

研究報告 1 1

電子スピン共鳴法を用いた磁場強度測定
Measurement of Magnetic Field Intensity
by Using Electron-Spin Resonance

小菅幸介, 小川 勇
Kosuke Kosuga, Isamu Ogawa

福井大学遠赤外領域開発研究センター

*Research Center for Development of Far-Infrared Region, University of Fukui,
Fukui 910-8507, Japan*

Abstract

Accurate measurement of magnetic field intensity produced by super conducting magnet is important for Gyrotron operation. Usually the value calculated from coil current and winding date is used. However, the calculated value may be deviated from the measurement value because of the effects from magnetic material or hysteresis of super conducting coils. There are several measurement methods. Gauss meter using a hall element is the most common way. However its accuracy is restricted to several %. We have carried out measurment of the magnetic field intensity by using Electron Spin Resonance (ESR) spectroscopy for DPPH powder sample. We have fabricated XYZ stage for measurement of the field distribution. The measrement system was applied for a 15 T L-He free superconducting magnet. As a result, we can maeasure the magnetic field intensy with significant figures over than 5.

1. はじめに

超伝導マグネットが作り出す磁場分布及び磁場強度の情報は、ジャイロトロンと超伝導マグネットのアライメントを調整するときや、ジャイロトンの発振特性、特にモード探索及び同定時に役立つ。磁場強度は通常、コイルの巻き線データを基に主磁場コイル電流の値から磁場強度計算を行い求める。しかし、計算によって求まる磁場強度と実際に発生している磁場強度には、コイル周りの磁性体の影響や、超伝導線が持つヒステリシスなどの影響により異なる。また、磁場強度分布については、クライオスタットと超伝導線のアライメントのズレにより変化する。そのため、実際に発生している磁場強度及び磁場強度分布を知るためには、直接磁場強度を測定する必要がある。

磁場強度測定一般的な手法として、ガウスメータによる測定がある。この測定法は、比較的容易に出来るので、よく用いられる。しかし、ガウスメータは、ホール素子を用いているため、方向依存性があり、絶対強度を正確に測定することは困難である。

電子スピン共鳴分光法 (Electron Spin Resonance spectroscopy) を用いた磁場強度測定はガウスメータによる測定に比べ、装置が複雑になるものの、高精度での測定が望める。測定精度は、光源の周波数安定性、出力安定性及び、周波数幅に依存する。そこで、光源には、比較的高周波領域において、安定な発振は得られるガン発振器を使用した。また、ガン発振器の発振周波数は温度により変化するため、共鳴時の正確な周波数を知るためには、常に発振周波数の計測が必要がある。そこで、正確な周波数が把握できるように、ヘテロダイン受信系を用いて計測しながら磁場強度測定を行った。

2 原理

電子の磁気モーメント μ_s は角運動量 I 、ボーア磁子 β_B 、 g 値を用いて

$$\mu_s \equiv -g\beta_B I/\hbar \quad (2-1)$$

と書ける。 \hbar はプランク定数を 2π で割った値である。印加磁場に対する相互作用エネルギーは磁気モーメント μ_s と磁場 B より、

$$E = -\mu_s \cdot B \quad (2-2)$$

$$\text{図 1 製作した XYZ ステージ } E = g\beta_B I_z B_0/\hbar \quad (2-3)$$

となる。 I_z の固有値はアップスピン $1/2 \hbar$ とダウンスピン $-1/2 \hbar$ であり、エネルギー準位差は

$$\Delta E = g\beta_B (1/2 \hbar) B_0/\hbar - g\beta_B (-1/2 \hbar) B_0/\hbar = g\beta_B B_0 \quad (2-4)$$

である。スピン共鳴時の共鳴周波数を f とすると

$$h f = g\beta_B B_0 \quad (2-5)$$

となり、これを磁場強度について解くと

$$B_0 = h f / g\beta_B \quad (2-6)$$

と共鳴周波数から磁場強度が求められる^[1]。

3 実験装置

磁場強度分布を測定するためには、試料の位置を細かく正確に動かす必要がある。このためには、3 次元的に自由自在に動かすことの出来るステージが必要である。そこで、これを実現できるよう、XYZ ステージを製作した。今回製作した XYZ ステージを図 1 に示す。材質はアルミニウムである。主磁場マグネットとは寸切り 3 本を用いることにより高さを微調整しながら固定できる。XYZ 方向は図 2 の機工になっており、下の段のスクリーボルトに沿って、上の段のレールが動くようになっている。

次に、試料固定する装置について述べる。ESR 分光を行うには、S/N 比を大きくするためにも、電磁波を良く通す機工が必要である。また、細かく磁場強度分布をとるためには、試料の面積はなるべく小さい方がよい。そのめには、適切なサイズの試料固

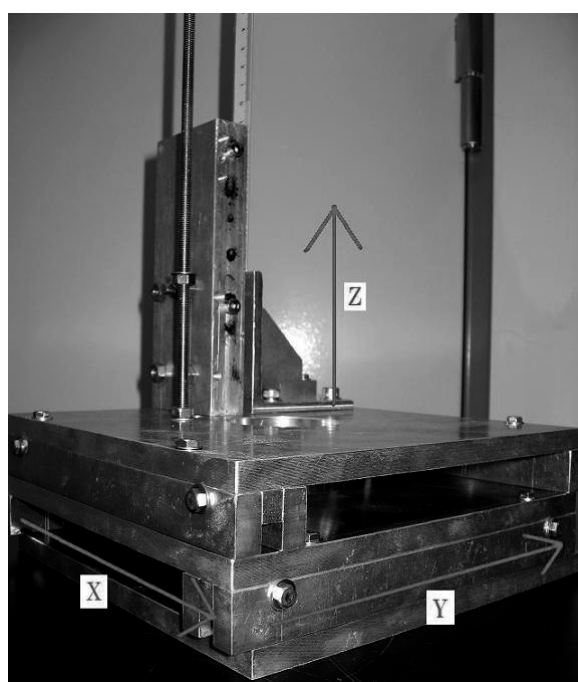


図 1 製作した XYZ ステージ

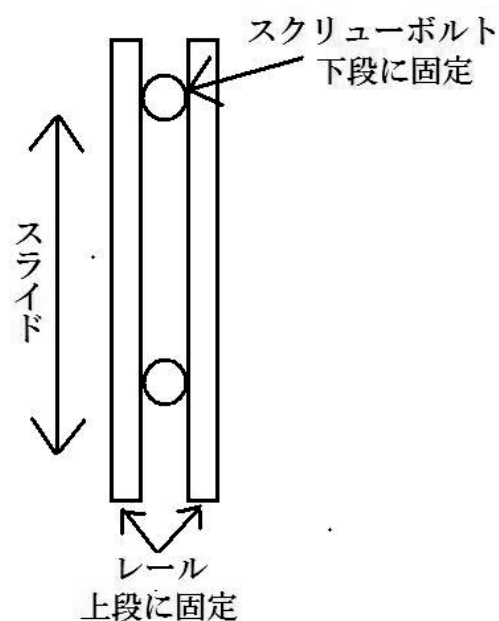


図 2 スライド機工概略図

定具が必要である。図 3 と図 4 に製作した導波管固定具の外観図及び概略図をそれぞれ示す。2 枚のアルミ棒に U バンド導波管が挟まっている。試料は、2 本の導波管にテフロンテープで巻かれ、挟み込むことで固定されている。



図 3 導波管固定具

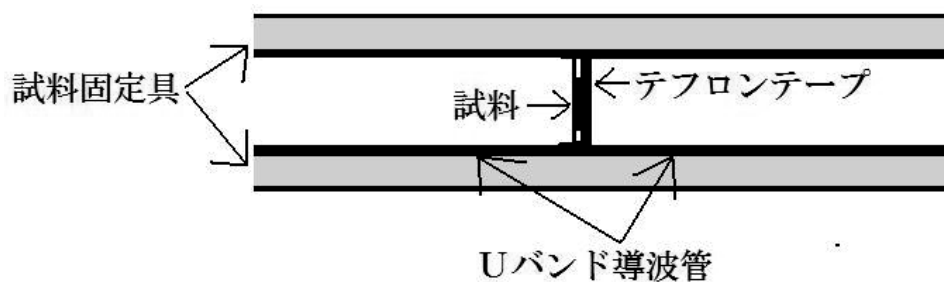


図 4 試料固定部概略図

4 実験方法

主磁場コイルに流れている電流に対して、電源モニターに表示される磁場強度と実際に発生している磁場強度には差がある。この原因として、超伝導マグネットに用いている線材によるヒステリシスによる影響やコイル周りの物質が磁化しているために起こる磁場強度への影響がある。これらを調べるために実験を行った。図 5 に 15 T へリ

ウムフリー超伝導マグネットの外観図および実験に用いた座標系を示す。このマグネットの線材は Nb3Sn 及び NbTi である。電流量 120.6 A において 15 T の磁場強度を達成する。指標となる試料には DPPH を粉体の状態で用いている。このため、方向依存性を考えなくても良い。ESR 分光光源には、高周波で安定な発振が得られ、発振周波数幅がシャープなガン発振器 (GDM-08 No. 108, 120GHz) を用いた。図 6 に発振周波数の発振幅を示す。検出器には、高周波領域において高感度なクリスタルディテクター (QEA-FBFBFP, S/N8138002, 90GHz-140GHz, +730mV/mW 入力インピーダンス 1M Ω) を用いた。次に、図 7 に測定装置配置図を示す。ガン発振器で電磁波を出力し導波管で伝送させ試料に入射す。試料を透過した電磁波をディテクターで検出後、アンプで増幅しオシロスコープ及びマルチメータに入力、測定する。オシロスコープで観測するときはオフセット回路に入力後測定。また方向性結合器部で一部ミキサーに入力することで常時周波数を測定する(周波数が変動するため)。試料の DPPH は粉末のままテフロンシールで挟み固定してある。(面積 約 2 \times 2 mm²)

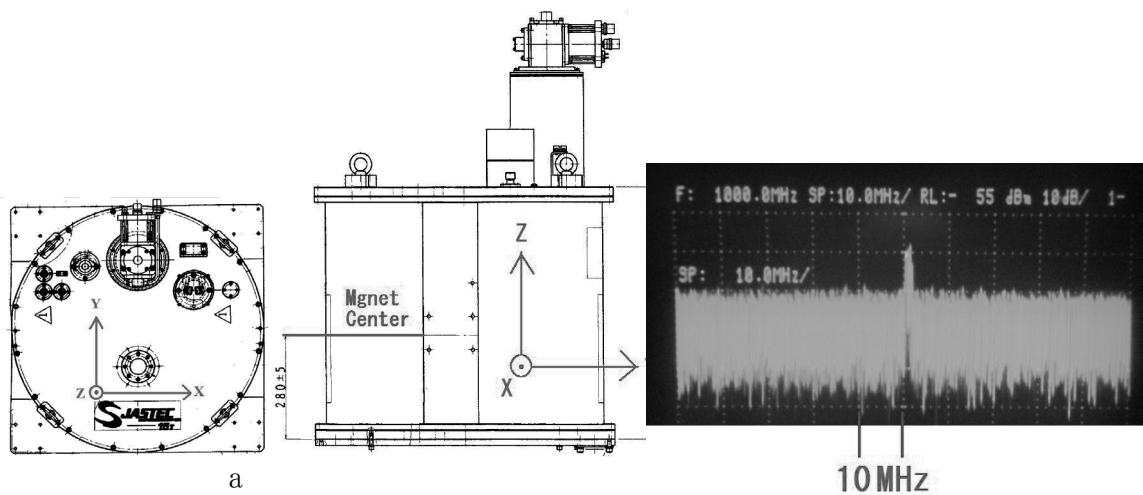


図 5 座標の定義

(マグネット a 上面, b 側面から見た図)

図 6 ガン発振器の発振

4-1 磁場強度測定

オシロスコープで観測しながら掃引速度 0.005T/min(0.04 A/min)で掃引することで、低磁場から共鳴点(最も透過強度が小さくなる点)に磁場を合わせる。その時の、電流量(モニターに表示される値)、磁場強度(モニターに表示される値)及びヘテロダイ

ン受信系で測定したガン発振の周波数を記録。その後、試料の座標を変えて同様に実験を行う。今回実験を行った時の座標定義を図 5 に示す。この座標系の原点はマグネット中心(設計)である。

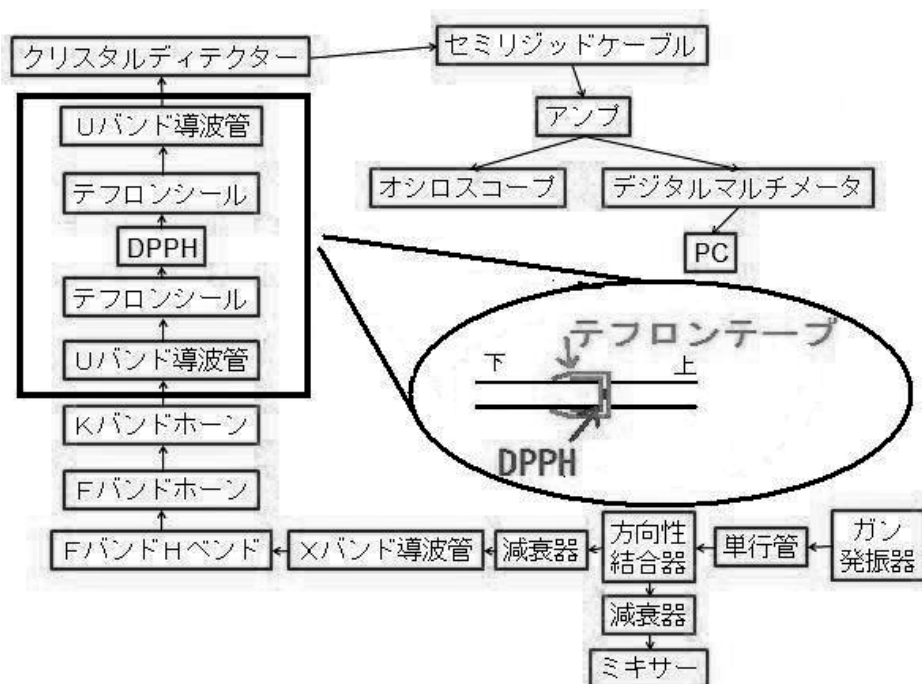


図 7 実験装置配置図

4-2 磁場強度の磁場掃引速度依存性

磁場掃引速度を変化させることにより、磁場ヒステリシスによる磁場強度への影響を調べた。測定方向は、出力された電磁波をディテクタで検出しアンプで増幅した後、デジタルマルチメータに入力し PC に取り込む。同時に、電源の出力電流もデジタルマルチメータに入力後、PC に取り込む。取り込んだデータから共鳴の開始と終わりの電圧値(デジタルマルチメータ)を記録。デジタルマルチメータの設定は、分解能は高速 5 桁でありこのときの積分時間 0.2 PLC (Power Line Cycle) である。以下に行った掃引速度についてまとめて示す。

5 実験結果

5-1 磁場強度測定

表 5-1 に試料の位置を変化させた時の結果を示す。ここで、 X , Y , Z は原点からの位置、 f は光源周波数、 B は式(2-6)から算出される磁場強度、 I (電源) は電源に表示される電流量、 B (電源) は電源に表示される磁場強度をそれぞれしめす。(Lo はローカル周波数(シンセサイザーの周波数)) B/I (電源)は、値が大きくなほど磁場強度が強いことを示す。式(2-6)から導出される磁場強度と磁場換算系数(Co. JASTEC)から導出される磁場強度には、約 0.5 %の差(測定磁場の方が表示値より大きい)があることが分かった。 B/I (電源)に注目すると X , Y 方向にずれても強度はほとんど変化しない。 Z 方向では10数ミリメートルずれても強度は約0.1%しか変化しないことが分かる。

5-2 磁場強度の磁場掃引速度依存性

表 5-2 に掃引速度による磁場ヒステリシスへの影響について調べた結果を示す。表中の共鳴 1 (V), 2(V)は共鳴の始まりおよび終わり(図 8), 共鳴 1 (A), 2(A)は共鳴 1 (V), 2(V)を 12.0151 倍(電源電流 35A時デジタルマルチメータ電圧 2.912 V から算出)した値、 B は式(2-6)から算出される磁場強度、 α は $B/((\text{共鳴 1}+\text{共鳴 2})/2)$ である。磁場掃引速度が 4.00A の時以外の時 α は 0.12555 であるのに対して 4.00 A の時は上昇時 0.12551, 下降時 0.12560 とどちらも約 0.0005 の差がある(ヒステリシスがある場合, 上昇時は共鳴磁場になるときコイル電流が大きい方にシフトするため α は小さな値になる。一方下降時は逆でコイル電流は小さくなるので α は大きな値になる。)

実験 4, 4' と 7, 7' を比べると, 共鳴磁場付近から掃引したものと最高磁場(15T)から掃引したものとでは, 違いは無いことが分かる。しかし, 実験 8 と実験 8' を比べると実験 8 ではヒステリシスは見受けられないが, 実験 8' にはヒステリシスがあるような結果が得られた。

*再現実験(実験 4～実験 6)では実験 1～実験 3 までの結果と小数点以下 5 桁まで同じ数値が得られた。これは, 再現性が良いことを示し, また ESR 分光が磁場強度測定に有効であると考えられる。磁場掃引速度が 4.00A の時以外の時 α は 0.12555 であるのに対して 4.00 A の時は上昇時 0.12551, 下降時 0.12560 とどちらも約 0.0005 の差がある(ヒステリシスがある場合, 上昇時は共鳴磁場になるときコイル電流が大きい方にシフトするため α は小さな値になる。一方下降時は逆でコイル電流は小さくなるので α は大きな値になる。)

掃引速度

実験 1	0 A → 35 A, 4.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -4.00 A/min
実験 2	0 A → 35 A, 2.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -2.00 A/min
実験 3	0 A → 35 A, 1.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -1.00 A/min
*実験 4	0 A → 35 A, 4.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -4.00 A/min
*実験 5	0 A → 35 A, 2.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -2.00 A/min
*実験 6	0 A → 35 A, 1.00 A/min	実験 1' 35 A → 0 A, -1.00 A/min
実験 7	0 A → 30 A, 4.00 A/min	30 A → 120.087 A, 4.00 A/min
実験 7'	120.087 A → 35 A, -4.00 A/min,	35 A → 0 A, -4.00 A/min
実験 8	0 A → 30 A, 2.00 A/min,	30 A → 35 A, 2.00 A/min
	30 A → 35 A, 4.00 A/min	
実験 8'	120.087 A → 35 A, 4.00 A/min,	35 A → 0 A, -2.00 A/min

*実験 4～6 は実験 1～3 の再現性を確かめるために行った。

表 5-1 磁場強度測定

上昇, 0.005T/min

X(mm)	Y(mm)	Z(mm)	Lo(GHz)	f(GHz)	B(T)	I(電源)(A)	B(電源)(T)	B/I(電源)	B(電源)/I(電源)
0.00	0.00	3.03	10.74786	119.2265	4.25158	33.85500	4.22880	0.12558	0.12491
5.42	0.00	3.03	10.74828	119.2311	4.25174	33.85100	4.22830	0.12560	0.12491
-5.68	0.00	3.03	10.74859	119.2345	4.25186	33.85600	4.22890	0.12559	0.12491
0.00	9.42	3.03	10.74865	119.2352	4.25189	33.84900	4.22800	0.12561	0.12491
0.00	-4.18	3.03	10.74869	119.2356	4.25190	33.85500	4.22880	0.12559	0.12491
0.00	0.00	16.23	10.74870	119.2357	4.25191	33.93000	4.23810	0.12531	0.12491
0.00	0.00	-13.77	10.74877	119.2365	4.25193	33.90000	4.23450	0.12543	0.12491
0.00	0.00	6.06	10.74877	119.2365	4.25193	33.86700	4.23030	0.12555	0.12491

実験 4, 4' と 7, 7' を比べると, 共鳴磁場付近から掃引したものと最高磁場 (15T) から掃引したものとでは, 違いは無いことが分かる。しかし, 実験 8 と実験 8' を比べると実験 8 ではヒステリシスは見受けられないが, 実験 8' にはヒステリシスがあるような結果が得られた。

*再現実験(実験4～実験6)では実験1～実験3までの結果と小数点以下5桁まで同じ数値が得られた。これは、再現性が良いことを示し、またESR分光が磁場強度測定に有効であると考えられる。

表 5-2 磁場掃引速度

35.00A→2.913V X,Y,Z=0, 0, 6.06										
	I(電源)	上昇率 A/min	共鳴 1 (V)	共鳴 2 (V)	共鳴 1 (A)	共鳴 2 (A)	Lo(GHz)	f (GHz)	B (T)	α (T/A)
実験 1	0→35A	4.00	2.819	2.820	33.871	33.883	10.74830	119.2 313	4.25175	0.12551
実験 1'	35→0A	-4.00	2.817	2.818	33.847	33.859	10.74830	119.2 313	4.25175	0.12560
実験 2	0→35A	2.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74838	119.2 322	4.25178	0.12555
実験 2'	35→0A	-2.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74838	119.2 322	4.25178	0.12555
実験 3	0→35A	1.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74812	119.2 293	4.25168	0.12555
実験 3'	35→0A	-1.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74828	119.2 311	4.25174	0.12555
実験 4	0→35A	4.00	2.819	2.820	33.871	33.883	10.74849	119.2 334	4.25182	0.12551
実験 4'	35→0A	-4.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74849	119.2 334	4.25182	0.12555
実験 5	0→35A	2.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74849	119.2 334	4.25182	0.12555
実験 5'	35→0A	-2.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74849	119.2 334	4.25182	0.12555
実験 6	0→35A	1.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74865	119.2 352	4.25189	0.12556
実験 6'	35→0A	-1.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74865	119.2 352	4.25189	0.12556
実験 7	0→30A	4.00								
実験 7	30→120.087 A	4.00	2.819	2.820	33.871	33.883	10.74801	119.2 281	4.25164	0.12550
実験 7'	120.087→35 A	-4.00								
実験 7'	35→0A	-4.00	2.817	2.818	33.847	33.859	10.74763	119.2 239	4.25149	0.12559
実験 8	0→30A	4.00								
実験 8	30→35A	2.00	2.818	2.819	33.859	33.871	10.74758	119.2 234	4.25147	0.12554
実験 8	35→120.087 A	4.00								
実験 8'	120.087→35 A	-4.00								
実験 8'	35→0A	-2.00	2.817	2.818	33.847	33.859	10.74767	119.2 244	4.25150	0.12559

6 まとめ

・ ESR 分光を用いた磁場強度測定を行った。磁場強度測定を行った結果、電源モニターに表示させる磁場強度と測定から求めた磁場強度には約 0.5%の差が生じることが確認できた。磁場ヒステリシスにおいては掃引速度 4.00 より遅い速度の場合にはヒステリシスは無いという結果が得られた。E S R分光を用いた磁場強度測定はガウスメータの測定よりもより高精度な磁場強度測定が行える実験であると考え得る結果を得られた。

参考文献

[1]小出 昭一郎 著 「量子論」 裳華房 (1968)