

物理学総合実験専門実験 固体物性

本実験テーマでは、高温超伝導体である $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ を作製し、電気抵抗および磁化率の温度依存性を測定する。実験を通じて以下 4 項目を学ぶ。(1)固相反応法による試料作製、(2)4 端子法および 2 端子法による抵抗測定、(3)熱電対による温度測定や液体窒素の取り扱い等を学ぶ。さらに、インダクタンスの測定を通して、(5)マイスナー効果の概念を理解することを目的とする。

実験の日程は以下のとおり予定されている。変更される場合もあるので、Moodle を見て確認すること。

第 1 日目、計量、焼結

第 2 日目、粉碎、整形、焼結

第 3 日目、室温の電気抵抗測定。磁気浮上の実験

第 4 日目、電気抵抗の温度依存性の測定

第 5 日目、インダクタンスの温度依存性の測定

第 6 日目、レポート作成日

1. 試料作製

代表的な高温超伝導体である $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (略称 YBCO) を固相反応法にて作製する。以下で YBCO の構造と試料作製方法について述べる。

1.1. 酸化物超伝導体の構造

ペロブスカイト酸化物は組成式 ABO_3 で表される 3 元素から成る。ペロブスカイト構造を持つ酸化物の典型例として、強誘電体 BaTiO_3 がある。図 1.1 の右側に BaTiO_3 の単位胞の構造を 3 つ積み重ねたものを示す。単位胞の各頂点に Ba、体心の位置に Ti、酸素 O が各面心に配置している。 BaTiO_3 の Ti を Cu、Ba の一部を Y で置き換えて、さらに一部の酸素 O を抜くと $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ の構造が得られる (左図、酸素欠損三重ペロブスカイト構造)。直方晶である。

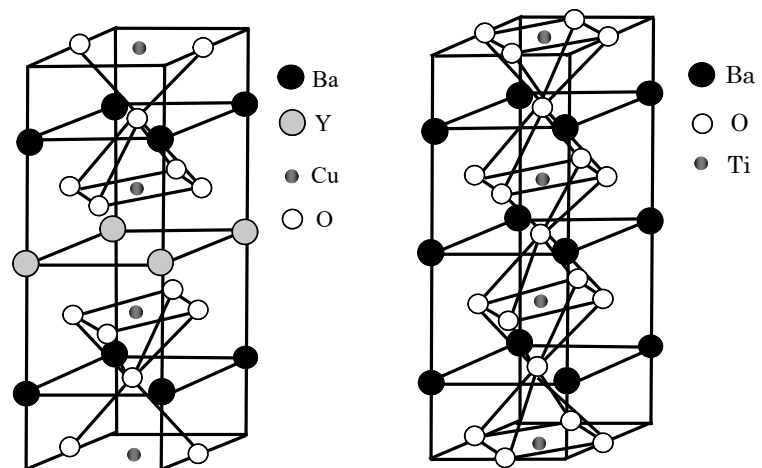
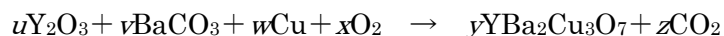


図 1.1。酸化物超伝導体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (左)と BaTiO_3 (右)の結晶構造比較

1.2. 出発原料の計算

(1) 反応式

酸化イットリウム、炭酸バリウム、銅の粉末から高温超伝導体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ を作製する。このとき、二酸化炭素が発生する。反応式は、次のようになる。ただし、 $u-z$ は自分で計算すべき数値である。



(レポートに記述する反応式は計算後のものを記せ。)

(2) 原料の混合量の計算

次に、完成させた反応式を用いて混合すべき原料の量を決定する。なお、作製量は各グループで銅 3 g を用いれば適量になる。

設問 1

この実験の反応式と $\text{Cu}=3.0000 \text{ g}$ (純度 99.85%) のときの Y_2O_3 , BaCO_3 の混合量を、上の未完成の反応式と以下に与える分子量、使用する原料の純度を用いて求めよ。

材料	分子量	純度
Y_2O_3	225.81	99.99%
BaCO_3	197.35	99%
Cu	63.55	99.85%

1.3. 出発原料の秤量

秤量以外の試料作製過程にも共通する事であるが、よい試料を作製するにはいかなる場合も不純物の混入を極力避けるよう努力しなければならない。そのため、使用する乳鉢・乳棒等は使用前に十分にアルコールで洗浄してから用いる。

前述の (1)、(2) の計算結果を用い電子天秤を用いて原料の秤量を行う。

- ・実際に秤量した量を必ず記録する。
- ・計算値と実測値との差は、0.002 g 以内にする事。
- ・原料をすくう薬さじは、種類毎にアルコールで拭いて用いる。
- ・粉末原料は長時間空気中におくと水分を吸着して、少しずつ重くなるので、秤量は手早くかつ正確に行わなければならない。
- ・薬品を試料瓶より取り出すときは、瓶に薬さじ等を直接入れずに薬包紙等に薬品を落としてそれから使うようにする。これは薬さじ等に他の物質がついていた場合、試料瓶の薬品すべてに不純物が混入することを避けるためである。余った粉等は指示されたガラス容器に捨てる。このとき薬包紙は別にしてごみ箱に入れる。

1.4. 原料の混合

アルミナの乳鉢を用い前節で秤量した粉末の混合を行う。この実験で行う試料作製方法は固相反応法である。930℃の高温で反応させるが、原料の融点には達していないので、材料が融解して液状になるわけではない。反応は原料の粒子間の界面で、お互いの粒子の構成元素が熱拡散により浸入する。つまり、反応が充分行われるのは粒子の表面近傍だけである。また、試料全体が液体になるわけではないので、混合した粉の不均一も反応により解消されない。このため、それぞれの粉末を充分反応させるためには、以下のことに注意しなければならない。

- ・粉末の粒径が均一で充分小さい
- ・組成の不均一がない（均一に混ざっている）

このためには、混合は単に均一に混ぜるだけではなく、原料の粒子の大きさが充分小さくなるように擦る必要がある。粉末のざらざらした感じがなくなり、全体の色が均一になるまでに入念に行わなければならない。時間の目安としては 40～60 分で、粉末が硬い場合にはつぶすように力を加えて混合する。乳鉢の側面に付着した粉末は組成のばらつき等の原因となるので、薬さじで落としながら混合する。使用後、アルコールをキムワイプにつけてよく拭く。乳鉢と乳棒とアルミナボートを拭く。

1.5. 仮焼き

混合した粉末をアルミナのボートに入れて仮焼きをする。室温から 8 時間で 930℃にした後、8 時間保持し、8 時間で室温まで温度を下げる。粉末をボートにいれる際、粉末をできるだけこぼさないように慎重にいれ、表面を押さえて粉末を軽く固める。その後ボートを電気炉にいれて前に示した作製条件で仮焼をする。

ボートを置く位置は、温度計に近いところが望ましい。（理由はしっかり考えよ。）使用する電気炉は指導者が指定するので、それに従うこと。自分がボートを置いた位置を記録すること。なお、電気炉の使用法に関して、備え付けの取扱説明書を参照すること。

1.6. 粉砕

乳鉢を用いて仮焼きの終了した試料を粉砕する。試料は反応して収縮し硬くなっているので、注意して粉砕しないと乳鉢から飛び出ることがある。収縮と硬化がない場合は反応していない。粉砕は混合の場合と同様入念に行わなければならない。それは、組成の不均一をできるだけなくし、反応を完全にするためである。さらに粉砕時の粒度が粗いと結晶粒間に隙間が生じ電気伝導特性が悪くなるため、特に粒度が細くなるまで粉砕しなければならない。当然この場合も不純物の混入を防ぐため上記の注意事項を守らなければならない。あまり強く叩くと乳鉢が割れることがあるので注意する。

1.7. 加圧成形と試料の反応確認と本焼

粉砕が終了した試料を電気抵抗測定用の直径 7 mm の円盤とインダクタンス測定の直径 7 mm

の高さ 10mm の円柱とマイスナー効果観察用の直径 30 mm の円盤に加工する。成形器（加圧面積 $=0.35^2\pi\text{ cm}^2$ ）と一軸加圧器を用いて以下の手順で円盤状に圧縮成形する。加圧は標準的には $1\text{ ton}/0.35^2\pi\text{ cm}^2$ と $2\text{ ton}/0.35^2\pi\text{ cm}^2$ （ $=5.2\text{ ton}/\text{cm}^2$ ）の2段階で行う。厚さは0.7~2 mm 程度が望ましい。厚いと電気抵抗測定が難しくなる。

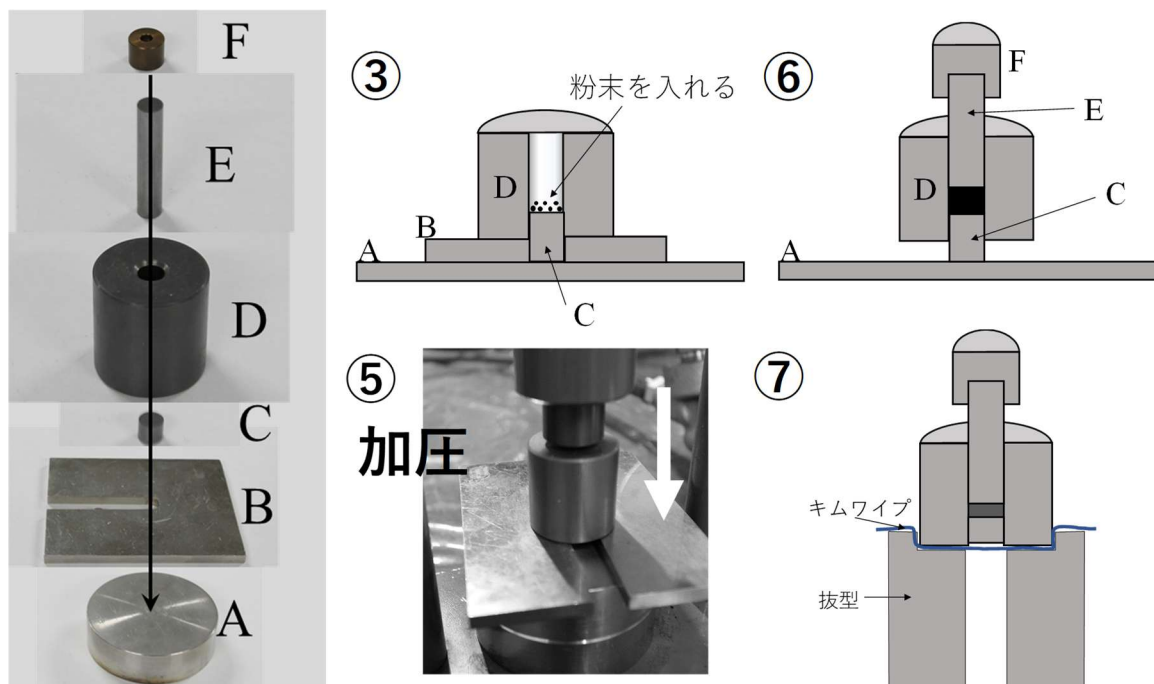


図1.2 圧縮成型器とその使用法

《圧縮成形の手順》

1. 図 1.2 に示すように板 A の上に板 B を重ね、B のくぼみの内側に下パンチ C を置く。
2. C は鏡面仕上げのしてあるほうを上に向けて置く。C が金型 D の穴に入るようにして D を置く。D はエッジの角の大きくとれた方が上になるようにして置く。
3. 図③、薬さじで粉末試料を D の穴から成形器の中に入れる。粉末小さじ 1 杯で約 2 mm の厚さの円盤ができる。
4. 上パンチ E の鏡面仕上げをしてある方を下にして D の穴に落とす。
5. 図⑤、組み立てた成形器一式を加圧器の下へ置き、クッションの板 F を E の上にのせる。まず、赤い目盛り（全圧）で 1 ton まで加圧する。
6. 図⑥、いったん圧力を下げ、加圧のない状態で B を引き抜き、さらに 2 ton まで加圧する。
（ここで、B を引き抜かずとも圧縮成形に問題がなかったという、学生実験での報告もある。）
7. 図⑦、圧力を下げ、加圧器の下から一式をおろす。次に A, B, C をはずして試料と E の入ったままの D をガーゼのクッションをのせた金属の台の上にのせ、それらを再び加圧器の下へ置く。再度クッション板 F を E の上にのせて加圧し、圧縮成形された試料を押し出す。ガーゼのクッションは試料が押し出されたときに落下して傷つけられないために敷くものである。

注意

・加圧するときは成形器にまっすぐ圧力がかかっていることを確認すること。プレスのパunch棒の中央を用いる。斜めにかかっているとpunch棒に無理な力がかかり、折れて怪我をする可能性があるので特に気を付けること。

・圧力を加えすぎると、punch棒に無理な力がかかり折れるので注意する。

・使用後の成形器は、アルコールを染み込ませたガーゼで付着した粉末をきれいに拭きとり、さびないようにデシケータの中に保存する。目盛は外側の赤い目盛（トン単位の全圧）を用いる。

・電気抵抗測定の際、試料ホルダへの取り付けを失敗して成型した試料を割ることが多々ある。十分に予備を作ることを勧める。

電気抵抗測定用の試料と同様に直径 30 mm の成形器と一軸加圧器を用いて作製する。全圧で 3 ton までかけても良い。うまく形成できないときは、粉末にバインダー（粘結剤、アルコールなど）を加えて練ると良い。圧縮成形した試料をアルミナボートの中に置き、仮焼のときと同様にして本焼する。焼結条件も同じである。

1.8. 設問 2

焼結して完成したペレットの厚さと重量を測定して、密度を求めてください。結晶構造から密度を計算し、考察してください。(YBa₂Cu₃O_{6.93} の格子定数 $a=3.8227\text{\AA}$, $b=3.8872\text{\AA}$, $c=11.6802\text{\AA}$)

2. 電気抵抗の測定

本章では、固体中の電気伝導と超伝導を解説し、さらに、4端子法による電気抵抗の測定、および低温における抵抗の温度依存性の測定方法について解説する。

2.1. 電気輸送現象と超伝導

固体の電気的性質は絶縁体、半導体、導体の三つに大別できる。絶縁体は極めて低い伝導性を示すが、一方、導体は高い伝導度を持つ。また、半導体の電気伝導度はこれらの中間的な値を持つ。典型的な電気抵抗率の温度依存性を図 2.1 に示す。電流は電子またはホールによって運ばれ、これら二つを総称してキャリアと呼ぶ。半導体の伝導度は、温度を上げると増加するが、これは熱励起によりキャリアが増加するからである。伝導の担い手であるキャリアの増加は、電気抵抗の減少をもたらす。金属の伝導度は温度を上げると減少する。この場合、温度が上昇しても伝導電子の数は変わらないが、格子振動が激しくなり伝導電子が散乱され易くなり、電気抵抗は増加する。

特定の金属や化合物などの物質は、低温の特定の温度 T_c 以下に温度を下げると、急激に抵抗がゼロになる。この現象を超伝導と呼ぶ。金属の超伝導の起源は、J.Bardeen, L.N.Cooper, J.R.Schrieffer に提唱された BCS 理論によって説明された。BCS 理論によると、電子はフォノンを経由とする引力によって電子対 (Cooper pair) をつくる。Cooper pair は Pauli 原理が当てはまらず、Bose-Einstein 統計に従う粒子とみなせる。(BCS 理論の詳細は、下記の参考文献を参照のこと)。通常の金属の超伝導転移温度 T_c は数 K 程度である。しかし、J.G. Bednorz と K.A. Müller によって発見されたペロブスカイト酸化物の T_c は高く、液体窒素温度を超えるものもある。ペロブスカイト酸化物の超伝導における電子対の形成機構に関しては、完全な意見の一致は得られていない。超伝導体のもう一つの基本的性質はマイスナー効果である。超伝導体は、永久電流によって反磁場を作り出し、磁束をはじきだす。これを完全反磁性 (マイスナー効果) と呼ぶ。本テーマでは、この電気抵抗の温度依存性を測定する。

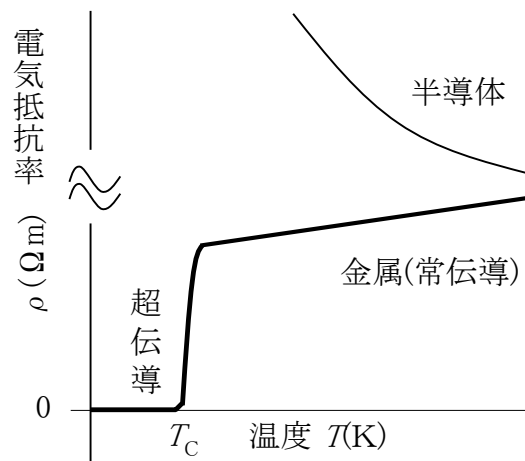


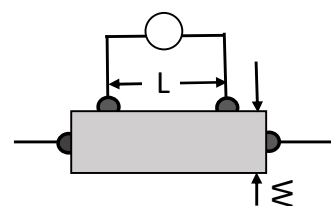
図2.1 電気抵抗率の温度依存性。

2.2. Pauw 法による抵抗率の測定

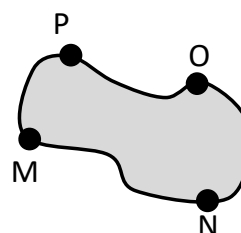
抵抗率の測定は通常、図 2.2(a)に示すような直方体の試料に 4 本の電極を取り付けて行う。この方法を 4 端子法と呼び、外側の電極から電流 I を流し、内側の電極で電位差 V を測定する。通常、テスト等の 2 本の導線による抵抗測定（2 端子法）では導線や導線と試料の接触抵抗が測定値に含まれるが、4 端子法では無視できる利点がある。電圧電極間の距離を L 、試料の幅を W 、試料の厚さを d とすると、試料の抵抗率 ρ は以下のように書ける。

$$\rho = (Wd / L)(V/I) \quad (1)$$

このように 4 端子にすることによって端子と試料の間の接触抵抗や導線の抵抗の影響を無視できる程小さくできる。



(a) 通常の測定法



(b) Pauw 法

図2.2 電気抵抗の 4 端子測定法

2.3. 設問 3

4 端子法と 2 端子法の抵抗測定の違いについて説明せよ。まず、等価回路を設定する。考慮すべき要素は（考察に不要なものも含む）

- ・ 導線の抵抗 R_{lead}
- ・ 試料と導線の接触抵抗 R_{contact}
- ・ 電流計の抵抗 R_{current}
- ・ 電圧計の抵抗 R_{volt}
- ・ 試料の抵抗 R_{sample}
- ・ 電流源の電圧 V_{source} 、または電流源の流す電流 I_{source}
- ・ 電圧計の電圧 V_{volt}

- 1) 4 端子法および 2 端子法により測定された抵抗値（観測値 $R_{\text{measure}} = V_{\text{volt}} / I_{\text{source}}$ ）を、等価回路の抵抗値を用いて式で表せ。
- 2) 電圧計の抵抗は、高くあるべきか低くあるべきかを考察せよ。1) で求めた式を考察し、4 端子法の利点を考えよ。
- 3) 式を用いず、4 端子法と 2 端子法による測定結果の違いをことばで説明せよ。

しかしながら、試料の成形が容易でない場合には上記のような測定はできない。実際、本実験でも試料がもろいことを考えれば、高い精度で抵抗率を求めることが可能な形状に加工するのが難しいと想像できる。そこで任意形状の薄板を用いて抵抗率を測定する方法が van der Pauw (Phillips Research Reports, 13, 1-9, 1958) により考案された。図 2.2 (b) に示すように、

穴のない平らな薄板の周囲の任意の点 M, N, O, P のうち M, N 間に電流 I_{MN} を流し, この時の P, O 間の電位差 V_{OP} を測定する。薄板の厚さ d とする。N と P が M と O を結ぶ線に対して対称の位置にあるとき。下式が成り立つことが Pauw によって示された。

$$\rho = (\pi d / \ln 2) V_{OP} / I_{MN} \quad (2)$$

このように試料の形状に対称性があり、かつ試料の厚さが均一な試料において、測定は非常に簡単化できる。特に今回作製した焼結体の円盤状の試料においては上記の条件を満たすので、特別な試料の加工なしに比較的正確な電気抵抗率が得られる。従ってこの方法は作製試料の評価としては簡便な方法である。しかしながら、この方法は、電気抵抗率が均一であることと、電流密度が抵抗値に影響しないことが必要である。

2.4. 液体窒素を用いた電気抵抗測定系

1. ここで用いる電気抵抗測定試料ホルダを図 2.3 に示す。測定は Pauw 法による 4 端子測定法により行う。4 本の端子は 4 枚の銅版を試料ホルダの底部につけたネジで押さえる方法で取り付ける。この 4 本のうち上 2 本が電圧端子、下 2 本が電流端子である。この配置では試料の大きさにより電流端子と電圧端子間の距離が変わるため厳密には Pauw 法の対称の条件を満たさないが、ここでは近似的に (2) 式を用いて ρ の導出を行う。試料と 4 本の端子は銅製のブロックの上に固定してある。銅は熱伝導がよいので試料中の温度勾配を小さくするのに有用である。さらに銅ブロックは銅のパイプで覆われている。試料、及び伝導性の銅ブロックとの絶縁は銅ブロックに雲母の板を張り付けることによって行っている。
2. 試料の温度は極低温でも比較的直線に近い熱起電力-温度特性を持っている Au+Fe0.07% vs. Cromel 熱電対で測定する。熱電対の先は試料の近くに固定し、他方の端は温度定点に設定するため装置の外側に取り出し、氷につけられるようになっている。この熱電対の熱起電力 V_T (mV) 温度 T (K) の換算表を最後ページの付表に与える。以下の多項式の近似により温度を求めることができる。

$$T = 0.0070730V_T^5 + 0.034030V_T^4 + 0.16986V_T^3 - 0.25619V_T^2 + 44.864V_T + 273.14$$

3. 液体窒素を用いた電気抵抗測定系ブロックダイアグラム測定のダイアグラムを図 2.5 に示す。
4. 試料電流は定電流源を用いて測定装置のターミナルを通して流す。電流値は電流計で測る。熱電対の起電力、試料電圧はデジタルマルチメーターで測る。

金属中の電子は理想気体中の分子と同じように自由電子として考えられる。図 2.4 の様に、金属体の一端を高温にし、一端を低温にすると、高温側は気体と同じく電子気体の圧力は上昇し低温側の圧力は低い。両者の界面で考えれば運動速度の速い高温側から速度の遅い低温側へ電子が移動するはずである。しかし、金属線の両端を絶縁するなどして電流が流れないようにしてやると温度差による電流の移動を打ち消す電位差が生じる。つまり、金属体の両端に温度差をつけると対応した電位差が生じる。そこで図 2.6 のように、一箇所温度のわかっている定点として氷点

を用意し、測定したい場所と定点を金属線で結ぶ。その両端の電位差を測定すれば、電位差から温度差がわかり定点の温度を考え合わせて測定点の温度が得られる。しかし、電位差を測定するためには電圧計の両端に線を繋がないといけない。電圧計は室温にあるから同種の線で繋げば行の線と帰りの線で相殺し、電圧は生じない。そこで行と帰りに異なる種類の線を用いて 2 種の線の熱起電力の差を測定する。

(A) 氷による温度定点に関する注意

当然であるが氷のみでは 0°C とは限らず -100°C の氷も -200°C の氷も存在する。 0°C を定点にするには水と共存させねばならない。接続部を下方まで差し込んで水と氷を時々かき混ぜて均一にするか、氷が容器の下方まであるようにする。

デジタルマルチメーターで熱電対の出力電圧をよみとる。テキストの表と見比べれば試料の温度がわかる。この実験では上の説明のように氷の融点を定点としている。よって実際に測定している電圧は、この氷点の定点と試料の温度差に対応している。よってデジタルマルチメーターで確認した熱電対の



図 2.4 : 熱起電力の原理

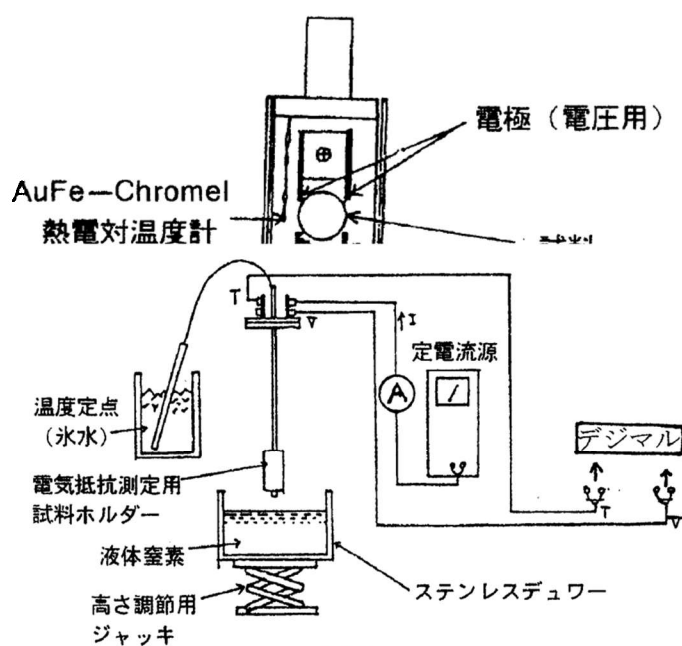


図 2.5

液体窒素を用いた電気抵抗測定系ブロックダイアグラム
出力

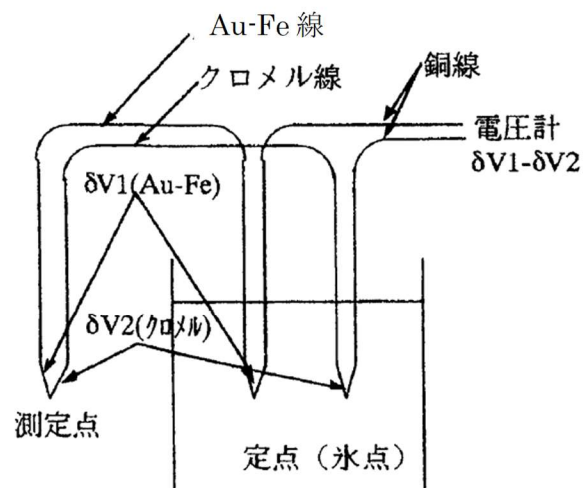


図 2.6 熱電対による温度計

が 0 V の点は定点と温度差がない点であり、 0°C に対応する。また試料の温度は、今の実験の精度では液体窒素の沸点として定点とみなせるので、自分の読み取りが正しいか確認できる。

2.5. 測定の手順

測定は以下の手順に従って行う。

1. 試料の厚さ d をノギスで測った後、試料をセットする。図 2.3 のように試料ホルダ底部のネジを締めて端子を試料に密着させる。ネジは緩過ぎると測定途中で電極が試料から外れてしまうので試料が壊れない程度に締める必要がある。試料ホルダ上部の電圧端子ターミナル間および電流端子ターミナル間の抵抗がどちらもテスターで数 Ω 以下になる程度が最も良い。
2. 銅パイプを下から入れ、セットする。
3. 熱電対の温度定点を作る。まず、容器に氷を取って来て（場所は指導者に聞く）、水面が氷の上に出ない程度に水を入れる。その後熱電対のガラス棒を差し込む。この時、熱電対の線を引っ張らないように気を付ける。よく、熱電対の線をおおっている保護チューブを引っ張って、抜けかけた状態にする人がいる。中には線を傷める人もいる。熱電対の定点の先端は、氷水に入れるガラス管の中で保護チューブから突き出し、見えているはずである。この部分がしっかり氷水の底に入っているようにする。
4. 電圧端子、電流端子および熱電対の出力を図 2.5 のように配線し、レンジは電圧の大きさを考慮して決める。
5. はじめ電源の最小電流である 1 mA の電流を流す。電圧が小さかったら少しずつ増やしていく。電流の増加に比例して電圧が比例して増加すれば、オームの法則を確かめたことになり、正常である。その際には電流を流す方向は正負両方向ともに測定し必ずグラフに書く。オームの法則が成立しない、もしくは電流を最大 (100 mA) にしても電圧がゼロである場合は、電流を切ったのち以下の点などをチェックする。
 - ・ 試料の表面が劣化してよい接点を得られない。この場合、紙ヤスリ等で試料の表面を磨くとよい。
 - ・ 試料に端子をとりつけるネジの締め付け具合がゆるく、接点と試料の接触が不良。
 - ・ 配線が間違っている、又は、力をかけすぎて配線を傷めていないか。配線の損傷はプラグにコードをハンダ付けしてある付近でおきやすい。プラグから出ている銅線を動かして伝導の様子が大きく変化するなら、配線の傷みが原因である可能性が大きい。良くない接点で測定を行うと室温では支障がなくても低温で測定ができなくなることがある。
6. 液体窒素を指導者にステンレス・デュワー瓶にもらいジャッキの上に置く。試料ホルダーを液体窒素の液面に近づけておいて、ジャッキで液面を少しずつ上げていく。そうすると温度が下がる。もし試料ホルダーの先が液体窒素にかかるくらいに近づけても変化がないときは、正確に温度が測れていないので、配線、測定レンジ等をチェックすること。試料ホルダーの銅の部分が全部液体窒素につかるまで試料ホルダーを約 5 分以上かけてゆっくり液体窒素に漬けていく。もし、良い試料であれば、液体窒素温度付近で電気抵抗が急激に小さくなる現象が見られるはずである。試料ホルダーの銅の部分を完全に液体窒素に漬けてから温度が最低温度まで下がるまでしばらく待つ。熱電対の熱起電力が液体窒素温度 (77.3 K) に対応していることを確認する。そうならないければ補正する。

7. 超伝導状態で電気抵抗のゼロをできるだけ精密に確認せよ。電気抵抗がゼロなら試料からの測定電圧はゼロになるはずだが、実際は測定回路の熱起電力、測定器のズレ等の理由からゼロにはならない。測定のみかけ上電気抵抗が残る。これらを除く方法の一つに電流の反転操作があげられる。本来の試料の抵抗 R に電流 I を流すと試料からの電圧 V_s は $V_s = IR$ になる。これに上の要因による電圧 V_N が加わると測定電圧 V_M は

$$V_M = V_s + V_N = IR + V_N$$

となる。電流の反転操作を行うと、順方向の時の測定電圧 V_{M+} と反転時の測定電圧 V_{M-} とすると、それぞれ

$$V_{M+} = V_s + V_N = +IR + V_N$$

$$V_{M-} = V_s + V_N = -IR + V_N$$

となる。この2つの電圧の差 $V_{M+} - V_{M-}$ を計算すれば、 V_N を除去できる。

$$V_{M+} - V_{M-} = 2IR \quad (3)$$

8. 次に温度を少しずつ上げる。ステンレスの容器を少しずつ下げていく。しばらくすると電圧が急激に立ち上がり、超伝導転移が見えるはずである。特にこの超伝導転移の近傍はゆっくり上げるよう温度を制御する。この実験では、あたかも温度上昇過程と降下過程では超伝導転移が違う温度で起こっているように見えることがある。しかし、これは試料と熱電対の間に温度差が生じているためである。温度の上昇と下降の時あまり急激に温度を上げ下げすると温度計のついている場所と試料のついている場所の温度が大きく違ってしまい、正しい電気抵抗と温度の関係が得られない。従って、測定時にはできるだけ温度変化の速度を遅くして測定する必要がある。
9. 各温度で、(熱電対の電圧 V_T 、+20 mA 流したときの電圧 V_{M+} 、-20 mA 流したときの電圧 V_{M-})の三つのデータを測定する。かならずしも測定する温度間隔が一定でなくとも良い。
10. 完全に温度が室温に戻るには1.5~2時間以上かかるので、温度が0°Cに近くなったら実験を終了してもよい。電流値を最小にした後、定電流源のスイッチを切る。試料を取り出し、薬包紙に包み保管する。
11. 実験を途中でやり直す場合は試料ホルダーをドライヤーで温めると早く室温に戻る。

2.6. 解析

1. 以上の実験で得た試料電圧 V (mV) - 熱起電力 V_T (mV) のデータから、附表の換算表と(2)、(3)式を用いて図2.7に示すような抵抗率 ρ (Ωcm) - 温度 T (K) 曲線を描く。常伝導の状態の抵抗を、最小二乗法で線形 $\rho(T) = aT + b$ にフィットさせる。その抵抗値1/2の線を描く。
2. 図2.7に示す T_{cON} 、 T_c^0 、 T_{cmid} を、昇温および降温時それぞれについて求める。
 T_{cON} : 電気抵抗が急激に下がり始めた温度
 T_c^0 : 電気抵抗がゼロになった温度
 T_{cmid} : 電気抵抗が常伝導の状態の1/2になった温度

3. 抵抗率がゼロになった部分が超伝導であるが、今回の実験でどれだけの精度でゼロになったと言えるか検討する。また、その値を、電気抵抗の低い金属である銅や銀等の抵抗率と比較する。
4. 転移温度を今回測定した他の人のデータと比較せよ。比較のためには、 T_c の値の決定に際してどのような配慮が必要か考え、それを T_c の決定に反映させよ。
5. 時間に余裕があるなら、昇温と降温の時にデータを取る。

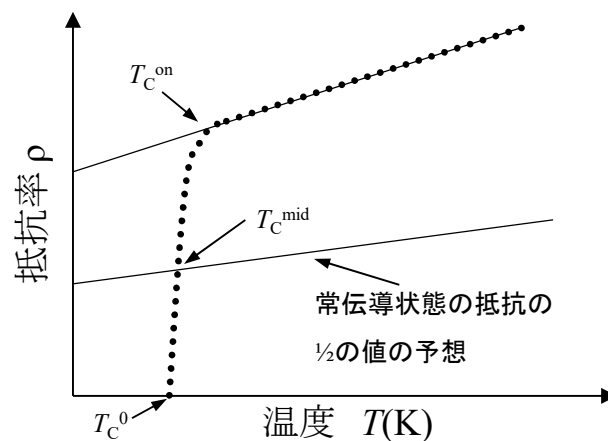


図2.7 抵抗率の温度依存性の例

3. インダクタンス測定による磁化率の温度依存性

マイスナー効果 (Meissner effect 完全反磁性) は、超伝導体を持つ性質の 1 つであり、遮蔽電流 (永久電流) の磁場が外部磁場に重なり合って超伝導体内部の正味の磁束密度をゼロにする現象である。ローベルト・オクセンフェルトによって発見された。ロンドン方程式により、現象論的な解釈が与えられている。本実験では、自己インダクタンスの測定から透磁率を求めマイスナー効果を学ぶ。

自己インダクタンス L は以下のように定義される。

$$V = L \frac{dI}{dt}$$

ソレノイド・コイルである場合、自己インダクタンスは、

$$L = \frac{\mu N^2 S}{l}$$

μ はコイルの芯の透磁率、 N はコイルの巻数、 l はコイルの長さ、 S はコイルの断面の面積である。従って、自己インダクタンスの測定から透磁率を求めることができる。

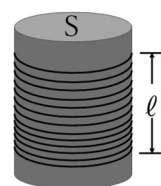


図 3.1 コイル

3.1. インダクタンス測定手順

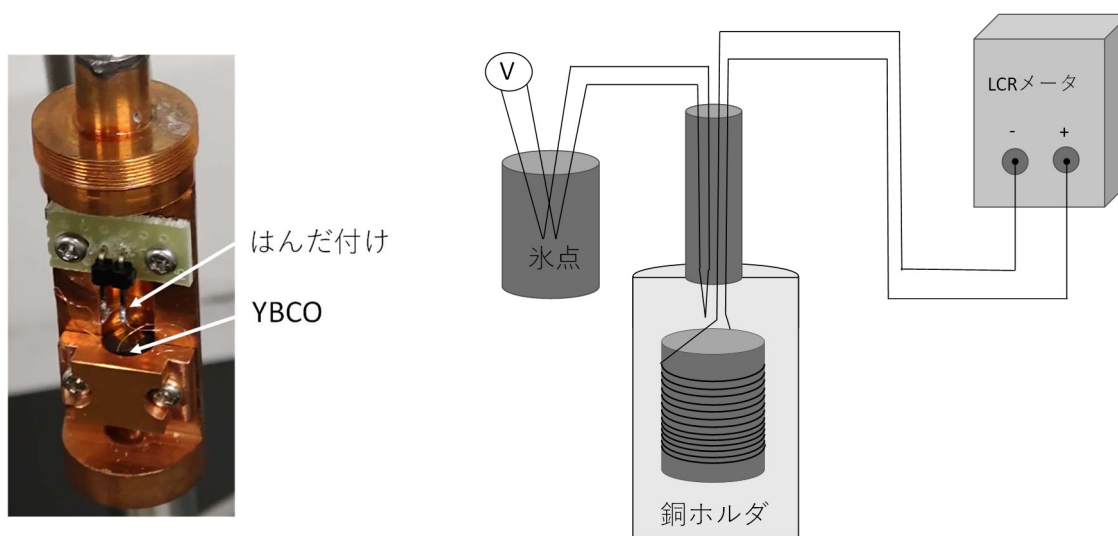


図 3.2 (左)銅ホルダの写真 (右) インダクタンス測定の模式図。

手順は以下のとおり、

1. 円柱ペレットをクリップ等で固定し、カプトンテープを巻く、ポリウレタン被覆銅線 (直径 0.6mm) を 100 回巻く。ほどけないようにカプトンテープで銅線を固定する。サイズや巻き数を記録する。
2. 巻いたペレット (YBCO) を図のように銅ホルダにネジで固定し、銅線をピンヘッドにはんだ付

けする。

3. 図のように、LCR メーターをクライオに接続する。LCR メーターの FREQ キーを押し、10kHz に設定。
4. LCR メーターでコイルの抵抗を測定し、抵抗値が 10Ω 以下であることを確認。
5. LCR メーターを LS モードに設定。
6. インダクタンスをもとめる。値が計算値とあっているか確認する。
7. 銅ホルダにカバーを取り付ける。ジャッキを上げて、銅ホルダに液体窒素容器を徐々に近づけて、徐々に冷却する。熱電対の電圧と、インダクタンスの値を同時に記録する。
8. 昇温と降温の時、データを取る。

図 3.4 にインダクタンス測定の一例を示す。

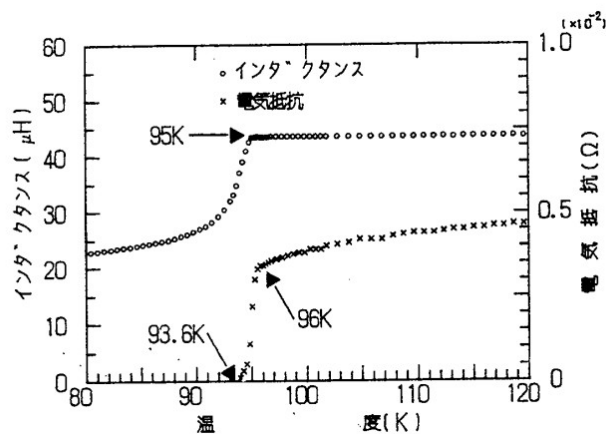


図 3.4 YBCO のインダクタンスの温度依存性(物理教育 第 40 巻 4 号 286 頁より)

3.2. 設問 4

1. 比透磁率を 1 として、作製した回路の自己インダクタンスを計算により求めよ。
*簡単な近似をつかってよい。実験値と一致しないときは考察を書く。
2. インダクタンスの温度依存性のグラフを書く。
3. インダクタンスや透磁率の温度依存性を詳しく説明してください。
*透磁率がなぜ 0 にならないか? 透磁率の温度依存性から求めた T_c と抵抗の温度依存性から求めた T_c の違い等について考察する。

参考資料

レポートを書く際の参考を以下に書く。

磁性の種類

物質の磁性は、主に以下のように分類できる。

- (1) 常磁性: 外部磁場が無いときには磁化を持たず、磁場を印加するとその方向に弱く磁化する磁性
例、タンゲステン、アルミニウム

(2)強磁性:隣り合うスピンの同一の方向を向いて整列し、全体として大きな磁気モーメントを持つ物質の磁性を指す。例、鉄、コバルト、ニッケル

(3)反磁性:物質が磁場の逆向きに磁化されるもの。負の磁化率をしめすもの。例、水

(4)完全反磁性:超伝導体は第一種超伝導体と第二種超伝導体にわけられるが、このうち第一種超伝導体の内部には磁束が侵入できない(マイスナー効果)。すなわち第一種超伝導体の内部では完全に磁場が打ち消されており、磁化率がちょうど-1である。このような性質を完全反磁性という。

第二種超伝導体の臨界磁場

内部のひずみや不純物などにより超伝導が壊れやすい部分があり、磁場を上げていくと、超伝導が部分的に壊れて、常伝導部分に磁場が侵入するが、電気抵抗ゼロのまま超伝導と常伝導が共存した状態になることがある。このような超伝導体を第二種超伝導体と呼ぶ。

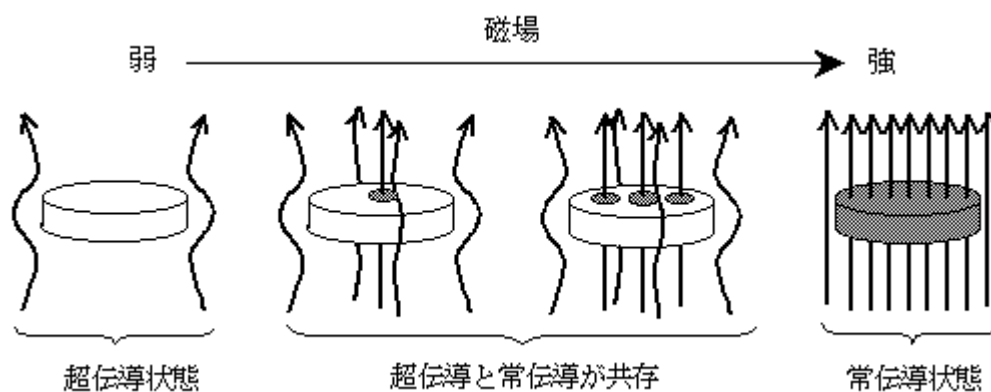


図 3.5 超伝導状態と超伝導と常伝導の共存状態との境目の磁場が臨界磁場 H_{c1} 、超伝導と常伝導が共存状態から常伝導状態との境目の磁場が臨界磁場 H_{c2} である。(Wikipedia より)

酸化物超伝導体の相図

YBCO などの酸化物超伝導体の相図を図 3.6 に図示する。酸素欠損などによりホール濃度は、増減する。酸素欠損は焼結時の温度変化などに影響される。

4. 実験における安全上の注意

安全な実験遂行のため以下の点を遵守すること。

1. 液体窒素取り扱い上の注意

1.1.液体窒素で冷やされた金属等に手を触れない。

1.2.軍手等をして液体窒素を扱わない。手袋をすることは望まし

いが、軍手の場合大量にかかったときに液体窒素が繊維に染み込み、その結果として長時間液

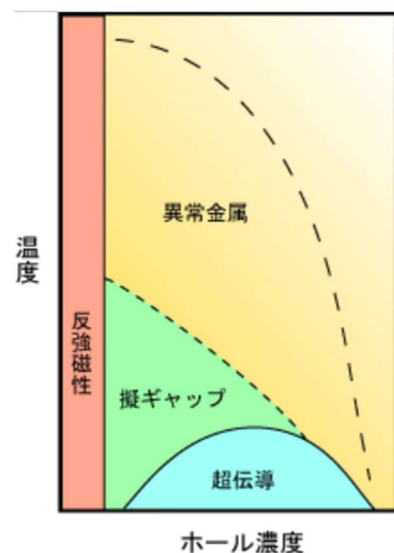


図 3.6 酸化物超伝導体の相図

Wikipedia より

体室素に触れることになる。革手袋等の染み込まないもので扱う。

1.3.液体窒素を密閉した容器の中に入れない。圧力が上昇し破裂することがある。

2. 試薬の取り扱い上の注意

2.1. 薬品は薬品庫に収容して管理している。使用する場合は、担当教員に申しでること。使用後は、担当教員に返却する。

2.2. 試薬を扱う際は、椅子に着座し、机上で試薬を扱うこと。また適宜、薬包紙を敷いて試薬を散乱させないようにすること。試薬が目に入った場合、水道水でよく洗浄し、担当教員に申しでること。

3. 実験室の工具類の整理整頓には常に気を配ること。工具類や使用済みの材料の散乱から思わぬ事故が起きやすい。

4. 毎回、実験終了時には、測定機器の電源を切り、安全確認をすること。

5. 電気炉の使用に当たっては、担当教員の許可を得ること。電気炉から焼結体を取り出す際には、十分冷えていることを確認すること。

5. レポート作成

以下の点に注意してレポートを作成してください。

1)設問 1, 2, 3, 4 を解くこと。2)グラフ(F ・ V 、 ρ ・ T 、 μ ・ T)を書き、 T_c を求めること。3)単位を忘れないこと。4)実験の再現性に必要な内容を書くこと。5) レポートは、単一のファイルで Moodle にアップロードする。6)予想どおりの結果(超伝導)がでないことは悪いことではない。その場合は、他のグループのデータと比較し、その理由について考察を書くこと。7)レポートの締め切りは実験終了後、1週間とする。遅れる場合は、下記連絡先に連絡すること。

連絡先

- ・ 理学院物理学部門 荒井 毅 arai.takeshi.844@m.kyushu-u.ac.jp
ウエスト 1 号館 A709 TEL 092-802-4079
- ・ 理学院物理学部門 木村 崇 t-kimu@phys.kyushu-u.ac.jp
ウエスト 1 号館 A703 TEL 092-802-4082
- ・ 理学院物理学部門 飯森 陸 iimori.riku@phys.kyushu-u.ac.jp
ウエスト 1 号館 A704 TEL 092-802-4083

【参考文献】

1. 「固体物理学入門下」キッテル、丸善株式会社
2. 「超伝導入門」A. C. ローズ-インネス、E. H. ロディリック。産業図書
3. Wikipedia <https://ja.wikipedia.org>
4. 「超伝導ハンドブック」福山秀敏、秋光純編。朝倉書店
5. 「セミナー高温超伝導」福山秀敏、石川征靖、武居文彦共著。丸善株式会社

熱電対の熱起電力表

Au-Fe Chromel 熱電対の温度 $T(K)$ と $V_T(mV)$ の表を以下に示す。基準点は氷点 $0^{\circ}C$ である。

$T(K)$	$V_T(mV)$	$T(K)$	$V_T(mV)$	$T(K)$	$V_T(mV)$	$T(K)$	$V_T(mV)$	$T(K)$	$V_T(mV)$	$T(K)$	$V_T(mV)$
1	-5.311	51	-4.508	101	-3.616	151	-2.630	201	-1.582	251	-0.492
2	-5.301	52	-4.491	102	-3.597	152	-2.610	202	-1.561	252	-0.470
3	-5.291	53	-4.474	103	-3.578	153	-2.590	203	-1.539	253	-0.448
4	-5.279	54	-4.458	104	-3.559	154	-2.569	204	-1.518	254	-0.426
5	-5.266	55	-4.441	105	-3.540	155	-2.549	205	-1.496	255	-0.403
6	-5.252	56	-4.424	106	-3.521	156	-2.528	206	-1.475	256	-0.381
7	-5.238	57	-4.407	107	-3.502	157	-2.508	207	-1.453	257	-0.359
8	-5.223	58	-4.390	108	-3.483	158	-2.487	208	-1.432	258	-0.337
9	-5.207	59	-4.373	109	-3.464	159	-2.466	209	-1.410	259	-0.315
10	-5.191	60	-4.355	110	-3.444	160	-2.446	210	-1.388	260	-0.293
11	-5.175	61	-4.338	111	-3.425	161	-2.425	211	-1.367	261	-0.270
12	-5.159	62	-4.321	112	-3.406	162	-2.404	212	-1.345	262	-0.248
13	-5.142	63	-4.304	113	-3.387	163	-2.384	213	-1.324	263	-0.226
14	-5.125	64	-4.286	114	-3.367	164	-2.363	214	-1.302	264	-0.204
15	-5.108	65	-4.269	115	-3.348	165	-2.342	215	-1.280	265	-0.182
16	-5.091	66	-4.252	116	-3.328	166	-2.321	216	-1.259	266	-0.159
17	-5.074	67	-4.234	117	-3.309	167	-2.301	217	-1.237	267	-0.137
18	-5.057	68	-4.217	118	-3.290	168	-2.280	218	-1.215	268	-0.115
19	-5.040	69	-4.199	119	-3.270	169	-2.259	219	-1.193	269	-0.093
20	-5.023	70	-4.182	120	-3.250	170	-2.238	220	-1.172	270	-0.070
21	-5.007	71	-4.164	121	-3.231	171	-2.217	221	-1.150	271	-0.048
22	-4.990	72	-4.146	122	-3.211	172	-2.196	222	-1.128	272	-0.026
23	-4.973	73	-4.129	123	-3.192	173	-2.176	223	-1.106	273	-0.003
24	-4.956	74	-4.111	124	-3.172	174	-2.155	224	-1.085	274	0.019
25	-4.939	75	-4.093	125	-3.152	175	-2.134	225	-1.063	275	0.041
26	-4.922	76	-4.075	126	-3.133	176	-2.113	226	-1.041	276	0.064
27	-4.906	77	-4.057	127	-3.113	177	-2.092	227	-1.019	277	0.086
28	-4.889	78	-4.039	128	-3.093	178	-2.071	228	-0.997	278	0.108
29	-4.872	79	-4.021	129	-3.073	179	-2.050	229	-0.975	279	0.131
30	-4.856	80	-4.003	130	-3.053	180	-2.029	230	-0.954	280	0.153
31	-4.839	81	-3.985	131	-3.034	181	-2.008	231	-0.932	281	0.175
32	-4.823	82	-3.967	132	-3.014	182	-1.986	232	-0.910	282	0.198
33	-4.806	83	-3.949	133	-2.994	183	-1.965	233	-0.888	283	0.220
34	-4.790	84	-3.931	134	-2.974	184	-1.944	234	-0.866	284	0.242
35	-4.773	85	-3.913	135	-2.954	185	-1.923	235	-0.844	285	0.265
36	-4.757	86	-3.895	136	-2.934	186	-1.902	236	-0.822	286	0.287
37	-4.740	87	-3.876	137	-2.914	187	-1.881	237	-0.800	287	0.309
38	-4.724	88	-3.858	138	-2.894	188	-1.859	238	-0.778	288	0.332
39	-4.707	89	-3.839	139	-2.874	189	-1.838	239	-0.756	289	0.354
40	-4.691	90	-3.821	140	-2.854	190	-1.817	240	-0.734	290	0.376
41	-4.674	91	-3.803	141	-2.833	191	-1.796	241	-0.712	291	0.398
42	-4.658	92	-3.784	142	-2.813	192	-1.774	242	-0.690	292	0.421
43	-4.641	93	-3.766	143	-2.793	193	-1.753	243	-0.668	293	0.443
44	-4.625	94	-3.747	144	-2.773	194	-1.732	244	-0.646	294	0.465
45	-4.608	95	-3.728	145	-2.753	195	-1.710	245	-0.624	295	0.488
46	-4.592	96	-3.710	146	-2.732	196	-1.689	246	-0.602	296	0.510
47	-4.575	97	-3.691	147	-2.712	197	-1.668	247	-0.580	297	0.533
48	-4.558	98	-3.672	148	-2.692	198	-1.646	248	-0.558	298	0.555
49	-4.542	99	-3.653	149	-2.671	199	-1.625	249	-0.536	299	0.578
50	-4.525	100	-3.635	150	-2.651	200	-1.604	250	-0.514	300	0.600