

## 2022年度 永守財団 研究助成 研究報告書

所属機関	東京工業大学 物質理工学院
職位または役職	准教授
氏名	吉松 公平

### 1. 研究題目

ステッピングモータにより生成した交流磁場を用いた安価な二交流ホール効果装置の開発

### 2. 研究目的

本研究ではステッピングモータによるネオジウム永久磁石の高速回転を利用し、磁場と電流を共に交流とした二交流ホール効果測定法を提案・装置開発を行う。従来の直流ホール効果測定で問題となるノイズ電圧を一切排除した純粋なホール電圧成分の観測が可能となる。超伝導電磁石の1/100のコストで同等以上のS/N比を達成し、材料のキャリア密度を安価で簡便に決定する手法を確立する。

3. 研究内容及び成果

A)二交流ホール効果測定のカリヤ符号判定法の確立、B) 酸化チタン薄膜の二交流ホール効果測定、C) 3年間のまとめとして装置性能評価を研究内容とした。以下、成果を簡単に記載する。

A) 二交流ホール効果測定のカリヤ符号判定法の確立

ホール効果測定で計測されるホール電圧にはカリヤ密度とカリヤ種(電子 or ホール)の情報が含まれる。二交流法では、交流ホール電圧の位相がカリヤ種に対応する。カリヤ種の予測が困難な材料系では、位相決定が必須である。そこで、電磁誘導を用いたカリヤ符号判定を考案した。電磁誘導により生じる電圧  $V_{EM}$  は磁束密度( $\Phi$ )の時間( $t$ )微分に比例するため、以下の式 1 を満たす。

$$V_{EM} \propto \frac{d\Phi}{dt} \propto f_B \cos(2\pi f_B + \varphi_B) \quad (\text{式 1})$$

ここで  $f_B$  と  $\varphi_B$  は磁場の周波数と位相である。 $V_{EM}$  は磁石の  $N$  極が試料直下に位置する時が最大となる。一方で、ホール電圧  $V_H$  はカリヤが  $n/p$  型の場合に  $N$  極が試料直下に位置する時が最小/最大となる。すなわち、 $V_{EM}$  と  $V_H$  の位相差は  $n$  型では  $180^\circ$ 、 $p$  型では  $0^\circ$  となる。よって、電圧振幅の磁場周波数依存性の傾きからカリヤ種が、周波数 0 の外挿値から  $V_H$  が決定される。ホール素子の測定結果(図 1)から式 1 に従う理想的な交流電圧シグナルが得られ、カリヤ符号判定法の確立を達成した。

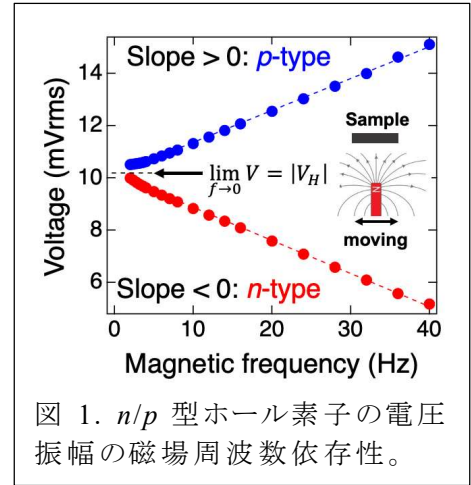


図 1.  $n/p$  型ホール素子の電圧振幅の磁場周波数依存性。

B) 酸化チタン薄膜の二交流ホール効果測定

酸化チタン( $TiO_x$ )は、酸素組成  $x$  によりカリヤ種が異なる典型物質である。 $x \approx 2$  の  $TiO_2$  ではわずかな酸素欠損により  $n$  型伝導を、 $x = 1.5$  の  $TiO_{1.5}$  ( $Ti_2O_3$ ) では酸素過剰で  $p$  型伝導を示す。そこで、様々な酸素組成を持つ  $TiO_x$  薄膜合成、微細加工によるホール素子形成、二交流ホール効果測定を行った(表 1)。 $Ti_2O_3$  ( $x = 1.5$ ) では過去に直流ホール効果測定から見積もったカリヤ密度 ( $4.8 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ) と良く一致し、 $TiO$  ( $x = 1$ ) は高カリヤ密度かつ低移動度と金属に典型的な結果が得られた。一方  $Ti_3O_5$  ( $x = 1.67$ ) では、絶縁体にもかかわらず高いカリヤ密度と低移動度を示す結果となった。これは、電子相関による Mott 絶縁体に典型的な振る舞いであり、その起源については電子分光など別角度から検証を進める。これら結果から、種々の酸化チタン薄膜の二交流ホール効果測定により、 $n/p$  型のカリヤ種に関わらずカリヤ密度と移動度が決定された。

表 1.  $TiO_x$  薄膜の二交流ホール効果測定結果。

組成	カリヤ種 ( $n$ or $p$ )	カリヤ密度 ( $\text{cm}^{-3}$ )	移動度 ( $\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ )
$TiO$ ( $x = 1$ )	$n$	$2.2 \times 10^{22}$	1.5
$Ti_2O_3$ ( $x = 1.5$ )	$p$	$3.8 \times 10^{20}$	40
$Ti_3O_5$ ( $x = 1.67$ )	$p$	$6.0 \times 10^{21}$	< 0.1

C) 3年間のまとめとして装置性能評価

本研究は研究助成 2020 から開始し、これが最終年度である。そこで、これまで構築改良を進めてきた二交流ホール効果装置の性能評価を行った。結果を表 2 に示す。常伝導電磁石を用いた交流ホール効果測定装置との一番の違いは、最大磁場周波数である。大電流が必要な電磁石では周波数が  $0.1 \text{ Hz}$  程度であるのに対し、本装置では最大  $100 \text{ Hz}$  の高速磁場反転を実現した。周波数はロックイン検出時間に反比例するため、測定時間を  $1000$  倍短縮できることを意味する。電圧ノイズレベルは  $100 \text{ nV}$  と目標の  $10 \text{ nV}$  の達成には至らなかった。電圧ノイズは配線や試料周りのシールドに依存する。試料シールドの設置によりノイズ軽減できる可能性はあるが、シールド設置は磁石との距離を長くし、最大磁場が小さくなるトレードオフの関係にある。ノイズレベルを下げつつ微小なホール電圧を検出する最適な装置構成については、さらなる検証が必要である。

表 2. 本研究で構築した二交流ホール効果装置の評価。

最大磁場周波数 (Hz)	最大磁場 (mTrms)	最大ホール電圧 (Vrms)	最小ホール電圧 (Vrms)	電圧ノイズ (Vrms)
100	$5.6 \times 10^2$	1	$< 1 \times 10^{-6}$	$\sim 100 \times 10^{-9}$

#### 4. 今後の研究の見通し

---

ホール電圧の S/N 比を向上させ正確なホール効果測定を実施するには、シグナル(S)の増大かノイズ(N)の低減が必要である。シグナル増大には大きな印加磁場が不可欠であり、本装置では磁石と試料の距離をできる限り小さくすることで実現している。電圧ノイズは大きさが  $1 \mu\text{V}$  以下の場合には、環境による雑音(熱、光、振動)が主要因である。特に本装置では、磁石がステッピングモータで回転するため、電磁石によるホール効果測定法と比べてノイズ源が多い。一般的なノイズ低減法は、測定試料を金属製のシールドボックスで覆い、雑音源の侵入を遮断する。一方でシールドボックスを試料と磁石の間に導入すると、両者の距離が広がるために印加磁場が小さくなる問題が発生する。すなわち、シグナルの増大とノイズの低減がトレードオフの関係になっており、S/N 比を最大とする最適な装置構成は一意には決まらない。

そこで今後は、シールドボックスの有無、材質(透磁率が高い材料 or 低い材料)、設置位置(試料と磁石の間 or 装置全体)、を変更しつつ、ホール素子や薄膜試料でホール効果測定を行い、実験条件やホール電圧の大きさに応じて最適な装置構成を検討していく。

#### 5. 助成研究による主な発表論文、著書名

---

##### 学術論文

1. **K. Yoshimatsu**, H. Nakao, and H. Kumigashira “Temperature-induced structural and electronic phase transitions in  $\lambda$ -phase  $\text{Ti}_3\text{O}_5$ ” submitted to Physical Review Materials.

##### 国際会議(査読無)

1. **K. Yoshimatsu**, “Electronic Structures of  $\text{Ti}_2\text{O}_3$  Films revealed by Soft X-ray Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy” AnalytiX 08: Terahertz Spectroscopy and Laser Spectroscopy, 8<sup>th</sup> Annual Conference of AnalytiX-2023 2023/5/17-19 Hyatt Regency Osaka, Japan (*Invited*).
2. **K. Yoshimatsu**, “Synthesis of Metastable Titanate Film for Optoelectronic Applications” AMIS01: Frontiers of Advanced Materials R & D, Advanced Materials & 10<sup>th</sup> Intermetallic Symposium 2023/2/8–10 Sapporo, Japan (*Invited*).

##### 国内会議(査読無)

1. **吉松 公平**、中尾 裕則、組頭 広志 “ $\lambda$  相  $\text{Ti}_3\text{O}_5$  薄膜の構造相転移に伴う金属絶縁体転移” (2024 年 3 月春季応用物理学会発表予定)