Mapped Data 勾選He3 temp後，系統才會記錄0.42 K~1.8 K的溫度。

12.開啟iHelium3 III軟體 ➔ Controls 選擇Init CAN，等待三分鐘後按”OK”，此時可看到系統的壓力值、氦三置入器(He3 insert)溫度。





13.Options ➔ 按“Start MultiVu Script Control”開啟He3 Condense Wizard，可以看到iQuantum He3的狀態。



iQuantum He3 開始運作後可從 He3 Condense Wizard 看到目前的狀態為：Init Evac Stage、Condense Stage、Pump He3 Stage 或 Finish Stage。

・Init Evac Stage：系統抽真空至高真空度(~10^{-4} torr)。

・Condense Stage：放出 ^{3}He 氣體，MPMS3 開始降溫至系統最低溫(~1.5 K)，提供低溫環境讓 ^{3}He 氣體凝結成液態 He_3，當 He_3 氣體的量低於 70 Torr 即會結束 Condense Stage。

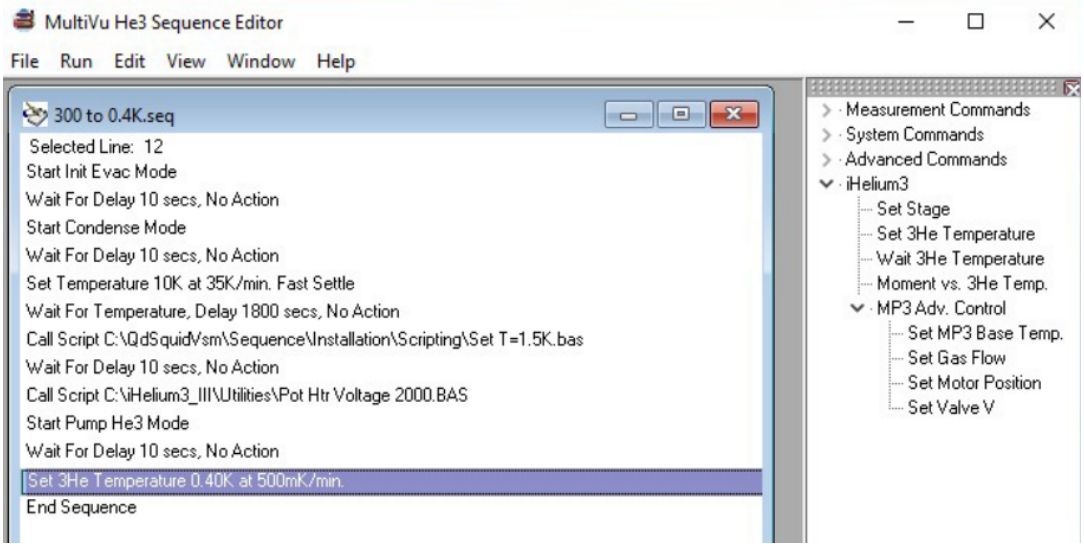
・Pump He3 Stage：此階段可開始進行量測、或是重新進行 Condense Stage。

・Finish Stage：回收 ^{3}He 氣體並升溫至室溫(300K)。

3.7.8、 iQuantum He3 降溫及量測程序撰寫

iQuantum He3 降溫

1. iQuantum He3 有其專屬的 Sequence Editor，開啟路徑為 iHelium3 Option Control Center ➔ Wizard ➔ Sequence Editor，開啟檔名為 300 to 0.4K 的 Sequence，



執行程序前，請先確認：

・MPMS3 的樣品艙已完成 purge。
・樣品艙狀態顯示為 purged。
・樣品艙真空度為 20 torr 以下。
・以板手打開氦三製冷機(iQuantum He3)抽氣管路閥(Backing pump output blank)。

2.Run➔ Run Sequence，此時 MPMS3 MultiVu 會跳出量測程序並開始執行。
註：使用 iQuantum He3 Sequence Editor 執行的 Sequence 可用 MPMS3 MultiVu 的”停止執行鍵”停止目前在跑的程序，要再重新執行程序須回到氦三製冷機程序編輯器(iQuantum He3 Sequence Editor)點按 Run➔ Run Sequence。

當 300 to 0.4K 的程序開始執行後，會依序執行 Init Evac Stage 及 Condense Stage，以下介紹 Init Evac Stage 及 Condense Stage 的過程。
Init Evac Stage：
・Backing pump 開啟，等待 30 秒，這是為了將 Backing pump 及閥門 V2B 間的空氣抽掉。
・打開閥門 V2B 及閥門 V1，開始抽空 He3 樣品區域的空氣。
・抽至壓力約 2 torr 後，TMP 啟動。
註：壓力抽至 $50x10^{-4}$ torr 時，用板手關閉 iQuantum He3 Backing pump output blank，並開啟 ^{3}He 罐手動閥(Manual He3 tank valve)。
・抽至壓力約~10^{-4} torr 後，關閉閥門 V1 及閥門 V2B。
・關閉 Backing pump 及 TMP。

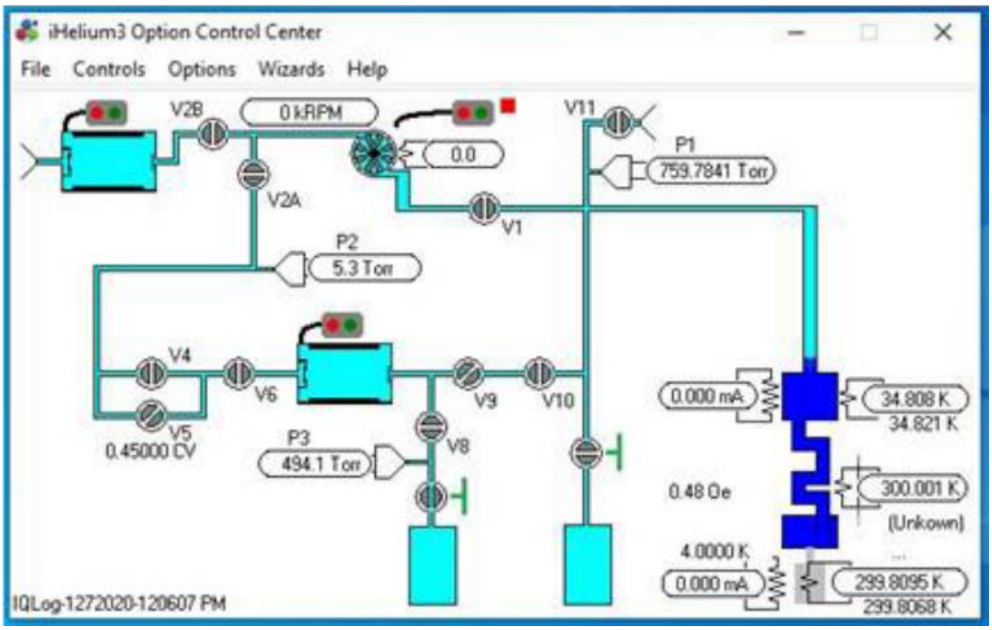


圖 3-7-8-1、iHelium3 Option Control Center 介面。

Condense Stage：
・開啟閥門 V10 及 V8，使 He_3 氣體進入樣品空間。

・MPMS3 降溫至系統最低溫~1.5 K，等待 He_3 氣體凝結成液態 He_3。
・當 He_3 氣體壓力(P1)下降至 90 Torr 以下，閥門 V10 關閉。
・當 He_3 氣體壓力(P1)下降至 70 Torr 以下，Condense Stage 完成，進入 Pump He3 Stage，可開始進行控溫及量測。

3.加磁場至 1000 Oe，Located 樣品位置，決定 DC 量測時要走幾 mm、量測時間及 scan 次數後再開始量測 Sequence。
註：使用 iQuantum He3 量測磁化率是量測 ZFC 及 FCW，因為 iQuantum He3 控制溫度的方式為凝結 ^3He 後利用：1.Turbo pump 抽氣製造壓力差，做焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)、2.開啟加熱器(heater)來做溫度控制。He_3 氣體在 2K 時會開始沸騰並蒸發，量測完 ZFC 後氦三置入器(He3 insert)內已無液態 He_3，需再重新進行液態 ^3He 凝結程序，再進行 FCW 量測。

4.量測完後在 Sequence Editor 打開檔名為 Save He3 gas and warm to 300K 的 Sequence，點 Run➔ Run Sequence，開始進行 Finish Stage。
Finish Stage：
・將 He_3 溫度設置為 3K。
・將 MPMS3 加熱到 30K，等待約 10 分鐘。
・進入 He3 Finish 階段，回收 He_3 氣體至 He3 tank 中。
・當 P1 壓力~~10^{-4} torr 後，結束 Finish stage，MPMS3 升溫到 300K。

5.系統回溫到 300K 後
・關閉 ^3He 罐手動閥(Manual He3 tank valve)。
・關閉 iHelium3 III 軟體。
・關閉 iQuantum He3 電源。
・He3 insert 破真空，拿出樣品。
・取下 Bellow 管、取出氦三置入器(He3 insert)。

3.7.9、 氦三製冷機量測程序撰寫-磁置曲線 MH curve

磁滯曲線是在固定的溫度下，量測外加磁場改變時的樣品磁化強度，量測 Data 檔案是手動建立(見放樣品步驟 8)，在執行量測程序前先確認有手動建立數據(data)檔案，氦三製冷機(iQuantum He3)有其專屬的量測程序編輯器(Sequence Editor)，開啟路徑為 iHelium3 Option Control Center ➔ Wizard ➔ Sequence Editor。

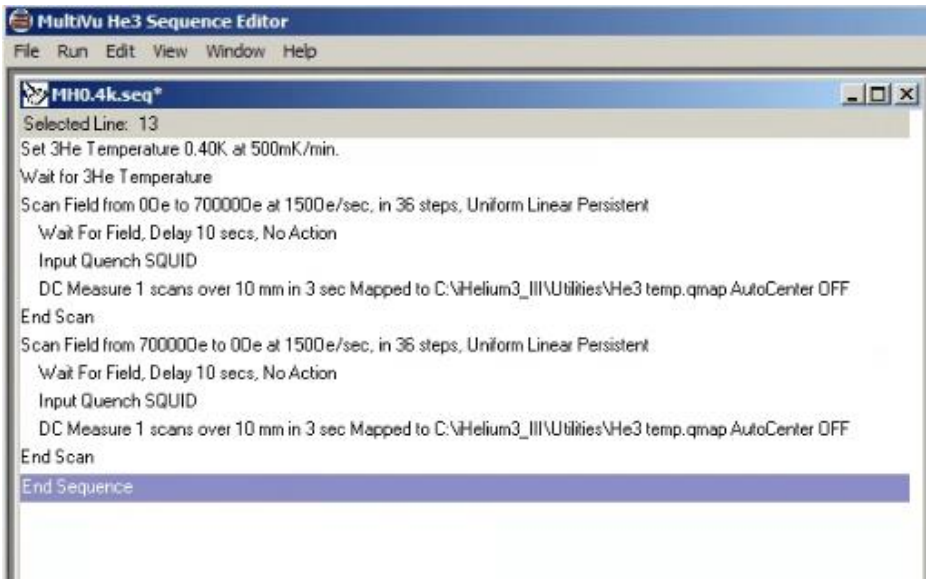


圖 3-7-9-1、iHelium3 Sequence 撰寫介面。

磁滯曲線(MH curve)是在固定的溫度下，量測外加磁場改變時的樣品磁化強度，程序開始撰寫時，要告訴儀器：

1. 設定量測溫度，量測前須等待 5 分鐘。
2. 做磁滯曲線量測，在使用氦三製冷機(iQuantum He3)時，是用 Scan 的方式量測磁滯曲線。

磁滯曲線的量測設定，可以決定加磁場的速率(Rate(Oe/Sec))以及每隔多少磁場(Increments)量測一個點，點選”Scan Field from …”開始設定

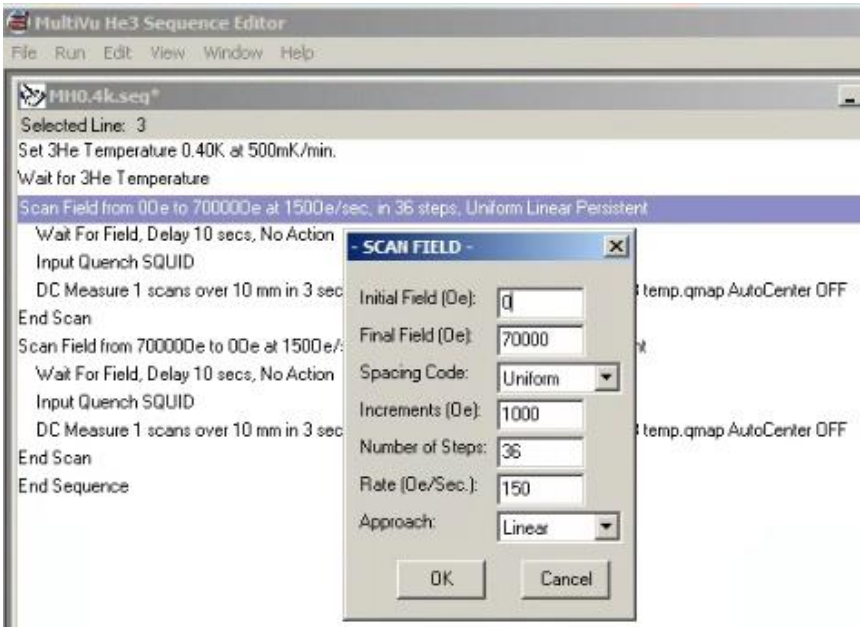


圖 3-7-9-2、iHelium3 Monent vs. Temperature 撰寫介面。

設定好量測磁場範圍、每隔多少磁場量測一個點、加磁場的速率後按”OK”，點選”DC Measure …”修改掃描距離以及掃描次數、掃描時間。

在低溫時加磁場至 1000 Oe，定位樣品位置，決定 DC 量測時要走幾 mm、量測時間及 scan 次數。

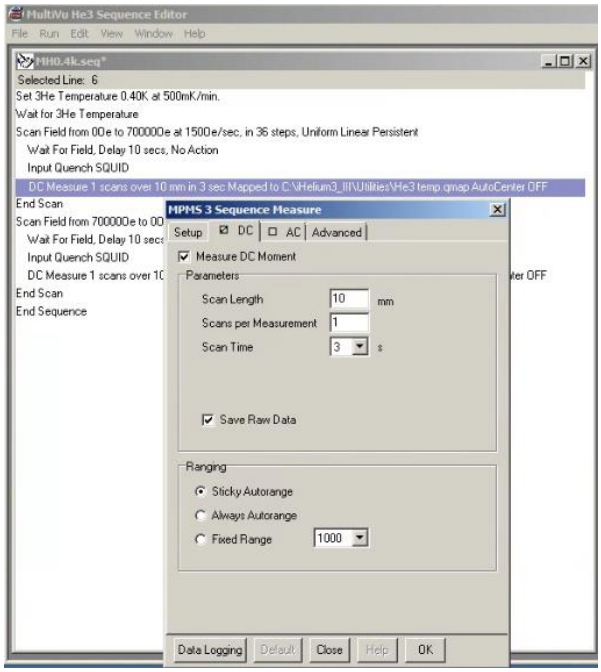


圖 3-7-9-3、iHelium3 修改 DC 量測參數介面。

若是要量測±70000 Oe 的磁滯曲線，則須設定三個 Scan Field 的範圍：0 Oe~ 70000 Oe、70000 Oe~ -70000 Oe、-70000 Oe~ 70000 Oe，這樣是一個完整的磁滯曲線量測。

3.7.10、氦三製冷機量測程序撰寫-磁化率 MT curve

磁化率(MT curve)是在固定的磁場下，量測溫度改變時的樣品磁化強度，量測磁化率有分成 ZFC、FC 及 FCW，使用 iQuantum He3 量測時一率量測 ZFCFCW。

ZFC：降溫過程不加磁場，降到低溫後加磁場，升溫量測。

FCW：降溫過程加磁場，升溫量測。

量測數據(data)檔案是手動建立(見放樣品步驟 8)，在執行量測程序前先確認有手動建立數據(data)檔案，氦三製冷機(iQuantum He3)有其專屬的量測程序編輯器(Sequence Editor)，開啟路徑為 iHelium3 Option Control Center ➔ Wizard ➔ Sequence Editor。

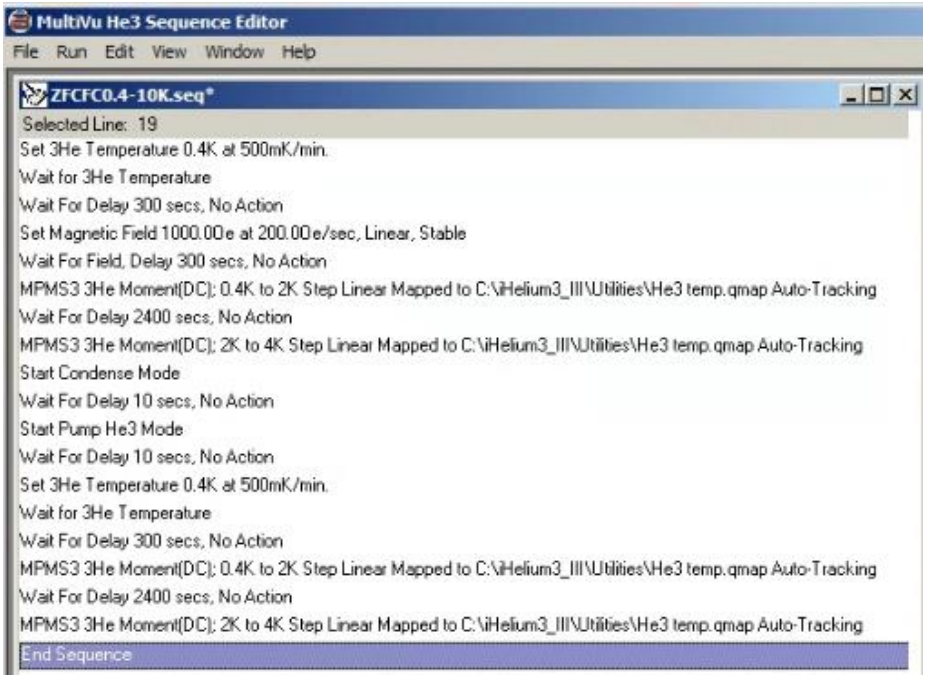


圖 3-7-10-1、iHelium3 Sequence 撰寫介面。

1. 設定量測溫度，等待 5 分鐘。
2. 設定磁場，量測前須等待 5 分鐘。
3. 做磁化率量測(ZFC)。

如果量測溫度會高於 2K，則磁化率的量測需分為兩階段：2K 以下、2K 以上，在 2K 時等待約 40 分鐘，讓氦三置入器(He3 insert)內的液態 ^{3}He 蒸發完，減少液態 ^{3}He 蒸發時對量測數據的影響，磁化率的量測設定可以決定每隔多少溫度量測一個點，點選”MPMS3 3He Moment(DC) …”開始設定。

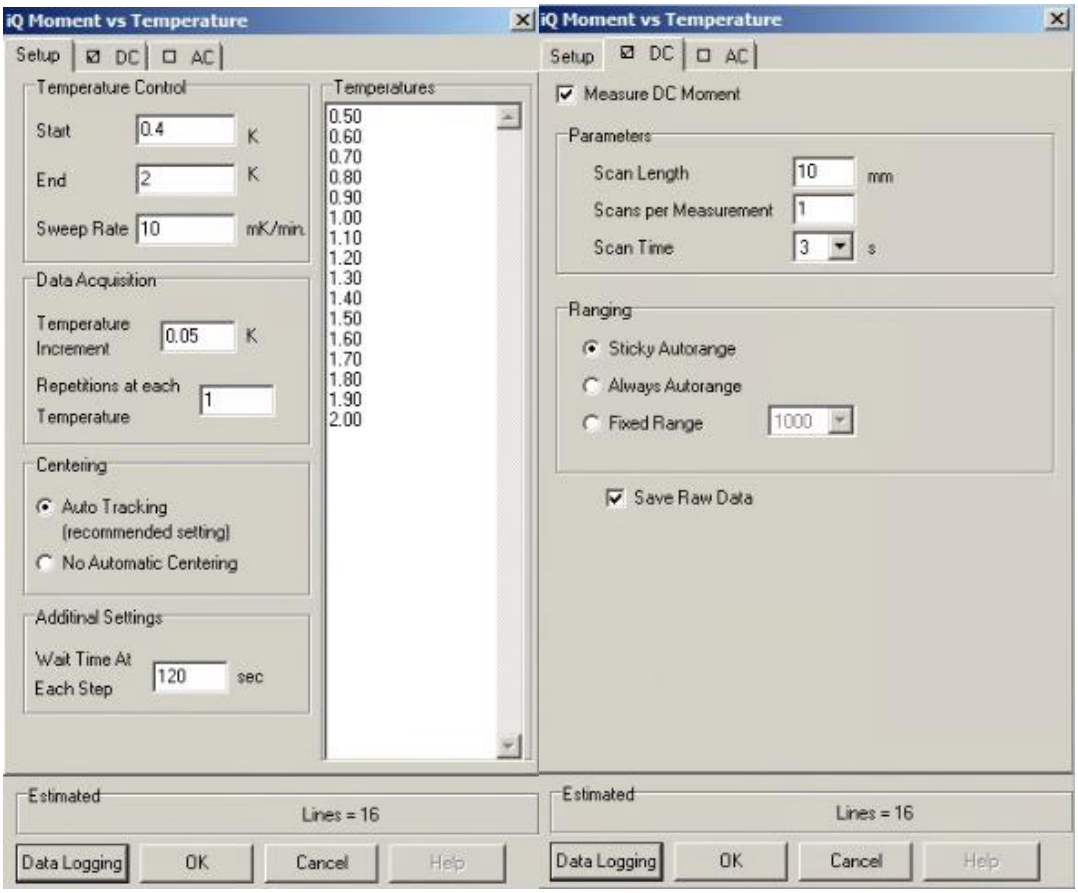


圖 3-7-10-2、iQ Monent vs. Temperature 撰寫介面。

設定好量測溫度範圍、每隔多少溫度量測一個點、升降溫的速率後，可修改 DC 量測的掃描距離以及掃描次數、掃描時間。

在低溫時加磁場，定位樣品位置，決定 DC 量測時要走幾 mm、量測時間及掃瞄(scan)次數。

4. 等待約 40 分鐘(如果量測溫度高於 2K 時才須要做這個步驟)。
5. 做第二段磁化率量測(ZFC)(如果量測溫度高於 2K 時才須要做這個步驟)。

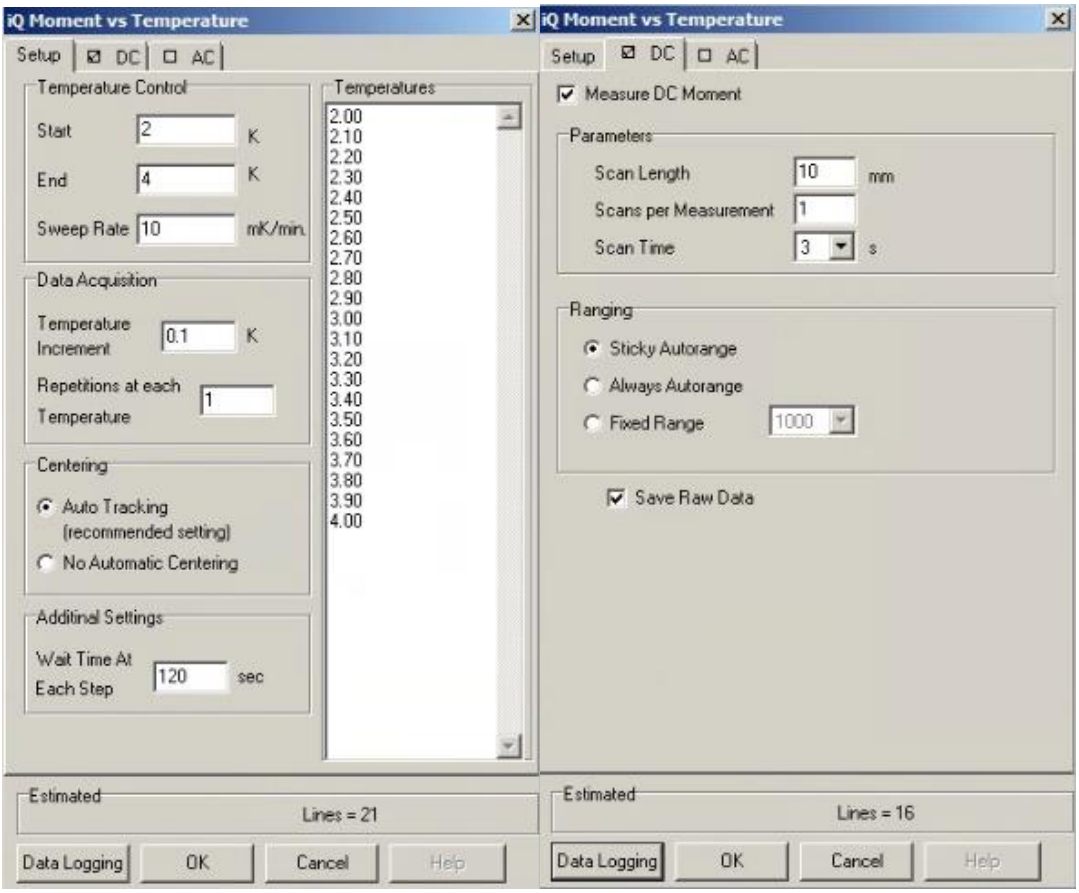


圖 3-7-10-3、iQ Monent vs. Temperature 撰寫介面。

設定好量測溫度範圍、每隔多少溫度量測一個點、升降溫的速率後，可修改 DC 量測的掃描距離以及掃描次數、掃描時間。

6. Start Condense mode，讓 He3 氣體凝結。
7. 設定量測溫度，等待 5 分鐘。
8. 做磁化率量測(FCW)。
9. 等待約 40 分鐘(如果量測溫度高於 2K 時才須要做這個步驟)。
10. 做第二段磁化率量測(FCW)(如果量測溫度高於 2K 時才須要做這個步驟)。

4、 機台操作

4.1、樣品封裝

圖 4-1-1、樣品桿與樣品放入樣品傳輸裝置。

樣品量測時的訊號接收位置是距離樣本桿底部 66mm+-3mm，根據量測溫度還有樣品形狀的不同，決定樣品的封裝方式，以下會介紹不同溫度區間：1.8 K~300 K、0.4 K~1.8 K、300 K~1000 K 樣品封裝方式。

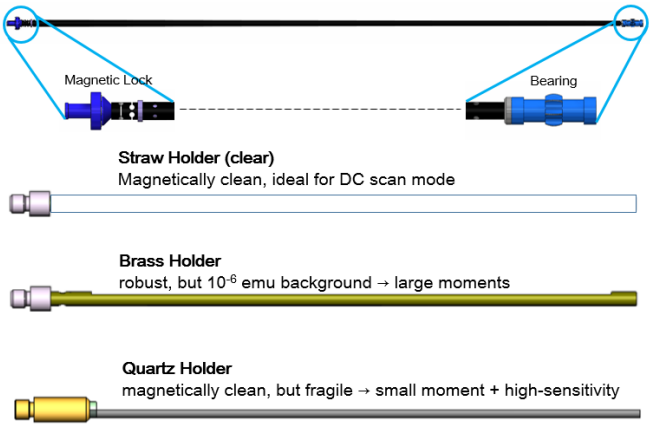


圖 4-1-2、不同材質的樣品載台。

4.2、量測溫度區間 1.8 K~300 K 的樣品封裝

1.8 K-300K 會使用吸管、黃銅或石英樣品載台(sample holder)來放樣品。吸管是跟原廠訂製的，在脫膜過程有經過特殊處理，讓吸管中有磁性的雜質變少，減少樣品訊號被吸管的背景訊號影響；樣品磁性較大時(0.1 emu~11emu)可用黃銅樣品載台(brass sample holder)；樣品

量測時需注意軸向、使用其它兩種樣品架量測時樣品無法固定住時會使用石英樣品載台(quartz sample holder)。樣品的封裝方式依照樣品是粉末、塊狀、薄膜…而會有不同的封裝方式。

圖 4-2-1、粉末、塊狀樣品封裝在吸管中。

4.2.1、粉末、塊狀樣品的封裝

1.樣品裝在膠囊中秤重，紀錄樣品重量。

2.膠囊其它空間用醫療用棉花塞滿,當塊狀樣品有方向性時,在裝入膠囊中就要注意放的位置。

3.剪兩段 7mm 寬的吸管，一段推入吸管中。

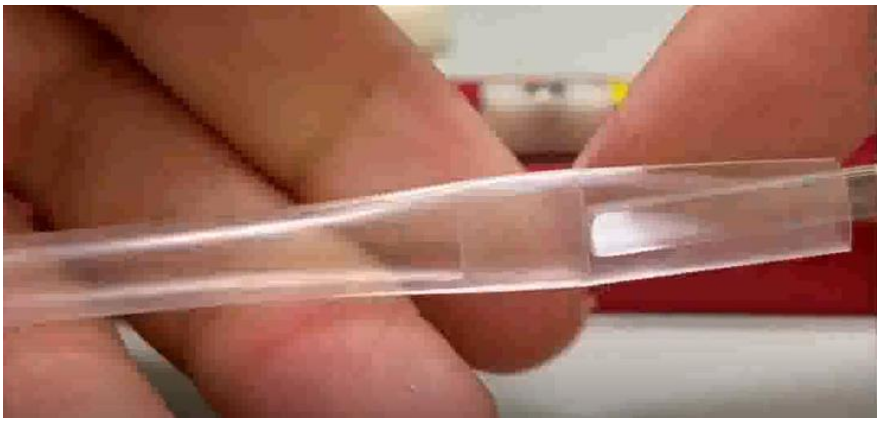


圖 4-2-1-1、7mm 寬的吸管推入吸管中。

4.放入裝有樣品的膠囊，再推入另一段吸管，注意樣品位置要距離吸管底部 66 mm，在 66 mm 端底部寫上樣品名稱。

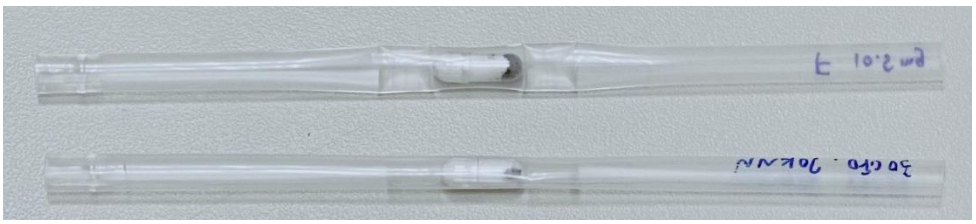


圖 4-2-1-2、樣品位置要距離吸管底部 66 mm，在底部寫上樣品名稱。

4.2.2、 薄膜樣品封裝

薄膜樣品會根據量測的磁場方向而有不同的封裝方式，在 SQUID 中，磁場方向固定為由地板往天花板的方向，讓磁場沿著薄膜樣品的表面流過，即是樣品平行磁場；讓磁場從薄膜樣品穿出來，即是樣品垂直磁場。

圖 4-2-2-1、薄膜樣品封裝在吸管中。

平行磁場的薄膜樣品封裝

樣品尺寸：7 mm x 5 mm

1.將薄膜樣品推入吸管中，樣品位置距離吸管底部 66 mm，在 66 mm 端底部寫上樣品名稱。

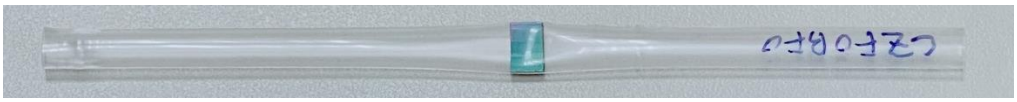


圖 4-2-2-2、薄膜樣品推入吸管中。

垂直磁場的薄膜樣品封裝

樣品尺寸：4 mm x 4 mm

1. 將樣品推入吸管中距離吸管底部約 66 mm 位置後用兩隻塑膠棒將樣品立起來。

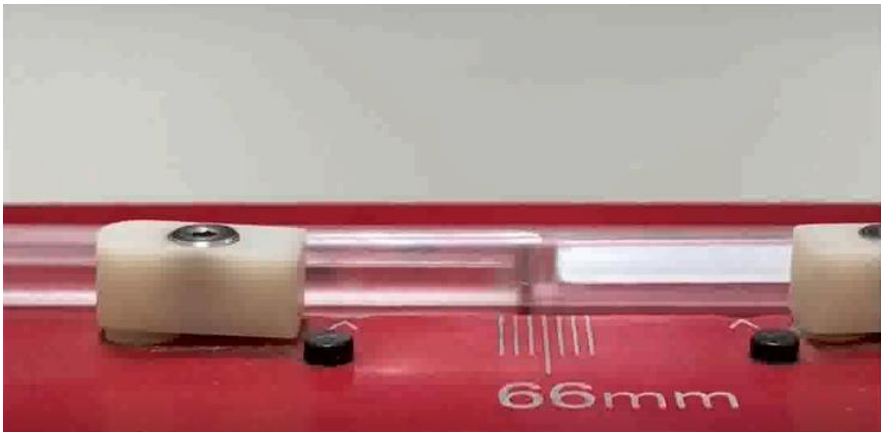


圖 4-2-2-3、薄膜樣品推入吸管中。

2. 剪兩段 7 mm 寬的吸管。
3. 樣品上下用膠囊固定之後用兩段 7 mm 的吸管固定，注意樣品位置要距離吸管底部 66 mm，在 66 mm 端底部寫上樣品名稱。

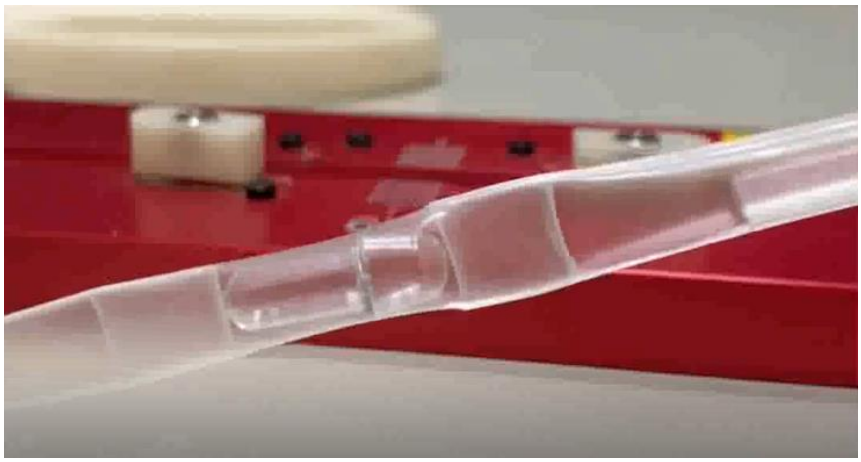


圖 4-2-2-4、薄膜樣品在吸管中固定。

4.3、 量測溫度區間 0.4 K~1.8 K 的樣品封裝

0.4 K-1.8K 會使用原廠製的吸管，材質與 1.8 K~300 K 時使用的吸管有一點差異，管徑也不同。

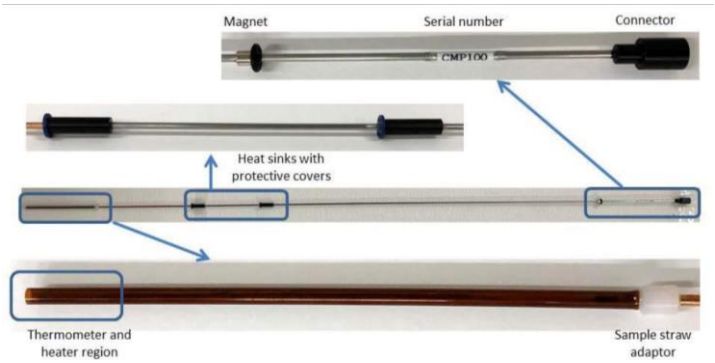


圖 4-3-1、氦三製冷機的樣品載台。

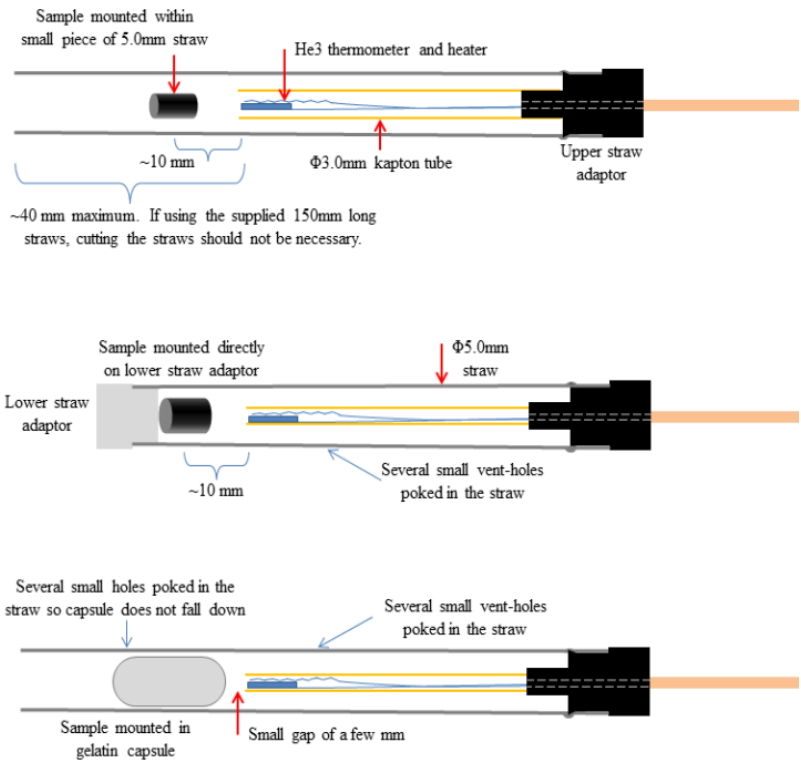
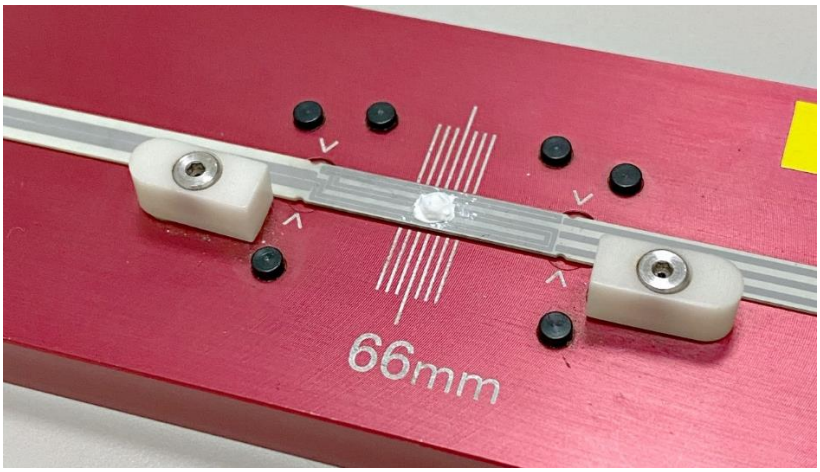


圖 4-3-2、氦三製冷機中樣品載台的樣品封裝。

氦三製冷機樣品載台末端有溫度計(thermometer)及加熱器(heater)，因氦三製冷機的控溫方式為依靠渦輪幫浦以及加熱加熱器來控溫，固樣品位置放越靠近溫度計及加熱器、樣品溫度會越準確，放樣品步驟：

1. 將吸管套上樣品載台，勿摸到溫度計及加熱器。
2. 樣品固定至膠囊、吸管上後，推至離溫度計約 5 mm 位置。
3. 若是使用膠囊固定樣品，需在剪一段約 3 mm 的吸管，從下方推進吸管中固定膠囊。



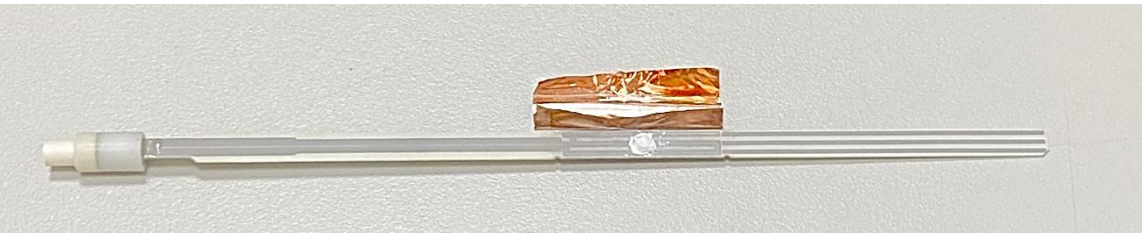


圖 4-3-3、高溫套件的樣品是固定在具有加熱功能的樣品載台上。

4.4、 量測溫度區間 300 K~1000 K 的樣品封裝

300 K-1000K 使用高溫套件的樣品載台，這個樣品載台上的導線可以在溫度控制時直接加熱來做溫度控制，樣品載台的材質為鎳鐵，固定樣品時使用氧化鋁膠將樣品黏在樣品架上距離底部 66 mm 的位置，並等膠乾掉，因為是用膠將樣品直接黏在載台上，樣品是塊狀的用在高溫套件上比較合適。

總結這章節介紹的根據不同量測溫度區間、不同樣品類型，而有不同的樣品封裝方式。

表 4-4-1、不同溫度區間的樣品封裝方式。

量測溫度範圍/樣品類型	塊狀	粉末	薄膜	
			平行磁場	垂直磁場
0.4 K-1.8 K	吸管	吸管	吸管	吸管
1.8 K -300K	吸管、黃銅、石英	吸管、黃銅	吸管	吸管
300 K -1000 K	高溫套件	高溫套件	高溫套件	高溫套件

4.5、 量測區間間隔的設定

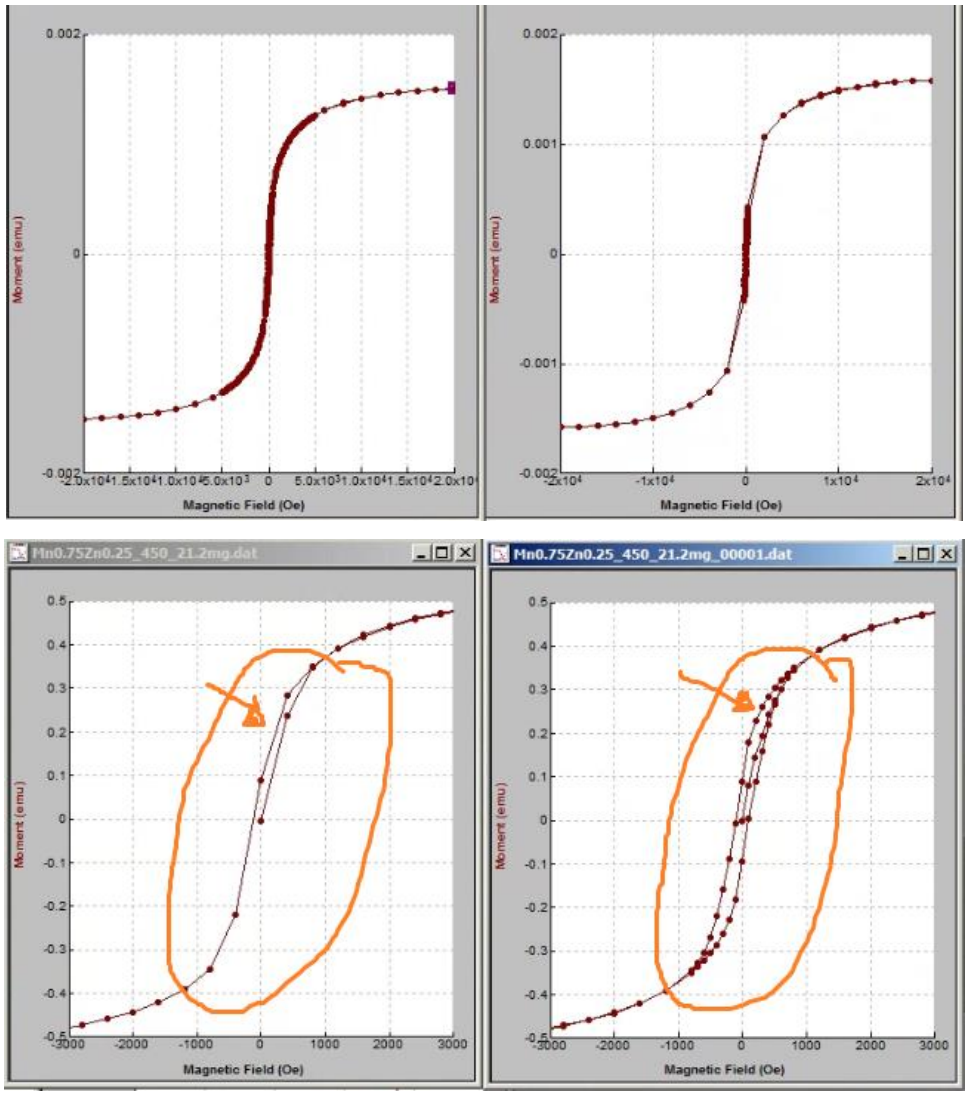


圖 4-5-1、磁滯曲線量測間隔取得不好，導致數據點太少。

第一次量測磁滯曲線會碰到的問題就是量測間隔該如何設定，如果不了解材料在多大的磁場下會飽和而設定了一個錯誤的量測區間，量出來就會是無法使用的數據，在量測前收集材料的磁性特性是很重要的，參考實驗室學長姐的碩士論文、網路上找文獻…都是很好的方法。

4.6、 樣品固定

樣品在 SQUID 中量測時會上下震動，務必確保在吸管中的樣品是固定好的，如果吸管內的樣品沒有固定好(圖 53)，量測時會發生數據不佳、或是量不到的情況，這時就得重新封裝樣品(圖 54)，重新封裝樣品後再量測，可得到更佳的量測數據。

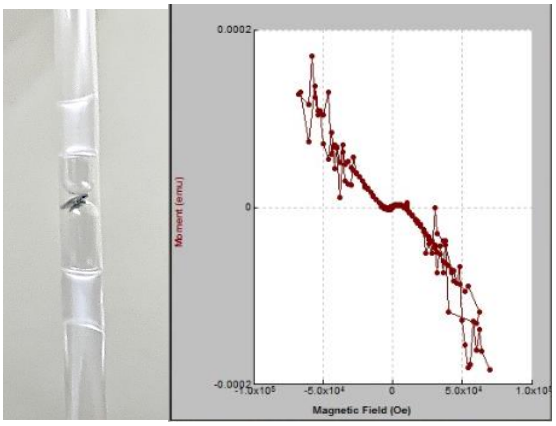


圖 4-6-1、薄膜樣品沒有固定好，導致數據點跳掉，樣品因震動而傾斜。

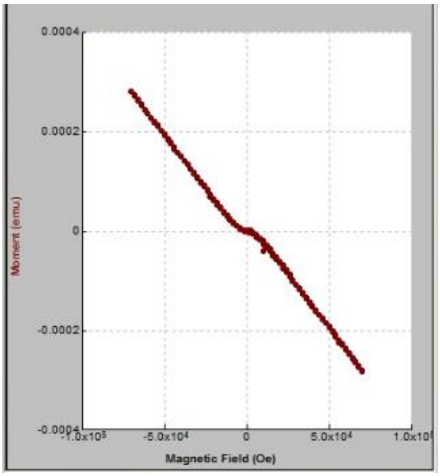


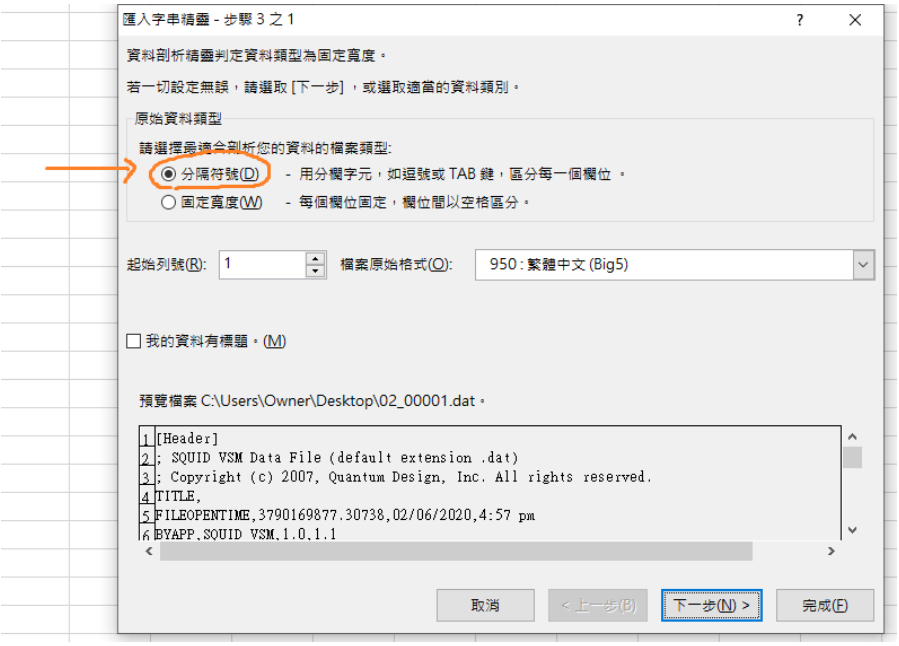
圖 4-6-2、再將薄膜樣品固定好，量出的數據品質就好多了。

圖 4-6-3、薄膜樣品量測完後，基板上的東西已所剩無幾。

薄膜樣品要注意基板上面長的東西會不會因為震動而掉落(圖 4-6-3)，如果會因震動而掉落，那量測出來的數據可能只有基板的訊號而已。

4.7、 數據檔案開啟

樣品量測完後，技術員會將檔案上傳至網路硬碟，用戶至網路硬碟下載的數據檔為.dat 檔，打開.dat 步驟：打開 Excel ➔ 開啟舊檔 ➔ DAT 檔 ➔ 跳出匯入字串精靈 ➔ 1/3 頁選擇分隔符號➔ 2/3 頁選擇逗號➔ 3/3 頁 完成



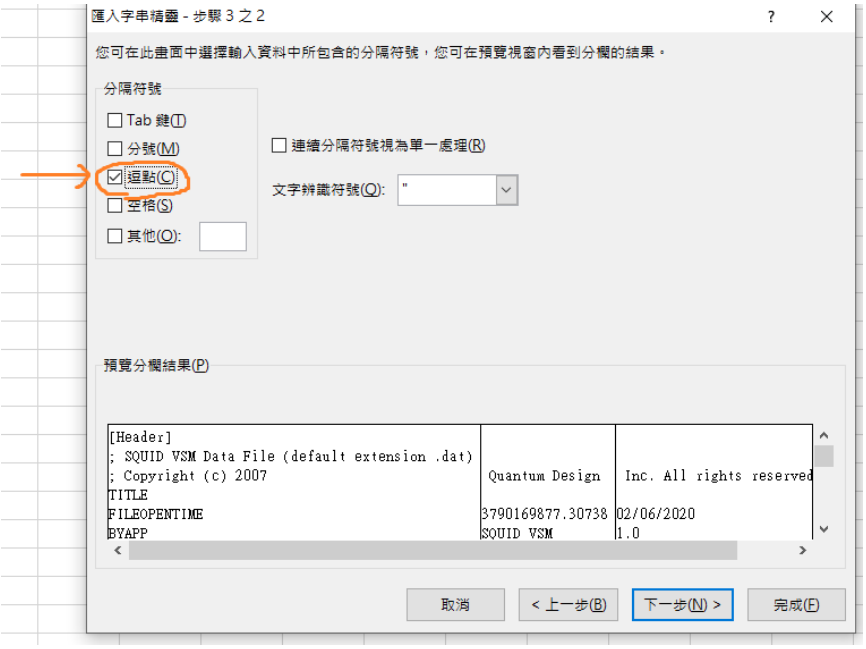


圖 4-7-1、Excel 打開.dat 檔。

Excel 打開.dat 檔後，會看到整個畫面滿滿的數據，以下會講解該如何從這些數據海中擷取磁滯曲線、磁化率所需要的數據。

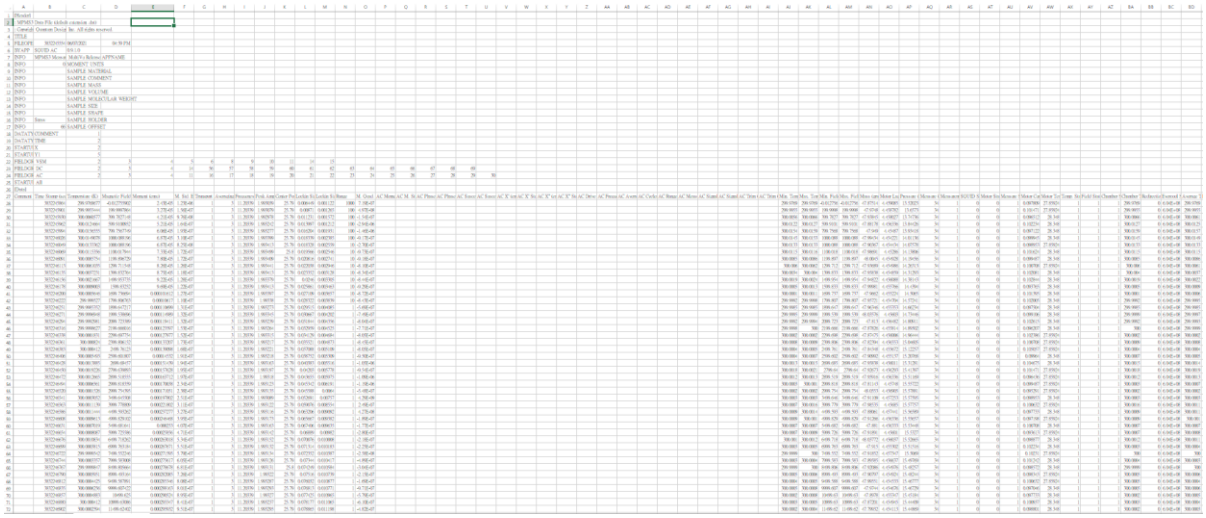


圖 4-7-2、Excel 中的.dat 檔。

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
27	Comment	Time Stamp (sec	Temperature (K)	Magnetic Field (	Moment (emu)	M. Std. Er	Transport	Averaging	Frequency
28		3832245864	299.9768677	-0.012755902	2.43E-05	1.23E-06	1	3	11.20339
29		3832245901	299.9955444	199.9997864	3.27E-05	1.56E-07	1	3	11.20339
30		3832245930	300.0060577	399.7827148	4.21E-05	9.76E-08	1	3	11.20339
31		3832245962	300.0124664	599.9100952	5.21E-05	1.64E-07	1	3	11.20339
32		3832245994	300.0156555	799.7567749	6.06E-05	1.93E-07	1	3	11.20339
33		3832246026	300.0149078	1000.088196	6.87E-05	3.10E-07	1	3	11.20339
34		3832246049	300.0133362	1000.088196	6.87E-05	8.25E-08	1	3	11.20339
35		3832246069	300.0115356	1100.017944	7.33E-05	1.72E-07	1	3	11.20339
36		3832246091	300.0085754	1199.896729	7.80E-05	1.72E-07	1	3	11.20339
37		3832246113	300.0061035	1299.711548	8.26E-05	1.26E-07	1	3	11.20339
38		3832246135	300.0037231	1399.832764	8.75E-05	1.18E-07	1	3	11.20339
39		3832246156	300.0021667	1499.953735	9.22E-05	1.28E-07	1	3	11.20339
40		3832246178	300.0009003	1599.83252	9.69E-05	1.22E-07	1	3	11.20339
41		3832246200	300.0005646	1699.736694	0.000101612	1.27E-07	1	3	11.20339
42		3832246222	299.999527	1799.806763	0.00010617	1.10E-07	1	3	11.20339
43		3832246251	299.9985352	1899.647217	0.000110699	1.31E-07	1	3	11.20339
44		3832246271	299.9996948	1999.538696	0.000114989	1.32E-07	1	3	11.20339
45		3832246294	299.9992981	2099.723389	0.000119411	1.32E-07	1	3	11.20339

圖 4-7-3、磁滯曲線(MH)擷取的數據。

磁滯曲線是在固定的溫度下，量測外加磁場改變時的樣品磁化強度，在檔案中確認 Temperature(K)這欄數值是沒有太大的變動的。

作圖時 X 軸是 Magnetic Field(Oe)、Y 軸的話使用 VSM 模式是找 Moment(emu)這欄、使用 DC 模式的話是找 DC Moment Free Ctr(emu)這欄，一個完整的磁滯曲線應為封閉曲線，若量測條件不是量完整的迴路(例如：只量測 0 Oe➔10000 Oe)則畫出來的磁滯曲線就不會是封閉曲線。

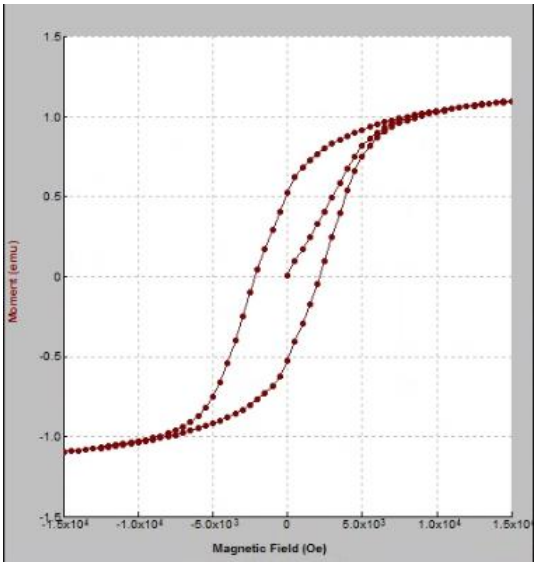


圖 4-7-4、磁滯曲線為封閉曲線。

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
27	Comment	Time Star	Temperature (K)	Magnetic	Moment (emu)	M. Std. Er	Transport	Averaging	Frequency	Peak Amp	Center Po
28		3.83E+09	1.999767303	10.05165			3				24.53383
29		3.83E+09	2.000752687	10.05165	-0.003484859	6.73E-07	1	8	11.20339	3.981454	24.52
30		3.83E+09	2.099360704	10.05165	-0.003482494	5.82E-07	1	8	11.20339	3.981354	24.52
31		3.83E+09	2.199979544	10.05165	-0.003477038	5.55E-07	1	8	11.20339	3.98126	24.52
32		3.83E+09	2.299843907	10.05165	-0.003466102	5.90E-07	1	8	11.20339	3.98121	24.52
33		3.83E+09	2.400078535	10.05165	-0.00345123	6.13E-07	1	8	11.20339	3.98117	24.52
34		3.83E+09	2.500106692	10.05165	-0.003430985	6.19E-07	1	8	11.20339	3.98118	24.52
35		3.83E+09	2.599965215	10.05165	-0.003304259	5.28E-07	1	8	11.20339	3.981071	24.52
36		3.83E+09	2.70030272	10.05165	-0.003293947	5.10E-07	1	8	11.20339	3.98108	24.52
37		3.83E+09	2.800424576	10.05165	-0.003273283	4.75E-07	1	8	11.20339	3.981057	24.53
38		3.83E+09	2.900132895	10.05165	-0.003212948	3.77E-07	1	8	11.20339	3.981022	24.52
39		3.83E+09	3.000265241	10.05165	-0.003023601	4.44E-07	1	8	11.20339	3.980967	24.52
40		3.83E+09	3.099810123	10.05165	-0.002732665	4.00E-07	1	8	11.20339	3.980982	24.52
41		3.83E+09	3.200028062	10.05165	-0.002313956	2.93E-07	1	8	11.20339	3.981056	24.53
42		3.83E+09	3.300055027	10.05165	-0.001768339	2.32E-07	1	8	11.20339	3.980969	24.52

圖 4-7-5、磁化率(MT)擷取的數據。

磁化率是在固定的磁場下，量測溫度改變時的樣品磁化強度，在檔案中確認 Magnetic Field(Oe)這欄數值是沒有太大的變動的。

作圖時 X 軸是 Temperature(K)、Y 軸的話使用 VSM 模式是找 Moment(emu)這欄、使用 DC 模式的話是找 DC Moment Free Ctr(emu)這欄，磁化率大部分為開放曲線。

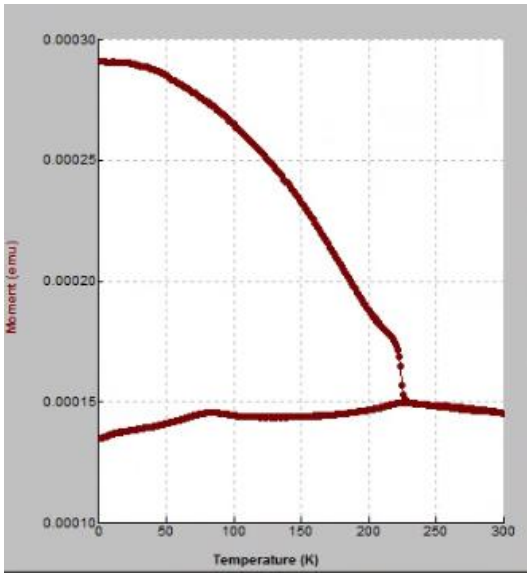


圖 4-7-6、磁化率大部分為開放曲線。

5、 其他事項

5.1、 儀器定期維護

除了封裝樣品、撰寫量測程序來量測樣品，儀器定期維護也是讓儀器能夠順利運轉的一部分，這節就來介紹超導量子干涉磁化儀日常的維護，超導量子干涉磁化儀除了前面介紹的杜瓦瓶、樣品傳輸裝置、超導磁鐵、模塊塔(module Bay Tower)…等等用於控制溫度、量測之外，他還倚靠著壓縮機(compressor)、渦捲式幫浦(scroll pump)、冰水機…來維持機體的運作，沒有壓縮機，超導量子干涉磁化儀就無法重複利用氦氣凝結液氦，液氦在杜瓦瓶裡面後就會隨著時間蒸發到大氣中；沒有渦捲式幫浦，就無法順利利用焦耳湯普森膨脹(Joule-Thomson expansion)，也無法控制量測溫度；沒有冰水機，壓縮機內部的油溫很快就會溫度過高而導致跳機，進而超導量子干涉磁化儀內部的氦氣無法凝結成液氦，定期維護是讓儀器順利運作的一部分，以下就來一一介紹。

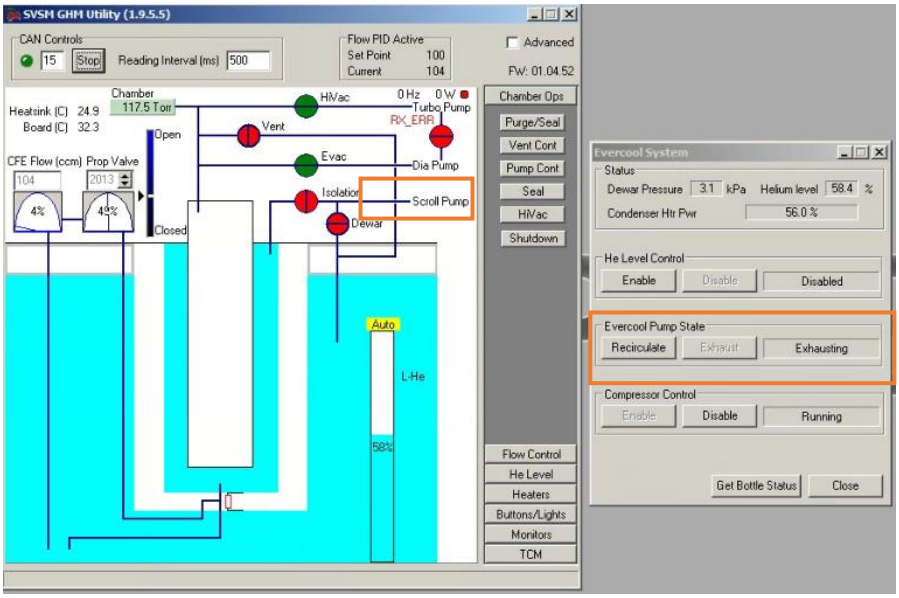
5.2、 渦捲式幫浦(Scroll Pump)定期更換密封環(tip seal)

徵兆：當 SQUID 降溫效率變差(EX:無法降溫到 2K)，需將渦捲式幫浦(Scroll Pump)換下，裝上備品後更換密封環(tip seal)。

5.2.1、 更換渦捲式幫浦 Scroll Pump 步驟

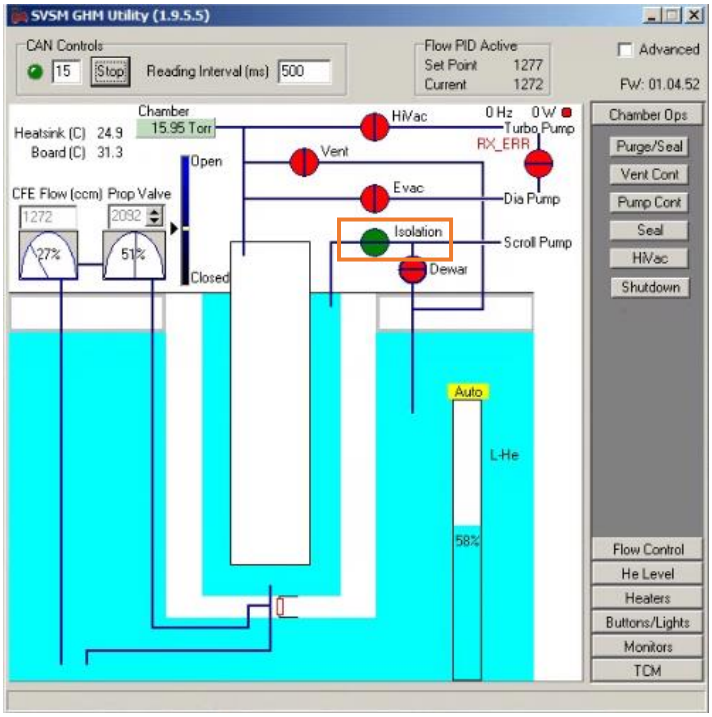
1.將 SVSM GHM Utility 中的 Isolation 閥關閉(顯示紅色)、Evercool System 中的 Evercool Pump State 選擇”Exhaust”。

註：替換渦捲式幫浦(Scroll Pump)時，Pump State 改為 Exhaust 可避免讓外界空氣進入杜瓦瓶中，導致氧氣、氮氣在毛細管結冰，造成毛細管堵塞，降溫也會受到影響，堵塞情形嚴重時將無法降溫至 2K，此時就得停機回溫。



2.替換止瀉膠帶、O 型環(O-ring)清理、更換渦捲式幫浦(Scroll Pump)至儀器上。

3.等待 5 分鐘後將 SVSM GHM Utility 中的 Isolation 閥開啟(顯示綠色)。



4.設定溫度=2 K，溫度維持在低溫至少半小時，查看儀器是否可穩定維持在 2K。

5. Evercool System 中的 Evercool Pump State 選擇”Recirculating”。

5.2.2、 換下的渦捲式幫浦(Scroll Pump)後續處理

用具：六角板手、新的密封環(tip seal)組、酒精、紙巾、高真空潤滑油(High Vacuum grease)

1.以六角板手拆開渦捲式幫浦(Scroll Pump)上的盤。

2.用高壓空氣槍清理渦捲式幫浦(Scroll Pump)盤上的粉塵，再用丙酮及紙巾清除細部粉塵。

3.裝上新的密封環(tip seal)。

4.O 型環(O-ring)用酒精清潔後塗上高真空潤滑油(High Vacuum grease)，裝回渦捲式幫浦(Scroll Pump)上。

5.裝上渦捲式幫浦(Scroll Pump)上的盤。

5.3、 定期過濾冰水機蓄水池中的水

定期察看冰水機蓄水池的水，如果水中雜質太多，需架設淨水器將水過濾乾淨，約半年查看一次。

圖 5-3-1、淨水器架設於蓄水池上。

5.4、定期將 SQUID 的壓縮機重開機

定期將 SQUID 的壓縮機電源關閉重新啟動，避免壓縮機內部微電腦當機，約一星期一次，如果一星期以上沒有重新啟動壓縮機，電腦會開始跳出警告時(EX：杜瓦瓶壓力過低…等)，壓

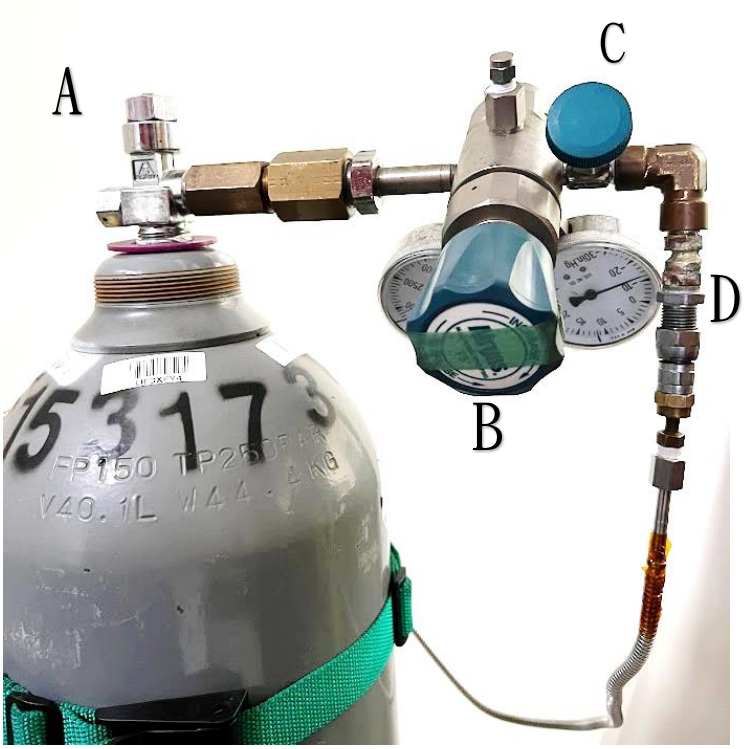
縮機會無預警跳機。

5.5、 定期補充 SQUID 杜瓦瓶中的液氦量

SQUID 杜瓦瓶中的液態氦不能少於 9 公升，否則超導磁鐵在升降磁場時會因為要用液氦降溫超導磁鐵，導致更多的液態氦蒸發，定期察看杜瓦瓶中的液態氦，適時開啟氦氣鋼瓶提供氦氣給 SQUID 的冷頭製作液態氦，以補充杜瓦瓶中的液態氦。

5.6、 替換氦氣鋼瓶

接在 SQUID 上的氦氣鋼瓶使用完後須替換滿的鋼瓶上去，替換步驟如下：
用具：滿的氦氣鋼瓶、快速接頭(Purge 用)、板手數支。



A：鋼瓶閥　　B：流量閥

C：開關閥　　D：快速接頭-Bellow 管連接儀器

1.確認 SQUID 上的氦氣鋼瓶流量閥(B 及 C)、鋼瓶開關(A)為關閉。

2.移下 SQUID 氦氣鋼瓶連接 Bellow 管的快速接頭(D)。

3.以板手移除氦氣鋼瓶的流量閥。

移除順序一率為：連接波紋管(Bellow)的快速接頭(D) ➔ 氦氣鋼瓶的流量閥。

順序錯誤的話外界大氣會進入氦氣管路中，導致儀器毛細管結冰塞住。

4.換上滿的氦氣鋼瓶。

5.以板手裝上流量閥。

6. 用測漏液測試流量閥交接處有無漏氣，滴上測漏液冒出泡泡表示有漏氣，須再鎖緊。

7.裝上快速接頭(Purge 用)，將氦氣鋼瓶開關(A)打開再關閉。

⚠	此處快速接頭為用來清除流量閥中的空氣用的，請勿在此時裝上連接波紋管(Bellow)的快速接頭(D)，在沒有清除流量閥中的空氣就接上連接儀器的 Bellow 管會使流量閥中的空氣進入儀器內結冰塞住毛細管；快速接頭(Purge 用)用手轉到緊即可，勿用板手繼續鎖緊，流量閥的接頭可能會被轉斷(已轉斷過一次，很可怕)。

8.開啟流量閥(B 及 C)讓氦氣將流量閥的空氣從快速接頭(Purge 用)排出。

9.重複步驟 6、8 一次。

10.移除快速接頭(Purge 用)。

11.裝上連接波紋管(Bellow)的快速接頭(D)，用板手轉到緊即可，請勿繼續鎖緊，流量閥的接頭可能會被轉斷(已轉斷過一次，很可怕)。

12.需要填充氦氣時再打開氦氣鋼瓶跟流量閥。

5.7、 清潔電磁閥

狀況：當 SQUID 儀器停機回溫做保壓測試時杜瓦瓶內部無法維持穩定壓力時，需逐項檢測無法維持壓力的原因，電磁閥長時間沒有清潔也有可能是導致杜瓦瓶內部無法維持穩定壓力的原因之一。

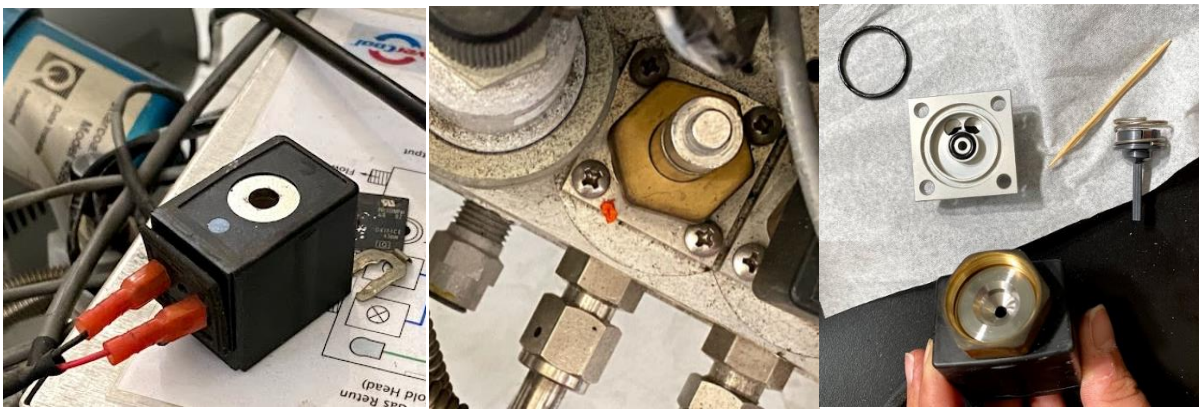


圖 5-7-1、清潔電磁閥。

5.8、 杜瓦瓶真空層重新抽真空

狀況：SQUID 的冷頭降溫效率變差，是因為杜瓦瓶真空層的真空度變低了，無法維持良好的絕熱，這時候就得將杜瓦瓶真空層重新抽真空，這只能在儀器停機回溫時操作。

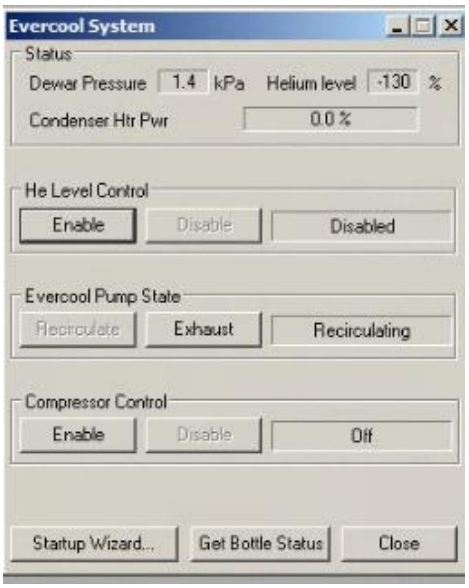
圖 5-8-1、杜瓦瓶真空層重新抽真空。

5.9、 儀器停機升溫

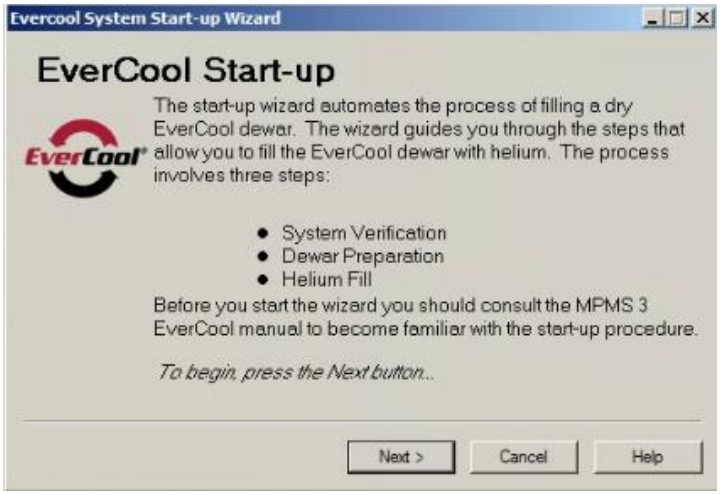
當儀器降溫效率變差，更換渦捲式幫浦(Scroll Pump)也無法改善，則可能是因為 CLT 毛細管被氧冰、氮冰堵塞，須將儀器停機並讓冷頭回溫至 250K 以上，此過程約 5-7 天，如果凝結液氦的過程不順利的話可能需二至三週。

5.9.1、 儀器復機步驟

1.點按 Evercool System 中的”Startup Wizard”



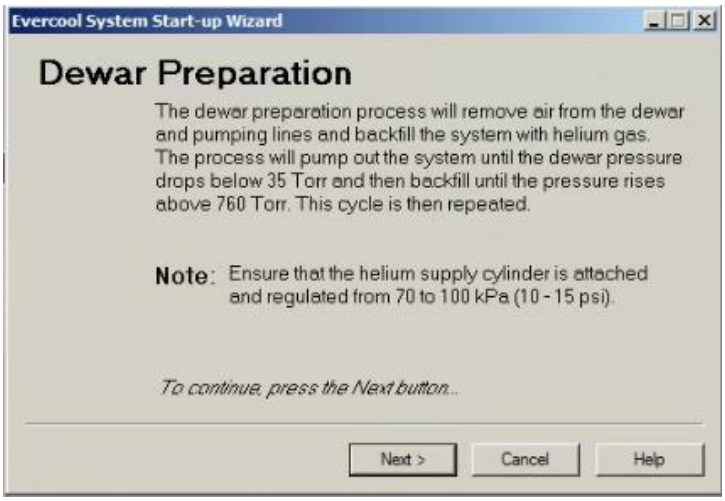
2.按”Next >”。



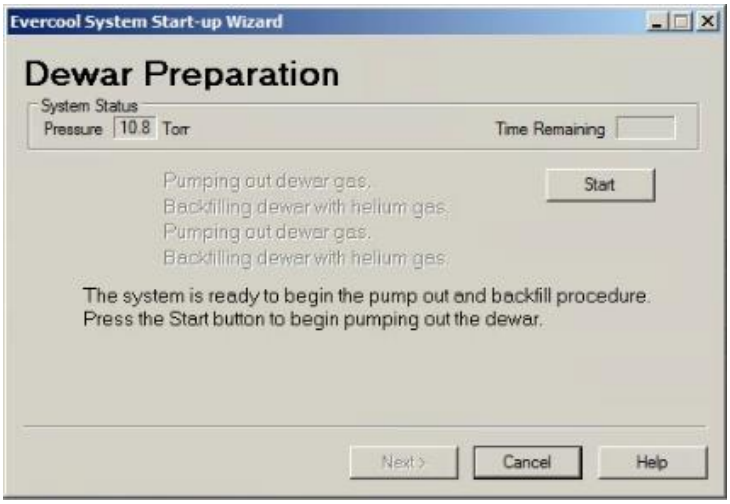
3.勾選 Check-Up List，其中 SQUID cable 須將 module Bay Tower 上 SQUID sensor 的電纜線拔除，勾選完按”Next >”。

4.系統偵測儀器情況，三項都打勾之後按”Next >”。

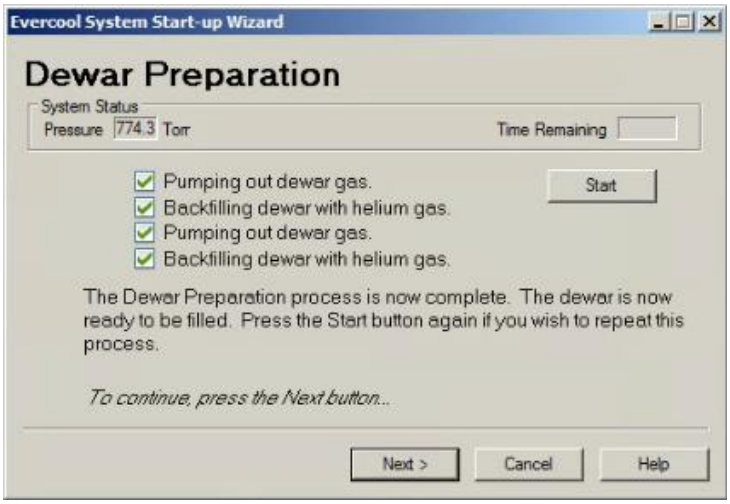
5. 按”Next >”。



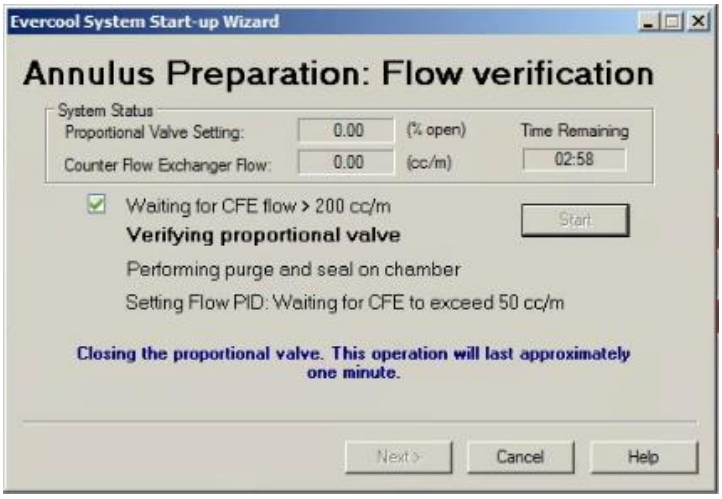
6.儀器接上氦氣鋼瓶，啟動渦捲式幫浦 Scroll Pump，按”Start”，Dewar Preparation 約 5 分鐘。



7. Dewar Preparation 結束，項目皆顯示為打勾，按”Next >”。

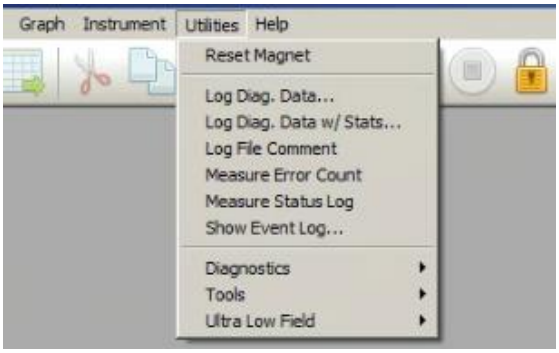


8. 系統測試 Flow。

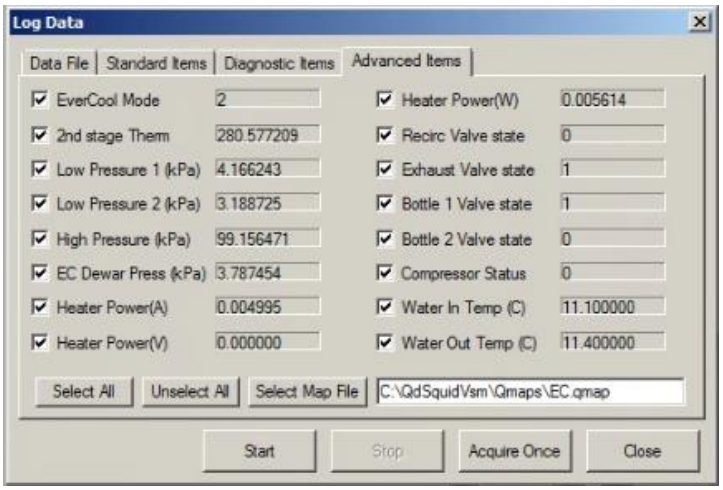


9. 等待系統測試 Flow 的過程，可先建立 Log 檔，記錄儀器降溫時冷頭溫度、杜瓦瓶壓力，點

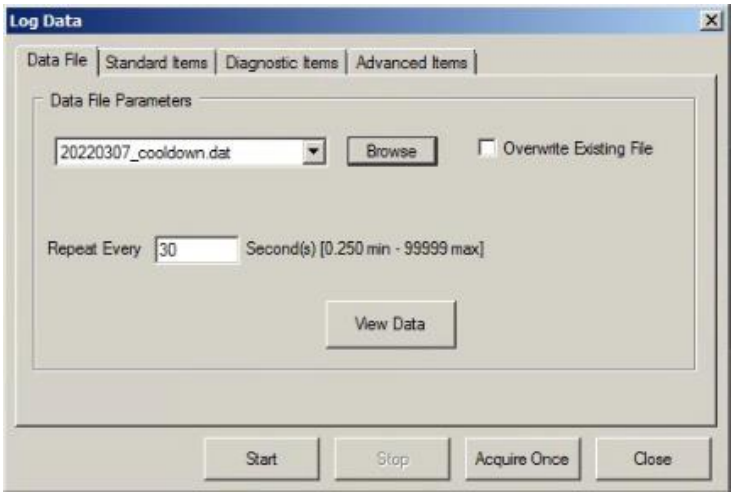
Utilities ➔ Log Diag.Data…



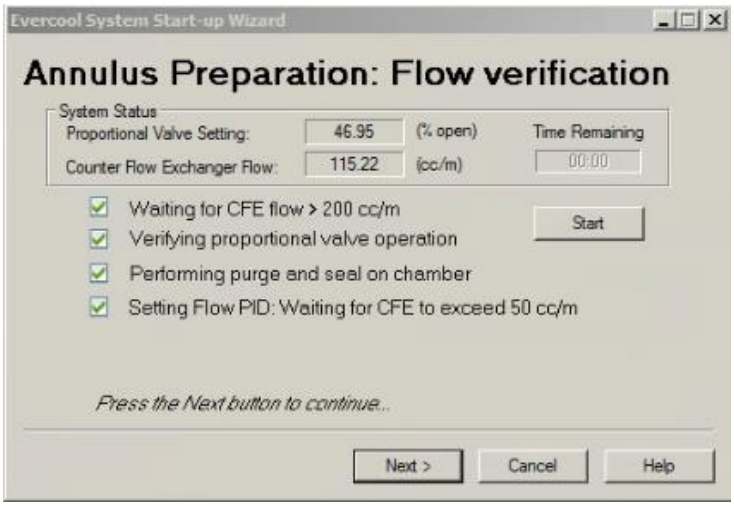
10.”Advanced Items”項中按”Select Map File”讀取”C:\QdSquidVsm\Qmaps\EC.qmap”及”Select All”



11.”Data File”項點選”Browse”創建檔案名稱，Repeat every 30 Second(s)，按”Start”、按”View Data”。



12. 系統測試完 Flow，按”Next >”，系統控制壓縮機啟動，冷頭開始降溫。



確認鋼瓶開啟、建立 Log 檔、Evercool Hardware Monitor 中的 Heater control and Pressure PID settings 為開啟，當液氦量超過 0 %後，Heater 就可開啟維持杜瓦瓶內氦氣壓力，否則杜瓦瓶內的氦氣會一直凝結成液氦，杜瓦瓶壓力過低會導致壓縮機跳機。

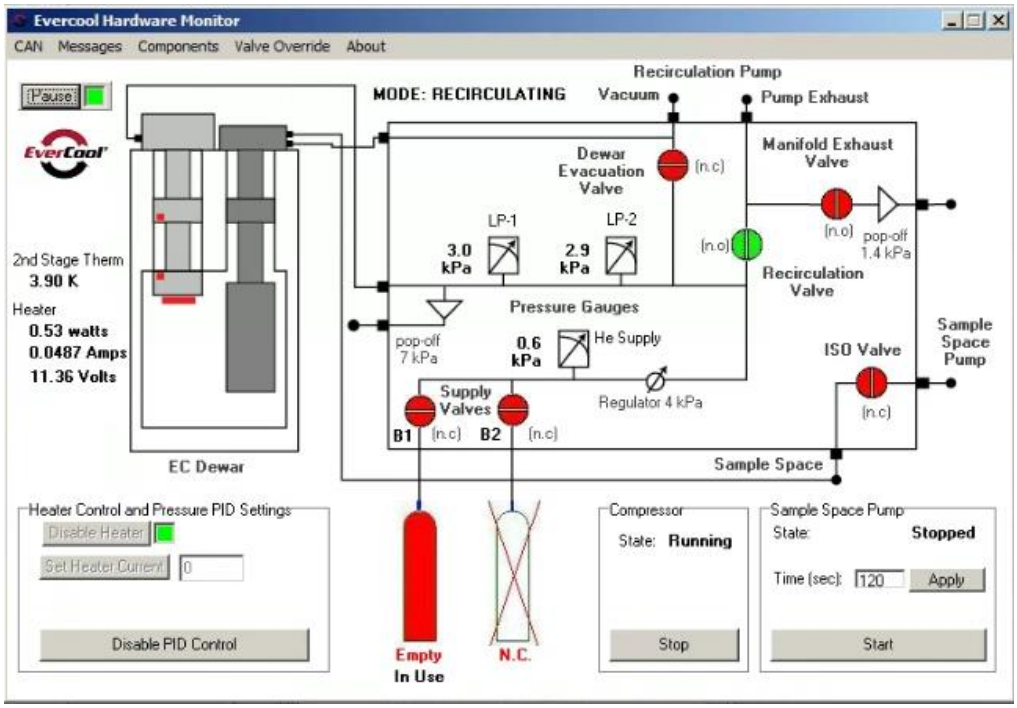


圖 5-9-1-1、開啟 PID control(圖左下)以維持杜瓦瓶內氦氣氣體壓力。

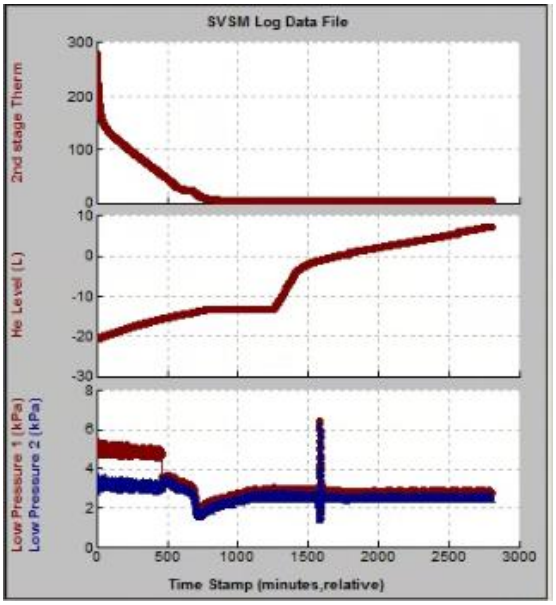


圖 5-9-1-2、冷頭開始降溫時，開啟 Log 檔紀錄。

圖為 SQUID 的冷頭開始降溫後所建立的 Log 檔紀錄，可依照要看的數據選擇 X 軸及 Y 軸參數，圖中為冷頭溫度(2nd stage Therm)、液氦量(He Level(L))、杜瓦瓶壓力(Low Pressure 1&2)，當開啟鋼瓶、冷頭開始降溫時，Evercool Hardware Monitor 中的 B1 閥及鋼瓶顯示為綠色(開啟)，高壓端(High Pressure)為大約 99.2 kPa，當高壓端(High Pressure)開始降低時，為鋼瓶內氦氣快使用完了，此時需盡快替換氦氣鋼瓶，冷頭開始降溫時使用的第一支氦氣鋼瓶，鋼瓶內壓力為全滿的狀態(2200 psi)，約可填充液氦量(He Level(L))至接近 0 %左右，此時 PID control 還無法開啟控制杜瓦瓶內壓力，一旦鋼瓶氣體使用完了，很快的壓縮機就會跳機，如圖內約 1600 秒時杜瓦瓶壓力(Low Pressure 1&2)突然的升高至 6 kPa，即是在替換鋼瓶的過程杜瓦瓶內壓力過低導致壓縮機跳機，一支氦氣鋼瓶約可以製作 6 公升液態氦，當 SQUID 內的液氦量到達 10 公升時就可關氦氣鋼瓶閥，SQUID 冷頭降溫到製作 10 公升液態氦約需要 3200 分鐘。

5.10、 樣品數據分享

本節分享標準樣本以及用戶已發表文獻中之利用成大核設中心超導量子干涉磁化儀量測之磁滯曲線及磁化率的數據圖。

標準樣本 Dy_2O_3 不含任何可測量的鐵磁性，在 300 K 時所量測的磁滯曲線幾乎為恆定值，可用來校正儀器。

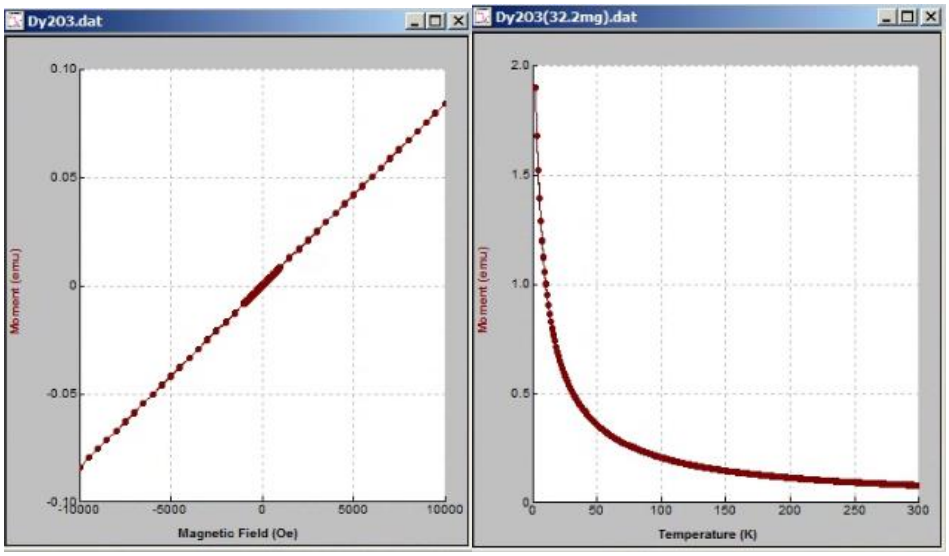


圖 5-10-1、Dy_2O_3之磁滯曲線及磁化率。

以下分享用氦三製冷機量測 $Nd_2Ru_2O_7$之磁化率，氦三製冷機可讓樣品艙溫度降至 0.42 K~1.8 K，讓磁性材料可往更低溫探索其物理特性。

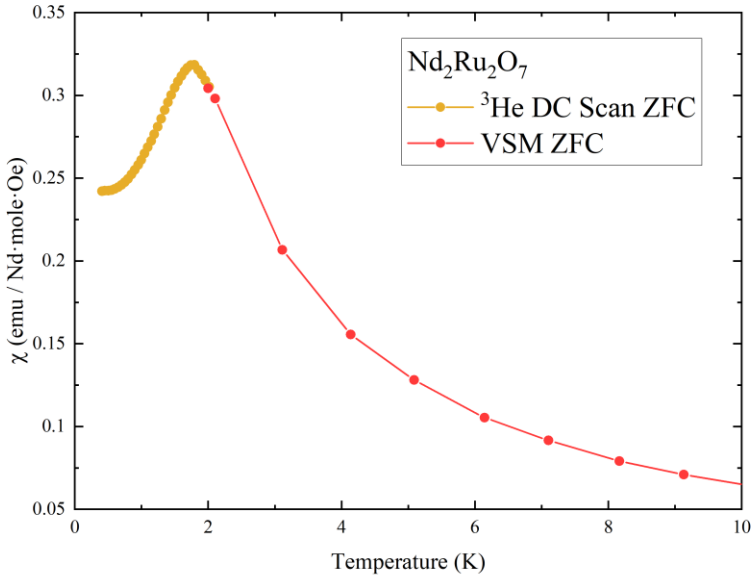


圖 5-10-2、$Nd_2Ru_2O_7$之磁化率。

以下分享用 SQUID MPMS3 對 Mo_3P 進行了不同溫度的磁滯曲線量測，以及量測磁化率，最後驗證了 Mo_3P 在超導狀態下保留了時間反轉對稱性。[4]

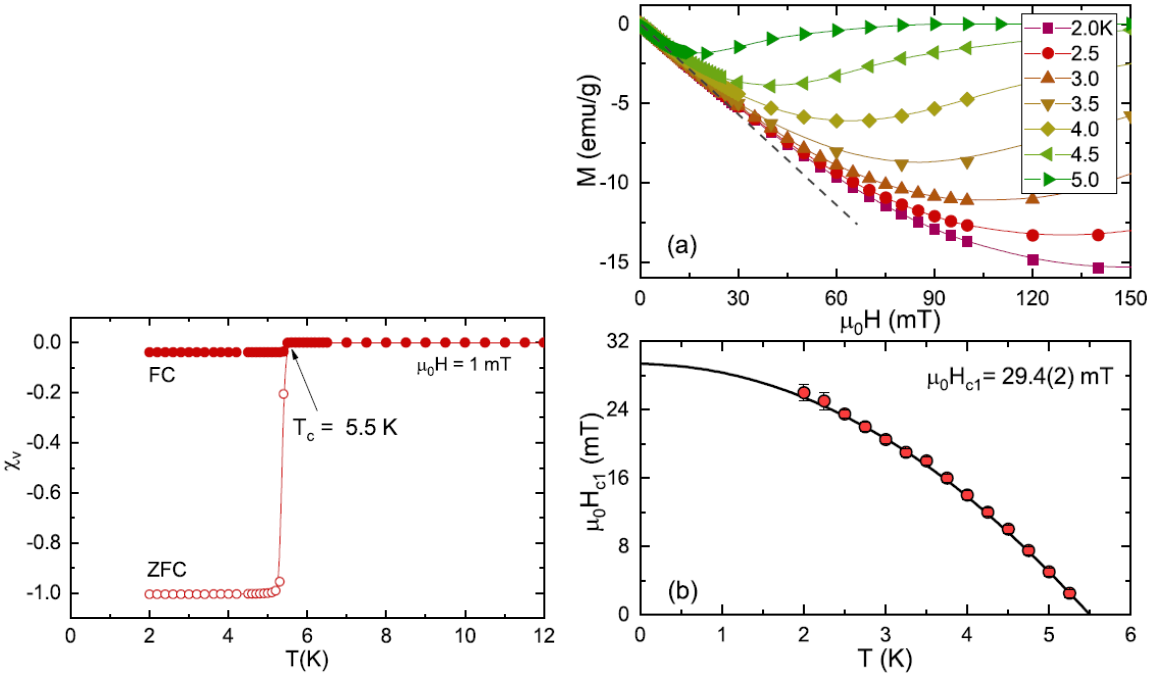


圖 5-10-3、Mo_3P 之磁化率及磁滯曲線。

以下分享用 SQUID MPMS3 對鐵基合金(Iron-based alloys)做磁滯曲線量測，以獲得鐵基合金之單體（monomer）添加對環形磁芯(toroidal cores)的飽和磁化強度的影響，鐵基合金之飽和磁化強度隨著單體添加的比例增加而增加。[5]

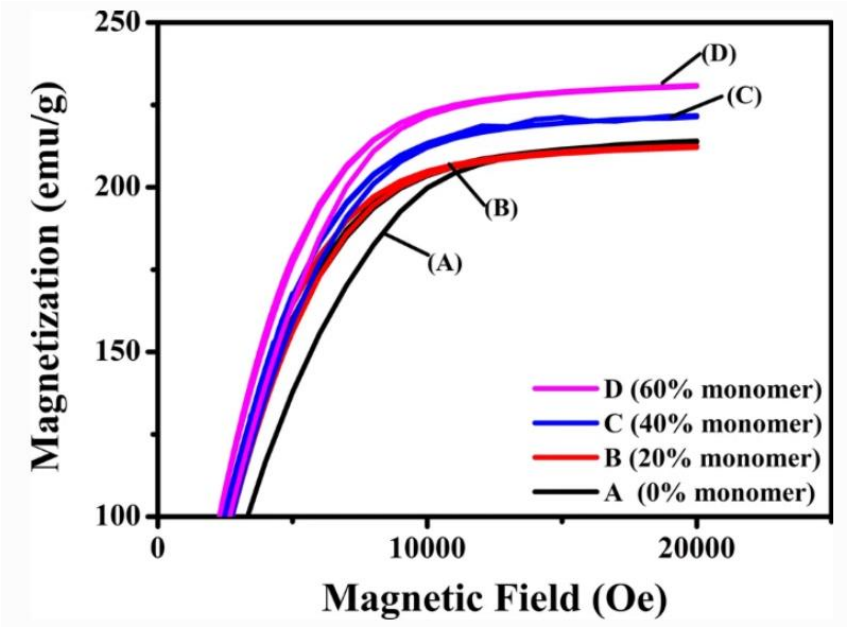


圖 5-10-4、鐵基合金之單體添加對環形磁芯的飽和磁化強度的影響。

以下分享用 SQUID MPMS3 對 FSO 薄膜做室溫的磁滯曲線量測,FSO 薄膜分別在 25℃~100℃下生成，觀察到其矯頑力及飽和磁化強度不同，可能與這些 FSO 薄膜在不同溫度下生成有關

係。[6]

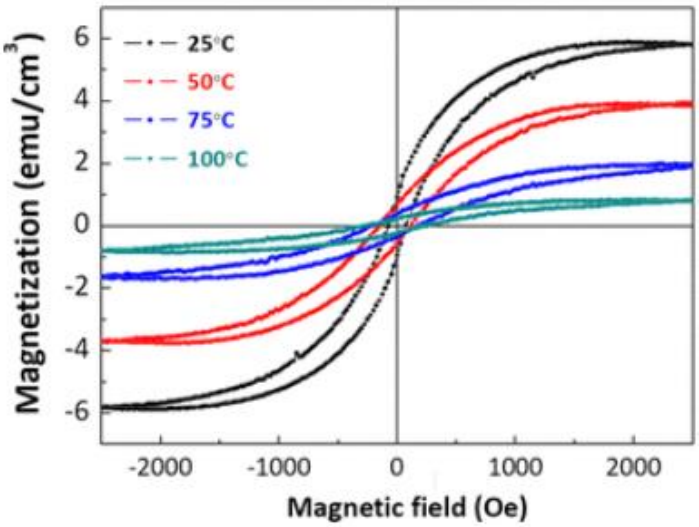


圖 5-10-5、在不同溫度生成的 FSO 薄膜在室溫下的磁滯曲線。

6、 附件資料

[1] Magnetic Property Measurement System. MPMS 3 User’s Manual
https://www.mrl.ucsb.edu/sites/default/files/mrl_docs/instruments/1500-100%20Rev.%20F1%20MPMS%203%20Users%20Manual.pdf

[2] Magnetic Property Measurement System. MPMS 3 Oven Option User’s Manual
https://www.mrl.ucsb.edu/sites/default/files/mrl_docs/instruments/MPMS%203%20VSM%20OVEN%20OPTION%20Rev.%20A2.pdf

[3] Quantum Design - a Brief History of a company Successful in Superconductivity
https://snf.ieeecsc.org/sites/ieeecsc.org/files/EUCAS2009-RN13.pdf

[4] T.Shang, J. Philippe, J.A.T. Verezhak, Z.Guguchia, J.Z.Zhao, L.-J.Chang, M.K.Lee, D.J.Gawryluk, E.Pomjakushina, M.Shi, M.Medarde, H.-R.Ott, and T.Shiroka “Nodeless superconductivity and preserved time-reversal symmetry in the noncentrosymmetric Mo_3P superconductor”, PHYSICAL REVIEW B 99,184513(2019)

[5] Magnetic Properties of Iron-Based Alloy Powder Coils Prepared with Screen Printing Using High-Solid-Content Magnetic Pastes
Hsiang, H. I., Chuang, K. H. & Lee, W. H., 2021/04, Journal of Electronic Materials. 50, 4, p. 2331-2338 8 p.

[6] Ferromagnetism above Room Temperature in a Ni-Doped Organic-Based Magnetic Semiconductor
Chou, W. Y., Peng, S. K., Chang, F. H., Cheng, H. L., Ruan, J. J. & Ho, T. Y., 2021/7/28, 於: ACS Applied Materials and Interfaces. 13, 29, p. 34962-34972 11 p.