



第12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：2013年12月13日(金) 10時15分～16時50分

場所：大阪市立大学文化交流センター 大セミナー室

第12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:2013年12月13日(金) 10時15分~16時50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)、寛 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 「電流バイアス運動インダクタンス法によるNb超伝導中性子検出器の開発」

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

^C名古屋大学大学院工学研究科、^D産業技術総合研究所

^A鳴神 吉人(M1)、^A吉岡 直人、^A野村 晃大、^A宮嶋 茂之、^C藤巻 朗、

^D日高 睦夫、^{A, B}石田 武和

.....1

10:40-11:00 「アレイ化MgB₂超伝導中性子検出器の開発」

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

^C名古屋大学大学院工学研究科、^D情報通信研究機構関西先端研究センター、

^E上海微系統研究所、^F日本原子力研究開発機構システム計算科学センター

^A吉岡 直人(M2)、^A鳴神 吉人、^A野村 晃大、^A宮嶋 茂之、^{A, B}宍戸 寛明、

^C藤巻 朗、^D三木 茂人、^E王 鎮、^F町田 昌彦、^{A, B}石田 武和

.....3

11:00-11:20 「超伝導MgB₂薄膜の製膜と評価」

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

^C大阪府立大学 21 世紀科学研究機構

^A三神 敦(M1)、^{A, B}宍戸 寛明、^A吉田 卓也、^A川井 一樹、^A米田 豊、

^{A, B, C}野口 悟、^{A, B}石田 武和

.....5

11:20-11:40 「熔融水酸化物法を用いた(Y,Ca)Ba₂Cu₄O₈エピタキシャル膜の作製と評価」

島根大学大学院総合理工学研究科

船木 修平(助教)、山田 容士

.....7

11:40-13:00 昼食休憩

13:00-13:20 「HTS-SQUIDを用いたサンプル回転方式小型磁化率計の高感度化」

岡山大学大学院自然科学研究科

濱崎 大地(M2)、岡本 直大、モハマド マワルディ サーリ、堺 健司、

紀和 利彦、塚田 啓二

.....9

- 13:20-13:40 「直冷式平面型HTS-SQUIDグラジオメータを用いた太陽電池評価」
岡山大学大学院自然科学研究科
宮崎 真伍(M2)、糟谷 尚平、モハメド マワルディ サーリ、堺 健司、
紀和 利彦、塚田 啓二11
- 13:40-14:00 「高温超伝導rf-SQUID用基板共振器の共振特性」
大阪大学大学院基礎工学研究科
酒井 章(M1)、松井 保憲、宮戸 祐治、糸崎 秀夫13
- 14:00-14:20 「絶縁磁性材料の測定が可能なAFM-SQUID顕微鏡」
大阪大学大学院基礎工学研究科
久山 耕平(M1)、宮戸 祐治、糸崎 秀夫15
- 14:20-14:40 休憩
- 14:40-15:00 「HTS-SQUID を用いたAC/DC 複合型小型磁化率計」
岡山大学大学院自然科学研究科
高木 竜輝(M2)、モハメド マワルディ サーリ、石原 優一、堺 健司、
紀和 利彦、塚田 啓二17
- 15:00-15:20 「無振動・無冷媒希釈冷凍機の開発」
大阪市立大学大学院理学研究科
松本 拓也(M2)、小原 顕、矢野 英雄、石川 修六、畑 徹19
- 15:20-15:40 「広帯域76同軸ケーブル装備4 K GM冷凍機を使った多目的プラットホームの開発」
^A大阪府立大学大学院工学研究科、^B名古屋大学大学院工学研究科、
^C大阪府立大学ナノファブリケーション研究所
^A宮嶋 茂之(特認助教)、^A鳴神 吉人、^A吉岡 直人、^A野村 晃大、
^B藤巻 朗、^{A, C}石田 武和21
- 15:40-16:00 (特別講演)「テラヘルツ時間領域分光装置を用いた膜厚測定」
大塚電子株式会社粒子物性開発部
赤木 基信、北岸 恵子23
- 16:00-16:30 「信貴賞の設立について」
大阪市立大学大学院理学研究科 教授 畑 徹
- 16:30-16:45 審査・表彰
- 16:45-16:50 閉会挨拶 低温工学・超電導学会関西支部 支部長 石川 修六

電流バイアス運動インダクタンス法によるNb超伝導中性子検出器の開発

^A鳴神吉人、^A吉岡直人、^A野村晃大、^A宮嶋茂之、^C藤巻朗、^D日高睦夫、^{A,B}石田武和

^A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

^B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

^C名古屋大学工学研究科 名古屋市千種区不老町

^D産業技術総合研究所 茨城県つくば市梅園1-1-1

1. はじめに

我々の研究グループでは、超伝導物質Nbを用いた中性子検出器を開発している。中性子と¹⁰Bの核反応を利用するもので、Nb膜近傍に¹⁰B膜を設け、Nbは超伝導状態に保つ。¹⁰Bと中性子が核反応を起こし、その核反応熱がNbに伝わると、クーパ対の一部が準粒子に励起され、運動インダクタンスの変化が起こる。この運動インダクタンスの変化を計測することで、中性子の衝突を検出する。超伝導転移温度近傍で、核反応熱による超伝導の破壊を利用する転移端法[1]よりも動作温度領域が広く、4Kの低温でも動作することが特徴である。

我々は多素子化による100万画素イメージングを目標としており、多チャンネルの信号読み出しに4Kで動作するSFQ(Single Flux Quantum)回路を利用する。SFQ回路は中性子検出素子と同じNbで同一チップ上に作製する。低温部で信号のデジタル処理を行うことが可能であり、多素子化した際に信号読み出し回路の低温実装と室温と低温間の信号線の本数の面から有利である。

中性子照射の代替実験として、核反応熱を模擬する20psパルスレーザー照射によって素子の応答特性を評価しており、今回、4KにおけるNbでの信号検出に初めて成功した。

2. 動作原理

中性子検出に用いる素子の運動インダクタンス L_k は、クーパ対の質量 m 、クーパ対密度 n_s 、電荷量 q 、素子の長さ l 、断面積 S として、(1)式で表される。

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

この式から分かるように、運動インダクタンスは n_s に依存し、核反応熱によるクーパ対の減少により運動インダクタンスが変化することが分かる。ここで、微小時間 Δt において、バイアス電流 I_b を流した時、素子の電圧 V と運動インダクタンス L_k の関係は(2)式のようになる。

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

クーパ対の一部は準粒子として励起されるものの、素子の超伝導状態は保たれているため、 $\Delta I_b = 0$ であり(2)式の第2項は0となる。よって(2)式は(3)式と近似できる。

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

さらに低雑音増幅器を介してオシロスコープで観測し、運動インダクタンスの変化を検出する。(3)式から分かるように、信号強度 V を I_b により調節できることも、この方式の特徴の一つである。測定回路を図1に示す。我々はこの方式を電流バイアス運動インダクタンス法(CB-KID)と呼び[2]、電流バイア

ス転移端法（CB-TED）と区別している[3]。

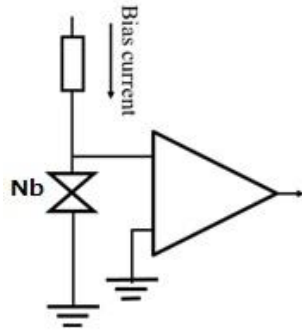


図1: CB-KIDの測定回路図。

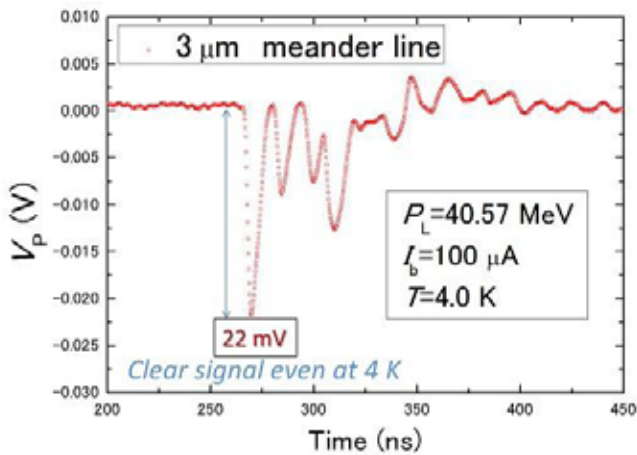


図2: Nb素子の信号波形。4Kにおいても明瞭な信号が検出できた。

3. 実験結果

今回初めて検出に成功した、4Kにおけるパルスレーザー照射によるNb素子の信号波形を図2に示す。4Kにおいても、明瞭な信号が得られた。図3に示す素子は、ライン&スペースが $3\mu\text{m}$ のメアンダライン状に加工している。レーザーヘッドにはピエゾ駆動XYZステージを取り付け、素子上の3次元スキャンを可能にしている。フォーカス点Zを固定し、信号強度のXYマッピングを行った結果を図4に示す。1パルスあたりのエネルギーは40.6MeV、バイアス電流は $100\mu\text{A}$ としている。この結果から、素子の8本のライン&スペースが良く再現されていることが分かる。

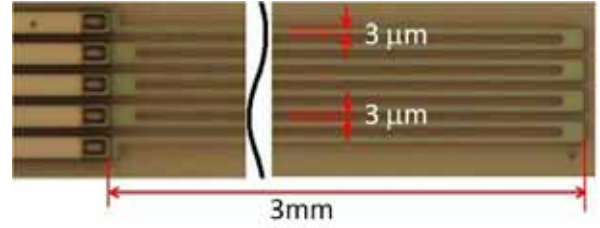


図3: Nbメアンダライン素子。ライン&スペースは $3\mu\text{m}$ 、8本のラインで構成され、1本の長さは3mmとしている。

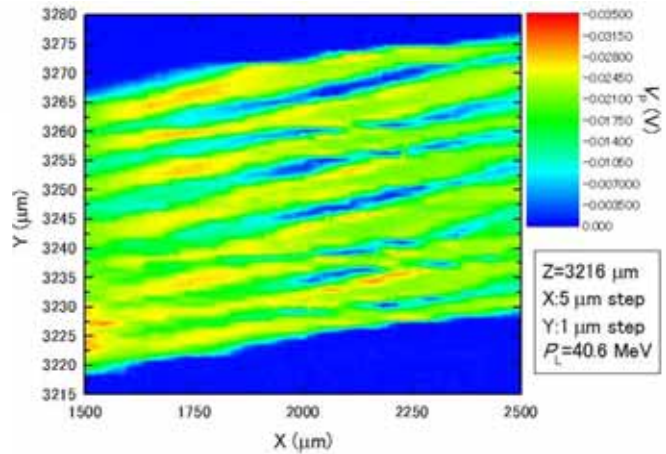


図4: 素子上のレーザー走査による信号強度マッピング。素子の構造が良く再現されている。

4. まとめ

電流バイアス運動インダクタンス法により、4KにおいてNb素子の信号検出に初めて成功した。4Kでの動作を確認できたことから、同じく4Kで動作するSFQ回路の利用が可能である。今後はNb素子上への ^{10}B 膜の成膜、素子の多層化、SFQ回路の実装を行い、実際の中性子検出実験を行う予定である。

参考文献

- [1] Y. Narukami *et al.*, 日本物理学会2013春, 年次大会領域10, 26aXZB-13.
- [2] N. Yoshioka *et al.*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **23** (2013) 2400604.
- [3] T. Ishida *et al.*, J. Low Temp. Phys. **151** (2008) 1074.

アレイ化 MgB_2 超伝導中性子検出器の開発

吉岡直人¹, 鳴神吉人¹, 野村晃大¹, 宮嶋茂之¹, 宍戸寛明^{1,2},
藤巻朗³, 三木茂人⁴, 王鎮⁵, 町田昌彦⁶, 石田武和^{1,2}

¹大阪府立大学工学研究科, ²大阪府立大学ナノファブリケーション研究所,
³名古屋大学工学研究科, ⁴情報通信研究機構関西先端研究センター,
⁵上海微系統研究所, ⁶日本原子力研究開発機構システム計算科学センター
E-mail: n-yoshioka@pe.osakafu-u.ac.jp, ishida@center.osakafu-u.ac.jp

1. はじめに

J-PARC に代表されるように世界では数カ所で大強度パルス中性子源が実現しており、計画中の施設もある。バイオ科学の構造解析、燃料電池の水素反応機構、スピントロニクスへの応用など、学術的に、産業応用に活用が期待されている。中性子検出器としては、 BF_3 計数管や ^3He 比例計数管などガス入り計数管が知られているが、我々は、これまでとは異なる全固体の中性子検出器の開発に手掛けた。センサーが固体であれば、微細加工を施すことで、中性子イメージングプレートを作製し、これまで実現できなかった高空間分解能での中性子ラジオグラフィの実現が期待される。我々は、中性子と核反応を起こす ^{10}B を含む金属系超伝導体 MgB_2 [1]に着目し、その薄膜を用いて超伝導中性子検出器を開発している[2]。

2. 電流バイアス運動インダクタンス検出器

我々は、電流バイアス運動インダクタンス検出法(CB-KID 法)を用いた MgB_2 超伝導中性子検出器の開発を新たに開始し、4 K での動作に成功した[3]。CB-KID 法では、核反応熱によって局所的にクーパ対が破壊され、クーパ対密度が変化することを利用する。 MgB_2 中の ^{10}B と外部から飛来した中性子が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電圧変化として計測することで中性子を検出することができる。超伝導状態を壊すことによる抵抗変化を電圧変化として計測する電流バイアス超伝導転移端検出法(CB-TED 法)と違い、CB-KID 法は、4 K を含めた低温で動作させることができる。大画素化による中性子イメージングへの展開を図る際、読み出し回路として 4 K で動作する単一磁束量子回路(SFQ 回路) [4]を利用するが、全固体パッケージの低温実装の観点から 4 K での動作は熱設計や信号伝達で有利となる。

図 1 がアレイ化した 8 CH の MgB_2 素子である。そのうちの 4 素子について、中性子照射を模擬する 20 ps パルスレーザーを照射し、CB-KID 法で同時測定することで、応答特性を調べた。

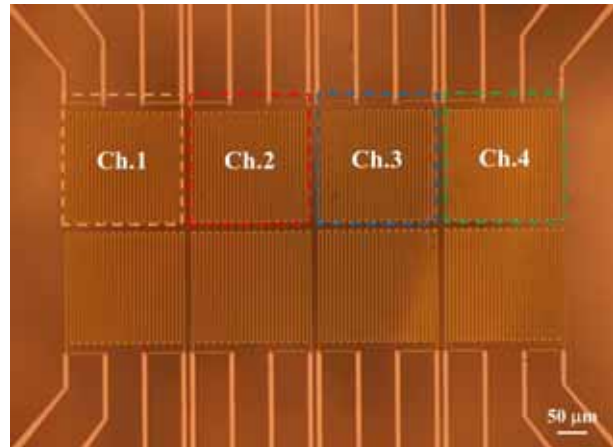


図 1 アレイ化した MgB_2 素子

3. 結果と考察

図 2 は、冷凍機内で 4 K に冷却された MgB_2 素子(図 1)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。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。レーザーの照射位置により、蛇行パターンがひとつの画素として独立に作用していることが分かった。また、運動インダクタンスの変化を示す電圧変化の波高 V_p は、各々の素子で一定であることから、各画素が同質で作製できていることが確認できた。これらの結果から、大画素化への道筋ができたと考えられる。

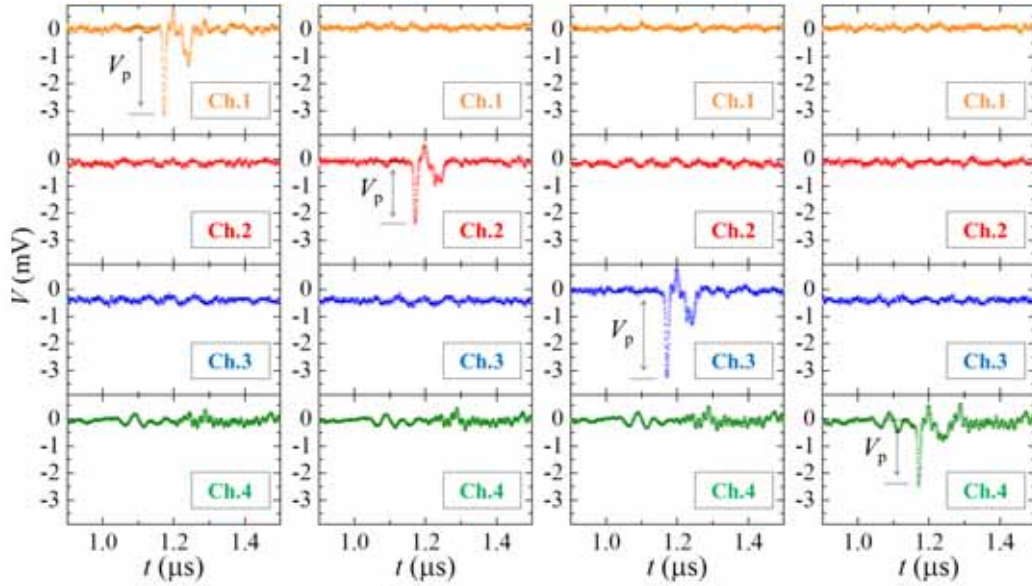


図 2 4 CH の MgB_2 素子のパルスレーザー照射に対する信号応答波形

4. まとめ

今回、アレイ化した 8 CH の MgB_2 素子を作製した。また、そのうち 4 つの素子について CB-KID 法による 4 K での独立動作に実証した。これにより、SFQ 回路と組み合わせたワンチップ化による効率的な大画素化への展開が期待できる。今後は、さらに画素数を増やした MgB_2 素子を作製し、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。最終的には中性子を照射し、中性子検出を試みる。

参考文献

- [1] J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, and J. Akimitsu, *Nature* **410** (2001) 63.
- [2] T. Ishida, M. Nishikawa, Y. Fujita, S. Okayasu, M. Katagiri, K. Satoh, T. Yotsuya, H. Shimakage, S. Miki, Z. Wang, M. Machida, T. Kano, and M. Kato, *J. Low Temp. Phys.* **151** (2008) 1074.
- [3] N. Yoshioka, I. Yagi, H. Shishido, T. Yotsuya, S. Miyajima, A. Fujimaki, S. Miki, Z. Wang, and T. Ishida, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **23** (2013) 2400604.
- [4] S. Miyajima, T. Kusumoto, K. Ito, Y. Akita, I. Yagi, N. Yoshioka, T. Ishida, S. Miki, Z. Wang, and A. Fujimaki, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **23** (2013) 6409411.

超伝導 MgB_2 薄膜の製膜と評価

三神敦¹, 穴戸寛明^{1,2}, 吉田卓也¹, 川井一樹¹, 米田豊¹, 野口悟^{1,2,3}, 石田武和^{1,2}

¹大阪府立大学工学研究科, ²大阪府立大学ナノファブリケーション研究所,

³大阪府立大学 21 世紀科学研究機構

1. はじめに

MgB_2 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 $T_c = 39 \text{ K}$ 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_2 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_2 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 ^{10}B と中性子の核反応を利用した、全固体素子 MgB_2 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_2 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_2 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_2 薄膜の作製は MBE 法を用いて行った。

蒸着時の真空度は約 $4 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 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_2 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、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 $0.01 \text{ \AA/sec}$ 以下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。

我々はサファイヤ基板の c 面を用いて c 軸配向した MgB_2 膜の作製に成功している[7]。しかし、エピタキシャル薄膜製膜にはいたっていない。サファイヤは大気中で 1000°C 以上で数時間熱処理するとステップ基板が作れることが報告されている[8]。我々は酸素中で 1000°C で 1 時間熱処理を行いステップ基板を作製した。作製した基板を原子間力顕微鏡(AFM)測定した結果ステップの高さは約 0.23 nm であり、理論値の 0.22 nm とほぼ一致している。この基板を用いて蒸着を行った。

さらに、 MgB_2 とのマッチングを考慮し 4H-SiC 基板の c 面を用いての製膜も行った。 MgB_2 とのミスマッチングが 4H-SiC 基板では 0.2% にまで抑えられる。一般にミスマッチングが小さい方が結晶性が改善されることが期待される。

基板温度は $300^\circ\text{C} \sim 350^\circ\text{C}$, B と Mg の蒸着速度の比は mol 比で $1:30 \sim 40$ 程度の条件で行い、 $50 \sim 100 \text{ nm}$ 程度の厚みの MgB_2 薄膜を得た。

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。また、AFM 測定、X 線回折(XRD)測定、電気抵抗測定を行い、薄膜の平坦性、結晶構造、抵抗温度依存性を評価した。

3. 結果と考察

図 1 に 4H-SiC 基板上に作製した MgB_2 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。

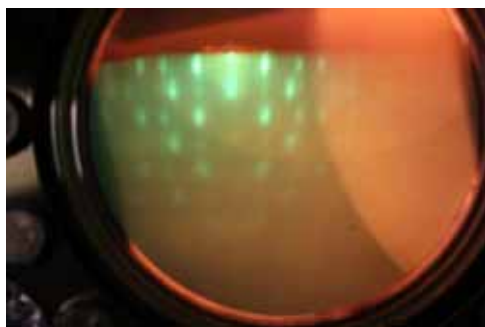


図 1 MgB_2 薄膜の RHEED の結果 (4H-SiC 基板)。

次に面間方向での X 線回折の結果を図 2 に示す。4H-SiC 基板のピーク以外に、 MgB_2 の (001) と (002) 反射が現れている。それ以外に 44° 付近に不純物ピークが表れている。(001) 反射のみが現れていることから、今回得られた MgB_2 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_2 (002) ピークについてロッギングカーブの測定を行ったところ、その半値幅は約 2.3° で配向性はやや不十分である。

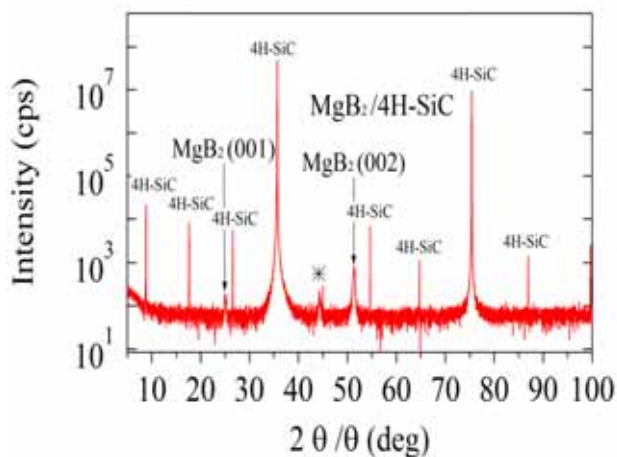


図 2 $\text{MgB}_2/4\text{H-SiC}$ 薄膜の X 線回折。

次にサファイヤ基板上に作製した MgB_2 薄膜の面間方向での X 線回折の結果を図 3 に示す。サファイヤ基板のピーク以外に、 MgB_2 の (001) と (002) 反射が現れている。また 4H-SiC と同様の不純物のピークが表れている。(001) 反射のみが現れていることから、少なくとも c 軸配向していることがわかる。また MgB_2 (002) ピークについてロッギングカーブの測定を行ったところ、その半値幅は約 2.7° で 4H-SiC より悪い。

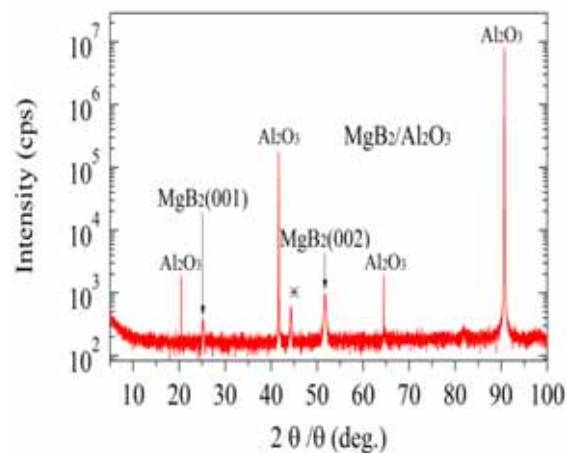


図 3 $\text{MgB}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜の X 線回折。

4. まとめ

我々は MBE 法を用いて MgB_2 超伝導薄膜の製膜を行った。サファイヤのステップ基板と 4H-SiC 基板上に膜厚 100 nm 程度の c 軸配向した膜の作製に成功した。

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.
- [7] 穴戸寛明 *et al.*, 第11回低温工学・超伝導若手合同講演会.
- [8] M. Yoshimoto *et al.*, App. Phys. Lett. **67**. (1995) 2615.

溶融水酸化物法を用いた (Y, Ca)Ba₂Cu₄O₈ エピタキシャル膜の作製と評価

Fabrication and characterization of (Y,Ca)Ba₂Cu₄O₈ epitaxial films using molten hydroxide method

船木 修平, 山田 容士
島根大学大学院総合理工学研究科
E-mail: s-funaki@riko.shimane-u.ac.jp

1. はじめに

REBa₂Cu₃O_y (RE123; RE=Y, Ln)薄膜の線材応用には磁場印加下における超伝導特性の向上が必要とされ, これまで様々な温度・磁場化における超伝導特性について盛んに研究されてきた[1]. しかしながら, RE123 は磁場下における超伝導特性の劣化に加え, 作製時に必要とされる高温環境が実用化への課題となっている. 一方 REBa₂Cu₄O₈ (RE124)は RE123 に比べ安定相となる温度が低いことや, 二重の Cu-O 鎖構造を有するため結晶中の酸素欠損や構造的な乱れが生じ難いという性質を持つ. さらに, RE123 に比べ超伝導転移温度(T_c)が低いものの, Y³⁺サイトに Ca²⁺を一部置換させることで T_c が 90 K まで上昇するという特徴も併せ持っている[2]. また近年では, 溶融水酸化物を用いたフラックス法で, 大気中において低温かつ短時間で RE124 相を作製した報告があり, 実用化に向け多望な材料であると考えられる[3, 4].

これからのことから, 本研究では RE124 の線材応用を目的とし, 溶融水酸化物法を用いて様々な作製温度で Ca ドープ量の異なる Y_{1-x}Ca_xBa₂Cu₄O₈ (YCa124)膜の作製を試み, 得られた膜の配向性, 自己磁場下及び低温・高磁場下における超伝導特性について検討を行った.

2. 実験方法

YCa124 (Ca ドープ量 $x=0\sim0.15$)の混合粉 10 g と NdGaO₃ (001)単結晶(NGO)基板をアルミナ製の坩堝に入れ, その上に混合粉の質量に対して 100 wt%(10 g)の水酸化カリウム(KOH)を加え, 大気中において 500~800°C で 12 h 加熱処理を施した. その後, KOH 及び K₂CO₃ を除去するために, 水及びエタノールに浸して超音波洗浄を行った.

結晶構造を XRD 法により, 結晶粒形を SEM 観察により, 超伝導特性を直流 4 端子法及び超伝導量子干渉素子(SQUID)により評価した.

3. 結果及び考察

図 1 に 650°C で作製した Y124 膜及び YCa124 ($x=0.1$)膜の XRD $2\theta/\theta$ 測定結果を示す. 124 相(00l)面

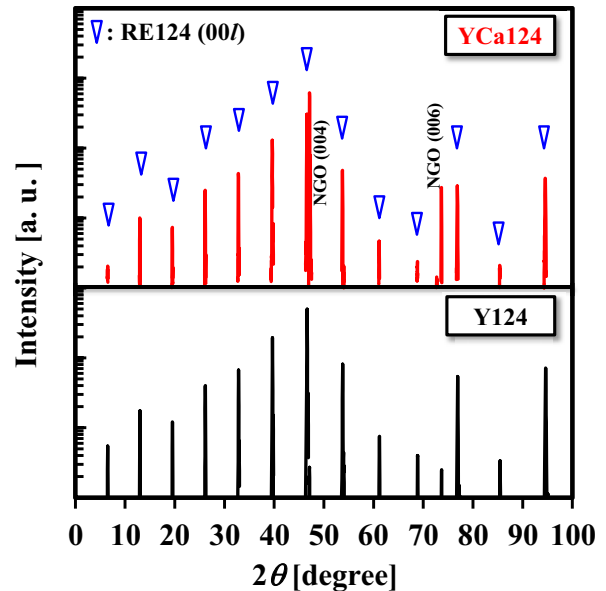


Fig. 1 XRD 2θ patterns of Y124 and YCa124 film

からの強い回折ピークのみが観察でき, 124 単相で c 軸配向していることが確認できる. また, 図 2 に(a) Y124 膜及び(b) YCa124 ($x=0.1$)膜の XRD $2\theta/\phi$ 測定 (ϕ -scan)結果を示す. NGO 基板に対し面内方向に 45 ° 回転して配向し, さらに 4 回対称であることが確認できる. これからのことから, 得られた膜は NGO 基板上に 2 軸配向していることがわかった.

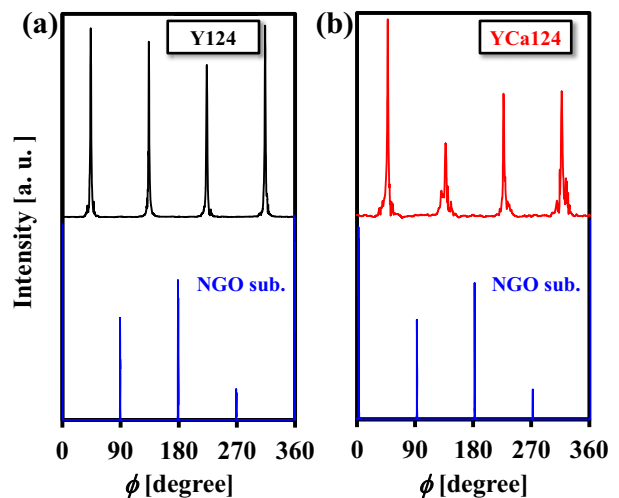


Fig. 2 XRD $2\theta/\phi$ patterns (ϕ -scan) of (a) Y124 and (b) YCa124 film. Diffraction peaks of both film and NGO substrate were observed by the Y124 (108) and NGO (204) reflection, respectively.

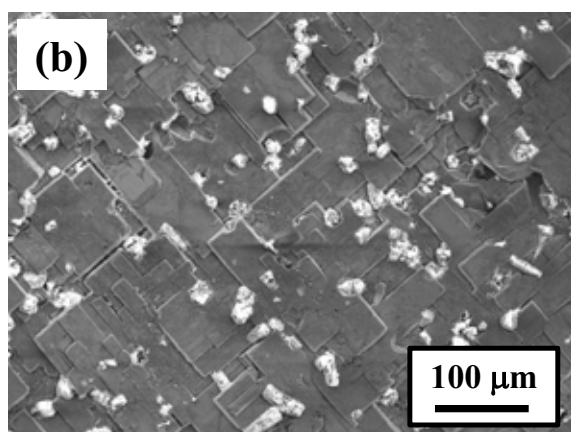
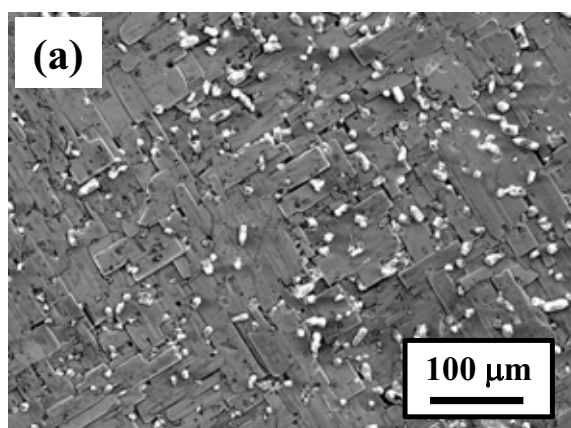


Fig. 3 Surface morphology of (a) Y124 and (b) YCa124 films

得られた試料の結晶性を評価するために、SEM による表面観察を行った。図 3 に (a) Y124 膜及び (b) YCa124 ($x=0.1$) 膜の表面 SEM 像を示す。いずれの膜も $50\text{ }\mu\text{m}$ を超える大きな結晶粒が緻密に成長しており、Ca をドーピングすることで結晶粒径が大きくなることがわかった。

自己磁場下における超伝導特性として、直流 4 端子法による R - T curve 測定及び SQUID による磁化率から T_c の評価を行った。図 4 に Y124 膜及び YCa124 ($x=0.1$) 膜の R - T curve を示す。Y124 膜の T_c が 80 K 程度であるのに対し、Ca を 0.1 mol ドープした YCa124 膜は 90 K に匹敵する T_c を示した。これは、先行研究で得られている結果の様に、アンダードーピング型の Y124 において Ca^{2+} が Y^{3+} サイトに置換し、ホールがドーピングされたためと考えられる。これらの結果から、熔融水酸化物法は大気中・低温において RE124 エピタキシャル膜を作製する有能な手法であり、さらに Ca をドーピングすることで結晶性、超伝導特性の向上を可能とすると考えられる。

作製温度、Ca ドープ量の異なる膜、及び磁場中における超伝導特性については当日報告する、

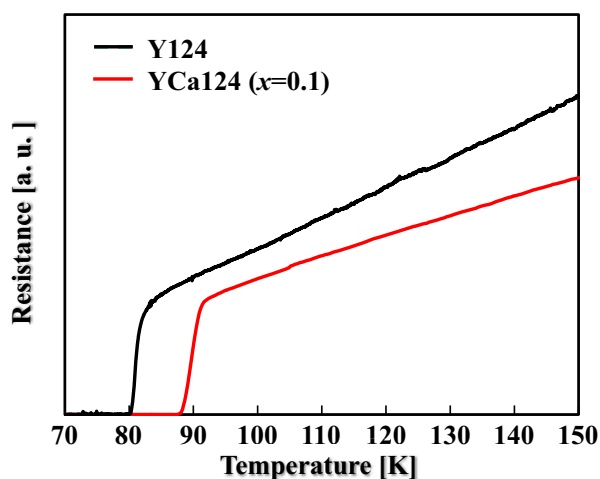


Fig. 4 R - T curves of Y124 and YCa124 ($x=0.1$) film.

【参考文献】

- [1] M. Inoue, T. Kiss, T. Kuga, M. Ishimaru, M. Takeo, T. Matsushita, Y. Iijima, K. Kakimoto, T. Saitoh, S. Awaji, K. Watanabe and Y. Shiohara, *Physica C* **392–396** (2003) 1078–1082
- [2] T. Miyatake, S. Gotoh, N. Koshizuka, S. Tanaka, *Nature* **341** (1989) 41–42
- [3] D. Sandford, L. N. Marquez, A. M. Stacy, *Appl. Phys. Lett.* **67** (1995) 422–423
- [4] Y. T. Song, J. B. Peng, X. Wang, G. L. Sun, C. T. Lin, J. *Cryst. Growth* **300** (2007) 263–266

HTS-SQUID を用いたサンプル回転方式小型磁化率計の高感度化

Improvement of Sensitivity for a Compact Magnetometer Using HTS-SQUID with Rotating Sample

岡山大自然, °濱崎 大地, 岡本 直大 モハマド マウルディ サーリ,

堺 健司, 紀和 利彦, 塚田 啓二

E-mail: (濱崎) en20442@s.okayama-u.ac.jp, (塚田) tsukada@cc.okayama-u.ac.jp

1. 研究背景

産業分野では非破壊検査等, 医療分野では生体磁気応用など, 磁性を応用した研究開発が盛んにされている. 物質の重要な特性である磁性を評価することは幅広い応用が期待できる. そのため, 物質の磁化率や磁気応答を正確に計測する技術が必要である. 物質の磁性を測定するのに, 磁化率計がある. 更なる磁性応用の発展ためには, 常磁性体や反磁性体などの磁気応答の非常に小さな物質の測定が可能なほど高感度で扱いやすい磁化率計求められる.

我々は HTS-SQUID を用いた高感度な磁化率計の開発を行っている^{[1][2]}. 一般的な直流磁化率計のサンプル振動型磁化率計である VSM (Vibrating Sample Magnetometer) は均一磁場内でサンプルを振動させて, サンプルからの 2 次的な磁場を取得する. それに対し, 本研究で開発したサンプル回転型磁化率計は, 円盤に固定したサンプルが磁極間を通過する時にサンプルを磁化し, 磁化したサンプルからの 2 次的な磁場を取得する. サンプル回転型は, 振動型に比べて簡単にサンプルを高速に動かすことができるため, 出力を高くすることができるので高感度化が容易に達成できる. また複数のサンプルを同時に測定できるといった利点もあり, 様々な応用が期待される. 現在までに開発したサンプル回転方式磁化率計において, サンプルの回転速度の減衰といった問題点がみられたことから, 回転モーターについての改良を行った. さらに, 感度向上のため, ピックアップコイル形状について検討をした.

2. 開発したシステム・測定手順

図 1 に開発した磁化率計のシステム構成を示す. 本磁化率計は, サンプルを回転する円盤に固定し, 磁極間を通過させてサンプルからの 2 次的な磁場を検出する回転型磁化率計である. 測定手順は, サンプルが固定された円盤を回転させ, サンプルが磁極間を通過する時に磁化し, 磁化したサンプルから 2 次的な磁場が発生し, その磁場がピックアップコイルを貫く磁束を変動させることで検出できる. ピックアップコイルで検出された磁場を直列に接続したインプットコイルを通して SQUID に伝達させ, SQUID によって, 磁気信号を増幅する. サンプルを振動させるよりも回転させることで, 簡単なシステムでサンプルを高速で動かすことができるため, VSM に比べて, 装置の小型化が可能となった.

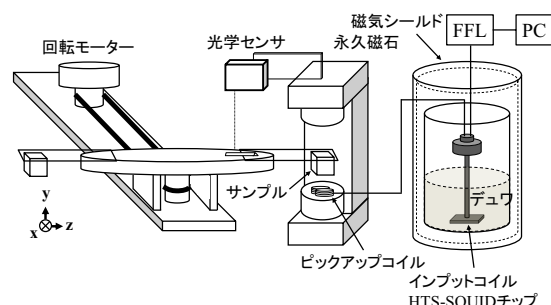


図 1 開発した磁化率計の構成

ピックアップコイルには, 銅のコイルを 2 つ逆巻きに接続して作製したグラジオメーターを使用している. グラジオメーターにすることで, 印加磁場や環境磁場の影響を低減することができる. それにより, SQUID を安定に動作可能である.

また, 出力波形を加算平均することでノイズの除去を行っている. 回転するサンプルがピックアップ上を通過するときのみ, 磁気信号が検出されるので, サンプルの時間波形を 1 サイクルごとに切り出して加算平均をすることで, S/N 比を向上できる.

3. 開発した磁化率計の高感度化

3.1 回転モーターの変更

今までの磁化率計には, 電磁雑音を懸念し, 動作原理上磁気雑音が発生しない超音波モーターを使用していた. しかし, 図 2 に示すように超音波モーターでは, 時間経過とともに発熱により回転速度が減衰していくことが分かった. 回転速度が時間とともに変化してしまうことにより, 出力波形の再現性が低下し, 加算平均処理が正確にできない. 結果として, 測定の精度が低下していた. そこで, 超音波モーターから電磁モーターに変更して回転の安定性を評価した. 図 2 より, 電磁モーターは超音波モーターと比べて, 時間が経過しても速度が減衰しないことが分かった. それぞれのモーターを用い, 図 2 の回転条件で蒸留水を測定し, 回転開始直後と回転後 20 秒経過した時点で得られた生の出力波形を取得した. 図 3 は取得した出力波形である. 出力波形は加算平均処理なしである. 図 3 から分かるように, 速度減衰のほとんどない電磁モーターでは, 20 秒経過しても出力波形に変化がほとんど無いことが確認できる. また,

モーターの電源を入れたときの環境磁場ノイズをスペクトラムアナライザで測定し、超音波モーターと電磁モーターで比較を行ったが、電磁モーターに変更したことによるノイズの影響はほとんどないことが確認できた。以上のことから電磁モーターに変更したことにより、回転時間が経過しても速度の変化がなくなり、一定の速度でサンプルを回転させることが可能となった。測定で得られる出力波形のばらつきが低減されたので、正確な加算平均処理ができ、再現性が良くなった。

3.2 ピックアップコイル形状の最適化

磁化率計の更なる高感度化を実現するため、ピックアップコイル形状の最適化を行った。今までは、ピックアップコイルに円形コイルを使用していた。そこで我々は、グラジオメーターのバランスを向上させるためにベースラインを短くすることを考え、楕円形コイルでピックアップコイルを作製した。そこで、今までの円形コイルと楕円形コイルの比較を行った。まず、円形コイルと楕円形コイルの出力波形を比較するために、サンプルサイズ底面 $25 \times 25 \text{ mm}^2$ 、高さ 16 mm 、サンプルの回転速度 80 rpm 、円形コイルの直径 26 mm 、楕円形コイル $13 \times 26 \text{ mm}^2$ の条件として、ピックアップコイル上をサンプルが通過するときの出力信号のシミュレーションを行い、この波形の周波数解析をした。シミュレーション結果の出力波形を FFT (Fast Fourier

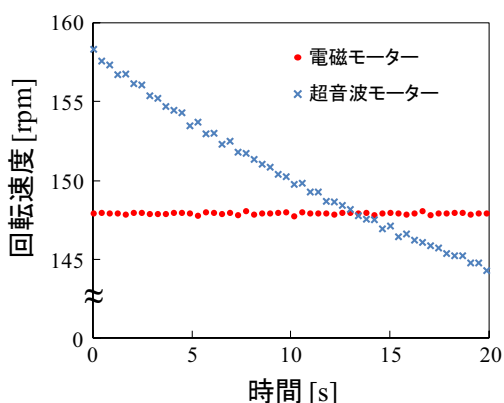


図2 各モーター回転速度の時間変化

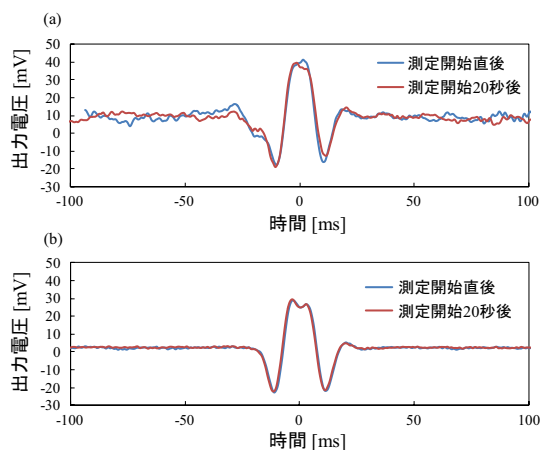


図3 回転速度変化による出力波形
(a) 超音波モーター (b) 電磁モーター

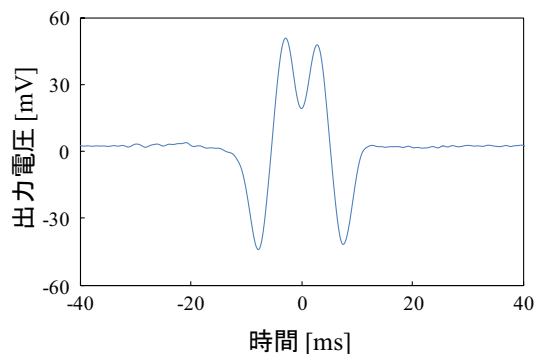


図4 改良を行った磁化率計による
蒸留水の測定結果

Transform) 解析し、最大強度で規格化したところ、円形コイルに比べて、楕円形コイルの出力波形のほうが高周波成分を多く含むことが確認できた。SQUID は高周波になるほど感度が向上するため、円形コイルに比べて、楕円形コイルのほうが、ほぼ同じパラメーターのコイルにおいて、高感度に測定が可能であることがわかる。そこで、楕円形コイルを磁化率計のピックアップコイルとして用いることにした。

3.3 改善した磁化率計の検出限界

改善した磁化率計を用いて蒸留水の測定を行い、分解能を評価した。印加磁場 300 mT 、サンプルの回転速度 207 rpm 、ローパスフィルターのカットオフ周波数 200 Hz 、平均回数 100 回の条件で測定を行った。図4に蒸留水の測定結果を示す。S/Nを計算すると 45.7 dB となった。この S/N 比を用いて、蒸留水の磁化率の絶対値 $7.2 \times 10^{-7} \text{ emu}$ であることから、改善したシステムの検出限界を求めると $3.8 \times 10^{-9} \text{ emu}$ となった。

4. まとめ

今までに開発したサンプル回転型磁化率計の高精度化・高感度化を行った。回転モーターを変更することで測定の再現性を向上させることができた。またピックアップコイル形状を楕円形にすることで、今までより高い S/N 比での計測が可能となり、開発した磁化率計は検出限界として $3.8 \times 10^{-9} \text{ emu}$ が得られた。

5. 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]M. Mawardi, K. Sakai, T. Kiwa, A. Tsukamoto, S. Adachi, K. Tanabe, A. Kandori, and K. Tsukada : “Development of a compact moving-sample magnetometer using high- T_c superconducting quantum interference device”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 51, No. 4, 046601 (2012)
- [2]K. Sakai, M. M. Saari, T. Kiwa, A. Tsukamoto, S. Adachi, K. Tanabe, A. Kandori, and K. Tsukada : “Development of a compact DC magnetometer using HTS-SQUID and a rotating sample”, *Supercond. Sci. Technol.*, Vol. 25, No. 4, 045005 (2012)

直冷式平面型 HTS-SQUID グラジオメータを用いた太陽電池評価

Evaluation of Solar Panels using a Direct-cooled Flat-type HTS-SQUID gradiometer

岡山大自然 ○宮崎 真伍, 糟谷 尚平, モハマド マワルディ サーリ, 堺 健司, 紀和 利彦, 塚田 啓二

Email: tsukada@cc.okayama-u.ac.jp

Abstract ランプエッジ型ジョセフソン接合を有する High Critical Temperature Superconductor Superconducting Quantum Interference Device (HTS-SQUID) グラジオメータを用いた磁気計測により太陽電池パネルにおける電流分布を可視化するシステムを開発した. 本システムでは, パネル表面に垂直な独立 2 成分の磁場 ($\partial B_z/\partial x$, $\partial B_z/\partial y$) を検出し, この検出された 2 つの信号から電流方向・強度を画像化できる. また, 商用のアモルファスシリコン型の太陽電池を測定した結果, 開発したシステムを用いることにより正確に DC 電流分布の均一性を評価することができ, 太陽電池パネルの欠陥検出に適用可能であると考ええる.

1. はじめに

太陽電池は持続可能なエネルギー源を実現させるデバイスとして期待されている. 高効率・高耐久性の電池を開発するための応答特性評価として非破壊評価は重要であると言える.

我々のグループでは超高感度な磁気センサである超伝導量子干渉素子(SQUID)を用いて, 太陽電池評価システムを開発している. その中で, 常伝導ピックアップコイルと HTS-SQUID を用い, 太陽電池パネルの電気特性マッピングシステムを開発してきた[1]. このシステムは太陽電池パネルにおける微分コンダクタンス特性に依存した値を評価することが可能であった. また, HTS-SQUID をサンプルから分離できるため装置の自由度があり, ピックアップコイルをサンプルに近接させることができる一方, 信号取得のために変調電圧を太陽電池に印加する必要があったためパネルに流れる電流の大きさを評価することは困難であった. そこで, 本研究では HTS-SQUID グラジオメータを用いてサンプルからの磁場を直接検出する直接型検出システムを開発した. 本システムを用いることによって太陽電池の電流分布計測を行ったので報告する.

2. 計測システムの構成

本研究で開発した計測システムを図 1 に示す. 本システムでは, オフセット電圧 V_{ϕ_0} を測定サンプルに印加し, サンプル表面に現れたサンプルに垂直な独立 2 成分 ($\partial B_z/\partial x$, $\partial B_z/\partial y$) の磁場を検出するため平面型 HTS-SQUID グラジオメータを用いた. この 2 つの信号はサンプルから発生する磁場勾配を検出していることになる. したがって, この得られた 2 成分の信号を用いてサンプルに流れる電流量の大きさ, 電流の流れる方向を算出することが可能である. グラジオメータは HTS-SQUID と同一基板上に作製し, ベースラインは約 7.5mm のものを用いた. また, SQUID のジョセフソン接合にはランプエッジ型を適用した[2]. HTS-SQUID はサファイアロッド上に設置し, 熱伝導

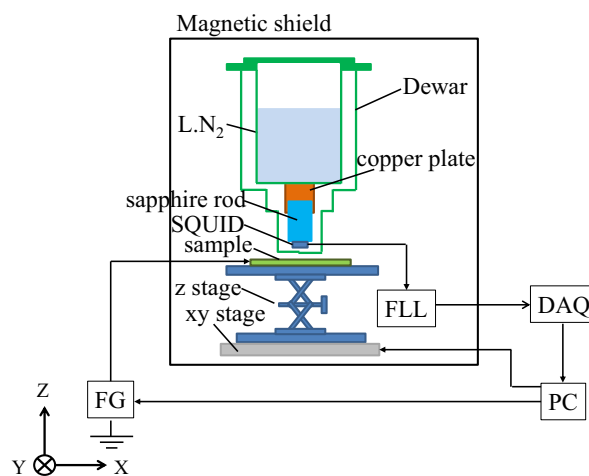


図 1 計測システム

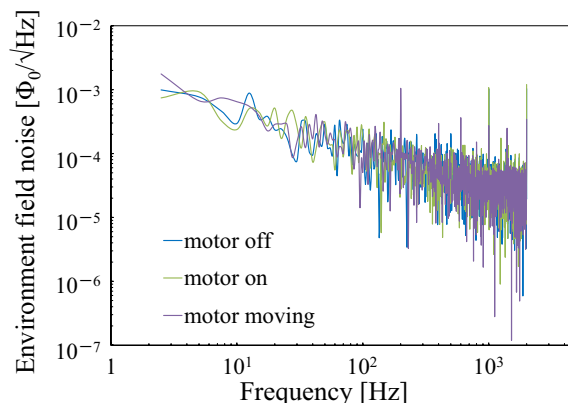


図 2 ノイズ特性

を介して液体窒素により冷却した. HTS-SQUID と測定サンプルは, 2 層パーマロイ磁気シールド内に設置した. 磁気シールドのサイズは 912 mm×700 mm×942 mm である. また, 高い空間分解能で再現性の高い自動測定を可能にするために, 測定サンプルは PC 制御の自動化ステージ上に配置した. 図 2 に構築したシステムの磁束ノイズレベルを示す. 自動測定用の XY ステージを励磁, 動作させている時においてほとんど変

化はなかった。

3. 実験結果及び考察

本システムで得られる信号は HTS-SQUID 直下のサンプルに流れた電流から発生する垂直な独立 2 成分の $\partial B_z / \partial x$, $-\partial B_z / \partial y$ である。したがって、この得られた 2 成分の信号を用いてサンプルに流れている電流量の大きさ、電流の位相角を算出することが可能である。電流 ($I_x = \partial B_z / \partial x$, $I_y = -\partial B_z / \partial y$) の大きさは次式(1)で表せる。

$$I = (I_x^2 + I_y^2)^{1/2} = \left\{ (\partial B_z / \partial x)^2 + (-\partial B_z / \partial y)^2 \right\}^{1/2} \quad (1)$$

電流の位相角 θ は次式(2)で表せる。

$$\theta = \tan^{-1} \left(\frac{I_x}{I_y} \right) - \frac{\pi}{2} = \tan^{-1} \left(\frac{-\partial B_z / \partial y}{\partial B_z / \partial x} \right) - \frac{\pi}{2} \quad (2)$$

上記した計算により得られた電流位相を矢印を用いてベクトル表示し、電流強度の等高線を表示した電流アローマップを描いた。テストサンプルには商用のアモルファス型太陽電池を用いて実験を行った。パネルの有効面積は 141.9 mm×107.0 mm であり、厚さは 2.3 mm であった。このサンプルに対して直流電圧 9 V を印加し、サンプル表面から発生する磁場を元に直流電流分布を計測した。測定範囲は 80 mm×60 mm、測定間隔は 2 mm として、計 1200 点をそれぞれ計測した。また、同一サンプルに人工的に裏面電極を剥離した欠陥を付け、欠陥がある場合とない場合における電流分布の比較を行った。なお、実験は光源のない状態で太陽電池の裏面から行った。図 3 に測定結果を示す。その結果、欠陥を付けていない状態の太陽電池パネルであっても、外部正電極付近では直流電流が一様に流れておらず電極間と垂直方向に流れる成分があることが読み取れる。また、人工的に欠陥をつけた場合には、電流分布の不均一な部分が欠陥箇所付近へとシフトしていることがわかる。また、電流分布においてもより複雑な流れ方をしていることが読み取れる。したがって、このことから開発したシステムを用いることで太陽電池パネルに流れる電流の不均一性を高感度に評価できるといえる。

4. まとめ

HTS-SQUID グラジオメータを使用した太陽電池パネルの電流分布を可視化するシステムを開発した。グラジオメータを用いて太陽電池パネルに垂直な独立 2 成分の磁場を検出することによって電流分布を可視化することができる。開発したシステムは、アモルファスシリコン太陽電池において欠陥の有無に関わらず DC 電流分布の不均一な電流位相と場所を可視化することができた。したがって、開発したシステムは、太陽電池の開発の過程、またその後の非破壊検査方法として有用であるといえる。また、開発したシステム

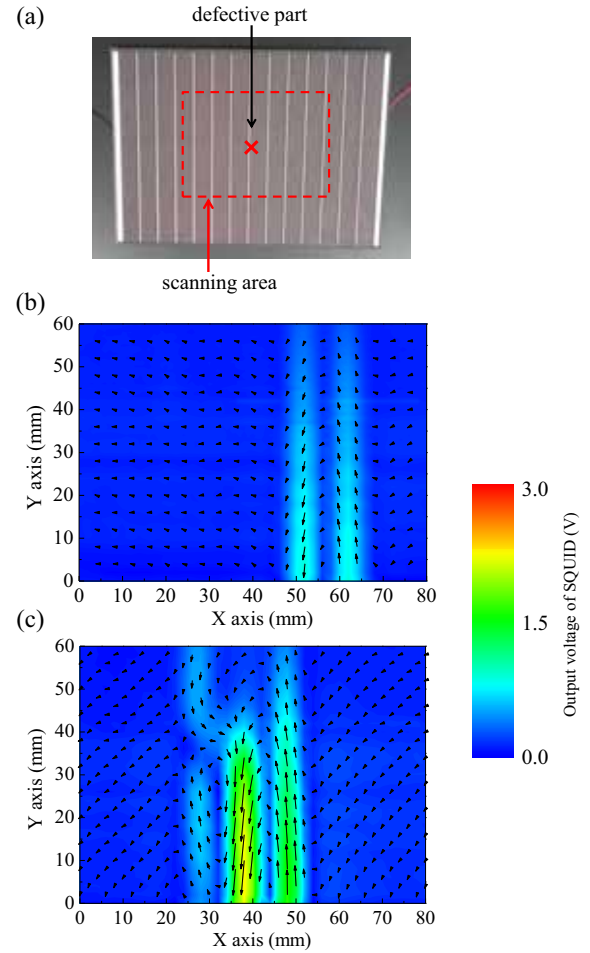


図 3 (a)太陽電池パネル (b)電流分布計測 (欠陥なし) (c)電流分布計測 (欠陥あり)

は電流分布の均一性を高感度で評価できるシステムとして様々な種類の太陽電池パネルに応用することが可能であると考えられる。

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] Kiwa T, Maedaa S, Miyake K, Kataoka N, Tsukamoto A, Adachi S, Tanabe K, Kandori A and Tsukada K 2011 Physica C: Superconductivity 471 1238–41
- [2] Adachi S, Hata K, Sugano T, Wakana H, Hato T, Tarutani Y and Tanabe K 2008 Physica C: Superconductivity 468 1936–41

高温超伝導 rf-SQUID 用基板共振器の共振特性

○酒井 章, 松井 保憲, 宮戸 祐治, 糸崎 秀夫

大阪大学大学院 基礎工学研究科

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

はじめに

超伝導量子干渉素子(SQUID)は非常に高感度な磁気センサであり、様々な磁気計測において活用されている。SQUID の一種である rf-SQUID は、読み出しコイルに高周波信号を印加することにより、共振器と SQUID の間に共振状態を作りだし、駆動回路により FLL(flux locked loop)制御することで磁場を測定する。本研究では、高温超伝導体の YBCO 薄膜を微細加工することにより、SQUID を作製している。これまで過去に報告されてきた共振器と SQUID を参考にして作製してきたが、独自の用途に向け、構造を最適化する必要があった。SQUID のみでは共振周波数が 1 GHz 程度と非常に高いので、円盤状共振器を適切にデザインすることによって、一般的な駆動回路の周波数範囲(450MHz~900MHz)に収まるような共振器の構造を調整する必要がある。また、共振周波数 f は

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (1)$$

で表されるが、共振器にフリップチップ実装した SQUID のカップリングにより、共振器の共振特性が変化する。その特性を表す共振周波数について、共振器の内径依存性と外径依存性を、実験と高周波電磁界シミュレーションから検討した。

実験

STO 基板上に約 120 nm 堆積した YBCO 薄膜をフォトリソグラフィにより加工し、rf-SQUID と共振器を作製した。図 2 に示すように、rf-SQUID はループサイズを $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ 、外径を 3.5 mm、スリット幅 $10 \mu\text{m}$ で作

製した。一方共振器は、スリット幅を $50 \mu\text{m}$ で固定し、内径を 0.2 mm から 1.6 mm、外径を 4.0 mm から 6.8 mm に変化させた。サイズを変えて作製した各共振器と rf-SQUID を組み合わせて、ネットワークアナライザで S_{11} パラメータ(300 kHz~1GHz)を測定した。ネットワークアナライザと読み出しコイルを同軸ケーブルでつなぎ、読み出しコイルの 0.5 mm 直上に共振器と rf-SQUID を固定した。冷却時は読み出しコイル、rf-SQUID、共振器の組を液体窒素の中に浸漬した。また、測定中は三重磁気シールドで囲い、さらにシールドルーム内で行った。

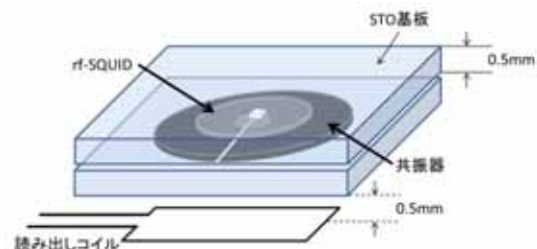


図1 フリップチップ実装した rf-SQUID と共振器の模式図

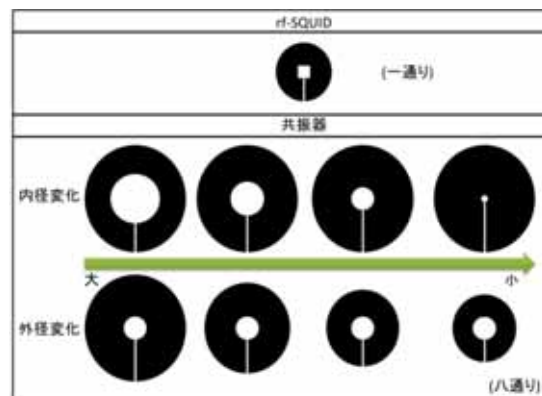


図2 作製した共振器の形状変化の様子

高周波電磁界シミュレーション

共振特性のシミュレーションには、ファラッド社の3次元電磁界解析シミュレータ FEKO を用いた。計算にはモーメント法（境界要素法）が用いられており、超伝導体を完全導体に、STO 基板の誘電率を 2000 に設定した。また、rf-SQUID、共振器の各形状は実験に合わせてモデリングし、コイルと組み合わせた配置も同じにした。高周波電流のポートはコイルに置いた。各々の形状に対して 450~900 MHz の帯域で S_{11} パラメータを計算し、反射波が大きく減衰している周波数を共振点と定義した。

実験とシミュレーションの比較

実験で超伝導由来の一番大きな Q を有する共振点とシミュレーションの共振点を比較すると、ほぼ共振周波数が一致した。

① 共振器の内径を変化させた場合

外径を 6.8 mm で固定し、内径を 0.2~1.6 mm 変化させたときには、どの共振器の内径に対しても、共振周波数の変化はほとんど見られなかった。rf-SQUID のループサイズは $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ であったのに対し、共振器の内径は最小で 200 μm であり、SQUID のループの方が小さいことが理由と考えられる。この結果から、フリップチップ実装した場合、rf-SQUID と共振器の超伝導体が重なっているため、電磁場に対する影響は両方の超伝導体を一体の超伝導体とみなした場合と同様といえる。

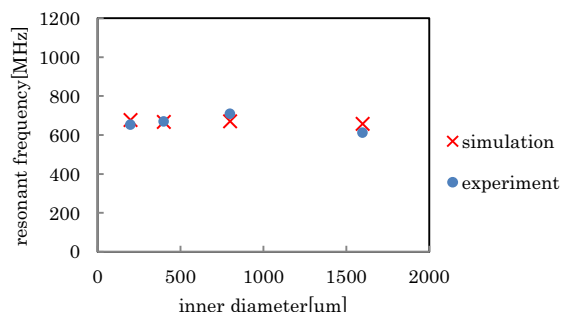


図3 rf-SQUID の共振周波数の内径依存性
(外径は 6.8 mm で一定)

② 共振器の外径を変化させた場合

内径を 0.4 mm に固定し、外径は 4.0~6.8 mm の範囲で変化させた。外径を大きくすると、インダクタンスは増大することから、式(1)からも分かるように、共振周波数は低下した。

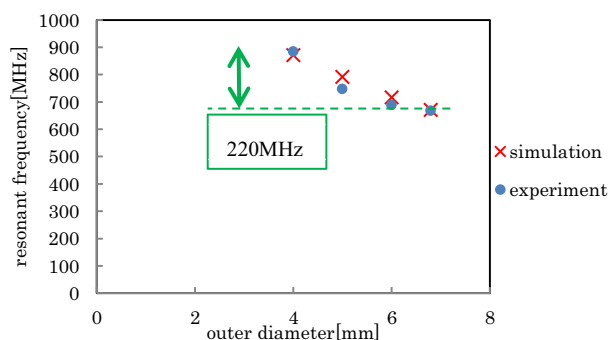


図4 rf-SQUID の共振周波数の外径依存性
(内径は 0.4 mm で一定)

まとめ

実験から、共振周波数は rf-SQUID と共振器の両方の超伝導体を重ねて一体とみなした形状に依存することが確認できた。本実験では、内径が rf-SQUID、外径が共振器に依存している。共振器の外径を 4.0 mm 以上にするすることで、共振周波数は 870 MHz 以下になり、FLL 制御帯域内(450~900 MHz)に収まることがわかった。

また、これらの結果からシミュレーションと実験値が規格化せずにほぼ一致しているため、シミュレーションの妥当性も確認された。

参考文献

- [1] Ji-Cheng Chen, Chiu-Hsien Wu and Kuen-Lin Chen, Journal of the Korean Physical Society, Vol. 48, No. 5, May 2006, pp. 1100_1103
- [2] Y. Zhang*, N. Wolters, X. H. Zeng, J. Schubert, W. zander, H. Soltner, H. R. Yi, M. Banzet, F. Rue ders and A. I. Braginski, Applied Superconductivity Vol. 6, Nos 7-9, pp. 385-390, 1998

絶縁磁性材料の測定が可能な AFM-SQUID 顕微鏡

久山 耕平, 宮戸 祐治, 糸崎 秀夫

大阪大学大学院 基礎工学研究科

E-mail: kouheihisayama094@s.ee.es.osaka-u.ac.jp

はじめに： 磁性材料の微細磁気構造の観察を目的として、走査プローブ顕微鏡（SPM）と超伝導量子干渉素子（SQUID）を組み合わせた走査プローブ SQUID 顕微鏡を開発している。特に、nm オーダで探針と試料を接近させ走査するため、走査トンネル顕微鏡（STM）を用いて、そのプローブとしてフラックスガイドの役割を兼ねる高透磁率のパーマロイプローブを試料と SQUID の間に配置した、STM-SQUID 顕微鏡を開発してきた [1]。しかしながら、STM-SQUID 顕微鏡は、STM の原理上、観察できる試料は表面が導電性のものに限られていた。絶縁性の試料を測定するには、導電性薄膜を試料に蒸着する必要がある、試料表面に影響を与えてしまう可能性がある。そこで本研究では、表面が絶縁性の試料においても測定を可能にするべく、原子間力顕微鏡（AFM）に注目し、SQUID と組み合わせた AFM-SQUID 顕微鏡を開発した。本装置では、振動するプローブにより、プローブと試料間の原子間力を検出することでプローブ・試料間の距離を一定に保つ制御をしながら、プローブによって試料の局所磁場を SQUID へと伝達する。

装置構成： 開発した装置の構成を図 1 に示す。市販の AFM 装置をベースにして、SQUID 及びプローブを固定したクライオスタットヘッドを搭載した。SQUID には SrTiO₃ バイクリスタル基板上に成膜した YBCO を微細加工したワッシャサ

イズ 3.5 mm の rf-SQUID を用いた。試料・プローブ及び SQUID は真空中に設置されており、試料は室温、SQUID のみをサファイヤロッドを介して LN₂ により臨界温度を下回るまで冷却する。図 2 に示す音叉型水晶振動子は、プローブの振動を読み取る、力センサとしての役割を果たす。AFM の機能を実現するために、この音叉型水晶振動子に、電解研磨により作成した先端曲率半径 100 nm 以下のパーマロイプローブを接着し、固定した（図 3）。

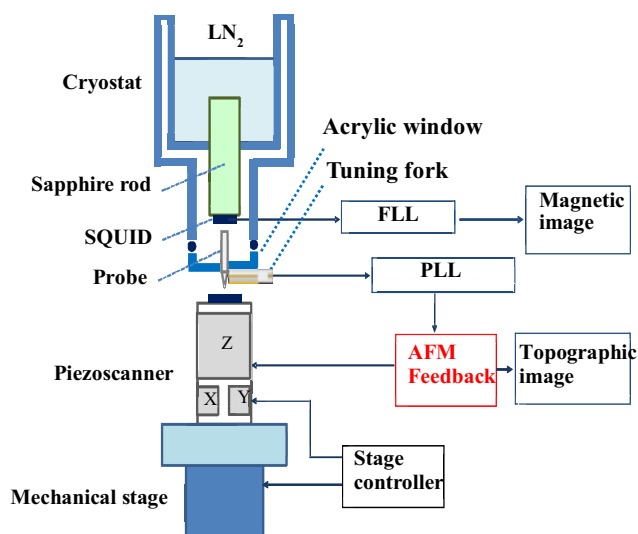


図 1 AFM-SQUID 顕微鏡の装置

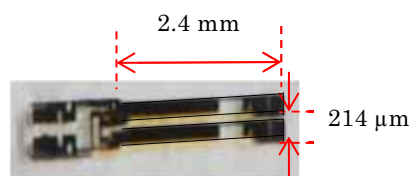


図 2 AFM に用いた音叉型水晶振動子



図3 電解研磨により作製したプローブのSEM像と音叉型水晶振動子に接着した様子

結果と考察: プローブは、試料表面の磁場を SQUID へと導くフラックスガイドとしての役割を持つため、ある程度の長さが必要である。元々プローブを固定する前は 32.6 kHz で共振するが、プローブを接着した音叉型水晶振動子の共振周波数は、プローブの質量により、約 31 kHz と約 13 kHz の 2 つの共振ピークに分裂した。どちらのピークを用いても、探針・試料間の距離を制御することが可能である。今回、音叉型水晶振動子は共振周波数である約 30 kHz で励振させることにより、周波数変調方式 AFM で探針・試料間距離制御を行った。AFM の機能を評価するため、CD のピットの測定を行った (図 4)。

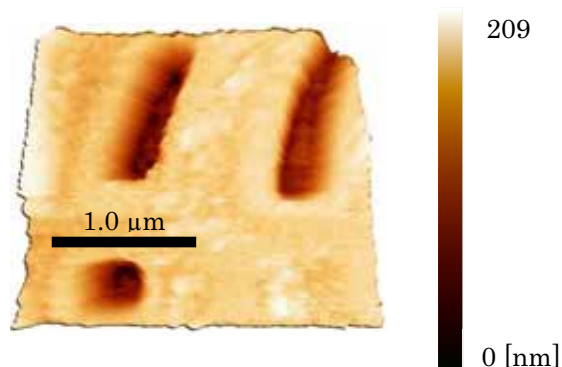


図4 AFM 機能評価のための CD ピット計測

これにより、表面形状観察において、サブミクロンオーダーの分解能を有していることが分かった。この AFM-SQUID 顕微鏡により、真空中の絶縁性試料に対して室温での磁気測定が可能となった。図 5 は、AFM-SQUID により測定した絶縁性試料である鉄ガーネットの磁気像である。約 25 μm 幅

の縞状の磁区が観測できる。これにより、試料が絶縁性であっても磁気計測が可能であることが分かった。

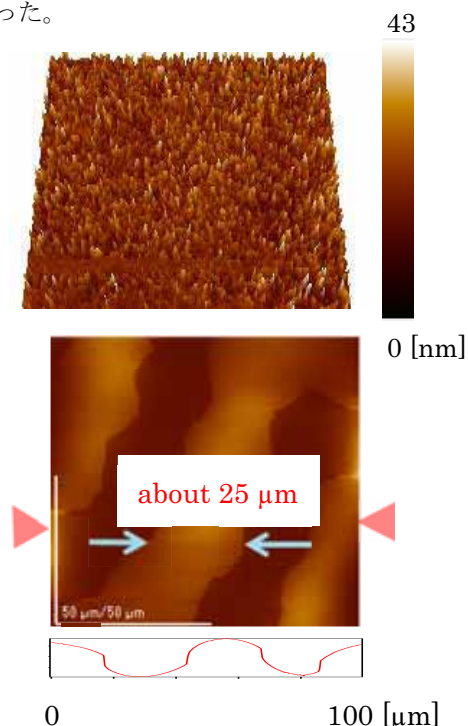


図5 絶縁性の磁性材料である鉄ガーネットの AFM による表面形状像と、同時取得した AFM-SQUID による磁場像と、三角で示した位置のラインプロファイル。

まとめ: パーマロイプローブを音叉型水晶振動子に接着することにより、原子間力を検知し AFM の機能を実現することで、プローブ先端と試料表面を接近させることに成功した。また、試料表面の磁場をプローブを介して SQUID へと伝達することで、表面形状の画像と共に試料表面の磁場の様子を観察することができた。この時、観察した試料は、絶縁性の磁性材料である鉄ガーネットであり、約 25 μm の大きさの磁区構造を観察できた。これにより、絶縁磁性材料の磁場計測が可能であることが分かった。

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.

HTS-SQUID を用いた AC/DC 複合小型磁化率計

Compact AC/DC magnetometer using HTS-SQUID

高木 竜輝[○], モハammadワルディサーリ, 石原優一, 堺健司, 紀和利彦, 塚田啓二

岡山大学大学院 自然科学研究科

E-mail: en420472@s.okayama-u.ac.jp

Abstract High Temperature Superconductor - Superconducting Quantum Interference Device (HTS-SQUID) と常伝導一次微分コイルを検出部とした AC/DC 複合小型磁化率計を開発し, サンプルの M-H 特性及び AC 磁気応答の高調波計測を行なった. 電磁石より AC/DC 磁場を印加し, AC または DC 計測用ピックアップコイルによりサンプルからの磁場応答を計測した. ピックアップコイルはインプットコイルと直列に接続され, インプットコイルは HTS-SQUID と磁氣的結合させた. 開発したシステムの評価として, 酸化鉄をポリスチレン樹脂中に均一に分散させたテストサンプルの M-H 特性と, DC 磁場と合わせて AC 磁場を印加した場合の高調波成分を計測した.

1. はじめに

物性を評価する上で磁化率などの磁気特性は重要なパラメータの一つであり, 磁気特性計測により物質の特定, 各物質の含有量評価が可能である. 磁気特性計測は, 非破壊検査や生体磁気計測など幅広い分野への応用が期待されている[1]. 特に印加磁場に対する応答が微弱な常磁性体・反磁性体の磁気計測では, 高感度な磁気センサである SQUID を用いた磁化率計が有効であり, M-H 特性を計測するサンプル振動型磁化率計や, 磁気緩和特性を計測する緩和型回転磁化率計など計測目的に合わせて様々である[2], [3].

すでに我々は, HTS-SQUID と常伝導一次微分コイルを検出部としたサンプル振動方式の小型直流磁化率計を開発し, 水などの反磁性体材料の磁気特性計測を可能にした[2]. 更なる高速・高感度計測を追及するため, DC 磁場に加え AC 磁場を同時に印加することで高速に磁場応答を検出し, 高調波検出を行なうことで印加周波数に影響されない高感度計測が可能であると考えた. 本研究では AC/DC 機能を複合型化した磁化率計を開発し, 最適化と評価を行なったので報告する.

2. 開発したシステムの構成

図 1 に開発した AC/DC 複合型磁化率計の構成を示す. 以前の DC 磁場応答の検出機構に加え, 本システムでは AC 磁場応答の検出機構を兼ね備え, 磁場を印加するための電磁石, DC 磁場応答計測のためにサンプルを振動させるアクチュエータ, 環境磁場ノイズの影響低減を目的とした一次微分型 AC/DC 磁場検出コイル, 二層パーマロイの磁気シールド内に設置した HTS-SQUID より構成される. また, それらを電波シールドで覆うことで動作の安定化を図った. 電磁石よりサンプルに AC/DC 磁場を印加, DC 計測機構ではサンプルを振動させるこ

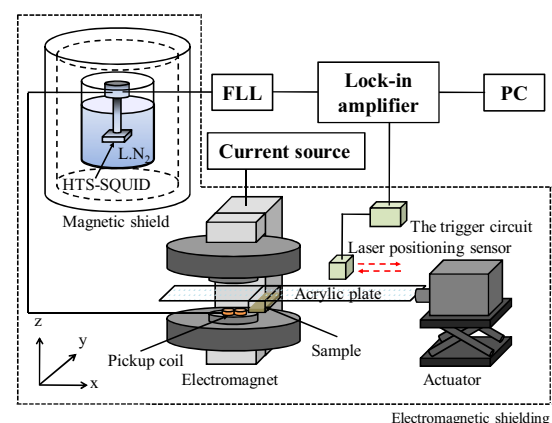


図 1 開発した AC/DC 複合型磁化率計の構成

とでサンプルからの誘導磁場を交流信号として検出し、DC 印加磁場強度を変化させることでサンプルの印加磁場に対する応答磁場強度を示す M-H 特性を計測した。AC 計測機構ではサンプルは静止状態で AC 磁場応答と高調波検出が可能である。AC 計測用ピックアップコイルは、印加磁場の影響を低減させるため、印加磁場に対して垂直方向に感度軸を持つように設置し、DC 計測用ピックアップコイルとは別に同一の基板に固定した。ピックアップコイルより検出した信号はピックアップコイルに直列に接続されたインプットコイルを介して HTS-SQUID に伝達され、ロックインアンプで磁場強度と位相情報として計測した。0.5, 1, 3wt%の酸化鉄をポリスチレン樹脂中に均一に分散させたテストサンプルを用いて、M-H 特性を計測し、DC 磁場と合わせて AC 磁場を印加し、高調波成分を計測した。

3. 実験結果および考察

図2にテストサンプル0.5, 1, 3wt%の M-H 特性を示す。DC 計測用ピックアップコイルの中心上にサンプルを配置し、振動振幅、振動周波数、リフトオフはそれぞれ 5 mm, 2.82Hz, 2 mm とし、DC 磁場を ± 250 mT, 10 mT 刻みで変化させた場合の信号強度を計測した。図2に示すように、酸化鉄の含有量0.5, 1, 3 wt%と含有量が多いほど高い信号強度が得られた。また、酸化鉄は強磁性体であり、強磁性体特有のヒステリシス特性が確認された。

図3にテストサンプル酸化鉄1 wt%の基本波、第二高調波、第三高調波を示す。AC 磁場、印加周波数、リフトオフ、DC 磁場はそれぞれ、40 mTpp, 5 Hz, 2 mm, 0 - 200 mT まで 10 mT 刻みで計測した。基本波は M-H 特性が飽和に伴い緩やかな信号強度の減少した。第三高調波は 0 mT から減少傾向を示した。ヒステリシス特性のマイナーループによる影響により低印加磁場時の信号強度が大きいと考えられる。特に注目すべきは第二高調波成分であり、DC 磁

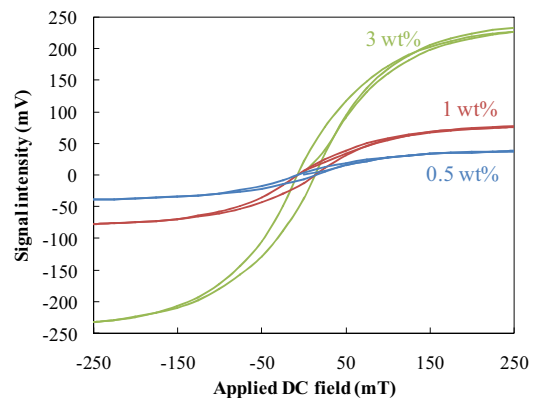


図2. テストサンプル0.5,1,3 wt%の M-H 特性

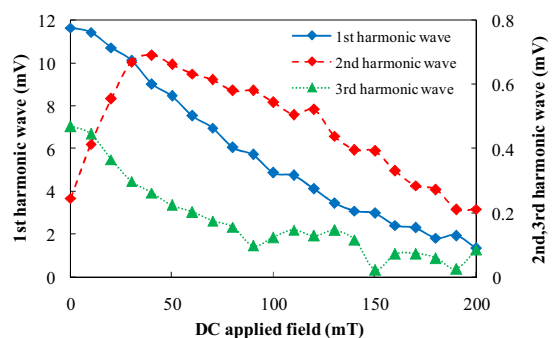


図3 テストサンプルに AC/DC 磁場を印加した場合の基本波、第二、第三高調波の信号強度

場 50 mT 付近で最大の信号強度を示し、その後減少した。これは M-H 特性の曲線付近における磁場応答にひずみ成分が多く含まれるため第二高調波も大きくなったと考えられる。また、M-H 特性の飽和に従い第二高調波の減少が確認された。この実験により、本システムを用いることで、基本波、第二高調波、第三高調波を計測し物性評価へ応用できることを示した。

4. 謝辞

本研究は産学イノベーション加速事業(JST)により実施したものである。

参考文献

- [1] K. Enpuku, et al, *Physica C*, vol.469, pp.1634-1637, (2009)
- [2] M. M. Saari, K. Sakai, et al, *J. Appl. Phys.*, vol. 51, no. 4, 046601, (2012)
- [3] K. Sakai, et al, *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 25, no. 4, 045005, (2012)

無振動・無冷媒希釈冷凍機の開発

松本拓也、小原顕、矢野英雄、石川修六、畑 徹

大阪市立大学 大学院理学研究科

E-mail: takuya@sci.osaka-cu.ac.jp

1. はじめに

天文学や微量元素分析、量子コンピューターなどの次世代機器、超伝導などの新奇物質探索など様々な分野において 0.3K 以下の“低温”が必要とされている。希釈冷凍機とは、連続的に 0.3K 以下の温度を生成する唯一の手段である。

2. 希釈冷凍機について

希釈冷凍機概念図を図 1 に示す。液体ヘリウム 3-4 混合液は、0.8 K 以下の温度になると、最下部の混合室でヘリウム 3 濃厚相と希薄相の 2 つに相分離する。ヘリウム 3 濃厚相は軽いため重力のある地球上では希薄相の上部に浮く。この 2 相はエンタルピーが異なるため、濃厚相のヘリウム 3 を希薄相に強制的にとけ込ませることにより冷凍が起こる。このプロセスが希釈であるため、希釈冷凍機と呼ばれている。希薄相のヘリウム 3 の濃度が飽和濃度より薄くなるようにし向けると、溶け込むことになる。希釈冷凍機の運転過程を以下に示す。

ヘリウム 3 は、図 1 の分溜室と呼ばれるところで蒸発するため、希薄相のヘリウム 3 に濃度差が生じる。すると、分溜室と混合室間に浸透圧が働きヘリウム 3 は上方にドライブされる。分溜室の温度は約 0.6 K に設定されるので、ここでは蒸気圧の違いからヘリウム 3 のみが選択的に蒸発することになる（分溜）。外部の真空ポンプによって、蒸発したヘリウム 3 はポンプによって再びクライオスタットに戻される。その後、ヘリウム 3 ガスを 1 K まで冷却し、液化する（予冷）。この予冷は、液体ヘリウム減圧（1 K 留）によって行う。液化されたヘリウム 3 は、熱交換器を通過する過程でさらに冷却され、混合室に供給される。以上のように、ヘリウム 3 が循環することで、連続的に運転が可能である。

希釈冷凍機は mK まで連続的に低温が得られることから広く物性測定用として普及しているが、それ以外の分野への広がりほとんどないのが現状である。その最大の問題は、装置が大型であること、液体ヘリウムを定期的に補充しなければ

ならないこと、それにもまして操作手順が複雑で素人では扱えないことにある。

これらの問題点を一気に解決する方法として液体ヘリウムを用いる代わりに機械的冷凍機を用いた無冷媒希釈冷凍機[1]に期待が高まっている。

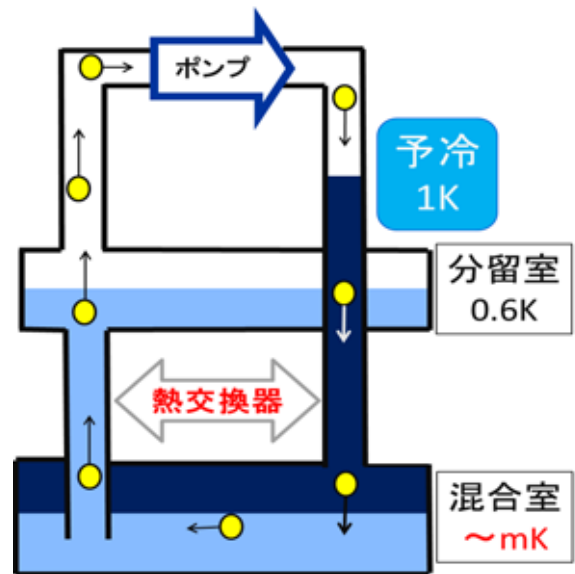


図 1. 希釈冷凍機概念図

■：濃厚相 ■：希釈相 ●：ヘリウム 3

3. 無冷媒希釈冷凍機

液体ヘリウムを用いないようにするには、図 1 の液体ヘリウム減圧によって得られる 1 K の温度に代わるものを用意する必要がある。分溜室で分溜されたヘリウム 3 ガスは、この温度まで冷却されることによって、再度液化される。ここで液化が十分でないと、低温部にその負荷が持ち越されることになり正常に動作しなくなる。

そこで、液体ヘリウムの代わりに、機械的冷凍機（ex. パルス管冷凍機、GM 冷凍機）を用いる訳であるが、この冷凍機の最低温度は 2~3 K 止まりである。したがって、ヘリウム 3 ガスの液化にはさらに工夫が必要となる。その工夫として用いるのがジュール・トムソン膨張（J-T 膨張）で、気体分子間引力に対して仕事をさせることによって自分自身を冷却させる。このプロセスで大半の気体が液化され、残った気体の一部は最終的

には下からの寒冷によって液化される。液化されたヘリウム3ガスは、熱交換器を通過する過程でさらに冷却され混合室に至り、希薄相に希釈され冷却が起こる。このタイプの希釈冷凍機では、世界最低温度 4.5mK を記録した。

無冷媒希釈冷凍機は従来型と比べて、以下の利点がある。

1. 運転方法が簡単（自動運転可能）
2. 小型化が可能
3. 低コストで運転

一方で、無冷媒希釈冷凍機は、希釈冷凍機と機械的冷凍機が一体の構造なので、機械的冷凍機による振動が希釈冷凍機本体に伝わってしまう。これは、測定精度の悪化につながる。例えば、超電導素子を用いた精密測定においては大きな問題となる。そこで、振動のない無冷媒希釈冷凍機が求められている。

4. 無冷媒希釈冷凍機の無振動化

本研究の目的は、希釈冷凍機本体における振動の完全除去である。そこで、無振動・無冷媒希釈冷凍機の開発を行っている。

無振動・無冷媒希釈冷凍機は、循環ガスの予冷に用いる機械的冷凍機（GM 冷凍機）と希釈冷凍機本体を分離した構造になっている（図2）。そうすることで、機械的冷凍機による振動が希釈冷凍機本体に伝わらないようにしている。

循環ガスの予冷方法は、以下の通りである。希釈冷凍機本体と機械的冷凍機を、フレキシブルサイフォン（図3）で繋ぐ。そこにヘリウムガスを循環させることで熱交換を行う。このように、ヘリウムガスを介することで、希釈冷凍機の循環ガスの予冷を行う。

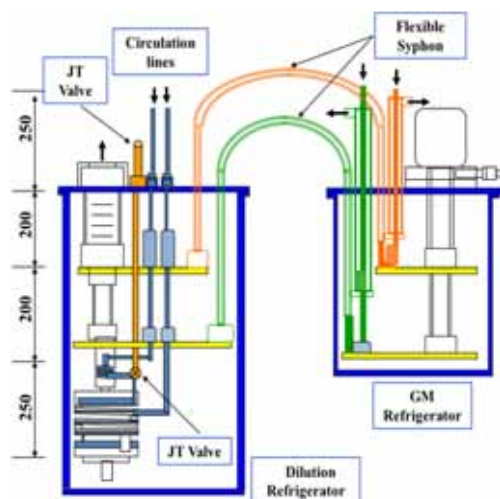


図2. 無振動・分離型無冷媒希釈冷凍機の概略図

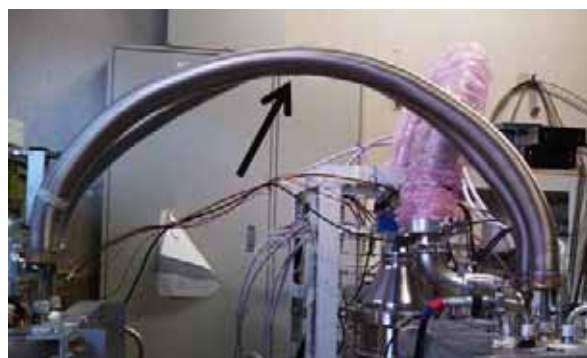


図3. フレキシブルサイフンの写真

5. 実験結果と考察

無振動・無冷媒希釈冷凍機における振動の実験結果を図4に示す。従来の無冷媒希釈冷凍機では、振動振幅が最大 $7\mu\text{m}$ あるのに対して、無振動型では最大 $2\mu\text{m}$ となった。この結果から、無冷媒希釈冷凍機における振動の軽減が実現できた。しかし、目標とする振動の完全除去 ($0.2\mu\text{m}$) と比べるとまだ大きい。現在、更なる振動軽減を実現するために以下の方法を考えている。

- ・GM冷凍機の代わりに、より振動の少ないパルス管冷凍機を用いる。
- ・フレキシブルサイフンの構造や素材を改良することで、振動伝達を軽減する。

また、無振動型における最低到達温度は、50mKで、従来型（4.5mK）と比べるとまだ高温である。これは、分離型にしたことにより、熱交換効率が悪くなったことが原因であると考えられる。よって、フレキシブルサイフォンを改良し、熱交換効率を良くすることも今後の課題である。

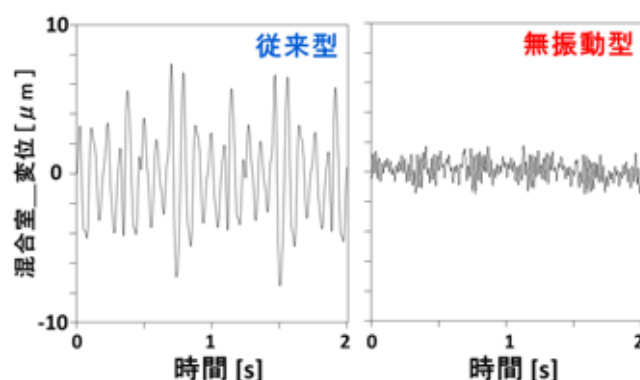


図4. 無冷媒希釈冷凍機における振動の比較
（従来型：以前に開発した無冷媒希釈冷凍機。機械的冷凍機と希釈冷凍機が一体の構造。機械的冷凍機にはパルス管冷凍機を用いている。）

参考文献

- [1] K. Uhlig, Cryogenics, **48**, 511(2008)

広帯域 76 同軸ケーブル装備 4 K GM 冷凍機を使った 多目的プラットフォームの開発

宮嶋茂之¹, 鳴神吉人¹, 吉岡直人¹, 野村晃大¹, 藤巻朗², 石田武和^{1,3}

¹大阪府立大学工学研究科, ²名古屋大学工学研究科,

³大阪府立大学ナノファブリケーション研究所

Email: miyajima@pe.osakafu-u.ac.jp

1. はじめに

極低温システムは熱雑音を極限まで抑制できることから、医療、天文等の分野で用いられている。更に極低温環境下において明らかになる物理現象等の解析にも必要とされる。しかしながら最近では冷媒であるヘリウムの供給が不安定になり、極低温システムの実用への大きな障害となっている[1]。そのため一定量のヘリウムの閉サイクルで半永久的に 4 K の環境を利用できる冷凍機が今後の極低温システムの構築において非常に重要となる。

我々のグループでは超伝導エレクトロニクスを含む様々な用途に向けた 4 K 冷凍機の開発を行っている。冷凍機は Gifford-McMahon (GM) 冷凍機を用いている。GM 冷凍機は既に市販され、実用化されているものの、その用途は冷凍機の冷却能力等により限られている。多目的に使用可能な冷凍機の実現には、冷却に要する電力、室温からの熱流入、配線におけるジュール熱の抑制が必要となる。我々の開発している 4 K GM 冷凍機は 76 本の同軸線を装備し、数 A の電流を通電できて、数 GHz の広帯域信号を扱える。更に GM 冷凍機の振動を抑えるための対策も施している。本稿では開発している冷凍機の概要並びに冷却特性について述べる。

2. 冷凍機の概要

本研究では冷凍機を用いた応用の一つとして電流バイアス運動インダクタンス法を用いた超伝導検出器 (CB-KID: Current Biased Kinetic Inductance Detector)[2]と、超伝導デジタル回路である単一磁束量子 (SFQ: Single Flux Quantum) 回路[3]による 100 万画素中性子ラジオグラフィの開発を目指している。このシステムで必要とされる性能は、多数の信号線、大電流量、広帯域である。SFQ 回路はジョセフソン接合 (JJ: Josephson Junction) をスイッチングデバイスとして動作するデジタル回路であり、デジタル

信号処理により、多数の入出力線が必要とされる。更に SFQ 回路は直流電流駆動であるためバイアス電流をいくつかの系統に分割して低温環境へ供給する必要がある。このため SFQ 回路には比較的多数の信号線が必要となる。また、SFQ 回路を駆動させるために必要なバイアス電流量の典型的な値は $100 \mu\text{A}/\text{JJ}$ であるため、SFQ 回路の規模が 5 万接合程度であるとしたときには、総バイアス電流量はおよそ 5 A にも達して、超伝導エレクトロニクスとしては非常に大きな電流値となる。また、SFQ 回路の出力信号の帯域は $\sim 100 \text{ MHz}$ 程度であることが想定される上に、検出器の出力信号は $\sim 1 \text{ GHz}$ の帯域に及ぶ高速応答となる。加えて、中性子照射実験を行う J-PARC (Japan Proton Accelerator Research Complex) での環境雑音対策が必要となる。

これらを全て解決すべく、図 1 に示すような冷凍機の開発を行っている。冷凍機には振動対策としてベローズと低振動ゴムが装備されている。また、第 1 ステージ (25 K) と第 2 ステージ

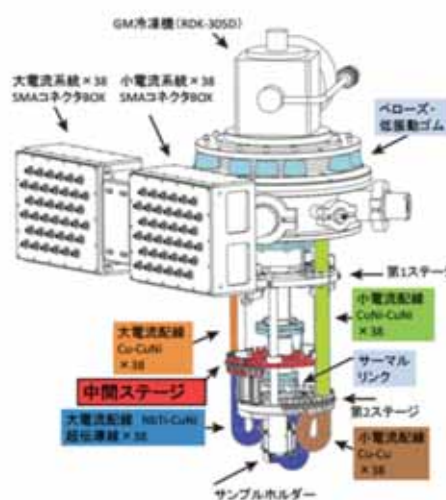


図 1. 開発している GM 冷凍機の概要。配線の表記は“芯線材料-外皮材料”としており、材料は Cu: 銀メッキ銅、CuNi: キュプロニッケル、NbTi: ニオブチタンを示している。

(4 K)の他に 8 K を維持できる中間ステージを用意した。この冷凍機に実装されているケーブルは 76 本のセミリジッド同軸線である。内訳の 38 本には中間ステージから超伝導 NbTi 線を用いている(大電流系)。中間ステージでの熱アンカーにより NbTi 線を確実に超伝導とし、1 本当たり 500 mA 程度の電流を与えることが可能とした。

冷凍機にはセミリジッド同軸線だけでなく、温度制御、XYZ ピエゾステージも実装されており、それらを制御する一般用の配線が 48 本実装されている。サンプルステージは第 2 ステージに配置されており、22 mm 角のチップが実装出来る様にしている。これらの機能を持たせることで、我々が開発している中性子ラジオグラフィに限らず、様々な応用、今後の先端技術に応用出来る。

3. 冷凍機の冷却能力の評価

本研究で開発する冷凍機は市販の 4 K GM 冷凍機をベースとしている。図 2 に冷凍機内部の写真を示す。GM 冷凍機の振動のサンプルへの影響を抑えるために、低振動ゴムだけでなく、ステージに銅のメッシュ線を用いることで更に防振対策を施している。またこの銅のメッシュ線は熱アンカーとしても働く。

大電流系の 38 本には、室温から中間ステージの間は芯線が銅線、外皮がキュプロニッケル管の同軸線を使い、中間ス

テージから第 2 ステージの間は芯線が NbTi 超伝導線、外皮がキュプロニッケル管の同軸線を用いている。これにより、500 mA という大きな電流値にも関わらず、芯線では超伝導線の利用によりジュール熱が抑制でき、外皮にキュプロニッ



図 2. 冷凍機内部の写真。

ケル管を用いることで温度差による熱流入を抑制できる。その他の 38 本(小電流系)においては、芯線、外皮管共にキュプロニッケルの同軸ケーブル線で熱流入を抑制した。

この冷凍機の冷却能力を評価するために、セミリジッド同軸線が無い状態で冷却試験を行った後に、セミリジッド同軸線を実装した状態で冷却試験を行った。図 3 にセミリジッド同軸線を実装してある状態での各ステージの冷却曲線を示す。76 本のセミリジッド同軸線を実装した場合でも第 2 ステージが 5 時間程度で最低到達温度である 3.5 K に到達できる性能を確認した。

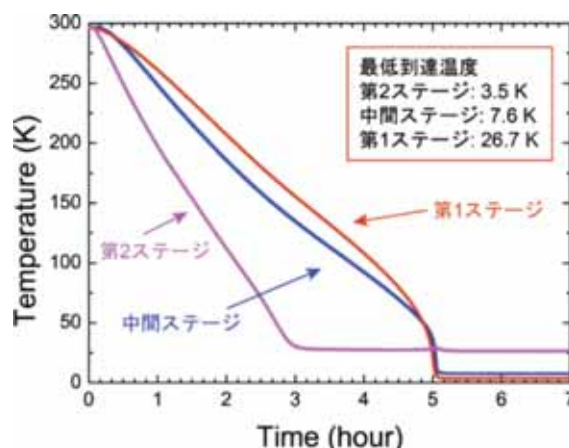


図 3. 76 本のセミリジッド同軸線を実装した後の各ステージの冷却曲線及び最低到達温度。

4. まとめ

我々は多目的の用途に用いることができ、極低温システムが広く使われることを目指して、4 K GM 冷凍機をベースとして新たなプラットフォームの開発を行い、冷却特性を評価した。76 本のセミリジッド同軸線を実装した状態でも各ステージの最低到達温度が同軸線を実装する前と同じであることを確認した。今後は実際のデバイスとして、超伝導検出器の応答の評価、また SFQ 回路単体の試験を行う。その後、超伝導検出器と SFQ 回路を組み合わせたシステムの評価を行い、最終的に J-PARC において中性子照射実験を行う計画である。

参考文献

- [1] W. J. Nuttall *et al.*, *Nature* **485** (2012) 573.
- [2] N. Yoshioka *et al.*, *IEEE. Trans. on Appl. Supercond.*, **23** (2013) 2400604.
- [3] K. K. Likharev *et al.*, *IEEE. Trans. on Appl. Supercond.*, **1** (1991) 3.

テラヘルツ時間領域分光装置を用いた膜厚測定

Film thickness measurement by using THz Time-Domain Spectroscopy

大塚電子株式会社 赤木基信、北岸恵子

Motonobu Akagi, Keiko Kitagishi

Otsuka Electronics Co. LTD., Hirakata, Osaka 573-1132

e-mail: akagi-mo@photal.co.jp

【はじめに】

テラヘルツ時間領域分光法 (THz-TDS) は、フェムト秒パルスレーザーを光伝導スイッチ素子等に照射してテラヘルツ波パルスを発生させ、瞬時に広帯域スペクトルを得る手法である。我々は、この手法を利用して、テラヘルツ波パルスを複層の膜構造を持つ試料に照射し、反射波パルスを測定し、膜厚を求める¹⁾ ことを目的にしたシステムを開発した。

【方法】

測定に用いた装置は、フェムト秒パルスレーザーFemtolite CS-20 (アイシン精機) を光源として、THz 発生、検出には低温成長 GaAs 光伝導スイッチ素子 (ダイポール型) を用いている。入射、検出の角度は垂線に対して 15° である。本体寸法は、200mm(w), 350mm(d), 200mm(h), 重量 9.4kg で、従来のテラヘルツシステムより小型、軽量である。

測定サンプルを図 1 に示す。銅板に各種フィルムを密着させて貼って測定した。測定された THz 反射パルス時間波形に、金ミラーで測定した時間波形を用いて直接フィッティングを行い、膜厚値を計算した。

【結果・考察】

各測定位置で得られた時間波形を図 2 に示す。いずれのサンプルにおいても、表面反射、および各層の界面からの反射のパルス波形が観測された。



図 1. 銅板に各種フィルムを貼った測定サンプル。
白抜き丸数字の部分が測定位置。

左: 位置①銅板+PTFE+紙、②銅板+PTFE、③銅板+紙、④銅板のみ

右: 位置⑤銅板+フィルム、⑥銅板+フィルム+紙

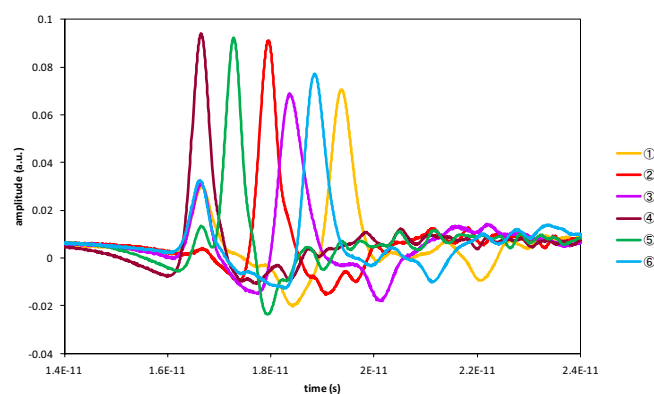


図 2. 観測されたテラヘルツ反射時間波形

反射時間波形は、各界面からの反射波形の総和になるという考え方に基づいて、THz 波を完全に反射した場合の時間波形をリファレンスとして利用して、複数界面からの反射波形をシミュレーションによってフィッティングを行った。その結果、各層の膜厚、屈折率が求められた。図 3 は、銅板に PTFE フィルムと紙テープを重ね貼りした部分

(位置①)の反射時間波形に対して行ったカーブフィッティングである。フィッティングから計算された各層の膜厚値、屈折率と膜厚の実測値を表1に示す。求められた膜厚値は実測値をよく一致した。

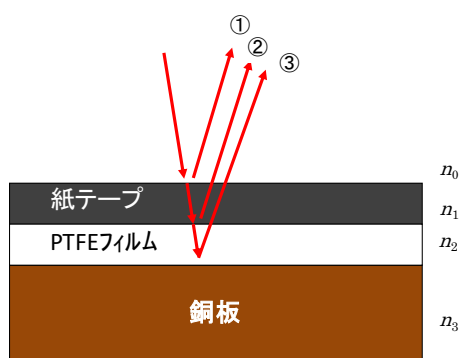
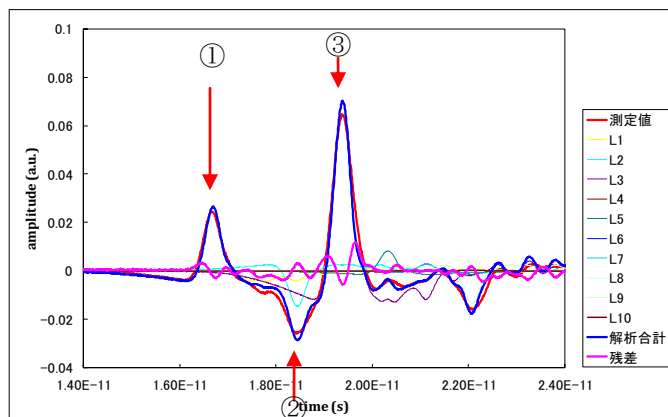


図3. 上：位置①（銅板+PTFE+紙）での時間波形に対して、各界面からの反射を想定して行ったカーブフィッティング。—測定された時間波形、—フィッティングの結果、—残差。下：反射時間波形の模式図。

	屈折率 (計算)	膜厚 (計算)	膜厚実測値
紙テープ	1.54	168 μm	170 μm
PTFE	1.35	103 μm	100 μm

表 1. フィッティングで求めた屈折率、膜厚、および膜厚実測値

今回の測定と解析を利用することにより、従来の接触式膜厚計で測定できなかった複層膜、可視、近赤外の分光法で測定できなかった着色したフィ

ルムなどについても、非接触膜厚測定が可能となった。応用分野としては、自動車塗装膜などの複層膜が考えられる。現在は、開発した装置は室温での測定に限定されているが、今後は低温での測定にも対応できるように改良を進めたい。

【まとめ】

反射型テラヘルツ時間領域分光を利用して、膜厚測定を行う装置を開発した。新しいアルゴリズムにより、不透明膜を含む多層膜の膜厚を精度よく求めることができた。

【参考文献】

1. T. Yasui, T. Yasuda, K. Sawanaka, T. Araki: Applied Optics, 44 (32), 6849-6856 (2005)

(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、(有)ケイ・アンド・アール クリエーション、(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)、(株)田邊空気機械製作所、チャート・アジア・インク、(株)東陽テクニカ、仁木工芸(株)、日本化学機械製造(株)、(株)パスカル、三菱電機(株)、児玉 隆夫様