



**teion-kansai**

# 第11回低温工学・超伝導若手合同講演会 予稿集

主催：(社)低温工学・超電導学会 関西支部  
共催：日本学術振興会146委員会 通信・情報処理分科会  
協賛：(社)応用物理学会 関西支部  
(社)日本真空学会 関西支部  
日時：2012年12月7日(金) 10時15分～16時30分  
場所：大阪市立大学文化交流センター 大セミナー室

## 第11回低温工学・超伝導若手合同講演会プログラム

主催:(社)低温工学・超電導学会関西支部

共催:日本学術振興会146委員会 通信・情報処理分科会

協賛:(社)応用物理学会 関西支部

(社)日本真空学会 関西支部

日時:2012年12月7日(金) 10時15分～16時30分

場所:大阪市立大学文化交流センター 大セミナー室

担当幹事: 野口 悟(大阪府立大学)、大松 一也(住友電気工業株)、筧 芳治(大阪府立産技研)

### [プログラム]

10:15-10:20 開会挨拶 低温工学・超電導学会関西支部 支部長 石川 修六

10:20-10:40 「空間反転対称性の破れた系に発現するパリティ混合超伝導の非磁性不純物効果」

<sup>A</sup>岡山大学大学院教育学研究科、<sup>B</sup>岡山大学大学院自然科学研究科

小野 晶子(M1)、<sup>A</sup>包 桂勝、<sup>A,B</sup>稻田 佳彦 .....1

10:40-11:00 「ナノサイズ2バンド超伝導体における準粒子構造」

大阪府立大学大学院工学研究科

丹羽 祐平(D3)、加藤 勝 .....3

11:00-11:20 「MBE法によるMgB<sub>2</sub>薄膜の製膜」

<sup>A</sup>大阪府立大学大学院工学研究科、<sup>B</sup>大阪府立大学ナノファブリケーション研究所、

<sup>C</sup>大阪府立大学21世紀研究科学機構

A,B宍戸 寛明(助教)、<sup>A</sup>二神 敦、<sup>A</sup>川井 一樹、<sup>A,B,C</sup>野口 悟、<sup>C</sup>四谷 任、

<sup>A,B</sup>石田 武和 .....5

11:20-11:40 「電流バイアス運動インダクタンス法によるMgB<sub>2</sub>超伝導中性子検出器の開発」

<sup>A</sup>大阪府立大学大学院工学研究科、<sup>B</sup>大阪府立大学ナノファブリケーション研究所、

<sup>C</sup>名古屋大学大学院工学研究科、<sup>D</sup>情報通信研究機構関西先端研究センター、

<sup>E</sup>日本原子力研究開発機構システム計算科学センター

吉岡 直人(M1)、<sup>A</sup>八木 行太郎、<sup>A</sup>鳴神 吉人、<sup>A</sup>児玉 陽平、<sup>A,B</sup>宍戸 寛明、

<sup>C</sup>宮嶋 茂之、<sup>C</sup>藤巻 朗、<sup>D</sup>三木 茂人、<sup>B,D</sup>王 鎮、<sup>E</sup>町田 昌彦、<sup>A,B</sup>石田 武和 .....7

11:40-13:00 昼食休憩

13:00-13:20 「ニードルプローブ走査型STM-SQUID顕微鏡の研究」

大阪大学大学院基礎工学研究科

渡邊 騎通(Ph. D)、宮戸 祐治、糸崎 秀夫 .....9

13:20-13:40 「多結晶太陽電池におけるレーザ誘起電流のSQUID顕微鏡観察」

大阪大学大学院基礎工学研究科

日野 隆志(M2)、宮戸 祐治、中谷 悅啓、糸崎 秀夫 .....11

13:40-14:00 「HTS-SQUIDを用いた小型磁化率計の開発と磁気緩和測定」

岡山大学大学院自然科学研究科

堺 健司(助教)、モハマド マワルディ サーリ、濱崎 大地、紀和 利彦、塚田 啓二

....13

14:00-14:20 「Nonlinear terahertz metamaterial using superconducting NbN film」

<sup>A</sup>大阪大学レーザーエネルギー学研究センター、

<sup>B</sup>Research Institute of Superconductor Electronics, Nanjing University

<sup>C</sup>Center for Terahertz Waves and College of Precision Instrument and Optoelectronics Engineering, Tianjin University

<sup>A</sup>C. Zhang(Ph. D)、<sup>B</sup>B. Jin、<sup>A</sup>川山 巍、<sup>A</sup>村上 博成、<sup>B</sup>J. Wu、<sup>B</sup>L. Kang、<sup>B</sup>J. Chen、

<sup>B</sup>P. Wu、<sup>A, C</sup>J. Han、<sup>A</sup>斗内 政吉 ....15

14:20-14:40 休憩

14:40-15:00 (特別講演)「Bi2223テープ線材を用いた3T-MRI超電導マグネットの開発」

<sup>A</sup>(株)神戸製鋼所、<sup>B</sup>物質・材料研究機構、<sup>C</sup>住友電気工業(株)、<sup>D</sup>(株)高島製作所、

<sup>E</sup>(株)アストロステージ、<sup>F</sup>クイーンズランド大学、<sup>G</sup>京都大学大学院医学研究科

<sup>A</sup>川嶋 慎也、<sup>A</sup>寺尾 泰昭、<sup>A</sup>尾崎 修、<sup>A</sup>一原 主税、<sup>A</sup>長谷 隆司、<sup>C</sup>佐藤 謙一、

<sup>C</sup>小林 慎一、<sup>D</sup>中嶋 巍、<sup>E</sup>大西 直樹、<sup>F</sup>マイケル プール、<sup>G</sup>武田 和行、

<sup>G</sup>浦山 慎一、<sup>G</sup>福山 秀直 ....17

15:00-15:20 (特別講演)「15mモデルケーブル用GdBCO線材の製造」

住友電気工業(株)

山口 高史、新海 優樹、小西 昌也、大松 一也

....19

15:20-15:40 (特別講演)「超電導材料(CC)の臨界電流特性評価法」

<sup>A</sup>(有)K & R クリエーション、<sup>B</sup>THEVA Duennschichttechnik GmbH、<sup>C</sup>住友電気工業(株)

<sup>A</sup>吉田 光佑、<sup>B</sup>Werner Prusseit、<sup>C</sup>山口 高史

....21

15:40-16:10 「信貴賞の設立について」

大阪市立大学 畠 徹

16:10-16:25 審査・表彰

16:25-16:30 閉会挨拶 低温工学・超電導学会関西支部 支部長 石川 修六

# 空間反転対称性の破れた系に発現するパリティ混合超伝導の非磁性不純物効果

小野晶子<sup>1</sup>, 包桂芝<sup>2</sup>、稻田佳彦<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>岡山大学大学院教育学研究科 <sup>2</sup>岡山大学大学院自然科学研究科

E-mail: ed20216@s.okayama-u.ac.jp

## 1. はじめに

結晶構造は電子状態に大きく影響を与えるため、特徴的な結晶構造で発現する様々な物性の研究が行われている。近年では空間反転対称性が欠如した結晶構造や界面で発現する多様な物性が盛んに研究されている。その中でも空間反転対称性の破れた結晶構造での超伝導発現は非常に興味深い。一般的に対称性が高い結晶構造では超伝導電子対はスピン一重項状態かスピン三重項状態のどちらかに分類される。しかし結晶の空間反転対称性が欠如している場合、反対称スピン軌道相互作用(antisymmetric spin orbit coupling : ASOC)の影響でパリティ混合超伝導状態が実現する可能性がある[1-3]。また、通常の s 波超伝導は非磁性不純物にあまり影響を受けず、超伝導電子対波動関数に符号反転を伴う非 s 波超伝導は非磁性不純物に敏感であることが知られている。我々は非磁性不純物効果を利用して、パリティ混合の比率を制御できると期待して研究を進めている。

## 2. Li<sub>2</sub>T<sub>3</sub>B (T : Pt, Pd)の物性

Li<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub>B と Li<sub>2</sub>Pt<sub>3</sub>B は空間群 *P4<sub>3</sub>32*[6]の空間反転対称性が欠如した同じ結晶構造を持っているにもかかわらず、まったく異なった超伝導特性を示すことで注目されている。Li<sub>2</sub>T<sub>3</sub>B (T : Pt, Pd)についての NMR[4]と磁場侵入長[5]の先行研究では Li<sub>2</sub>Pt<sub>3</sub>B はスピン三重項と一重項が約 3:1 で混合する超伝導状態であり、Li<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub>B はスピン一重項超伝導状態が約 9 割を占める超伝導であると示唆されている。さらに、Li<sub>2</sub>T<sub>3</sub>B (T : Pt, Pd)の電子相関は強くなく、非従来型の超伝導が発現する機構に興味が持たれる。また、Li<sub>2</sub>T<sub>3</sub>B (T : Pt, Pd)は BPt<sub>6</sub> または BPd<sub>6</sub> の八面体を歪めた構造を有する立方

晶であり、すべての方向に対して空間反転対称性が欠如している。そのため Rashba 型のような 1 軸の反対称スピン軌道相互作用よりも複雑な反対称スピン軌道相互作用が働いていると期待されている。

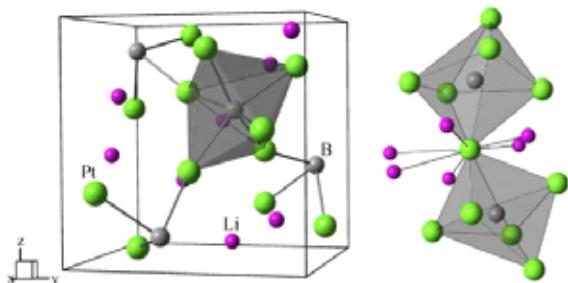


図 1 Li<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub>B の結晶構造

## 3. 実験と考察

Li<sub>2</sub>T<sub>3</sub>B<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>の多結晶を 2 ステップアークメルト法[7]で合成した。T<sub>3</sub>(B<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)合金を合成することで融点を下げ著しく融点の異なる Li との合成を行っている。安定した合成は容易ではないため、結果的に質の異なる試料を準備するに至り、試料の質を残留抵抗  $\rho_{RR}$  で評価して研究を進めた。

図 2 は Li<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub>B の 4 種類の異なった質の試料における *H-T* 超伝導相図の結果である。転移温度  $T_c$  は電気抵抗で決定した。 $T_c$  の試料依存性は小さいが、 $H_{c2}(0)$  は最も良い質の試料 #1 と最も悪い質の試料 #4 との間で約 1.5 倍になっている。この振る舞いは Pippard[8]が提唱した平均自由行程  $\lambda$  を考慮した有効コヒーレンス長  $\xi$  の関係式

$$1/\xi = 1/\xi_0 + 1/\alpha \lambda$$

から、 $H_{c2}$  が上昇することで説明できる。 $\alpha$  は定数である。図 2 の挿入グラフは、非磁性不純物を想定した s 波超伝導の理論計算の結果であり、実験での振る舞いと良く似ていることが分かる。

Li<sub>2</sub>Pt<sub>3</sub>B の結果を図 3 に示す。図 2 の Li<sub>2</sub>Pd<sub>3</sub>B と

明らかに異なり、スピン三重項超伝導状態が支配的だと期待されている  $\text{Li}_2\text{Pt}_3\text{B}$  では対破壊が起きていることが分かる。図 3 の挿入グラフは、非磁性不純物を想定した非 s 波超伝導の理論計算のグラフであり(ただし、スピン三重項 d 波  $d_{x^2-y^2}$  の計算なので非 s 波超伝導の参考例とした。)、実験と比べて振る舞いが良く似ていることが分かる。

図 4、図 5 に  $T_c$  の  $\rho_{RR}$  依存性の様子を示す。スピン一重項が支配的な  $\text{Li}_2\text{Pd}_3\text{B}$  は、非磁性不純物に強く、スピン三重項が支配的な  $\text{Li}_2\text{Pt}_3\text{B}$  では転移温度の減少が見られ、非磁性不純物の影響を受けている。しかし  $1/\xi$  値を見積もると、一番の質の悪い#4 の試料では  $1/\xi \approx 1$  レベルの乱れた超伝導であるにもかかわらず超伝導が維持されている。通常、非従来型超伝導は不純物に敏感なので、このレベルで超伝導を維持することは難しい。超伝導電子対の対称性や不純物散乱の機構に、この物質特有の対破壊を抑制する機構が存在している可能性も期待される。

この系とは異なるものの、不純物散乱が抑制される機構が存在する可能性がトポロジカル超伝導で議論されており[9]、 $\text{Li}_2\text{T}_3\text{B}$  の超伝導の対称性やフェルミオロジー詳細な研究が求められる。

## 参考文献

- [1] Dresselhaus G 1955 *Phys.Rev.Lett.* **100**, 584
- [2] Rashba E and Tverd Fiz (Leiningrad) Tela, 1959 *Sov.Phys.Solid State* **1**, 368
- [3] Gorkavt L P and Rashba E I, 2001 *Phys.Rev.Lett.* **1**, 037004
- [4] Nishiyama M, Inada Y and Zheng Gou-quing 2007 *Phys.Rev.Lett.* **98**, 047002
- [5] Yuan H Q, Agterberg D.F, Hayashi N, Badica P, Vadervelde D, Togano K, Sigrist K and Salmon M B 2006 *Phys.Rev.Lett.* **97**, 017006
- [6] U. Eibenstein and W. Jung, J.Solid State Chem. **133**, 21 1997
- [7] Badica P, Kondo T, Orimo and Togano K 2005 *J.Phys. Soc. Jpn.* **74** 1014-1019
- [8] Pippard A B, Proceedinga the Royal Society A. 547-568 (1953) 216
- [9] Karen Michaeli and Liang Fu, *Phys.Rev.Lett.* **109**, 187003 (2012)

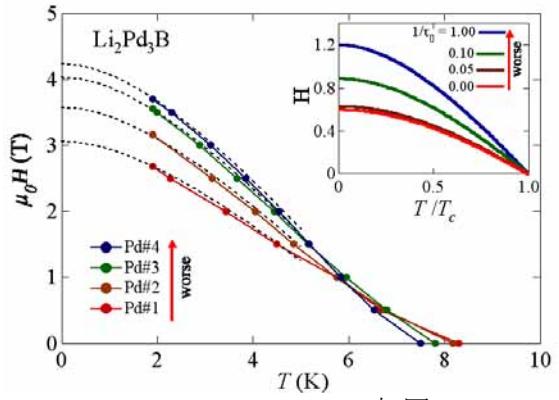


図 2  $\text{Li}_2\text{Pd}_3\text{B}$   $H$ - $T_c$  相図

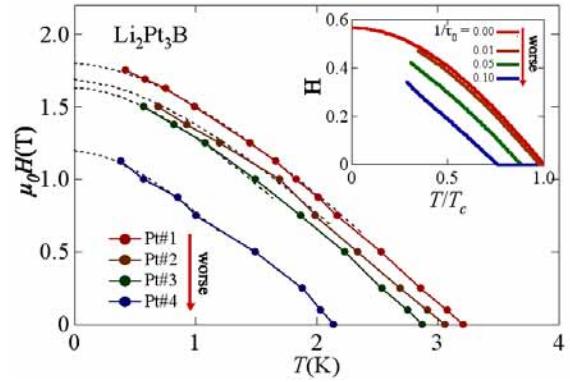


図 3  $\text{Li}_2\text{Pt}_3\text{B}$   $H$ - $T_c$  相図

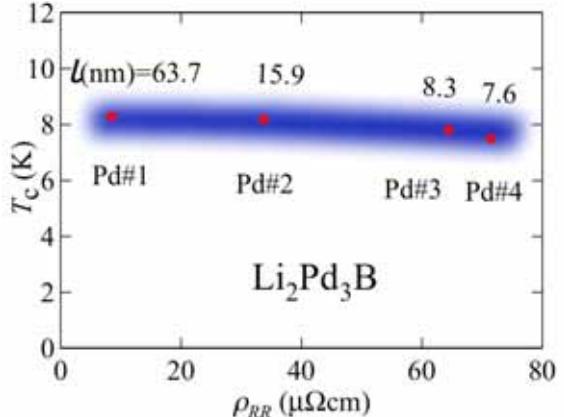


図 4  $\text{Li}_2\text{Pd}_3\text{B}$  転移温度と  $\rho_{RR}$  依存性

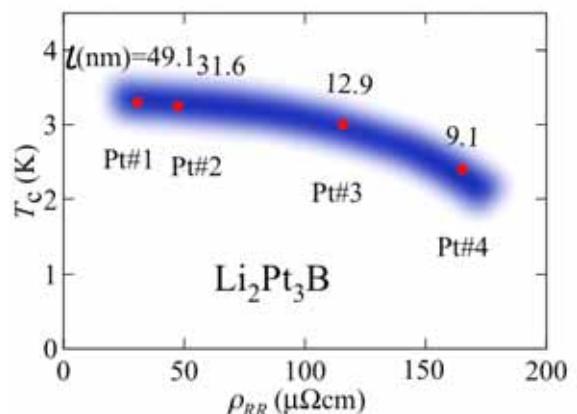


図 5  $\text{Li}_2\text{Pt}_3\text{B}$  転移温度と  $\rho_{RR}$  依存性

## ナノサイズ2バンド超伝導体における準粒子構造

大阪府大工学研究科数理工学分野、丹羽祐平、加藤勝

E-mail address: [yuhei@ms.osakafu-u.ac.jp](mailto:yuhei@ms.osakafu-u.ac.jp), [kato@ms.osakafu-u.ac.jp](mailto:kato@ms.osakafu-u.ac.jp)

超伝導体中の渦糸間の相互作用が古くから研究されている。第二種超伝導体では渦糸間の相互作用が反発力になっていますが、多バンド超伝導体での渦糸間の相互作用は従来とは違うと予言されています<sup>1)</sup>。そして、多バンド超伝導体の中でも MgB<sub>2</sub>（2バンド超伝導体）について興味深い実験結果が観察されました。そこでは渦糸が Abrikosov 格子を組まず、渦糸配置が不均一になる事が Moshchalkov らによって観察されました<sup>2)</sup>。これに対して、彼らは MgB<sub>2</sub>にある二つのバンドのそれぞれが第一種と第二種超伝導の役割を果たす第 1.5 種超伝導体であると主張しました。そこでは渦糸間に遠距離で引力、近距離で斥力が働く事が導かれています。彼らはその主張を元にして GL 方程式によって実験結果と一致する数値シミュレーションを得ました（図 1）。しかし、微視的な理論ではそのような相互作用は確認されていません。

そこで、我々は MgB<sub>2</sub> が持つ  $\sigma$  バンド（ホールバンド）と  $\pi$  バンド（電子バンド）について Bogoliubov-de Gennes 方程式と Maxwell 方程式を用いて、セルフコンシスティントに解き、準粒子構造を数値シミュレーションによって調べました。但し、ホールバンドについては本来、有効質量が負なのですが、マイスナー効果を取り入れられない為に、電荷と有効質量を正としたバンドを仮定して計算に組み込みました。そして、セルフコンシスティント方程式を立てる為に、intra-band 散乱については電子とホールそれぞれのバンド内部での電子・フォノン相互作用を考え、inter-band 散乱については電子とホールが対消滅、対生成する電子・フォノン相互作用を考慮して計算した（図 2）。

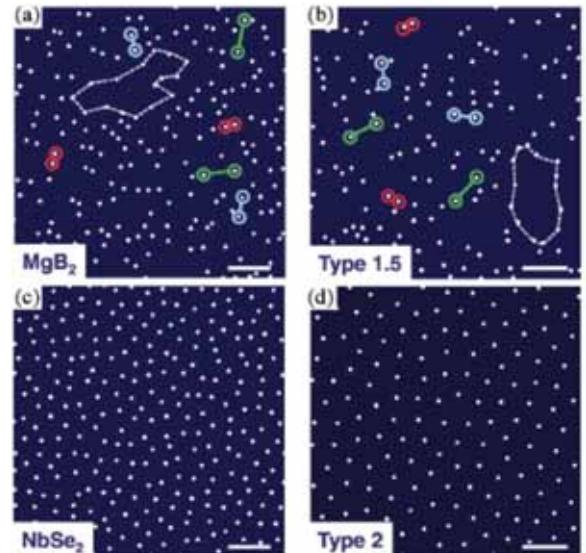


図 1 : MgB<sub>2</sub>(a) と NbSe<sub>2</sub>(c) の実験と Type 1.5(b) と Type 2(d) 超伝導の数値シミュレーションによる渦糸配置

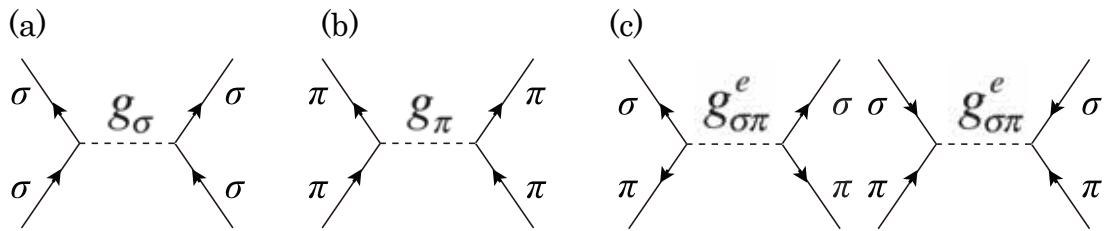


図2： $\sigma$ バンド(a)と $\pi$ バンド(b)の intra-band 散乱と inter-band 散乱(c)のダイアグラム

これまでの我々の研究では、 $\sigma$ バンドと $\pi$ バンドの間の波数ベクトルの差を十分小さいものとして渦糸の相互作用を調べていました<sup>3)</sup>、今回は波数ベクトルの差を徐々に増やして計算を行いました(図3)。その結果、それぞれのバンドのオーダーパラメーターは波数ベクトルの差の向きに依存して振動する事が分かりました。

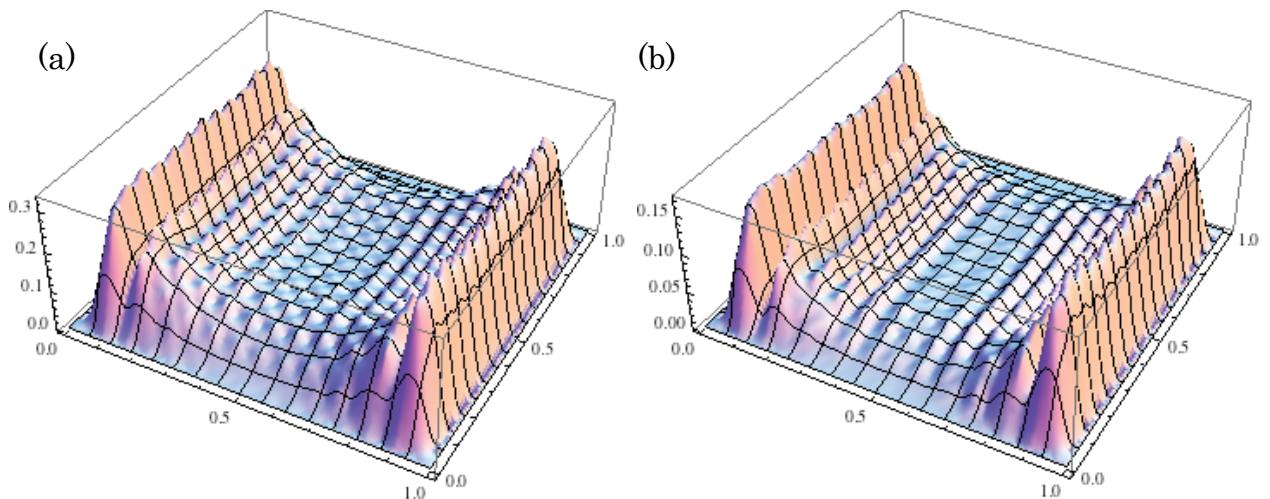


図3： $\sigma$ バンド(a)と $\pi$ バンド(b)におけるオーダーパラメーターの構造

- 1) E. Babaev and M. Speight, Phys. Rev. B 72, 180502 (2005).
- 2) V. V. Moshchalkov, Phys. Rev. Lett. 102, 117001 (2009).
- 3) Y. Niwa and M. Kato, Physics Procedia 27, 116 (2011).

# MBE 法による MgB<sub>2</sub>薄膜の製膜

宍戸寛明<sup>1,2</sup>, 二神敦<sup>1</sup>, 川井一樹<sup>1</sup>, 野口悟<sup>1,2,3</sup>, 四谷任<sup>3</sup>, 石田武和<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>大阪府立大学工学研究科, <sup>2</sup>大阪府立大学ナノファブリケーション研究所,

<sup>3</sup>大阪府立大学 21 世紀科学研究機構

[shishido@pe.osakafu-u.ac.jp](mailto:shishido@pe.osakafu-u.ac.jp)

## 1. はじめに

MgB<sub>2</sub>は2001年に発見された超伝導体である。その超伝導転移温度  $T_c$  は  $T_c = 39$  K にも達し、発見当時は銅酸化物高温超伝導体に次ぐ高い転移温度を示す超伝導物質として大いに注目を集めた[1]。その後の研究により、全領域で超伝導ギャップが開いた、s波の超伝導体であること[2]、σバンドとπバンドの超伝導ギャップの大きさが大きく異なっていること[3]などが明らかになった。特に2つのバンドで大きく異なった超伝導ギャップを持つ超伝導体は本物質が初めての報告であり、多くの研究者の興味を引いた。

MgB<sub>2</sub>はフォノンを媒介とする超伝導体の中では、今まで知られている物質の中で最も高い  $T_c$  を示す。全超伝導体を眺めても MgB<sub>2</sub>よりも高い転移温度を示す物質は銅酸化物高温超伝導体と鉄ヒ素系高温超伝導体以外になく、尚且つ単純な金属であり、毒性元素も含まれていないという利点から、応用の観点からも様々な研究が行われている。我々のグループでは <sup>10</sup>B と中性子の核反応を利用して、全固体素子 MgB<sub>2</sub> 中性子検出器の開発に取り組んでいる[4]。それ以外にも超伝導線の開発や、素子化を睨んだ薄膜化を目指す一連の研究が行われている。微細加工を精密に行うためには原子層レベルでフラットな表面が求められる。同時に可能な限り  $T_c$  が高く、均質な膜が望ましい。一般にエピタキシャル成長した膜ではこれらの条件が高いレベルでバランスが取れるものと期待される。MgB<sub>2</sub> エピタキシャル薄膜製膜への取り組みはこれまでに物理蒸着と化学輸送法を組み合わせた HPCVD[5]や B を電子ビームにより蒸着する分子線エピタキシー(MBE)法[6]が報告されている。我々は B の蒸着に高温クヌードセンセル(Kセル)を用いた MBE 法により MgB<sub>2</sub> の薄膜作製に取り組んでいる。

## 2. 分子線エピタキシー法

MgB<sub>2</sub> 薄膜の作製は MBE 法を用いて行った。蒸着時の真空度は約  $7 \times 10^{-7}$  Pa であり、Mg, B

は別々の蒸着源から同時に蒸着させ、加熱した基板上で MgB<sub>2</sub> 膜の成長を行った。蒸着源としては Mg, B 共に K セルを用いた。B については高温 K セルを使用し、1870°C 程度まで昇温して昇華による蒸着を行った。高温 K セルによる B の蒸着は、我々独自の試みであり、他のグループによる報告は無い。K セルを用いると、低い蒸着速度でも原料原子を安定的に供給できる。我々は 0.05 Å/sec 程度のゆっくりとした成膜速度を実現できた。一般に成膜速度を落とせば、より低い温度で薄膜をエピタキシャル成長させることが出来る。Mg は極めて高い蒸気圧を持つため、基板上での再蒸発が起こる。再蒸発で失われる分を十分に補える量の Mg を供給する必要があるが、基板温度を低く抑えられれば、その分だけ再蒸発も抑えることが出来る。また、一般に低温で蒸着した方が膜表面の平坦性は改善されることが期待される。

我々は良好な表面平坦性を持つサファイヤ基板の c 面を用いて MgB<sub>2</sub> 薄膜の製膜を行った。基板温度は 250°C ~ 300°C、B と Mg の蒸着速度の比は mol 比で 1:7 ~ 11 程度の条件で行い、60 nm 程度の厚みの MgB<sub>2</sub> 薄膜を得た。また、製膜中には反射高速電子線回折(RHEED)による膜表面のその場観測を行った。

## 3. 結果と考察

図 1 に MgB<sub>2</sub> 薄膜の RHEED の結果を示す。スポット的ではあるが、高次の回折まで良く見えているのがわかる。高次の回折を見ると等間隔な位置からずれた位置にスポットが現れてい



図 1 MgB<sub>2</sub> 薄膜の RHEED 像。

る。この結果から、膜表面の平坦性は高いが、エピタキシャル成長はしておらず、*c* 軸配向膜であることが予測される。

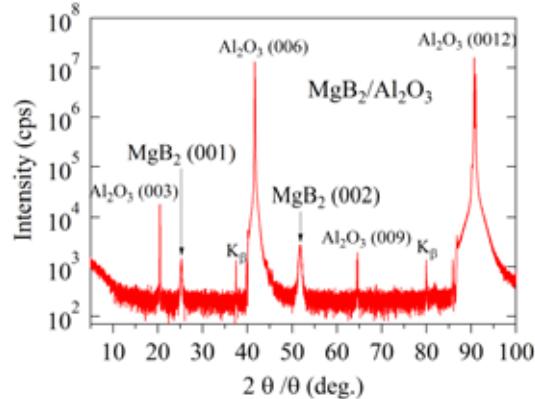


図 2 MgB<sub>2</sub> 薄膜の面間方向での X 線回折。

次に面間方向での X 線回折の結果を図 2 に示す。サファイア基板のピーク以外に、MgB<sub>2</sub> の(001)と(002)反射が現れている。それ以外の不純物ピークは実験精度の範囲内で確認されていない。(001)反射のみが現れていることから、今回得られた MgB<sub>2</sub> 薄膜は、少なくとも *c* 軸配向していることがわかる。また MgB<sub>2</sub>(002)ピークについてロッキングカーブの測定を行ったところ、その半値幅は約 4 度もあり、配向性は比較的悪い。

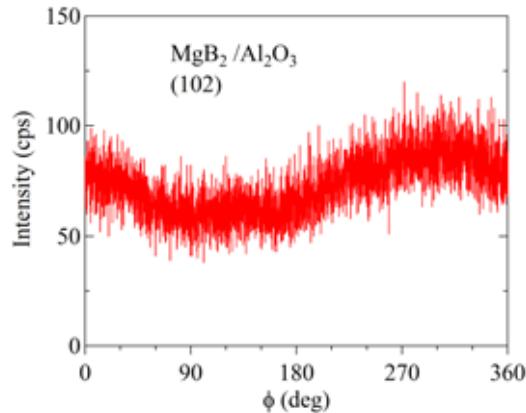


図 3 MgB<sub>2</sub> 薄膜の(102)反射でのφスキャン。

面内の方針についても、その配向性を確認するために(102)反射についてφスキャンを行った。*φ*スキャンでは、まず X 線の入射角と回折角を調整し、*c* 軸から傾いた反射(ここでは(102)反射)を検出する。この状態で基板を垂直軸回りに 360 度回転させる。このとき、回折強度には面内の配向性が反映される。六方晶である MgB<sub>2</sub>

の場合は面内の 6 回対称性を反映し、*φ*が回折条件を満たす 6 力所だけにピークが現れるはずである。ところが、図 3 に示すようにすべての角度でほぼ同等の回折強度が得られた。このことは面内に配向性が無いことを示している。RHEED、面間 X 線回折の結果と合わせて、我々が作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜は *c* 軸配向膜であると結論できる。

次に超伝導特性を調べるために、電気抵抗率の測定を行った。図 4 に示されるように明瞭な超伝導転移を示し、低温でゼロ抵抗が現れた。その転移温度は  $T_c^{Onset} = 33.7\text{ K}$ ,  $T_c^{Offset} = 33.5\text{ K}$  と、薄膜としては比較的高く、その転移幅  $\Delta T_c$  も  $\Delta T_c = 0.2\text{ K}$  と比較的シャープな転移を示す。

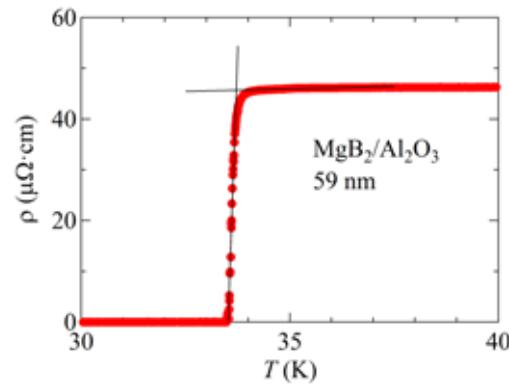


図 4 MgB<sub>2</sub> の電気抵抗率。明瞭な超伝導転移を示す。

#### 4. まとめ

我々は MBE 法を用いて MgB<sub>2</sub> 超伝導薄膜の製膜を行った。膜厚 60 nm 程度で *c* 軸配向した膜の作製に成功した。またこの膜はゼロ抵抗を示し、 $T_c = 34.5\text{ K}$ ,  $\Delta T_c = 0.2\text{ K}$  と、薄膜としては比較的良好な超伝導特性を示した。

#### 参考文献

- [1] J. Nagamatsu *et al.*, Nature **410** (2001) 63.
- [2] S.L. Bud'ko *et al.*, Phys. Rev. Lett. **86** (2001) 1877.
- [3] A. Y. Liu *et al.*, Phys. Rev. Lett. **87** (2001) 087005.
- [4] 吉岡直人 *et al.*, 第 11 回低温工学・超伝導若手合同講演会
- [5] X. Zeng *et al.*, Nat. Mat. **1** (2002) 35.
- [6] K. Ueda and M. Naito, App. Phys. Lett. **79** (2001) 2046, A. J. M. Van Erven *et al.*, App. Phys. Lett. **81** (2002) 4982.

# 電流バイアス運動インダクタンス法によるMgB<sub>2</sub>超伝導中性子検出器の開発

<sup>A</sup>吉岡直人、<sup>A</sup>八木行太郎、<sup>A</sup>鳴神吉人、<sup>A</sup>児玉陽平、<sup>A,B</sup>宍戸寛明、<sup>C</sup>宮嶋茂之、<sup>C</sup>藤巻朗、  
<sup>D</sup>三木茂人、<sup>B,D</sup>王鎮、<sup>E</sup>町田昌彦、<sup>A,B</sup>石田武和

<sup>A</sup>大阪府立大学大学院工学研究科 大阪府堺市中区学園町1-1

<sup>B</sup>大阪府立大学ナノファブリケーション研究所 大阪府堺市中区学園町1-1

<sup>C</sup>名古屋大学工学研究科 名古屋市千種区不老町

<sup>D</sup>情報通信研究機構関西先端研究センター 兵庫県神戸市西区岩岡町岩岡588-2

<sup>E</sup>日本原子力研究開発機構 システム計算科学センター 東京都台東区東上野6-9-3

## 1. はじめに

我々の研究グループでは、金属系超伝導体では最高の超伝導転移温度  $T_c = 39$  Kを持つ MgB<sub>2</sub>[1]を用いて、4 Kで動作する MgB<sub>2</sub>超伝導中性子検出器の開発を新たに開始した[2]。核反応熱によって局所的にクーパー対が破壊され、クーパー対密度が変化することを利用する。MgB<sub>2</sub>中の<sup>10</sup>Bと外部から飛来した中性子が衝突し、核反応を起こす際に核反応熱が発生する。核反応熱によりクーパー対の一部が準粒子となり励起される。この励起による運動インダクタンスの変化を計測することで中性子を検出することができる。超伝導転移端を利用する方式との大きな違いは4Kを含め低温で動作させることができることである。

多素子化による高分解能中性子イメージングへの展開を図るために読み出し回路に4Kで動作する磁束量子(SFQ)回路を利用するが、全固体素子パッケージの低温実装の観点からは4 K動作は熱設計や信号伝達で有利となる。本研究では、中性子照射を模擬する20 psパルスレーザー照射実験で我々の提案する電流バイアス運動インダクタンス法による応答特性を調べ、検出器の4 K動作を初めて確認した。

## 2. 動作原理

素子の運動インダクタンス  $L_k$  は、クーパー対の質量  $m$ 、密度  $n_s$ 、電荷量  $q$ 、素子の全長  $l$ 、断面積  $S$  を用いて次式で表される。

$$L_k = \frac{m}{n_s q} \frac{l}{S} \quad (1)$$

運動インダクタンスは  $n_s$  に依存している。微小な時間  $\Delta t$  で、バイアス電流  $I_b$  を流した MgB<sub>2</sub> 素子の電圧  $V$  とインダクタンス  $L$ 、 $I_b$  の関係は次式である。

$$V = \frac{\Delta(LI_b)}{\Delta t} = \frac{\Delta L}{\Delta t} I_b + \frac{\Delta I_b}{\Delta t} L \quad (2)$$

クーパー対の一部は、準粒子となり励起されるが、素子の超伝導状態は保たれているので、式(2)の第2項の電流の変化分  $\Delta I_b$  はゼロとなり、式(2)は次のようになる。

$$V \approx \frac{\Delta L}{\Delta t} I_b \quad (3)$$

この電圧をオシロスコープで観測することで運動インダクタンスの変化を検出できる。(図1)

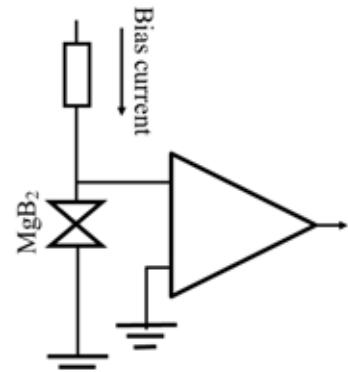


図1. 電流バイアス運動インダクタンス法の検出回路の構成図。

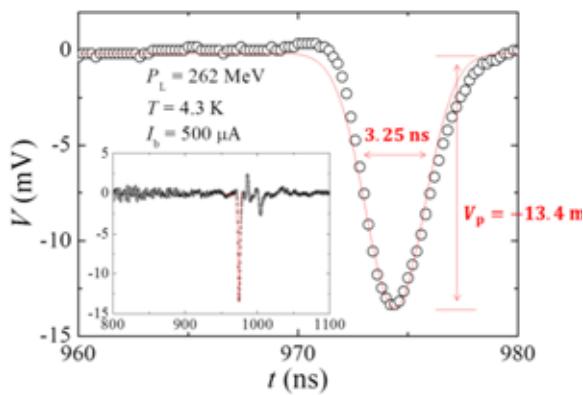


図2. 20 psパルスレーザーをMgB<sub>2</sub>素子に照射したときの信号の時間波形。パルス幅は約3 nsと高速であることが分かる。

### 3. 実験結果

図2は、冷凍機内で4 Kに冷却されたMgB<sub>2</sub>素子にパルスレーザーを照射したとき、観測した応答信号の時間波形である。検出器は、4 Kで動作し、応答速度は、3 nsと高速動作していることが分かる。また、パルスレーザーは、ピエゾ駆動XYZステージに搭載されており、レーザースポットを走査することができる。この三次元走査技術で、レーザースポットを最小0.5 μmのステップで制御し、素子の各部における応答性について調べた。図3.(a)が走査に用いたMgB<sub>2</sub>素子である。素子は、200 μm角で、線幅3 μmのメアンダーライン状に加工されている。図3.(b)が4 Kでレーザースポットを走査したときの信号の分布である。1パルスあたりのレーザーパワーは137 MeVで、バイアス電流は300 μAである。素子全体の構造が再現されており、素子全体で動作していることが確認できた。

### 4. まとめ

本研究で新しい動作原理を提案した検出器は、4Kで動作させることに成功した。また、レーザー照射での応答速度は、3nsであり、中性子反応に対しても、このような高速動作が期待できる。また、4 Kでの動作は、今後のSFQ

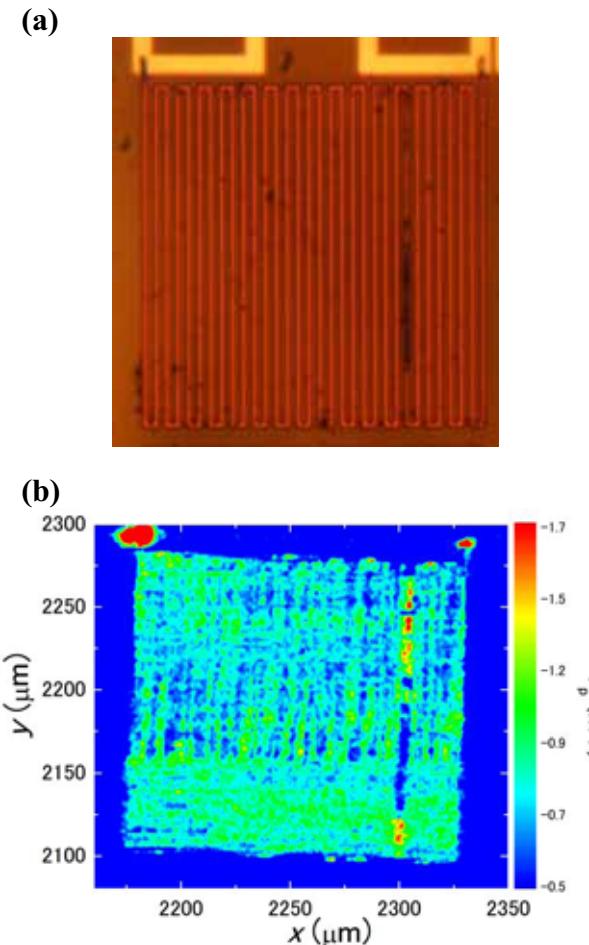


図3. (a) MgB<sub>2</sub>メアンダーライン素子の写真。大きさは $200 \times 200$  μmであり、線幅は、3 μmである。(b) 20 psパルスレーザーの照射をXY走査したときの運動インダクタンス変化に起因する信号の波高の等高線図。 $200 \times 200$  μmのメアンダーライン素子の全体がよく見えている。

回路と組み合わせて読み出し回路により効率的な多素子化への展開を期待できる。今後は、さらに詳細なMgB<sub>2</sub>素子の評価を進めるとともに、SFQ回路を利用した信号処理技術との融合を行う予定である。また、最終的には中性子を照射し、中性子検出を試みる。

### 5. 参考文献

- [1] J. Nagamatsu *et al.*, Nature, 410 (2001) 63.
- [2] N. Yoshioka *et al.*, 日本物理学会2012春, 年次大会領域10, 25pCL-3.

# ニードルプローブ走査型 STM-SQUID 顕微鏡の研究

渡邊 駿通, 宮戸 祐治, 糸崎 秀夫

大阪大学大学院 基礎工学研究科

E-mail: n.watanabe@sup.ee.es.osaka-u.ac.jp

**Abstract** 走査トンネル顕微鏡（STM: Scanning Tunneling Microscope）と超伝導量子干渉素子（SQUID: Superconducting Quantum Interference Device）を組み合わせた STM-SQUID 顕微鏡を開発し、高分解能で磁性材料の磁場像の測定を行った。高透磁率の磁気プローブを用いて、サンプルの局所的な磁場を SQUID に伝達し、さらに、磁気プローブを STM プローブとしても併用することにより空間分解能を高めた。今回、電解研磨法を用いて行っている磁気プローブの作製において、ドロップオフ法を適用し先端径が 100 nm 以下のプローブを再現性よく作製できるようにした。また、この方法で作製した磁気プローブを STM-SQUID 顕微鏡に適用し、Ni 薄膜の磁区構造を観測した。

## 1. はじめに

磁性材料の微細磁気構造の観察を目的として、STM と SQUID 顕微鏡を組み合わせた STM-SQUID 顕微鏡を開発している。室温大気中にある試料と SQUID の間に高透磁率のパーマロイプローブを配置し、試料の局所的な磁場を測定できるようにした。プローブ先端は、電解研磨法により先端径が 100 nm 程度になるまで研磨して分解能を高めた。さらに、探針-試料間にバイアス電圧を印加して STM 機能を実現することにより、プローブ先端を破損することなく極限まで試料に近づけて試料を走査できるようにした。その結果、STM-SQUID 顕微鏡を用いて、サブミクロンオーダーの分解能で試料の磁場像を観測することが可能となった [1]。今回、タングステンプローブの作製に用いられるドロップオフ法をパーマロイプローブの作製に適用し、再現性よく先端径が 100 nm 以下のパーマロイプローブが作製できるように、プローブ作製プロセスの改良を行った。ドロップオフ法によって作製したプローブを STM-SQUID 顕微鏡に適用し、Ni 薄膜の磁区構造を観測した。

## 2. 実験

プローブは、ドロップオフ法を直径 90 μm のパーマロイプローブに適用して作製した。陰極の白金線を研磨液に沈めた状態で、陽極のパーマロイ線の先端を研磨液に 2~3 mm 浸し、一定の直流電圧を加えて研磨を行う。研磨がもっとも速く進むのはパーマロイ線と研磨液の間に表面張力が生じている部分であり、研磨が

進むとパーマロイ線は溶液表面で切断されることになる。プロセス終了間際では、先端の微小な範囲でのみ研磨が起こるので、プローブの先端径は 100 nm 以下の十分に小さいものになる。フラックスガイドと STM プローブの両機能を有するパーマロイプローブを、アクリルウインドウに貫通させて真空接着剤で固定し、SQUID と試料の間に配置した（図 1）。

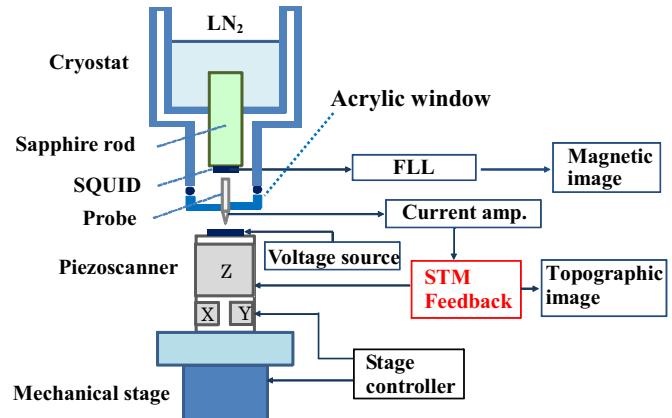


図 1 STM-SQUID 顕微鏡

SQUID は、SrTiO<sub>3</sub> バイクリスタル基板上に作製したワッシャサイズが 3.5 mm の YBCO rf-SQUID を用い、液体窒素デュアの底に取り付けられたサファイアロッドに配置した。試料が走査されている間、プローブと試料間の距離は、STM 機能により数 nm メートルのオーダーで一定に保たれている。試料表面からの磁場はプローブを介して SQUID により検知され、表面形状

像と磁場像を同時に取得することが可能である。

## 2. 結果と考察

ドロップオフ法は、STM 等のタングステンプローブの電解研磨に用いられている手法であり、装置のセットアップ以外には作業を必要としないため高い再現性を保つことができる。ドロップオフ法で作製したパーマロイプローブ先端の電子顕微鏡写真を図 2 に示す。作製されるプローブの形状は研磨時の印加電圧によって大きく異なる。低い印加電圧で研磨したとき、プローブ先端の形状はいびつになり、高い印加電圧のときは、先端径が大きくなつた。印加電圧が低いと研磨時間が長くなり、印加電圧が高いと数十秒で研磨液内のプローブがなくなつてしまい、ドロップオフ法が成立しない。

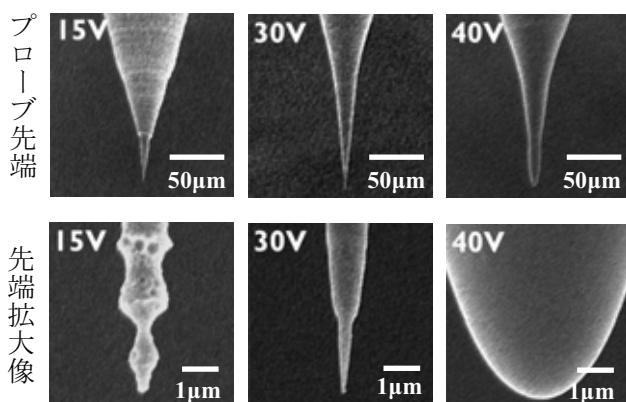


図 2 ドロップオフ法におけるプローブ形状の印加電圧依存性 上段: プローブ先端 下段: 先端拡大像

印加電圧 30 V で研磨したとき、プローブの先端径は 100 nm 以下であり、形状は開き角の小さい円錐形になっている。

ドロップオフ法により作製したパーマロイプローブを STM-SQUID 顕微鏡に適用し、Ni 薄膜の磁場像を測定した。図 3(a)は、パーマロイプローブを用いた STM により測定した表面形状である。プローブ-試料間のバイアス電圧、トンネル電流はそれぞれ 1 V、0.5 nA である。図 3(b)は、表面形状像の A-A' におけるラインプロファイルである。30 nm の凹凸が観測されている。図 3(c)は、STM-SQUID 顕微鏡で測定した Ni 薄膜の磁場像である。試料は、測定前に 1.3 T の磁石を用いて水平方向に磁化した。磁化された方向に沿って、縞状の磁区が明瞭に観測されている。図 3(d)は、磁場像の A-A' におけるラインプロファイルである。磁区の大きさは 450 nm であった。

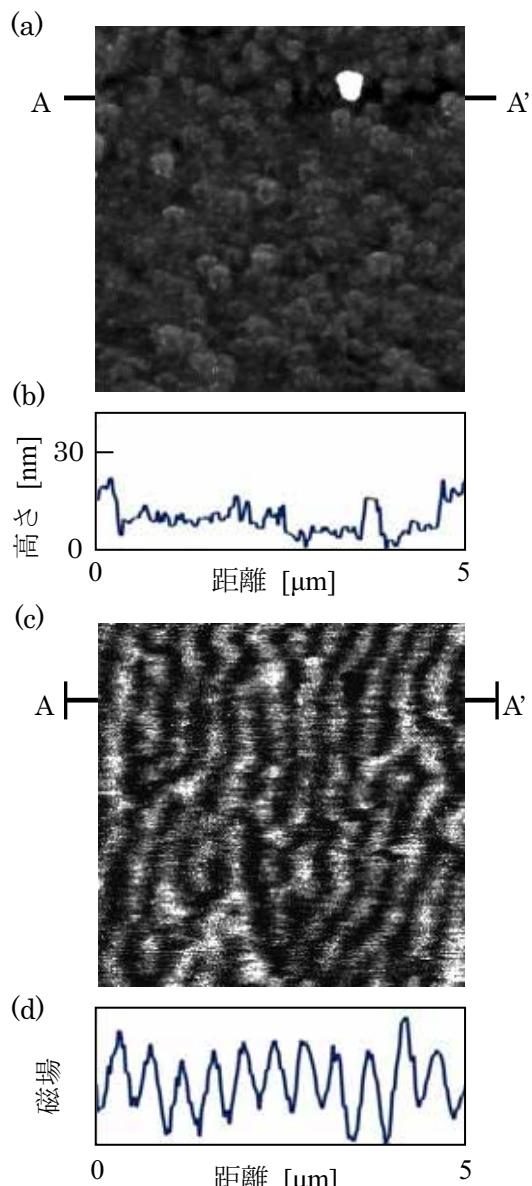


図 3 水平方向に磁化された Ni 薄膜の(a) 表面形状像(STM) (b) A-A' におけるラインプロファイル (c) 磁場像(STM-SQUID) (d) A-A' におけるラインプロファイル(線平均)

## 3. まとめ

パーマロイプローブの作製にドロップオフを適用し、先端径が 100 nm 以下のパーマロイプローブを再現性よく作製できるようにした。ドロップオフ法によって作製したパーマロイプローブを STM-SQUID 顕微鏡に適用することにより、Ni 薄膜の 450 nm の大きさの縞状磁区を明瞭に観測することができた。

## 参考文献

- [1] T. Hayashi, M. Tachiki, and H. Itozaki, "STM-SQUID probe microscope," *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 20, pp. S374–S379, Nov. 2007.

# 多結晶太陽電池におけるレーザ誘起電流の SQUID 顕微鏡観察

日野 隆志, 宮戸 祐治, 中谷 悅啓, 糸崎 秀夫

大阪大学大学院 基礎工学研究科

E-mail: hino@sup.ee.es.osaka-u.ac.jp

## 1. はじめに

われわれは、高感度な磁気センサとして知られる超伝導量子干渉素子(SQUID)を応用し、半導体デバイス等の評価を行うことを目的に、レーザ SQUID 顕微鏡を開発している[1-3]。レーザ SQUID 顕微鏡は、基本となる SQUID 顕微鏡にレーザ照射系を組み合わせた装置構成であり、測定対象物の半導体試料にレーザを点照射し、微小領域にキャリアを誘起させる。そのとき、内部電界等の寄与があると電流が流れ、その電流により磁場が生じる。この磁場を SQUID 顕微鏡によって計測するというのが撮像原理であり、SQUID とレーザ照射点の位置関係は固定して試料を走査することで(サンプルスキャンモード: 図 1(a))、試料の各点における光誘起電流強度を反映した磁場像が得られる。この磁場像により間接的に試料のキャリア生成あるいは局所電流分布を知ることができ、半導体内部の欠陥や動作状態を非接触・非破壊に評価することができる。一般に、SQUID 顕微鏡は、SQUID を低温に冷却することが必要であるため、SQUID および試料の両方を真空中に置くか、サファイア窓等の真空隔壁によって SQUID を真空中、試料を大気中にと分けて配置する構成がとられる。前者の場合は、試料と SQUID との距離を近づけることが可能である一方、走査機構を含めて真空チャンバーに入れることが必要で装置構成が複雑となる。逆に後者は、装置構成が簡単ではあるが、真空隔壁のために SQUID を試料に近づけることが難しく、観察される磁場の空間分解能は低くなる。そこで、われわれが開発している顕微鏡では、図 1(a)に示すように後者の装置構成を元にして、SQUID と試料の間の隔壁に、高透磁率のパーマロイ線の先を先鋒化したニードルプローブを挿入しており、ニードルプローブがブラックスガイドとして SQUID と試料との間の距離を等価的に近づけることを特徴としている[4]。これにより、冷却が必要な SQUID 環境を真空中に、試料は大気下に保つつ、磁

場観察の空間分解能を大幅に向上させている。これまでに、特に多結晶太陽電池をレーザ SQUID 顕微鏡により評価してきたが、レーザ SQUID 顕微鏡で取得した磁場像において結晶粒界にあたる位置にコントラスト変化が見られ、太陽電池評価方法として定評のある LBIC(レーザ光誘起電流)測定によって得られる電流像とほぼ同じ画像を得た[3]。LBIC 測定はレーザの点照射に伴い、短絡させた電極間に流れる電流を測定する手法であるため、太陽電池の電極に配線することが必要であるのに対し、レーザ SQUID 顕微鏡は電極や配線がなくても測定できる。しかしながら、レーザ SQUID 顕微鏡で取得した磁場像は、局所的には結晶粒界や欠陥を反映したコントラスト変化も観察できるが、それ以外に背景的に現れる磁場の分布が試料によって異なる場合があり、LBIC 測定と同様の画像が得られるのは、測定試料の中央付近のごく一部を測定した場合のように限られることがわかった。

こうした背景のもと、レーザ SQUID 顕微鏡の磁場コントラストの由来を理解するために、レーザ照射点からどのように電流が流れるかを理解することが重要となる。そこで、図 1(b)に示すように試料上の一点にレーザ照射点を固定し、SQUID 側のニードルプローブを走査するプローブスキャンモードを新たに開発し、試料の形状や、電極の有無・配置の影響について調べることにした。

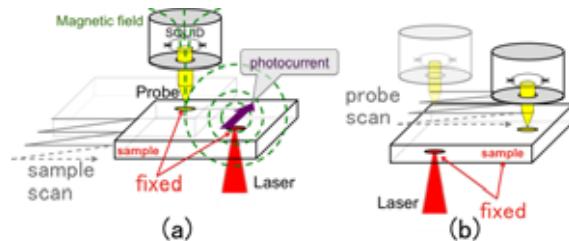


図 1 レーザ SQUID 顕微鏡. (a)従来の走査手法であるサンプルスキャンモードと、(b)新規に開発したプローブスキャンモードの概念図。実際のプローブスキャンモードは、レーザを光ファイバーに導入して、そのファイバー端をサンプルに固定しサンプルごと走査することで、相対的にプローブスキャンを実現している。

## 2. 実験・結果

試料は p 型基板(厚さ 250  $\mu\text{m}$ )の表面に n 層をドープした多結晶シリコン太陽電池から一部を切り出したものを用いた。裏面の全面には電極が取り付けられている。その太陽電池の評価例として、大きさ  $25 \times 36 \text{ mm}^2$ 、櫛歯状に 1 本のバス電極に 9 本のフィンガー電極がつながった試料(図 2(a))を測定した結果について説明する。

まず、この試料をサンプルスキャンモードで測定した磁場像が図 2(b)である。この一部を拡大した図 2(c)に示すように、詳細に見ると線状に磁場強度が低下するコントラスト変化が試料全面で確認され、光学写真との比較から多くは結晶粒界に対応した場所であることがわかった。サンプルスキャンモードで測定される磁場像は、走査に伴い試料上をレーザ照射点が移動し、その各位置で測定された磁場強度が記録されているので、こうした磁場強度低下は発生する電流量、もしくはキャリアの発生効率が周辺よりも低いことに起因している。一方、広い範囲に亘って背景的に磁場強度の勾配が存在するが、これは別の要因で生じていると考えられる。そこで、同じ試料に対し、プローブスキャンモードによりレーザ照射点を試料上的一点に固定して、その周辺の磁場分布を計測し、測定結果の磁場分布から電流分布の逆問題を解くことにより、レーザスポット 1 点からの電流経路を推定した。レー

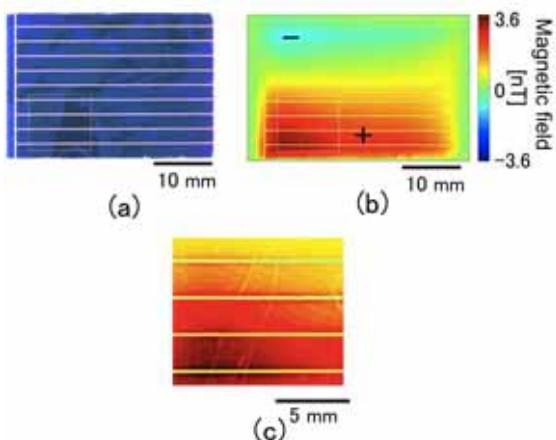


図 2 (a) 測定した太陽電池試料の光学写真、(b) サンプルスキャンモードで測定した磁場像、および(c) その拡大像。拡大範囲は(a),(b)の枠で囲った範囲。結晶粒界にあたる部分にコントラスト変化が見られる。なお、垂直な磁場に感度があるためニードルプローブの位置は、レーザ照射点から~2 mm 水平にずらして測定している。また、(b), (c)で見られる横線は、実際に磁場強度が低下している箇所で、電極に対応する。

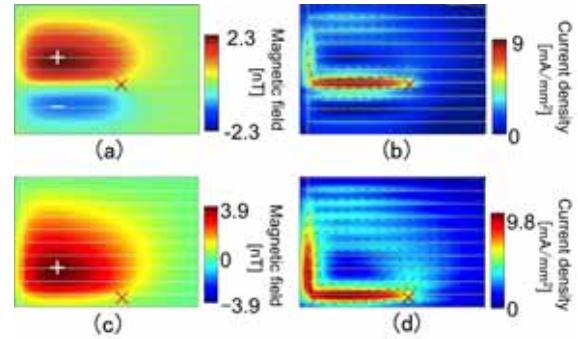


図 3 プローブスキャンモードで測定した結果。(a), (c) 磁場像、および(b), (d) 各磁場像から推定した電流分布。 $\times$ 印がレーザ照射を固定した位置。電極および試料の外形を白線で重ねて示している。

ザ照射点を数カ所変化させて測定した結果の内、試料の中央付近と下端に固定して測定した結果を図 3 に示す。図 3(a),(c)からわかるように、照射位置によって磁場分布が大きく変化していることがわかる。一方、各磁場像から電流分布像に変換した結果が図 3(b),(d)であるが、これらより櫛歯状に存在するフィンガー電極からバス電極を経てレーザ照射点が近いフィンガー電極に電流が集まり、照射点に向かって電流が流れている様子が推定される。つまり、レーザ照射点に発生したキャリアの電子の多くが近くのフィンガー電極に至り、そこからバス電極を通って他のすべてのフィンガー電極に拡散していることを意味する。これらの結果は、レーザ照射点 1 点の場合であるが、サンプルスキャンモード場合の各点でも同じことが起きていると考えられ、こうした電極の存在が図 2(b)で確認された磁場像の勾配の原因であると考えられる。

## 参考文献

- [1] K. Kojima, S. Suda, X. Y. Kong and H. Itozaki, “Non-destructive evaluation of semiconductor using laser SQUID microscope”, Physica C, vol. 445-448, pp.979-981, 2006.
- [2] Y. Nakatani, T. Hayashi and H. Itozaki, “Observation of Polycrystalline Solar Cell Using a Laser-SQUID Microscope”, IEEE Trans. Appl. Supercond., vol.21, no.3, pp.416-419, 2011.
- [3] Y. Nakatani, T. Hayashi and H. Itozaki, “Laser-SQUID microscope for noncontact evaluation of solar cell”, Physica C, vol. 471, no.21-22, pp.1249-1252, 2011.
- [4] X. Y. Kong, K. Sakuta, and H. Itozaki, “A magnetic shield around the flux guide in a SQUID probe microscope with finite element simulation”, Supercond. Sci. Technol., vol. 20, no.12, pp.1140-1143, 2007.

# HTS-SQUID を用いた小型磁化率計の開発と磁気緩和測定

## Development of Compact Magnetometer using HTS-SQUID and Magnetic Relaxation Measurement

岡山大自然, °堺 健司, モハマド マワルディ サーリ, 濱崎 大地, 紀和 利彦, 塚田 啓二

E-mail: sakai-k@okayama-u.ac.jp

### 1. はじめに

磁化率などの磁気特性は物質の基礎パラメータの1つであり、磁気特性の測定により物質の同定などを行うことが可能である。さらに、各物質に固有な磁気特性を利用して各種の非破壊検査やバイオ計測へ応用することも報告されている[1]。従って、磁気特性を測定する磁化率計の役割は重要であり、特に印加磁場に対する応答が小さい常磁性体や反磁性体を精度良く測定できる高感度な磁化率計が必要とされている。現在高感度な磁化率計として、最も高感度な磁気センサである LTS-SQUID (Low Temperature Superconductor Superconducting Quantum Interference Device) を用いた磁化率計が実際に使用されているが、システムの大型化や測定試料の大きさが制限されるなどの欠点があり、実用的な非破壊検査へ応用するには困難である。そこで本研究では、ランニングコストが低く冷却用の断熱構造もシンプルな HTS- (High Temperature Superconductor-) SQUID を使用し、小型で実用性の高い磁化率計の開発を行った。さらに、検出コイルを任意の位置に設置できるようにし、試料を磁化した後の緩和過程における磁気信号の測定も試みた。

### 2. 開発したシステムの構成

図 1 に今回開発した試料回転式磁化率計の概観を示す。一般的な磁化率計では試料を振動させ誘導磁場を検出する方式が採用されているが、今回のシステムでは、S/N 比が高く、複数試料の同時測定が可能である試料回転方式を採用した[2]。開発したシステムは HTS-SQUID、試料を磁化する永久磁石、試料を回転させるための回転盤と超音波モーター、FLL 回路、SQUID を設置する磁気シールドから構成される。回転盤に設置した試料を回転させ直流磁場

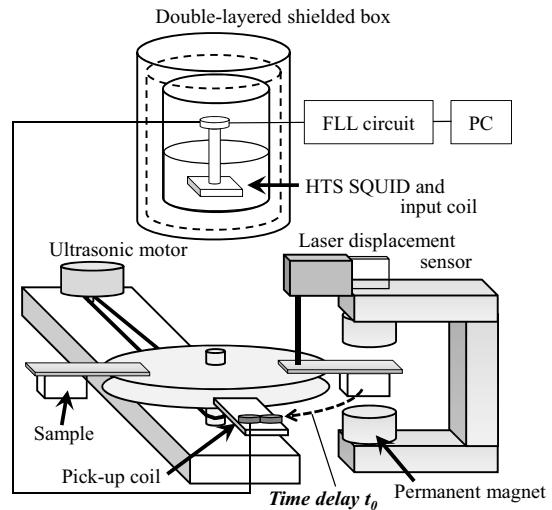


図 1 開発した磁化率計の構成

中を通過させることで、試料から生じた二次的な磁場は交流信号に変換される。この二次的な磁気信号を検出コイルで検出し、検出コイルと直列に接続された磁気シールド内の入力コイルを通して HTS-SQUID に伝達する。検出コイルは平面型の 1 次微分常伝導銅コイルであり、入力コイルは超伝導コイルで SQUID と磁気的に結合している。また、試料を磁化する永久磁石の磁場強度は 300 mT である。

ここで、検出コイルは図 1 に示すように試料を固定する回転盤とは別の回転盤に固定され、それぞれが独立に回転するような機構となっている。これにより、検出コイルは試料が回転する円周上の任意の位置に固定可能となる。従って、検出コイルの位置により、試料を磁化した時点から検出するまでの時間  $t_0$  を容易に変化させることができ、直流磁場中で磁化した時点の磁気信号だけでなく、磁化後の磁気緩和現象を測定することができる。

### 3. 実験結果および考察

図 2 に磁性体と樹脂を混合した試料を開発し

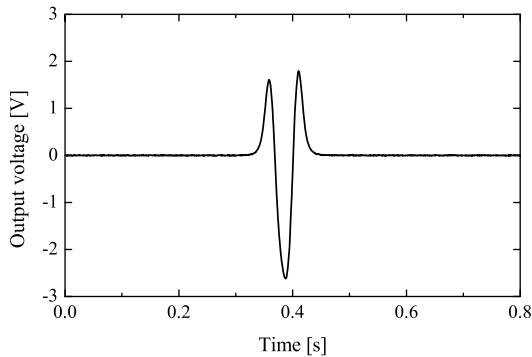


図 2 開発した磁化率計により測定した  
磁性体と樹脂の複合体の磁気信号

た磁化率計で測定した結果を示す。リフトオフは 6 mm, 回転盤の回転数は 70 rpm とした。図 2 に示すように測定時間に対して SQUID の出力電圧が変化し、得られた波形は微分コイルに起因する波形となった。従って、本システムを用いて磁性体から発生する二次的な磁場の検出が可能であることが示された。

次に、外部磁場に対する二次的な磁気信号が小さい物質の評価を行うため、純水を試料ケースに封入し測定を行った。図 3 にリフトオフ 1 mm, 回転数 160 rpm, 加算平均を 160 回行った純水の測定結果を示す。図 3 より磁性体の信号と比較して SQUID の出力電圧はかなり小さいものの、微分コイルに起因する出力電圧の変化が得られた。また図 2 と図 3 を比較すると、得られた信号が反転していることがわかる。これは図 2 で用いた試料が磁性体であるのに対し、水は反磁性体であり、印加磁場により生じる二次的な磁場の方向が逆になる現象を示している。従って、本システムでは印加磁場に対して生じる磁場の大きさだけでなく、強磁性体・常磁性体と反磁性体の判別も可能であることが示された。

最後に、磁化後に生じる緩和過程を開発した磁化率計で測定するため、検出コイルの位置を変化させて同様に純水からの磁気信号を測定した。図 4 に緩和過程における磁気信号を示す。グラフ中の角度は検出コイルの位置を示し、 $0^\circ$  は検出コイルが磁石の中心に位置する場合を表す。その他の角度は、検出コイルを磁石の中心から回転させた角度を表している。また、試料が磁石の中心を通過する時間を 0 として表した。図 4 より、検出コイルを移動し磁化後の

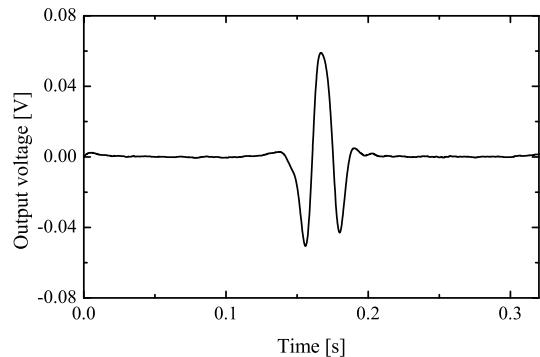


図 3 純水の磁気信号

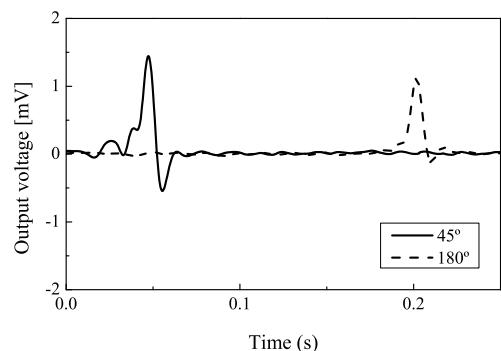


図 4 緩和過程における純水の磁気信号

時間遅れが存在する点で微弱な出力信号の変化が観測された。この時間の遅れは回転盤の回転数と検出コイルの回転角より算出した時間とほぼ一致し、試料がコイル上を通過した時点で得られた信号である。さらに、図 4 の波形は図 3 と同位相であり緩和過程の信号も反磁性体によるものだと考えられる。以上の結果より、図 4 で得られた信号は純水を磁化した後の緩和過程の信号を示していると考えられ、開発したシステムにより磁化直後の磁気信号だけでなく、磁気緩和過程を計測することに成功した。これにより、磁気信号のみの情報では得られない、物質の特定や非破壊検査などへの応用も期待される。

#### 4. 謝辞

本研究は産学イノベーション加速事業により実施したものである。

#### 参考文献

- [1] K. Enpuku, et al., *J. Appl. Phys.* Vol. 108, No. 3, 034701 (2010)
- [2] A. Tsukamoto, et al., *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, Vol.15, Iss. 2-3, pp. 656-659 (2005)

# Nonlinear terahertz metamaterial using superconducting NbN film

Caihong Zhang,<sup>1</sup> Biaobing Jin,<sup>2</sup> Iwao Kawayama,<sup>1</sup> Hiro Murakami,<sup>1</sup> Jingbo Wu,<sup>2</sup> Lin Kang,<sup>2</sup> Jian Chen,<sup>2</sup> Peiheng Wu,<sup>2</sup> Jiaguang Han,<sup>1,3</sup> and Masayoshi Tonouchi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Laser Engineering, Osaka University, 2-6 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, Japan*

<sup>2</sup>*Research Institute of Superconductor Electronics, Nanjing University, Nanjing 210093, China*

<sup>3</sup>*Center for Terahertz Waves and College of Precision Instrument and Optoelectronics Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China*

Metamaterials (MMs) made from elements of artificial metallic structures have demonstrated exotic electromagnetic phenomena, such as artificial magnetism, negative refractive index, super focusing and extraordinary transmission, etc. Such phenomena can be obtained with simple linear metamaterials, where it has been implicitly assumed that the metamaterials interact with electromagnetic waves only through linear processes. However, the notation of metamaterials can actually be extended to the nonlinear regime if the element is formed from or contains nonlinear components whose permittivity and susceptibility are dependent on the intensity of light. A nonlinear metamaterial is no doubt to open the way to the possibility of exploiting nonlinear optical phenomena and further developing new applications. The recent development of high-field terahertz sources makes it possible for one to exploit nonlinear effects in conventional matter, such as semiconductors, quantum wells, ferroelectrics, metal oxides, etc, have been observed. In this letter, we explore the nonlinear response of a superconducting metamaterial in the terahertz regime, which is comprised of an array of subwavelength split-ring resonators (SRRs) made from superconducting niobium nitride (NbN) film on MgO substrate and the nonlinear response lies in the suppression of the superconductivity of NbN by the intense terahertz wave. As the variation of the incident intense terahertz field alters the intrinsic conductivity in the NbN, a consequent giant amplitude modulation is observed due to the strong nonlinearities. Increasing or decreasing the incident terahertz field strength, one can creates a sharper “off” or “on” transmission of the chosen SC metamaterial at the resonance frequency.

The metamaterial is a planar array of superconducting NbN SRRs periodically printed on a 1 mm-thick MgO substrate. The geometry and the notations of the dimensions of the ELC structure are shown in Fig. 1(b). Here,  $g = t = 5 \mu\text{m}$ ,  $w = 10 \mu\text{m}$ , and  $a = 50 \mu\text{m}$ . As shown in Fig. 1 (a), each piece of the metamaterial is a square array of SRR resonators with a square lattice of period  $p = 60 \mu\text{m}$ . The metamaterial was prepared following two steps. First, a 50 nm-thick NbN film was deposited on 1mm-thick MgO substrate using RF magnetron sputtering. The superconducting transition temperature ( $T_c$ ) of the NbN film is about 15.4 K. Second, it was then patterned with standard photolithograph and reactive ion etching (RIE) method to make the ELC structure.

For the nonlinear transmission measurements, high-field terahertz experiments were performed. The intense single-cycle terahertz radiation was generated by optical rectification in a LiNbO<sub>3</sub> crystal using tilted pulse-front excitation. The experimental setup consists of a 100-fs Ti: Sapphire regenerative amplifier (Spitfire, Spectra-Physics) operating at 800 nm with a repetition of 1 kHz, and a conventional terahertz detection system based on the electro-optical sampling

technique. The terahertz beam was tightly focused onto the cryogenically cooled samples over a temperature range from 4.2 to 300 K. Using a pyroelectric detector (SPI-A-62, Spectrum Detector Inc.), we estimated the peak terahertz field strength of approximately  $E_0=30$  kV/cm on the sample. The incident terahertz field strength  $E_{\text{in}}$  could be varied fast from about 1 to 30 kV/cm by using a pair of terahertz wire grid polarizers driven by an electric motor.

The proposed superconducting NbN metamaterial offers a highly efficient playground for a strongly enhanced nonlinearity and also provides a new and straightforward way for switching light in the terahertz regime. The switchable functionality is achieved due to the nonlinear response of the lumped superconducting NbN elements in the metamaterial structure, where as the incident terahertz field strength is varied, the conductivity of NbN will be changed and thus a rise or fall in transmission of the metamaterial would be obtained. The presented nonlinear SC metamaterial exemplifies a highly functional approach with extreme sensitivity to the external stimuli to observe and exploit nonlinear phenomena in the terahertz regime, and strong and fast nonlinearities with far low losses are unique and useful to realize novel devices with integrated lumped nonlinear superconducting components.

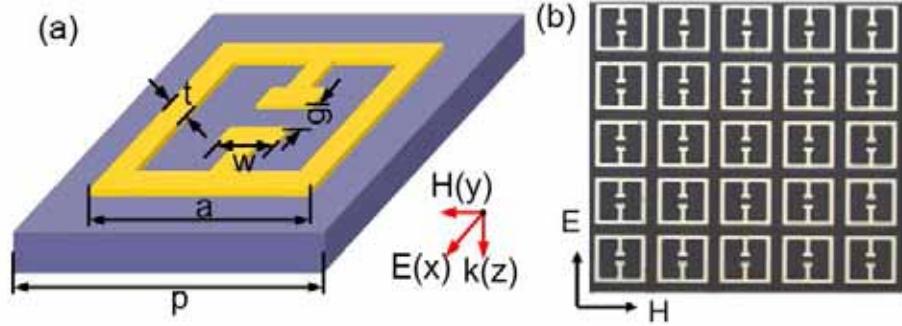


Fig. 1 (a) Schematic diagram of the superconducting metamaterial structure with geometrical parameters:  $g = t = 5 \mu\text{m}$ ,  $w = 10 \mu\text{m}$ ,  $a = 50 \mu\text{m}$ , and  $p = 60 \mu\text{m}$ . (b) Microscopy image of the superconducting terahertz metamaterial sample, where  $E$  and  $H$  represent the electric field and magnetic field.

# Bi2223テープ線材を用いた3TMRI超電導マグネットの開発

## Development of 3T MRI magnet with Bi-2223 tape conductor

川嶋 慎也、寺尾 泰昭、尾崎 修、一原 主税、長谷 隆司、(神戸製鋼) ;北口 仁 (NIMS) ;佐藤 謙一、小林 慎一 (住友電工) ;  
中嶋 巍 (高島製作所) ;大西 直樹 (アストロステージ) ;マイケル ブール (クイーンズランド大) ;  
武田 和行、浦山 慎一、福山 秀直 (京大)

KAWASHIMA Shinya, TERAO Yasuaki, OZAKI Osamu, ICHIRARA Chikara, HASE Takashi,(Kobe Steel,Ltd.);

KITAGUCHI Hitoshi (NIMS); SATO Ken-ichi, KOBAYASHI Shin-ichi(Sumitomo); NAKAJIMA Iwao(Takashima Seisakusho); OONISHI Naoki(ASTRO STAGE); POOLE Michael (Univ. of Queensland); TAKEDA Kazuyuki, URAYAMA Shin-ichi ,FUKUYAMA Hidenao,(Kyoto Univ.)

E-mail: kawashima.shinya@kobelco.com

### 1.はじめに

医療の充実に伴い、MRI装置の普及率が増加しているが、液体ヘリウムの枯渇や高騰の問題から、液体ヘリウムを用いない、冷凍機冷却型のMRI装置の開発が重要になっている。

我々は、Bi-2223テープ線材とGM冷凍機を用いた、20Kで運転が可能な脳用3T-MRIマグネットの開発を行っている。[1]これまでに、中心磁場1.5T下で5ppmの磁場均一度を達成し、MR画像の取得に成功した。また、3.0Tへの励磁試験を実施した。今回はこれらの結果について報告する。

### 2.マグネット設計と仕様

マグネットは、全長44.6kmの住友電工製Biテープ線材を用いた5つのコイルから構成され、クライオ高さ1310mm、クライオ外径1290mm、室温ボア径500mmであり、GM冷凍機により20K以下に冷却して運転を行う。中心磁場は3Tで磁場均一度としてはr250mm×z200mmの空間内で5ppmを目指す。こ

のようにMRIマグネットは高い磁場安定性が求められるが、高温超電導線材では永久電流モードでの運転が実現されていないため、本開発では、Danfisik社製の超安定化電源(2.0ppm/8hour)を用いた。マグネットの仕様をTABLE1に示す。コイルの巻線は、スタイキャストを塗り込みながら行った。作製したマグネットの外観をFig. 1に示す。

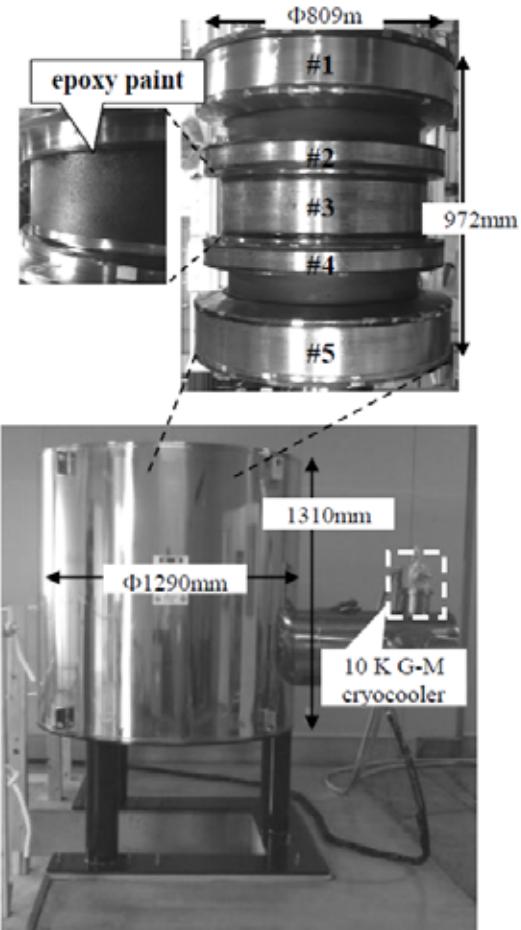


Fig.1. The upper photograph is of the coil after winding and the lower photograph is of the finished 3T MRI magnet.

TABLE I Specifications of the magnet system

Diameter of the RT bore	$\phi 514$ mm with iron shims
Field strength	3 T
Maximum Field strength	Baxial:5.0 T Bradial:3.6 T at #1,5coil
Field homogeneity	5 ppm in r250 mm×z200 mm
Maximum operation temperature	20 K
I <sub>op</sub> /I <sub>c</sub> @ 20 K	0.77
Total tape length	44.6km
Stored energy	2.3 MJ
Operation system	Driven mode
Cooling system	Conduction cooled by a 10 K G-M cryocooler

### 3. 1.5Tでの磁場均一度補正と撮像結果

コイル表面にCernox温度センサーを貼り付け、各コイルの温度を測定した。初期冷却には約570時間を要し、約7Kに到達した。冷却完了後、約92Aまで通電し、1.5Tの中心磁場を発生させた。NMRプローブにて磁場分布の均一度の計測を行った結果、Peak-to-Peakでおよそ894ppmであることが分かった。ここから、静磁場マグネット側に設けた荒調整用と、グラジエントコイル側に設けた最終調整用の2段階の鉄板シムを用い磁場分布均一度の補正作業を実施した。まず、荒調整のシムで5回の磁場均一度補正を実施し、磁場均一度を8ppmまで改善した。その後、グラジエントコイルを挿入したことにより、均一度は9ppmと変化したが、最終調整用のシムを用い、計7回のシム調整で5ppmの均一度を達成した。その後、本プロジェクトで開発したRFコイルやスペクトロメータなどと組み合わせ、撮像試験を行った。マカカサルという小型のサルの脳をスピニエコー法にて本プロジェクトのMRIシステムで撮影したものと、Siemens社製の市販の1.5T機種にて撮影したイメージをFig. 2に示す。この結果からも高温超電導線材を用いたMRI装置でも従来の金属系線材を使用した従来のMRI装置と同等の性能を發揮できる可能性を確認した。

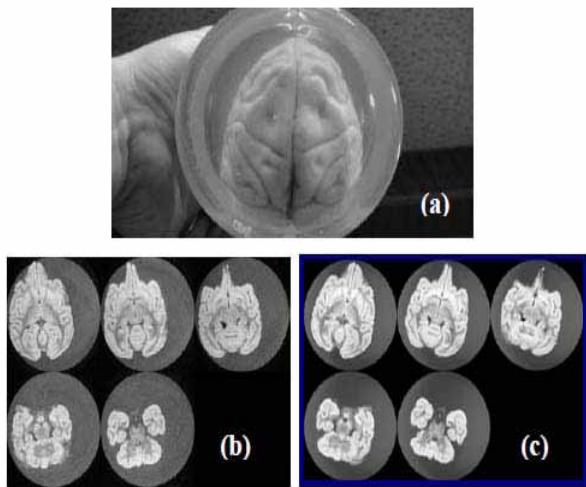


Fig. 2. Spin echo images of a Macaca brain (a), scanned with (b) ourHTS-MRI and (c) Siemens 1.5T Sonata.

### 4. 3.0Tへの励磁結果

プロジェクトの最終目標の3.0Tへの励磁に対して、1.5T以上の未経験領域では、これまでより励磁速度を下げ、励磁を行った。励磁中、数mV～300mVの電圧スパイクが数十回発生したが、その後のコイル電圧や温度に大きな変化は見られず通電電流約184Aで3.0Tに到達した。コイル温度も約14Kまでの上昇であり、3.0Tでの臨界温度約30K以下となり、当初の設計通りであることを確認した。

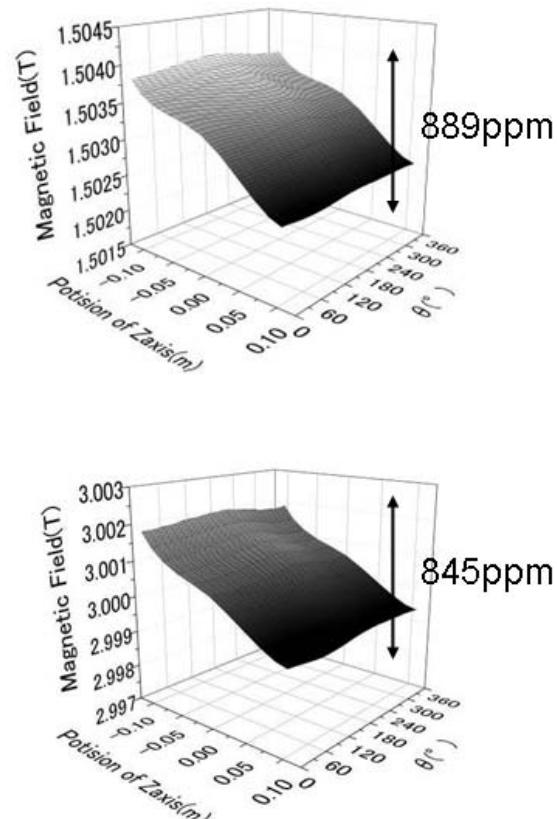


Fig. 3. The profile of magnetic field at (upper) 1.5T and (lower) 3.0T.

その後、3時間以上3.0Tの磁場強度を維持し、この時点での磁場均一度は、845ppmとなり、1.5Tでのシム調整前と同等の値/分布であった(Fig. 3)。3.0Tにて磁場均一度補正を実施し、1回の磁場補正で63ppmまで改善したが、その後(3回目の3.0T励磁)の消磁途中、2.5T付近で異常が発生しコイルに異常電圧が発生しコイル温度も急激に上昇するトラブルが起り約10分後、励磁電源が遮断した。

### 5.まとめ

コイルすべてに酸化物超電導線材を使用したMRIマグネットにて中間目標の1.5Tまで到達し、磁場均一度5ppmを達成し、既存製品と同等のMR画像を取得することができた。

その後、プロジェクト最終目標の3.0Tまで励磁に成功したが、消磁中にトラブルが発生し、マグネットが損傷した。現在、原因を調査している。

### 参考文献

- [1]寺尾ら:2011年度秋季低温工学超電導学会予稿集 2A-a03

### 謝辞

この開発は、独立行政法人科学技術振興機構の産学イノベーション加速事業(先端計測分析技術・機器開発)による成果である。

# 15mモデルケーブル用 GdBCO 線材の製造

山口 高史, 新海 優樹, 小西 昌也, 大松 一也(住友電工)  
YAMAGUCHI Takashi, SHINGAI Yuki, KONISHI Masaya, OHMATSU Kazuya(SEI)  
E-mail: yamaguchi-takashi@sei.co.jp

## 1. はじめに

希土類系高温超電導線材は、磁場中での臨界電流( $I_c$ )特性に優れており、電力ケーブルを始め、変圧器、SMES、超電導マグネット等、様々な応用機器への適用に関する研究が行われている。住友電工では、イットリウム系超電導電力機器技術開発の一環として、66 kV/5 kA、15 m 長の三芯一括構造を有する超電導電力モデルケーブルの開発と、そのための超電導線材の作製を行っている[1]。Fig. 1 にモデルケーブルの構造を、Table. 1 にモデルケーブル用線材の要求仕様を示す。本報告では、GdBCO薄膜超電導線材の 200 m 級長尺製造プロセスを確立し、上記モデルケーブルに使用する Y 系薄膜超電導線材の作製(出荷総長 6.5 km)を実施した成果について報告する。

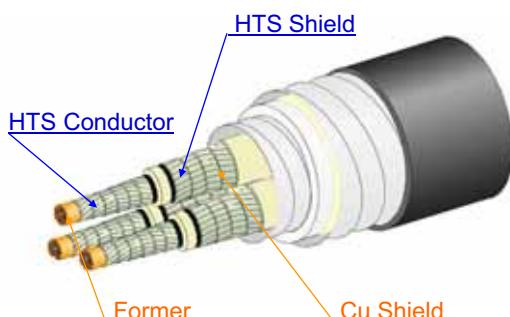


Fig. 1 Structure of the 66 kV / 5 kA, 3-in-One HTS cable

Table.1 Required specifications of the GdBCO tape.

Layer		Width of CCs	Piece length	Number of CCs (1 core)	$I_c$ (A/cm)
Conductor (4 layers)	1 <sup>st</sup>	4 mm	18 m	15	330
	2 <sup>nd</sup>		18 m	15	345
	3 <sup>rd</sup>		19 m	15	365
	4 <sup>th</sup>	2 mm	21 m	27	370
Shield (2 layers)	1 <sup>st</sup>	4 mm	19 m	24	330
	2 <sup>nd</sup>		18 m	26	285

## 2. 超電導線材作製工程

我々は 30 mm 幅のクラッド配向金属基板上に RF スパッタ法を用いて中間層の成膜を行った[2]。その後、PLD 法により超電導層の成膜を行い、DC スパッタ法により、Ag の安定化層を成膜した。続いて、酸素熱処理を行い、30 mm 幅の超電導線材を 4 mm 幅に機械的にスリットした。長尺誘導  $I_c$  測定を行い、線材を選別後、最後に超電導線材表面に銅めつき処理を施して、作製は終了となる。作製した超電導線材の構造模式図を Fig. 2 に示す。

続いて、作製した超電導線材の検査を行う。まず、作製した超電導線材の  $I_c$  を、連続  $I_c$  測定装置で測定する。最後に外観検査を行い、検査に合格したものを、モデルケーブルを作製するグループに供給した。

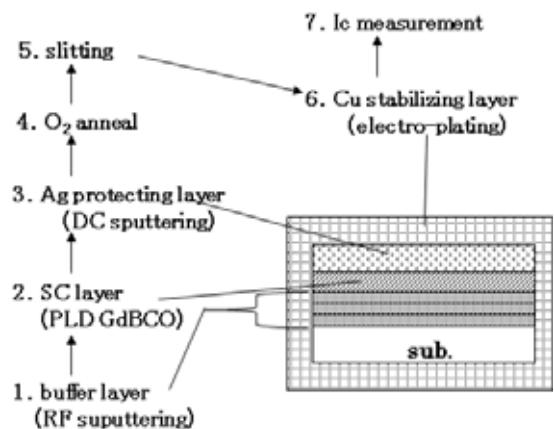


Fig. 2 Structure and production process of the coated conductors for superconducting cable

## 3. 線材の $I_c$ 特性と歩留まり

線材の長手方向の分布を Fig. 3 に示す。140mにわたり  $I_c = 370$  A/cm 以上の特性を示しており、モデルケーブルに使用するための要求特性を満足するものである。

Fig. 4 に、開発を開始した 2009 年度から 2012 年度までの、各年度ごとに作製した超電導線の、 $I_c$  分布を示す。2009 年度から 2010 年度にかけ、 $I_c$  向上を行い、2011 年度からモデルケーブル用線材の製造を行った。長尺プロセスの安定化を図りながら製造ヘフィードバックすることで、の  $I_c$  分布が高  $I_c$  側へ移動した。

Fig. 5 に、各製造プロセスにおける、基板投入量に対する歩留まりを年度ごとに示す。2009 年から 2012 年度にかけ、 $I_c$  特性及び歩留まりが大きく向上した。特に、中間層作製工程の安定化と超電導層の高  $I_c$  化が歩留まりに大きく影響し、中間層作製工程の歩留まりが 47 % から 99 % に向上した。また、最終的な  $I_c \geq 300 \text{ A/cm}$  の歩留まりは 2012 年で 45% に向上し、全体で 25 % となつた。

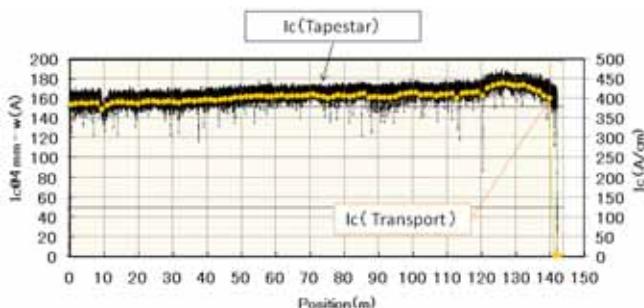


Fig. 3  $I_c$ -L of the 140m-long coated conductors

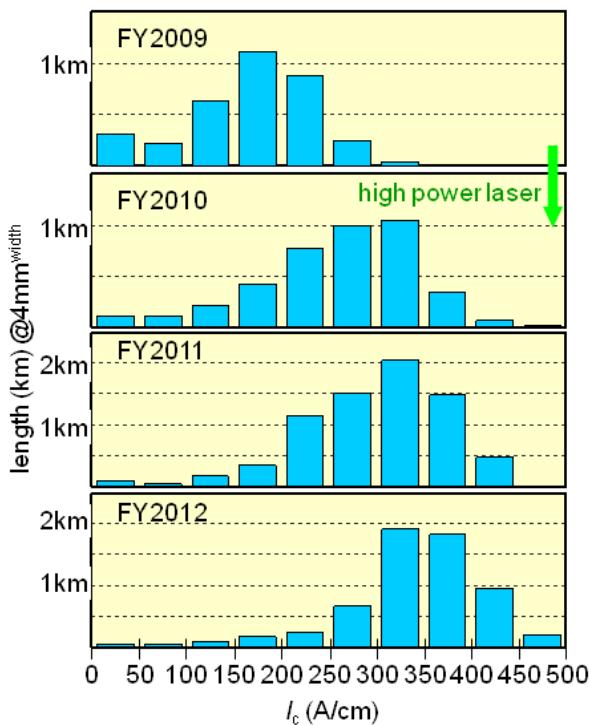


Fig. 4  $I_c$  distribution of the coated conductors

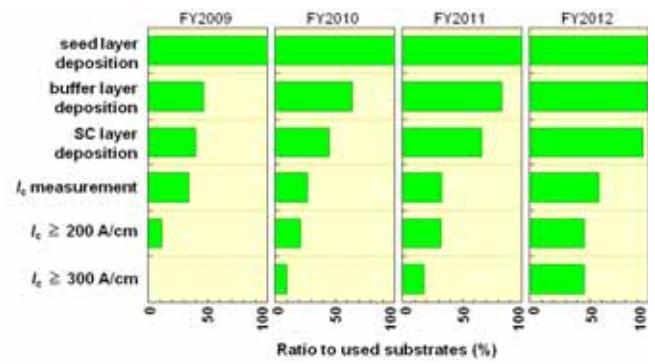


Fig. 5 Yield of each process.

#### 4. まとめ

NEDO プロジェクトに参画し、66kV-5kA 級モデルケーブル用超電導線材の開発と製造を行った。総長 6.1km (4mm 幅換算) をケーブル作製用として供給し、投入基板長に対する歩留まりは 25 % (2012 年では 45 %) であった。モデルケーブルの製造、敷設は 2012 年 12 月に完了し、試験を行う予定である。

#### 5. 謝辞

本研究は、イットリウム系超電導電力機器技術開発の一環として、独立行政法人新エネルギー・総合技術開発機構(NEDO)の委託を得て実施したものである。

#### 参考文献

1. M. Ohya, et al.: Physica C, vol. 471 (2011), p. 1279
2. H. Ohta, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 80 (2009) p.190

# 超電導材料(CC)の臨界電流特性評価法

Kosuke Yoshida<sup>1</sup>, Werner Prusseit<sup>2</sup>, Takashi Yamaguchi<sup>3</sup>

<sup>1</sup>K&R Creation Co., Ltd., Roo, No.201, 11-9, Sugawara-cho Ikeda-city, Osaka-pref, Japan

<sup>2</sup>THEVA Duennschichttechnik GmbH, Rote-Kreuz-Str. 8, D-85737 Ismaning

<sup>3</sup>Sumitomo Electric Industries, Ltd., 1-1-3, Shimaya, Konohana-ku, Osaka 554-0024, Japan

E-mail: k-and-r@poporo.ne.jp

## 1. はじめに

超電導線材 (coated conductor, CC) は、電力ケーブルを始め、変圧器、SMES、超電導マグネット等、様々な応用機器への適用に関する研究が行われており、近年臨界電流 ( $I_c$ ) の向上及び応用・製品化を視野に入れた高  $I_c$  化及び長尺化が積極的に進められている[1], [2]。超電導線材の高  $I_c$  化及び長尺化に伴い、 $I_c$  の測定技術の安全性や安定性、高速化等が求められている。本報告では、超電導線材の臨界電流特性評価法としてホール素子法を採用した、Tapestar について報告する。

## 2. 臨界電流 ( $I_c$ ) の測定方法

超電導線材の臨界電流、 $I_c$  の測定方法は、大きく接触法と非接触法がある。接触法は、4 端子法による通電測定で、その構成を Fig. 1 に示す。端子 1, 4 が電流端子、端子 2, 3 が電圧端子であり、分解能としては電圧端子間距離  $X$  となる。

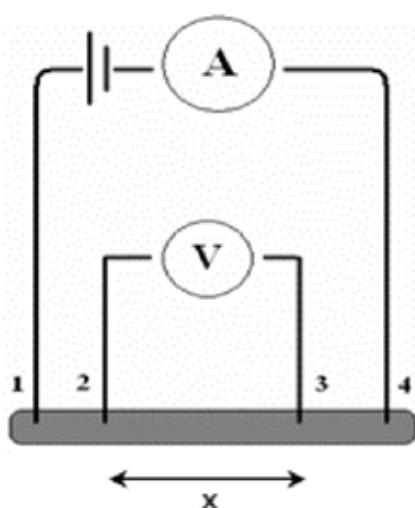


Fig. 1 Structure of four terminal method.

この方法では、実際に流すことができる電流値が直接把握できるという利点があるが、焼損防止のために電

流端子 1, 4 の接触抵抗を可能な限り低くする必要があり、線材への安全性や測定の安定性に問題がある。また、1 区間ずつ通電し測定を行う必要があるため、測定速度を高速化することが難しい。

非接触法は、超電導への磁場の侵入を利用した測定で、外部から磁場を印加し超電導を通り抜けた磁場の強度分布から  $I_c$  を算出する方法である。この方法には、主に磁気光学法やホール素子法の 2 種類の方法が挙げられる。このうち、磁気光学法は  $\mu\text{m}$  オーダーの分解能を有するが、測定の高速化が難しく線材のような  $\text{m}$  オーダーの測定には不向きである。これに対し、ホール素子法は磁場の変化に対する反応が早く、連続して線材を動かしながら測定が可能であり、高速化を図るのが容易である。また、幅方向にホール素子を並べることにより、幅方向の測定範囲を広げることが可能であり、多様な寸法の超電導材料の測定が可能である。

以上より、THEVA 社ではホール素子法を利用して長尺にわたり  $I_c$  評価を行うことのできる装置を開発し、Tapestar として製品化している。

## 3. Tapestar

Tapestar の外観を、Fig.2 に示す。本装置は、リール・トゥ・リール方式で線材を搬送することができ、A の部分が搬送機構である。B は、ユーザーインターフェース用のディスプレイであり、タッチパネル方式となっている。C は線材のヒーティングゾーンであり、液体窒素槽から出てきた線材を速やかに室温まで加熱する。D にはセンサーと液体窒素槽があり、77K にて超電導へ磁場を印加し、通過する磁場分布を測定している。

装置の能力として、線材は 2km 以上の線材をセットすることができる。使用可能なリールは、直径 10~80cm、

最大総重量 50kg であり、線速と張力を同時に制御して搬送を行う。測定時の最大線速は 200m/h である。測定の分解能は、幅方向で 0.6mm、長さ方向で 1mm (@200m/h)である。最大印加可能磁場は 120mT であり、 $I_c$ は 1000A まで測定が可能である。

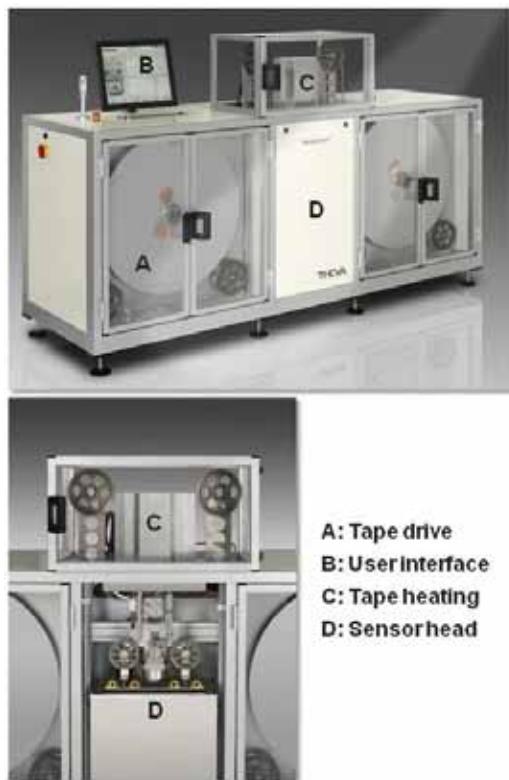


Fig. 2 Structure of Tapestar.

#### 4. Tapestar を用いた評価例

Tapestarを用いた 4 mm 幅線材の評価例を、Fig. 3

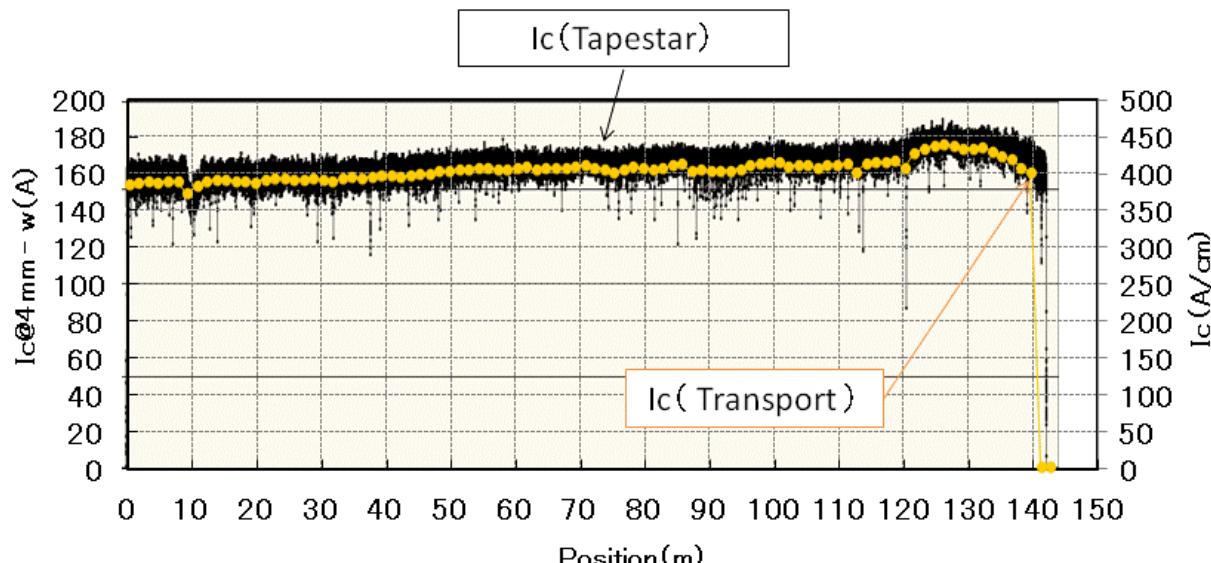


Fig. 3  $I_c$  - L by four terminal method and tapestar.

に示す。通電法による  $I_c$ と比較すると、 $I_c$ の長手方向の分布が良く一致している。また、通電法の  $I_c$ では把握できなかった局所的な  $I_c$ 劣化部分を観測することができる。こうした欠陥は、通電時ホットスポットとなり、焼損の原因となり得ることから、早期に発見し、対策を立てることが望ましい。本装置は、局所欠陥を高速で発見することができる性能を持ち、超電導線材製造プロセスの安定化に貢献できるものである。

#### 5.まとめ

テープスターは、長尺超電導線材における欠陥を高速かつ高分解能で検出できる装置である。このことから、学会等では長尺の評価装置として利用されている。

#### 参考文献

1. M. Ohya, et al.: Physica C, vol. 471 (2011), p. 1279
2. H. Yumura, et al.: J. Phys. Conf. Ser. vol. 234 (2010), p. 32069

(社)低温工学・超電導学会関西支部の活動は、以下の事業会員の皆様からご支援を頂いています。

(五十音順)

アイシン精機(株)、アルバック・クライオ(株)、岩谷瓦斯(株)、岩谷産業(株)、(株)エア・ウォーター総合開発研究所、(株)エリオニクス、大塚電子(株)、川崎重工業(株)、共栄バルブ工業(株)、(株)クライオバック、(株)神戸製鋼所、ジャパンスーパー・コンダクタテクノロジー(株)、(株)鈴木商館、住友電気工業(株)、大宝産業(株)、大陽日酸(株)、オンラインサイト・プラント事業部、(株)田邊空気機械製作所、(株)東陽テクニカ、ナガセテクノエンジニアリング(株)、仁木工芸(株)、日本化学機械製造(株)、(株)パスカル、三菱電機(株)