

直流四端子法を用いた臨界電流密度 $J_c$ の  
自動探索システムの構築

飯島 誠

(学籍番号：14232003)

九州工業大学 情報工学部

電子情報工学科

木内研究室

平成 30 年 2 月 16 日

# 目次

第1章 序論 .....	4
1.1 はじめに.....	4
1.2 第一種超伝導体と第二種超伝導体.....	4
1.3 銅酸化物超伝導体.....	5
1.4 臨界電流密度 $J_c$ .....	6
1.5 $J_c$ の評価方法 .....	7
1.6 $n$ 値 .....	7
1.7 四端子法プログラム.....	8
1.8 本研究の目的.....	11
第2章 実験環境とプログラム .....	12
2.1 超伝導線材の作製方法.....	12
2.1.1 IBAD 法による中間層の成膜.....	12
2.1.2 PLD 法による超伝導層の成膜.....	13
2.2 測定方法.....	13
2.2.1 直流四端子法 .....	13
2.2.2 端子の接続.....	15
2.3 本提案のプログラム.....	15
第3章 測定とプログラムの評価 .....	23
3.1 大まかな $I_c$ 測定 .....	23
3.2 正確な $I_c$ 測定 .....	26
第4章 まとめ .....	28
第5章 謝辞.....	29
第6章 参考文献.....	30

# 目次

図 1.1	試料に流すパルス電流.....	8
図 1.2	従来のプログラムのフローチャート.....	10
図 2.1	IBAD 法の原理.....	13
図 2.2	直流四端子法の回路図.....	14
図 2.3	直流二端子法の回路図.....	15
図 2.4	大まかな $I_c$ の測定で流す電流.....	16
図 2.5	改良後のプログラムのフローチャート.....	17
図 2.6	作製したプログラムのフロントパネル.....	18
図 2.7	測定する超伝導試料のサイズと電圧端子間距離の入力部分。電界や電流密度の導出に用いる。.....	18
図 2.8	大まかな $I_c$ の測定の設定部分。電流を階段状に増加させるため、測定間隔と立ち上がり時間は短い。.....	18
図 2.9	大まかな $I_c$ の測定のエ-I特性。何か問題が起きた場合は停止ボタンで測定を強制終了させることが可能。.....	19
図 2.10	大まかな $I_c$ の測定のエ-I特性と測定を終了条件設定部分。この場合は $n$ 値が 5 連続で 20 以上となった時、測定を終了する。.....	19
図 2.11	正確な $I_c$ の測定の設定部分。電流の増加量を小さくし、パルス電流を用いることで測定の精度を向上させる。.....	20
図 2.12	大まかな $I_c$ の測定のエ-I特性.....	20
図 2.13	測定データを保存するフォルダの入力部分。フォルダ内にテキストファイルでデータが保存される。.....	20
図 2.14	大まかな $I_c$ の測定のプロック図.....	21
図 2.15	$n$ 値のカウント部分。 $n$ 値が $b$ 以上の時カウントされ、 $n$ 値が $b$ 未満の時はカウンタが 0 になる。カウンタの値が $a$ 以上のとき緑のコードに <b>True</b> を出力する。.....	21
図 2.16	。正確な $I_c$ の測定スタート電流を決定する部分。図 2.15 の緑のコードに <b>True</b> が出力された場合、現在の電流値(大まかな $I_c$ )-"電流戻す量" $A$ を正確な $I_c$ の測定スタート電流としてオレンジのコードに出力する。.....	22
図 3.1	$n$ の連続回数を変化させたときのエ-I特性。 $n$ が 3~7 回連続で 20 以上のときに大まかな $I_c$ 測定が終了する。.....	23
図 3.2	$n$ の連続回数を変化させたときのエ-I特性。.....	24
図 3.3	$n$ の基準値を変化させたときのエ-I特性。 $n$ が 5 回連続で 10~50 以上のときに大まかな $I_c$ 測定が終了する。.....	25
図 3.4	$n$ の基準値を変化させたときのエ-I特性。.....	25

図 3.5	自動測定と従来の測定による $E$ - $I$ 特性の比較。赤線は本実験の $E_c$ を示す。 ..	26
図 3.6	各磁界下における $E$ - $I$ 特性.....	27

# 第1章 序論

## 1.1 はじめに

1911年にオランダの Kamerlingh Onnes は液体ヘリウムを用いて水銀を冷却し、液体窒素の沸点である 4.2 K 付近で電気抵抗値が突然ゼロになる現象を発見した。このような現象を起こす物質は超伝導体と呼ばれ、電気抵抗ゼロの性質を持つことから様々な機器への応用が期待された。その後、超伝導体が電気抵抗ゼロとなる現象は、超伝導体が完全導体であるからでなく、完全反磁性体であることによるものだとわかった。つまり、超伝導体は磁束分布の空間的な変化を受け入れないのでなく、磁束そのものを受け入れないのだ。しかし、当初発見された超伝導体は単元素の超伝導体であり、それらは外部からわずかな磁界を印加することで電気抵抗ゼロの性質を失ってしまい、応用は難しいと考えられた。また、超伝導体はある温度や磁界の範囲内でのみ電気抵抗ゼロや完全反磁性などの超伝導特性を示すことが知られている。これらの超伝導現象を示さなくなる磁界、温度、電流密度をそれぞれ臨界磁界 $B_c$ 、臨界温度 $T_c$ 、臨界電流密度 $J_c$ と呼ぶ。その後も超伝導現象の発現機構や性質に関する研究が進められ、1933年に W. Meissner と R. Ochsenfeld によって超伝導体の持つ完全反磁性(マイスナー効果)が証明された。さらに 1957年には J. Bardeen と L. N. Cooper および J. R. Shrieffer らにより、BCS 理論[1]が提唱され超伝導発現機構が解明された。BCS 理論によると $T_c$ は 30 K を超えないと予想されていたが、1986年に J. G. Bednorz, K. A. Müller らによって  $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$  が発見され、30 K を超える温度で超伝導が発現する可能性が示された[2]。この発表以降、世界各国で高温超伝導の探索が続けられ、1年後には液体窒素の沸点である 77.3 K を超える $T_c = 93 \text{ K}$ の  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  が C.W. Chu らにより発見された[3]。1988年には、H. Maeda らによって $T_c = 100 \text{ K}$  を超える Bi 系の超伝導体が発見されている[4]。このような高い $T_c$ を持つ超伝導体は高温超伝導体と呼ばれ、その中でも銅酸化物であるものを銅酸化物超伝導体と呼ぶ。これらの超伝導体は液体ヘリウムに比べて安価な液体窒素や冷凍機を用いた伝導冷却法などで超伝導状態となるため、様々な機器への応用の可能性や冷却コストの低減などの点から大きな注目を浴びた。最近の研究では、約 800 GPa の超高压下で、 $\text{H}_2\text{S}$  が $T_c = 203 \text{ K}$ となることが示され[5]、室温超伝導体に一步近づいた。

## 1.2 第一種超伝導体と第二種超伝導体

超伝導体は臨界温度 $T_c$ と臨界磁界 $B_c$ の範囲内で超伝導現象を示すが、このうち磁界に対する挙動の違いによって第一種超伝導体と第二種超伝導体に分けられる。第一種超伝導体で

は磁界の強さが $B_c$ 以下の時はマイスナー効果を示し、外部からの磁界の侵入を拒む反応を示す。しかし磁界の強さが $B_c$ を超えるとマイスナー効果を示さなくなり、超伝導特性を失ってしまう。第二種超伝導体では下部臨界磁界 $B_{c1}$ と上部臨界磁界 $B_{c2}$ の2種類の臨界磁界が存在し、磁界の強さが $B_{c1}$ 以下の時は第一種超伝導体と同様にマイスナー効果を示す。磁界の強さが $B_{c1}$ から $B_{c2}$ の間ではマイスナー効果を失うが超伝導状態は保ったままであり、この点が第一種超伝導体と異なる。この時の超伝導体内部は磁束量子と呼ばれる最小単位で磁束が存在し、磁束が侵入していながら超伝導体を保つ混合状態となっている。さらに第二種超伝導体では不可逆磁界 $B_i$ が存在する。第二種超伝導体では前述した混合状態となることで高温域でも超伝導状態を保つことができ、外部磁界が $B_{c2}$ に達するまで電気抵抗なしで流すことのできる電流が存在するはずである。しかし以下に示す赤色の領域では外部磁界が $B_{c2}$ 以下であっても磁束ピンニングが働くなり、電気抵抗なしに流すことのできる電流はゼロとなる。この時の境界を不可逆磁界 $B_i$ という。

### 1.3 銅酸化物超伝導体

1.1節でも記述したように、1986年にJ. G. Bednorz, K. A. Müllerらによって、 $T_c$ が35 KであるLa-Ba-Cu-O系超伝導体が発見された。この超伝導体は、組成元素にCuとOを含んでいるため、銅酸化物超伝導体と呼ばれるようになった。また、この $T_c$ は、それまで $Nb_3Ge$ が最高であった23 Kを超えるものであったため、応用へ向けた研究が盛んに行われるようになった。その結果、1987年には、 $T_c$ が液体窒素の沸点77.3 Kを超える92 Kである $YBa_2Cu_3O_y$ (YBCO)が発見され、さらにその翌年の1988年には、 $T_c$ が110 Kとなる $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ (Bi-2223)が発見された。これら以外にも、非常に多種の銅酸化物超伝導体が発見され、現在でも銅酸化物超伝導体についての研究が盛んに行われている。

銅酸化物超伝導体は結晶内に $CuO_2$ 面を持ち、超伝導層の $CuO_2$ 面と絶縁体となるブロック層が相互に積み重なった層状ペロブスカイト構造を持つ。そのため、銅酸化物超伝導体の特徴の一つとして電流特性の異方性が挙げられる。これは上記の結晶構造に起因するもので、 $CuO_2$ 面に平行な方向には電流が流れやすいが、 $CuO_2$ 面に垂直な方向には電流が流れにくい特性を示す。そのため、 $CuO_2$ 面が揃うように結晶を配向させる必要があり、近年では好配向が得られるPulse Laser Deposition(PLD)法などの技術が確立され、コート線材やバルクとしての応用が想定されている。

しかし、REBCOコート線材は、基板の上に蒸着法を用いて中間層および超伝導層の堆積を行った上で、銀および銅によって保護されたものが想定されている。この中間層および超伝導層の堆積における蒸着装置が高価である上、線材作製自体に時間がかかる。その一方で、BSCCO線材は、作製にPowder In Tube(PIT)法を用いている。PIT法によるBSCCO線材の作製では、銀筒の中を超伝導体粒で満たし、超伝導体粒で満たした銀筒を圧着することで、線材を作製している。そのため、線材の作製コストとしては銀筒が大半を占める(REBCO線

材よりも安価に線材作製が可能である)。また、REBCO 線材に比べて長尺化が容易であるとともに、長尺化による $J_c$ 劣化の懸念も少ない。そのため、長尺大電力送電ケーブルなどの、磁界下で用いない超伝導機器の応用としては、BSCCO 線材の応用が想定されている。銅酸化物超伝導体の中でも、実用化に向けて最も研究が進められているのは、上記の YBCO を含む  $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (REBCO; RE=Gd, Y, Sm, Eu, Dy)と Bi-2223 を含む Bi 系超伝導体 (BSCCO)である。いずれも $T_c$ が液体窒素の沸点 77.3 K を超えるものである。REBCO は、BSCCO に比べて $T_c$ は低めであるが、先述の結晶の好配向化技術によって、77.3 K における $J_c$ は大きくなることが知られている。また、BSCCO は結晶構造が 2 次元的であり、REBCO は結晶構造が 3 次元的であるため、 $\text{CuO}_2$  面に垂直な方向、つまり $c$ 軸方向に磁界を印加した場合、REBCO に比べて $J_c$ の減衰率が大きくなってしまう。そのため、REBCO 線材は、Magnetic Resonance Imaging (MRI)や Superconducting Magnetic Energy Storage (SMES)などの、磁界下で用いる超伝導機器への応用が想定されている。

近年の研究から、RE 元素のイオン半径が大きい REBCO ほど $T_c$ が高くなることが知られている。その一方で、RE 元素の中でもイオン半径の大きい Sm などは、超伝導層の成膜過程において Ba と転移を起こし、非超伝導物質が作られてしまうことから、組成制御が困難である。これらの理由から、REBCO 長尺コート線材の超伝導層として、イオン半径が RE 元素の中でも中程度である Gd を構成元素とした  $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  (GdBCO)が選ばれる。さらに、REBCO コート線材を長尺化する技術の確立や、人工ピンの導入による磁界下の $J_c$ の向上などが報告されており、今では REBCO コート線材は実用化レベルに向けての研究が進められている。

## 1.4 臨界電流密度 $J_c$

第二種超伝導体に $B_{c1} < B < B_{c2}$ を満たす外部磁界 $B$ を印加すると、第二種超伝導体内に量子化された磁束線が侵入する。この状態で第二種超伝導体に電流を流すと、超伝導内部の磁束線は Lorentz 力の影響によって運動を始める。この磁束線の動きによって誘導起電力が生じ、電気抵抗の発生につながる。従って、誘導起電力を発生させないためには磁束線の動きを止めておく必要がある。この磁束線の動きを止める作用が磁束ピンニングであり、磁束の動きを止める作用をするものをピンニングセンターあるいはピンと呼ぶ。ピンは非超伝導物質であり、超伝導体内部で生じた常伝導析出物、結晶粒界、格子欠陥等がある。ピンが磁束線の動きを止める力をピンニング力と呼ぶ。超伝導体に流れる電流密度が $J_c$ 以下であるとき、ローレンツ力と同じ大きさで反対向きのピンニング力がはたらくため、磁束線の動きが止まり、誘導起電力が生ない。その結果として、 $B_{c1}$ 以上の磁界下においても電気抵抗無しに電流を流すことができる。

第二種超伝導体内部に磁束密度  $B$ で磁束線が侵入している状態で、大きさ $J = J_c$ の電流密度の電流を流したとき、磁束線に働くピンニング力 $F_p$ と Lorentz 力 $F_L$ はつり合っており、

$$F_p = J_c B \quad (1.1)$$

となる。(1.1)式を変形すると

$$J_c = \frac{F_p}{B} \quad (1.2)$$

となり、(1.2)式より $F_p$ を向上させることで $J_c$ を向上させることができる。とわかる。

近年では、 $F_p$ を向上させる目的で、1.3節で述べた人工ピンというものが注目されている。人工ピンは、超伝導体生成過程において自然に発生するピンとは異なり、超伝導体内部に人工的に導入するピンのことである。人工ピンとして $Y_2O_3$ や $BaMO_3$ (M: 金属)などが挙げられるが、それらの中でも $BaHfO_3$ (BHO)人工ピンを導入した場合、特に磁界下の $J_c$ が大きくなることが報告されている。

## 1.5 $J_c$ の評価方法

上記のように、超伝導体を応用機器へ利用する際に重要な特性となる $J_c$ を、応用の利用環境、すなわち、温度や磁界下での $J_c$ を正確に把握することが重要になる。

この $J_c$ の特性評価には、磁気的な間接測定や、超伝導体に直接電流を通電する手法がある。中でも代表的なのは、2章で述べる四端子法と SQUID 磁力計を用いた直流磁化法である。SQUID 磁力計を用いた直流磁化法では、超伝導体内の不可逆磁束分布による磁化のヒステリシスから $J_c$ の磁界依存性を評価する方法が一般的である。更に外部磁界を印加させた状態のまま磁化を緩和させ、その緩和率から $E$ - $J$ 特性を評価する手法がある。特に SQUID 磁力計は高感度であるために $E = 1.0 \times 10^{-10}$  V/m 以下の超低電界領域の評価が可能である。しかし、SQUID 磁力計は、四端子法に比べて測定に時間がかかり、測定用の冷媒に高価な液体ヘリウムを用いなければならないといった短所が存在する。

一方、四端子法は、超伝導体に端子を付け、直接電流を通電する手法で、比較的实验装置も簡便であり、 $E$ - $J$ 特性から得られる情報が多い。ただし高 $J_c$ 化に伴い、大容量の電流源の必要性や端子の接触抵抗及び端子部のノイズ低減等、技術的には高度な技術を必要とする。また、電流通電による四端子法の場合は、 $E_c = 1.0 \times 10^{-4}$  V/m の電界が生じたときの電流もしくは電流密度を $I_c$ 、 $J_c$ とするのが一般的である。

## 1.6 $n$ 値

$n$ 値とは電界 $E$ -電流密度 $J$ 特性の非線形性の強さを示すパラメータで、

$$E \propto J^n \quad (1.3)$$

で定義される。ただし、超伝導体の $E$ -特性や $E$ - $J$ 特性は緩やかな曲線になることから、 $n$ 値を定義する電界領域により大きく異なる値に注意が必要である。



この $n$ 値は、超伝導体の応用機器設計においてよく使われるパラメータである。一般に、金属超伝導体の場合は、材料や作製方法により大きく異なるが、数百の値を示す。一方酸化物超伝導体の場合は、特に超伝導体内部の $J_c$ のばらつきにより $n$ 値が大きく異なる。酸化物超伝導体の中でも初期に線材化された Bi-2223 銀シース線材は数～数十とかなり小さい。一方で、RE 系コート線材の場合は、低磁界側では $\sim 60$  近くの値が報告されている。大きいほど電界の立ち上がりが急になることを示しており、この場合の測定は焼損の危険を伴う。

## 1.7 四端子法プログラム

本研究室では、超伝導試料の $E$ - $J$ 特性評価として試料に電流を直接通電する四端子法や、磁化の緩和特性から測定を行っている。本研究では超伝導線材に電流を直接通電する四端子法に注目をする。

特に、電流量を抵抗なしの領域から、電流の増加と共に抵抗が生じる領域まで電流を通電し、ある基準をもって、その超伝導体の臨界電流値に達したと判断するために、多くの電流を通電する必要がある。したがって、長時間の電流通電は、電流端子部の発熱の原因になる。そこで、ここでは試料に流す電流は図 1.1 に示すようなパルス電流を用いることで、電流端子部の発熱を抑え、ピーク電流時の電界と 0 A 時の電界の差を取ることで測定ノイズを低減させている。立ち下り時間も必要になるため測定には時間がかかるが、その分正確な結果が得られ、電源などのドリフトの影響も削除することが出来、一般的なナノボルト電圧計を用いた測定では、 $\sim 10^{-7}$  V の電圧からの評価が可能である。

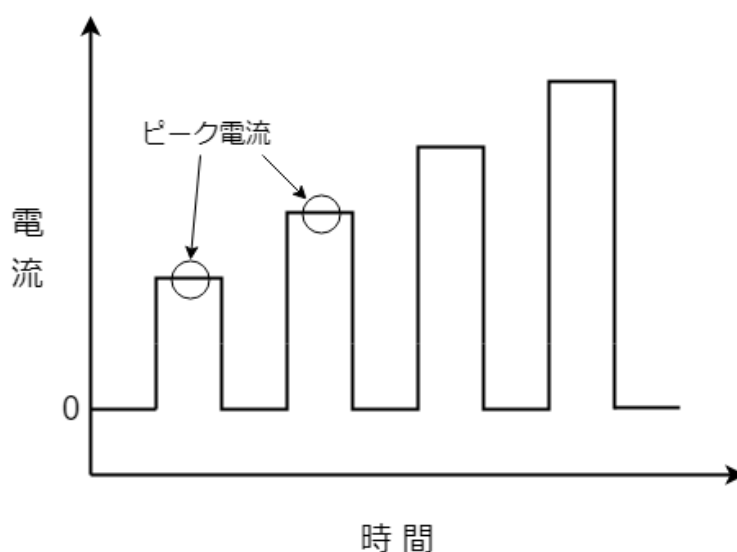


図 1.1 試料に流すパルス電流

従来の四端子法の測定プログラムでの問題点を下記に示す。

(1) 電流のステップ幅の制御が困難

電流のステップ幅はスタート電流の値に依存しており、スタート電流を $I_0$ 、Level の値を $x(1 \leq x \leq 99)$ とすると、ステップ幅 $\Delta I$ は式(1.4)で表される。

$$\Delta I = \frac{1}{1+x} I_0 \quad (1.4)$$

Level の値は試料間電圧が高いほど大きくなり、式(1.4)よりスタート電流の値が高いほど電流のステップ幅が大きくなることがわかる。

(2) 頻繁に設定の変更が必要なため、手間がかかる。

電流値がストップ電流を超えることが停止条件であるため、 $I_c$ が発見できなかった場合にストップ電流を高く再設定して測定を繰り返す必要がある。

(3)  $I_c$ が予測できない場合、測定が困難。

$I_c$ が予測できない場合、停止条件であるストップ電流を適切に設定できないため、測定が困難である。

(4) 電流値が $I_c$ を超過し、超伝導試料を焼損させる。

$I_c$ 付近で超伝導試料の電界は急激に増加するため、電流のステップ幅によっては電流値が $I_c$ を超過して試料を焼損させる可能性がある。

また、従来のプログラムのフローチャートを図 1.2 に示す。このプログラムは、スタート電流値と予想される $I_c$ 近傍の電流値を入力し、適当と思われる電流増幅を入力し、測定開始と共に、目視で $E$ - $J$ 特性の良し悪しを判断する。

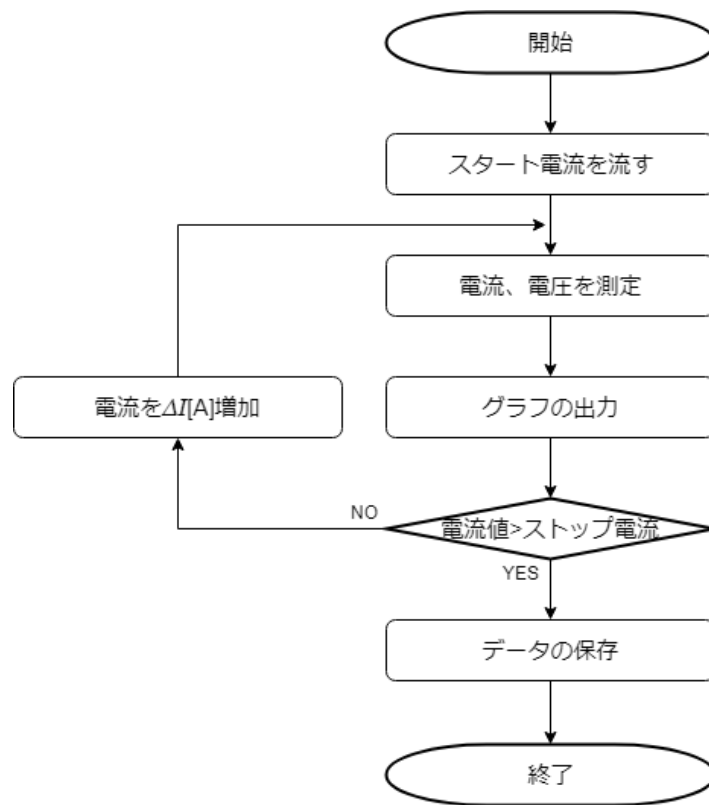


図 1.2 従来のプログラムのフローチャート

## 1.8 本研究の目的

近年の超伝導線材技術の向上に伴い、大きな $I_c$ 及び $J_c$ が得られるようになってきた。線材を応用機器に利用する際に重要な特性である $J_c$ の特性把握は重要な課題である。この $J_c$ 特性は温度や磁界に対して、指数的に変化することから、その評価の難易度も向上する。

簡便であることから広く用いられる、試料に電流を直接通電し、発生する電界、電圧を測定する四端子法では、通電する電流値の見積もりを誤ると破損する可能性が高い。ただし、この測定から得られる $E$ - $J$ 特性は、直流マグネットや電力ケーブル、さらには交流機器等の設計の際に必要な重要な情報が多く含まれる。したがって、この特性を試料へのダメージなく測定する手法が求められる。

そこで本研究では、直流四端子法を用いて未知の超伝導試料の $E$ - $J$ 特性を焼損なく測定する手法を提案し、プログラムを作製し、超伝導試料の $E$ - $J$ 特性を測定し、その有効性を検証することを研究の目的とした。

## 第2章 実験環境とプログラム

この章では、酸化物超伝導線材の四端子法を用いた $E\cdot J$ 特性の測定に注目する。したがって、先ず初めに測定対象となる線材についての特徴を述べ、四端子法及び本提案プログラムについて説明を行う。

### 2.1 超伝導線材の作製方法

現在、市販されている線材は大きく分けて 2 種類の酸化物超伝導線材がある。1 つは Bi 系超伝導体を用いた銀シーステープ線材で、従来の冶金技術を用いて、酸化物超伝導体発見初期から開発が進み、現在は数キロオーダーの長尺線材が販売されている。ただし、用いる超伝導体が Bi 系であることから、結晶の二次元性の影響を受け、臨界電流密度特性の違法性が大きく、ピン力が弱いために、高磁界、高温度領域では臨界電流密度は大きく劣化する。

一方で、結晶粒内の臨界電流密度特性は優れる Y 系超伝導体は、結晶間の特性向上が従来から課題であった。しかし、近年の精力的な線材開発により、結晶の配向技術が大きく向上し、現在は数百メートルの Y コート線材の作製が可能になってきた。特に超伝導結晶の高配向を得るために、高配向中間層を導入することにより、大きな特性改善を得ることが出来た。ここでは、この中間層と線材作製について述べる。

#### 2.1.1 IBAD 法による中間層の成膜

IBAD(Ion Beam Assisted Deposition)法は無配向の基板上に配向中間層を成膜する手法である。この方法では、図 2.1 に示すように、イオンビームを基板に照射しながら薄膜を成長させる方法である。イオンビームをテープ基材法線方向から  $55^\circ$  の角度から照射を行いつつ膜を形成すると、 $[100]$ 軸がテープ基材垂直方向に配向し、さらにイオン入射方向に $[111]$ 軸が配向することで、すべての結晶軸がそろった配向中間層を多結晶金属テープ基材上に成長させることができる。[6]

### < IBADの原理 >

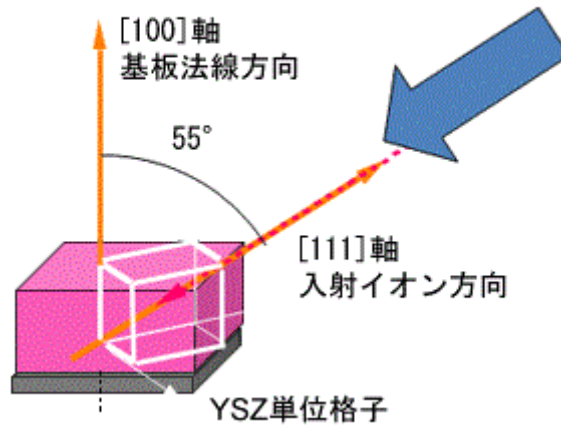


図 2.1 IBAD 法の原理

## 2.1.2 PLD 法による超伝導層の成膜

PLD(Pulse Laser Deposition)法は、真空チャンバー内に作製する超伝導薄膜の原料(以下ターゲット)を配置し、その上方に薄膜を作製する基板を配置する。外部よりレーザー光の照射を受けたターゲットの原子(分子)はプラズマ化してターゲットより剥離され、そのまま上方の基板へと堆積する。熱を用いた蒸着法では材料内各成分の蒸発温度の違いなどから材料と同じ組成比での薄膜作製が難しいが、PLD 法を用いると一瞬でプラズマ化して移動できるため、原料と同じ組成比の薄膜を作製できる。また用いるレーザー光のパルス比を変えることで薄膜の厚さを制御することもできる。

## 2.2 測定方法

### 2.2.1 直流四端子法

今回の実験では試料の $V$ - $I$ 測定法として直流四端子法を用いた。直流四端子法の回路図を図 2.2 に示す。また、直流四端子法の他に代表的な $V$ - $I$ 測定法である直流二端子法の回路図を図 2.3 に示す。いずれの図においても $R_S$ を試料の抵抗、 $R_A$ および $R_V$ を電流計および電圧計の内部抵抗とする。また $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ は各端子の接触抵抗である。直流二端子法の回路において、電圧の測定に影響を与える抵抗は $R_A$ 、 $R_1$ 、 $R_2$ である。これらの抵抗の和が試料抵抗 $R_S$ よりも十分に小さい場合は試料電圧の測定に影響することはないが、試料抵抗 $R_S$ は非常に小さい値である。従って直流二端子法による測定では正確な試料電圧を測定することが困難である。次に直流四端子法の回路において、試料電圧の測定に影響を与える抵抗は $R_V$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ であるが、これらの値は試料抵抗 $R_S$ と比較して非常に大きく、影響を無視することができる。従って今回の実験では直流四端子法を用いて測定を行った。

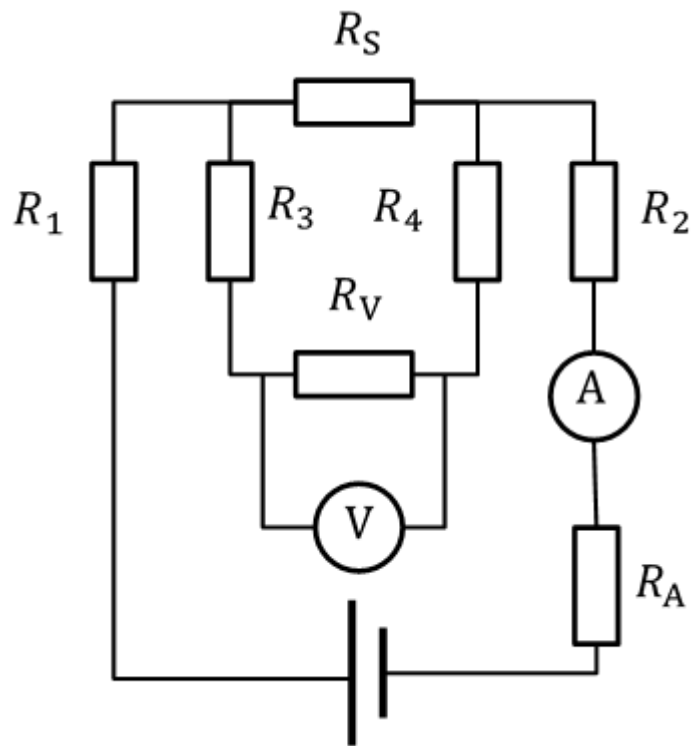


図 2.2 直流四端子法の回路図

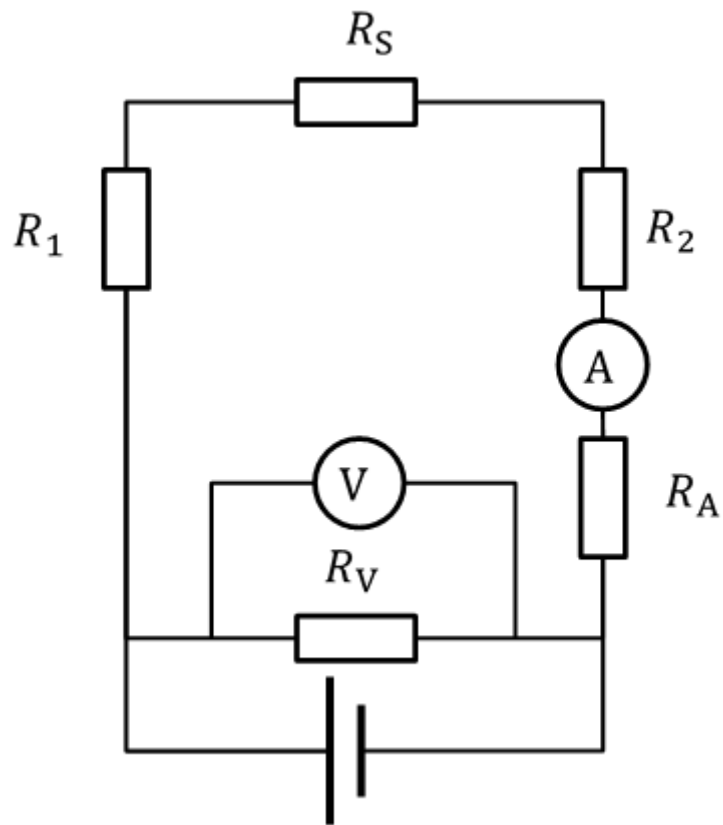


図 2.3 直流二端子法の回路図

### 2.2.2 端子の接続

試料諸元を示す試料の $V$ - $I$ 特性を四端子法で測定した。試料への電流端子、電圧端子の取り付けには、接触抵抗を抑えるためにインジウムを用いて圧着による端子の取り付けを行った。電圧端子には 0.08 mm 径の銅線、電流端子には 0.4 mm 径の銅線を用いた。

## 2.3 本提案のプログラム

本研究のプログラムの作製には LabVIEW を使用した。

1.9 節に示す問題点(1)を解決するために、プログラムから Level を取り除き、電流のステップ幅を固定値にした。ステップ幅は測定する超伝導試料に合わせて測定者が調節することができる。

また、問題点(2)~(4)を解決するために、 $I_c$ が不明の超伝導試料を焼損なく自動で測定できるプログラムを作製した。作製したプログラムは二回の測定に分かれており、一回目の測定で大まかな $I_c$ を測定し、その後、二回目の測定でパルス電流により正確な $I_c$ を測定する。大まかな $I_c$ の測定として、素早く $I_c$ を測定するために図 2.4 に示すように電流を階段状に増加させていき、 $E \propto J^n$ の $n$ 値がある一定値を超えたときに $I_c$ を達したと判断する。ただし、ノイズの影響を受けるために、複数回測定して $n$ が連続で一定値を超えたときに $I_c$ に達したものとする。その後、大まかな $I_c$ -20 mA を正確な $I_c$ の測定のスタート電流とし、電流のステップ幅を小さくして再度測定を行う。正確な $I_c$ の測定には電流端子部の発熱や、測定ノイズを低減するために、パルス電流を使用する。また、測定の開始から終了までを 1 度の操作で行えるようにした。

作製したプログラムのフローチャートを図 2.5 に示す。



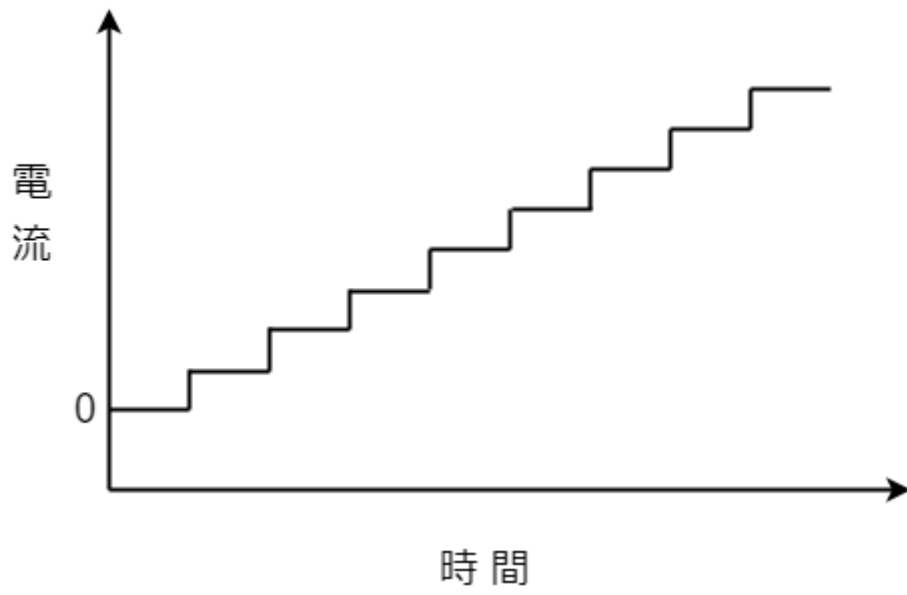


図 2.4 大まかな $I_c$ の測定で流す電流

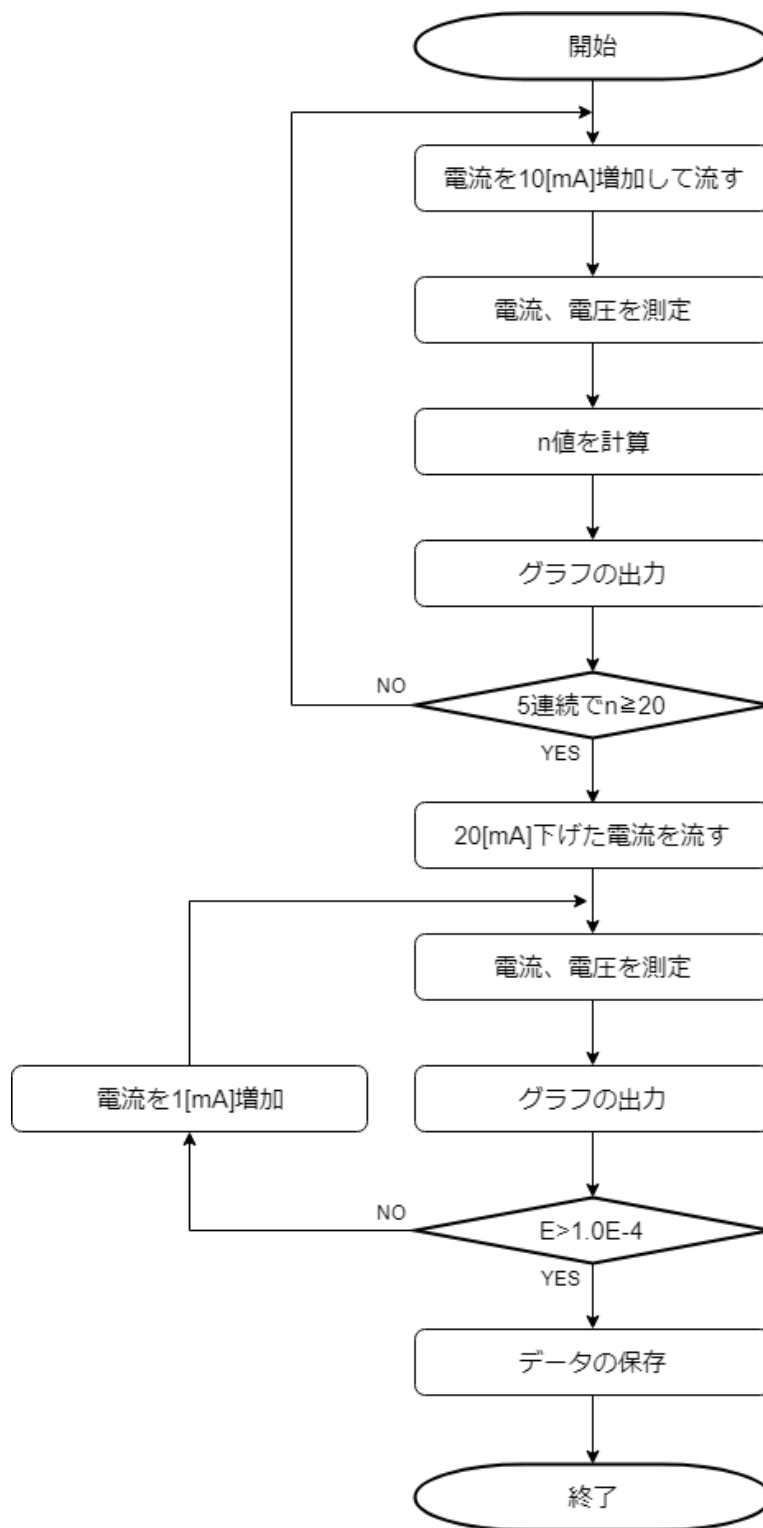


図 2.5 改良後のプログラムのフローチャート

プログラムの制御を行うフロントパネルを図 2.6 ~ 図 2.13 に示す。

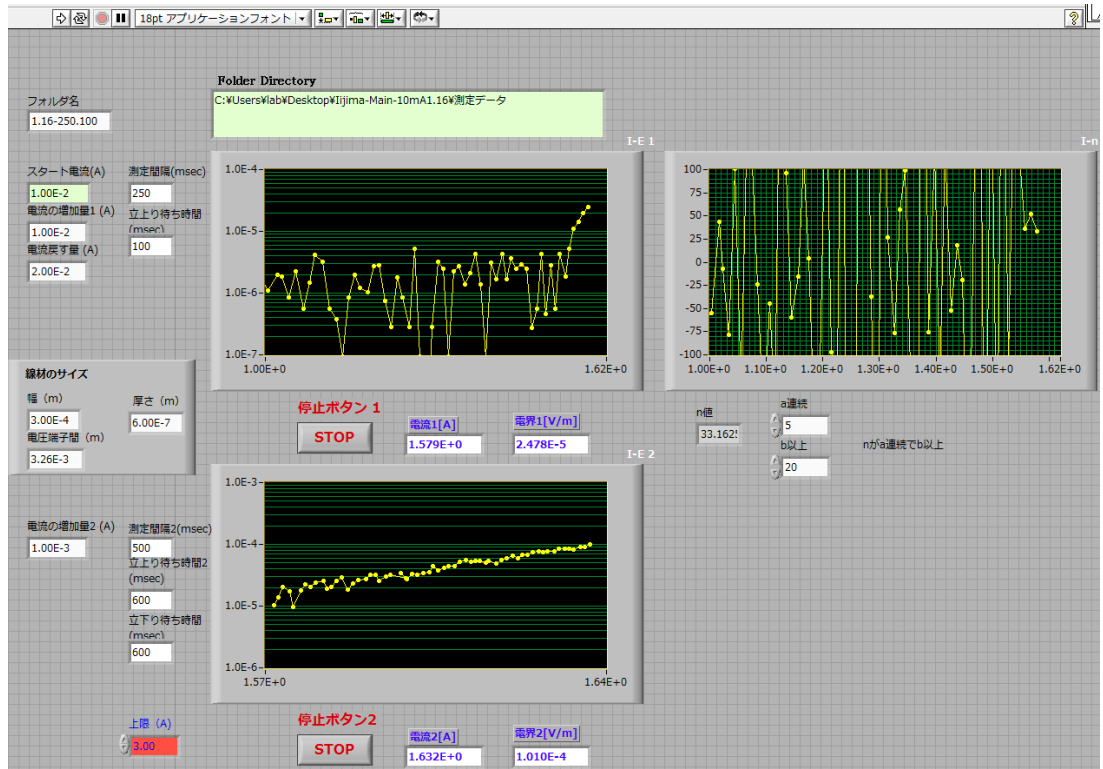


図 2.6 作製したプログラムのフロントパネル

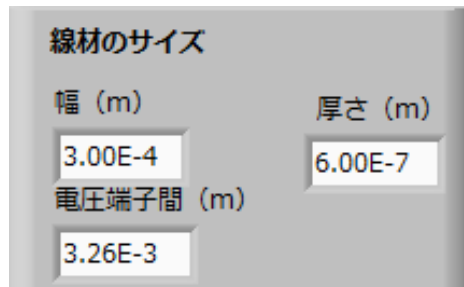


図 2.7 測定する超伝導試料のサイズと電圧端子間距離の入力部分。電界や電流密度の導出に用いる。

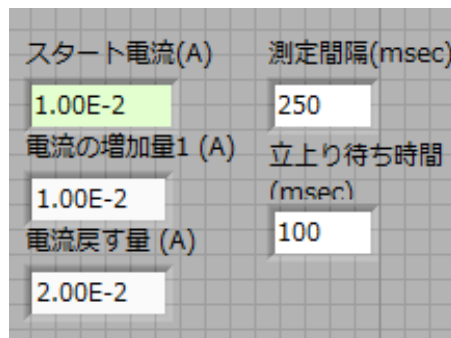


図 2.8 大まかな $I_c$ の測定の設定部分。電流を階段状に増加させるため、測定間隔と立ち上がり時間は短い。

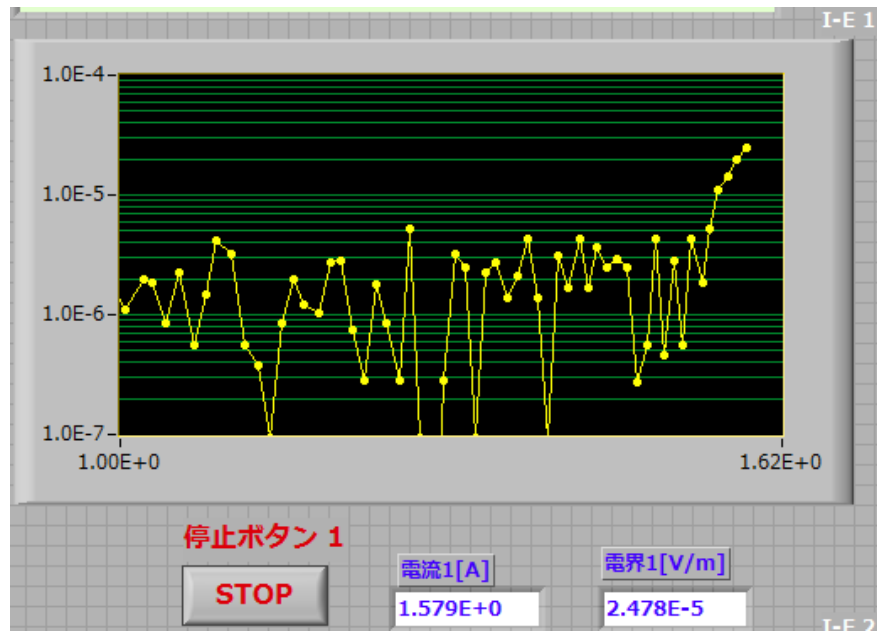


図 2.9 大まかな $I_c$ の測定の $E$ - $I$ 特性。何か問題が起きた場合は停止ボタンで測定を強制終了させることが可能。

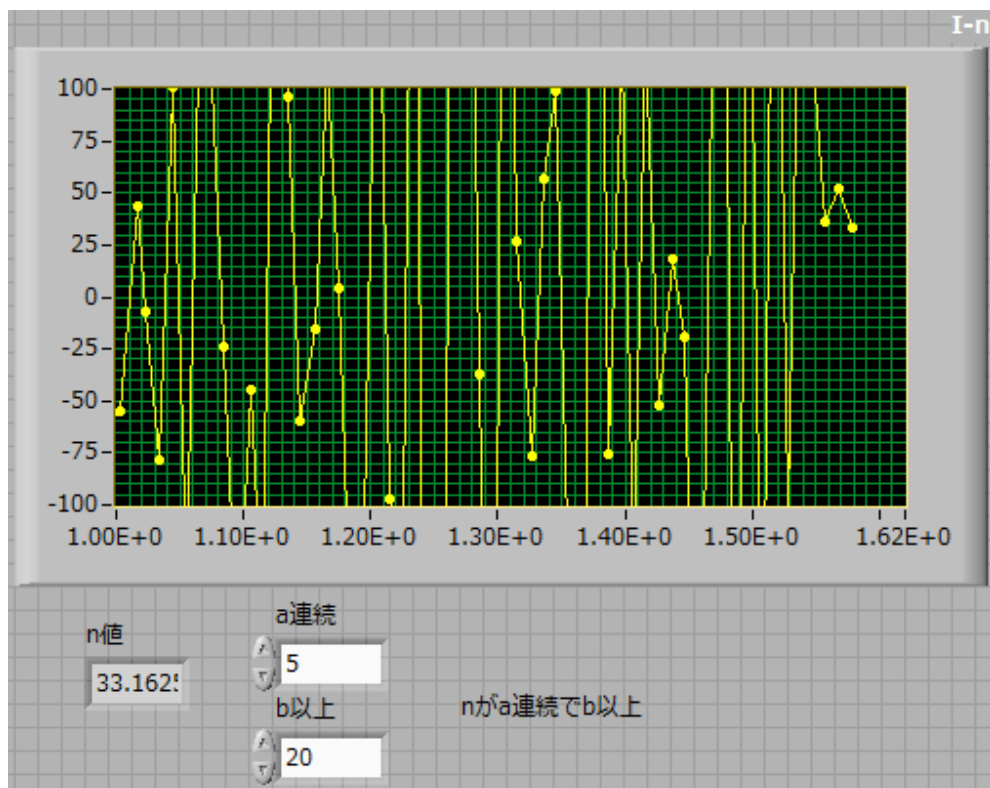


図 2.10 大まかな $I_c$ の測定の $n$ - $I$ 特性と測定の終了条件設定部分。この場合は $n$ 値が 5 連続で 20 以上となった時、測定を終了する。

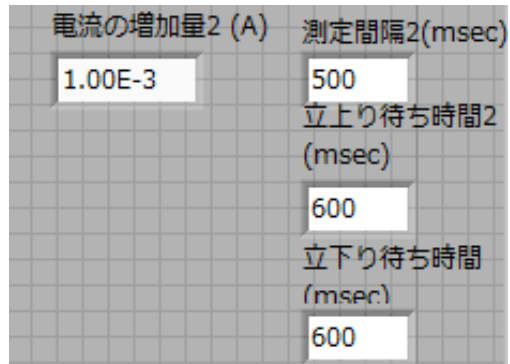


図 2.11 正確な $I_c$ の測定の設定部分。電流の増加量を小さくし、パルス電流を用いることで測定の精度を向上させる。

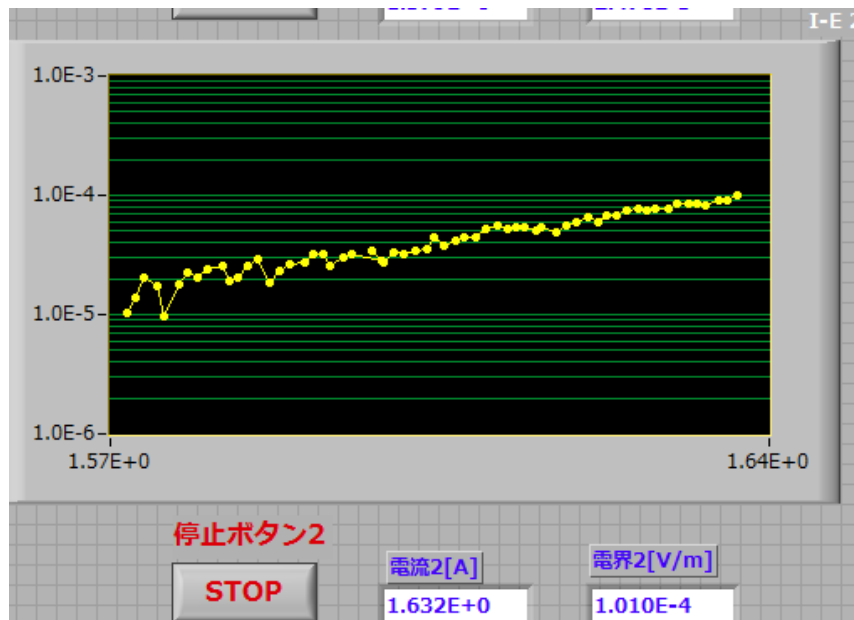


図 2.12 大まかな $I_c$ の測定のエ-I特性

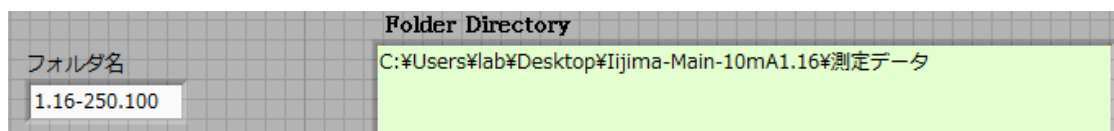


図 2.13 測定データを保存するフォルダの入力部分。フォルダ内にテキストファイルでデータが保存される。

プログラムのブロック図を図 2.14～ 図 2.16 に示す。

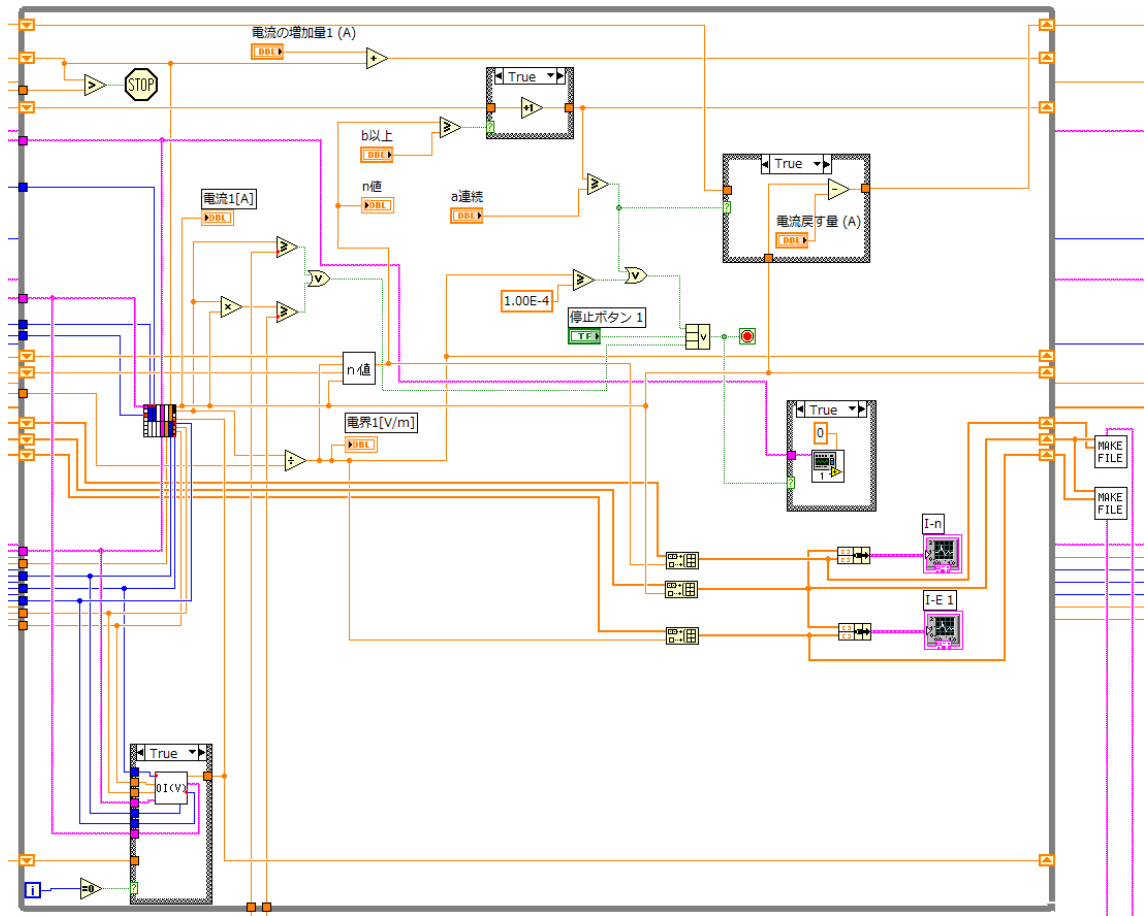


図 2.14 大まかな $I_c$ の測定のブロック図

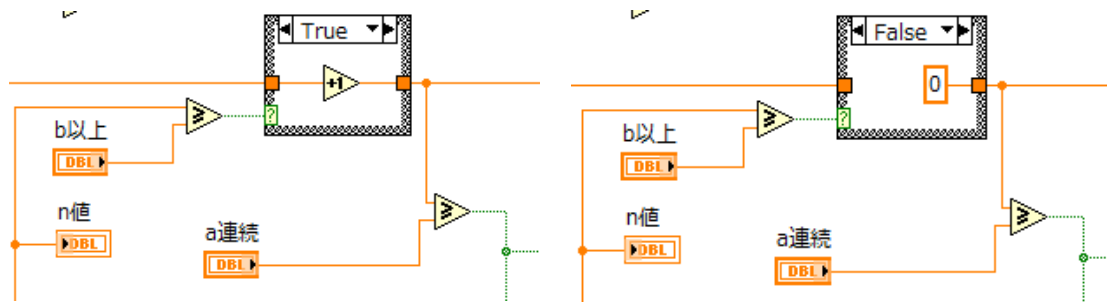


図 2.15  $n$ 値のカウント部分。 $n$ 値が  $b$  以上の時カウントされ、 $n$ 値が  $b$  未満の時はカウンタが 0 になる。カウンタの値が  $a$  以上のとき緑のコードに True を出力する。

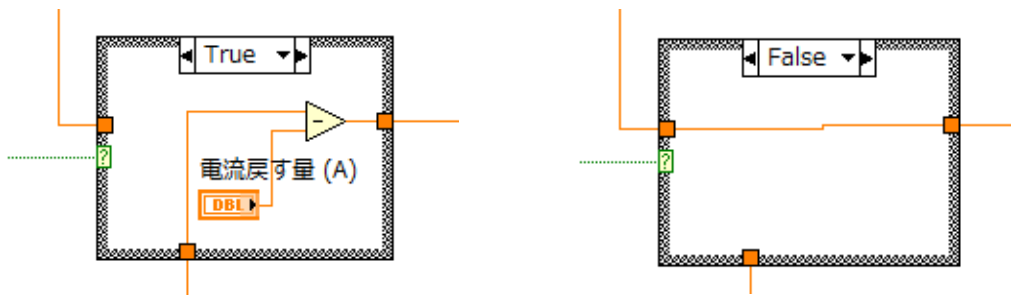


図 2.16 。正確な $I_c$ の測定のスタート電流を決定する部分。図 2.15 の緑のコードに **True** が出力された場合、現在の電流値(大まかな $I_c$ )-“電流戻す量”A を正確な $I_c$ の測定のスタート電流としてオレンジのコードに出力する。

# 第3章 測定とプログラムの評価

## 3.1 大まかな $I_c$ 測定

$n$ 値からの大まかな値を $I_c$ 求めるために、 $n$ 値の評価の精度を調べる必要がある。この $n$ 値は $V-I$ 特性の傾きでノイズの影響を顕著に受け誤差が生じやすい。更に、測定回数を増やすと多くの時間が必要になり、焼損の恐れもある。ここでは $n$ 値が任意の値を連続的に超えた時に、 $I_c$ に近い $V-I$ 特性を測定していると判断する。はじめに、初期設定として $n = 20$ を超えるために必要な測定回数を調べた。 $n$ 値の測定回数を変化させた $n-I$ 特性を図 3.1 に示す。およそ $n = 20$ を連続的に超えているのは回数を変化させても $I = 1.60 \sim 1.65$ 近傍であることがわかる。更にこの大まかな測定から得られた $E-I$ 特性を図 3.2 に示す。 $n$ の連続回数を増やすと、大まかな $I_c$ 測定の終了が遅れてしまい、電界が発生して超伝導試料が焼損する可能性を高めることになる。そのため、 $n$ の連続回数は少ない方が望ましい。ただし、3連続や4連続のように連続回数が少ないと、電流値が $I_c$ 付近に到達する前に、ノイズによって終了条件を満たすことがあったため、本プログラムにおける $n$ の連続回数は5回とした。

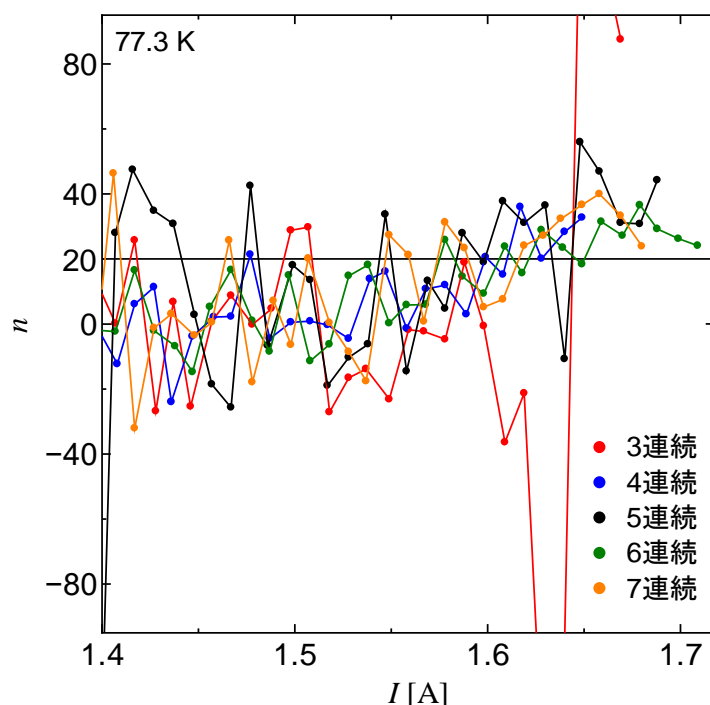


図 3.1  $n$ の連続回数を変化させたときの $n-I$ 特性。 $n$ が3~7回連続で20以上のときに大まかな $I_c$ 測定が終了する。



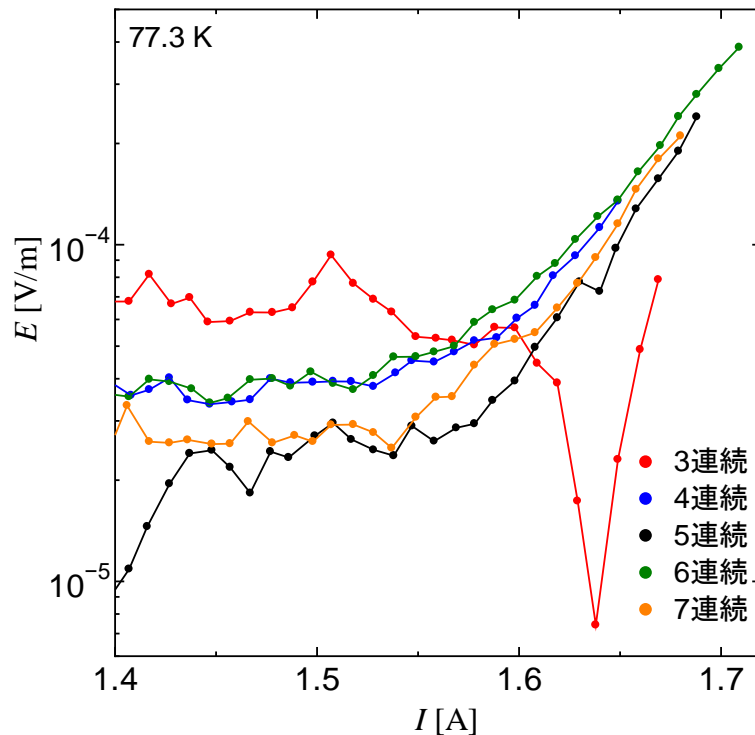


図 3.2  $n$  の連続回数を变化させたときの  $E$ - $I$  特性。

次に  $n$  の基準値を变化させた場合の測定を行った。大まかな  $I_c$  測定から得られた  $n$ - $I$  特性を図 3.3 に示す。この結果から  $n$  を 50 にすると、 $n$  が基準値を超えられずに電流を流し続けていることがわかる。逆に  $n$  の基準値を小さくすれば、焼損する可能性は限りなく小さいが、大まかな  $I_c$  と実際の  $I_c$  の差が大きくなる分、大まかな  $I_c$  測定にかかる時間が増えるという問題もある。また、 $n$  の基準値を变化させた場合の  $E$ - $I$  特性を図 3.4 に示す。 $n$  のばらつきで終了電流が系統的に測定できていないが、基準値は測定に使用する超伝導試料の  $n$  値よりも若干小さい値が望ましいことがわかる。今回の実験に使用した Y 系コート線材の  $n$  値はおよそ 20~30 の値が報告されていることから、本測定においても  $n = 20$  が適切な値であると判断できる。超伝導試料の  $n$  値が不明の場合、測定に時間はかかってしまうが、焼損を避けるため  $n$  の基準値を小さな値に変更する必要がある。

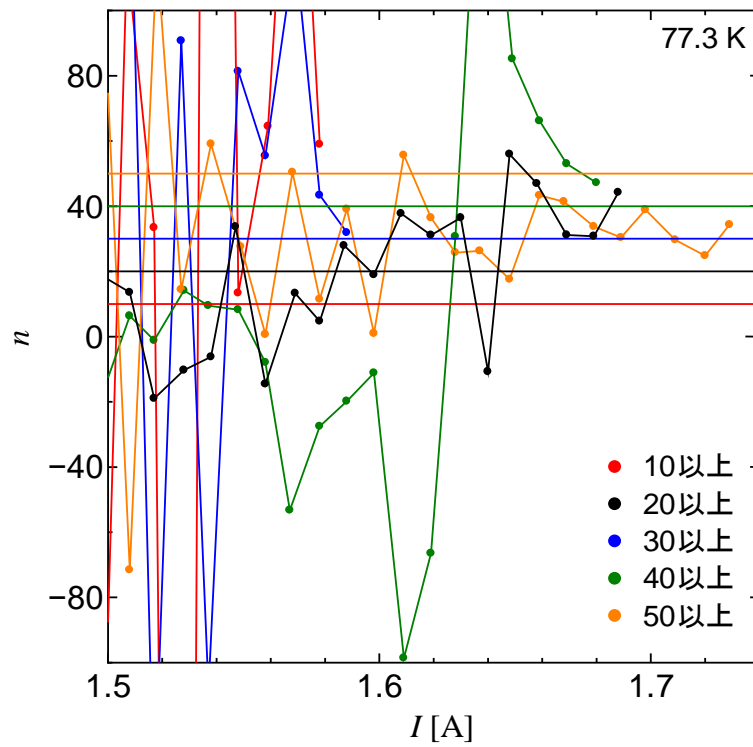


図 3.3  $n$ の基準値を変化させたときの $n$ - $I$ 特性。 $n$ が5回連続で10~50以上のときに大まかな $I_c$ 測定が終了する。

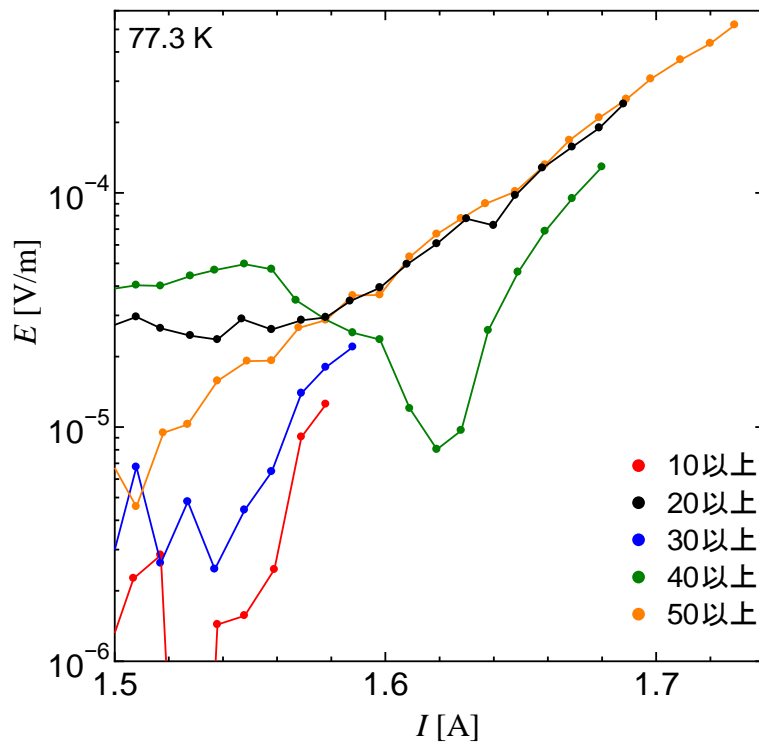


図 3.4  $n$ の基準値を変化させたときの $E$ - $I$ 特性。

### 3.2 正確な $I_c$ 測定

上記の測定を継続して正確な $E$ - $I$ 特性を評価した結果を図 3.5 に示す。なお、比較のために、従来のプログラムを使用して測定した結果も示す。

得られた $I_c$ は 1.63A で従来のプログラムで測定した結果とよく一致した。また、従来の測定に比べて、自動測定は超伝導試料の電界が $E_c$ を超えた直後に測定を終了させており、試料を焼損させる可能性が極めて低いと考えられる。

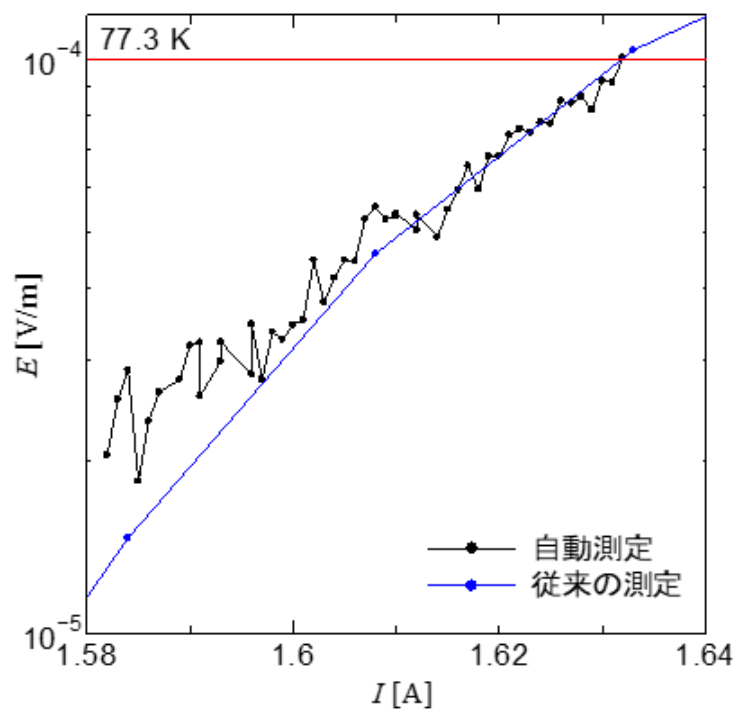


図 3.5 自動測定と従来の測定による $E$ - $I$ 特性の比較。赤線は本実験の $E_c$ を示す。

また、超伝導試料にかかる磁界を変化させて正確な $E$ - $I$ 特性を評価した結果を図 3.6 に示す。

$n$ の基準値を 20 の状態で超伝導試料に磁界を加えて測定すると、正確な $I_c$ が得られなかった。これは超伝導試料に磁界を加えるほど $n$ 値が小さくなるために、基準値の 20 を超えられなくなることが原因である。そのため、 $n$ の基準値を 10 に下げることによって様々な磁界における $E$ - $I$ 特性を測定した。

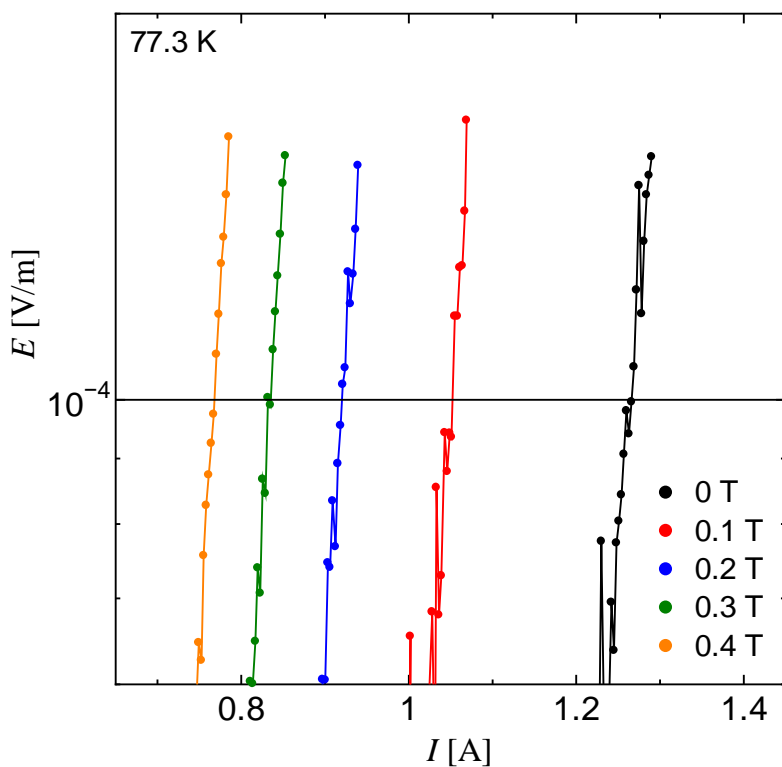


図 3.6 各磁界下における $E$ - $I$ 特性

## 第4章 まとめ

本研究では直流四端子法を用いて、未知の超伝導試料の $E$ - $J$ 特性を焼損なく測定するプログラムを作製して、超伝導試料の $E$ - $J$ 特性を測定し、その有効性を検証した。作製したプログラムは大まかな $I_c$ 測定部と高精度 $I_c$ 測定部の二段構成にした。一回目の測定では $E \propto J^n$ の $n$ 値を用いて大まかな臨界電流 $I_c$ を求め、二回目の測定では電流のステップ幅を小さくし、大まかな $I_c$ 付近から高精度な測定を行うことで、超伝導試料を焼損させることなく $I_c$ を測定した。第3章に示す結果から、 $n$ 値が条件を満たしたときに電流値が $I_c$ 未満でプログラムは一回目の測定を終了していることがわかる。また、従来のプログラムと測定の結果を比較しても、得られた $I_c$ が概ね一致しており、作製したプログラムの有効性が確認できた。今回作製したプログラムは3 Aの電流源にしか対応しておらず、複数種の超伝導試料を測定することができなかった。

今後の課題として、どのような特性の超伝導試料であっても測定が行えるように、プログラムの汎用性を高める必要がある。その他の改良案として、超伝導試料に磁界を印加するマグネットの自動制御が挙げられる。

## 第5章 謝辞

本研究を行うにあたり、多大なご指導を頂いた九州工業大学情報工学部電子情報工学科小田部荘司教授、木内勝准教授に深く感謝いたします。また本研究に用いた超伝導試料を提供頂きました SuperOxJapan 社の Vladimir S. Vyatkin 氏に深く感謝いたします。最後に、公私共々お世話になりました小田部・木内研究室の皆様感謝いたします。

## 第6章 参考文献

- [1] J. Bardeen, L. N. Cooper and J. R. Schrieffer, *Phys. Rev.* 108 (1957) pp.1175–1204
- [2] J. R. Bednortz and K. A. Müller: *Z. Phys. B-Condensed Matter.* 64 (1986) p.189
- [3] M. K. Wu, J. R. Asuburn, C. J. Torng, P. H. Hor, P. L. Meng, L. Gao, Z. J. Haung, Y. Q. Wang and C. W. Chu: *Phys. Rev. Lett.* 58 (1987) 908.
- [4] H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi, T. Asano: *J. Appl. Phys.* 27 (1988) 209.
- [5] A. P. Drozdov, M. I. Eremets, I. A. Troyan, V. Ksenofotov and S. I. Shylin, *Nature* 525 (2015) pp.73–75
- [6] Y. Iijima and T. Saitoh: *J. Cryo. Soc.Jpn* 39 (2004) pp.536 – 540