



Title	超高压極低温での電気抵抗測定-黒リンの超伝導-
Author(s)	赤浜, 裕一; 遠藤, 将一
Citation	大阪大学低温センターだより. 1987, 57, p. 14-16
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/8604
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

超高圧極低温下での電気抵抗測定 —黒リンの超伝導—

極限物質研究センター

赤浜 裕一・遠藤 将一(豊中 4891)

1. はじめに

超高圧という極端な条件のもとで物質は常圧とは全く異なる新しい性質を示す。一つの例が圧力誘起超伝導である。常圧では超伝導になるはずのない絶縁体、半導体、磁性体などが金属化や非磁性転移を起こして超伝導になる。高圧下ではじめて超伝導を示す物質は周期律表の上で見ただけで15にも及ぶ。超高圧下ではすべての絶縁体が金属化すると考えられているし、一方でほぼ無限小というべき空間ではあるが 500GPa に及ぶ超高圧の発生が可能になっている今日、次々と超伝導の仲間入りをする物質が見い出されるであろうことは誰しもが考えることである。

この金属化過程や超伝導性を調べる上で最も簡単でかつ有効な手段は、低温での電気抵抗測定であろう。しかし、超高圧下で電気抵抗を精度良く測定するには試料や電極を配置するための加圧面積が要求され、そのため有限の面積に超高圧を発生させる必要性が出てくる。現在超高圧発生に多く用いられている単結晶ダイヤモンドを使った場合、その大きさが自ずから限られてしまうために発生圧力かまたは加圧面積に制限をうける。あえて測定を行なうとダイヤを破壊したり、導線の切断や短絡を起こしてしまうことになる。そこで紹介したいのがダイヤモンド焼結体アンビルである。ダイヤの小さな粒を金属バインダーを使って高温高圧焼結して得られる焼結ダイヤは、単結晶ダイヤに匹敵する強度をもちながら大きさや形状をほぼ自由に選べる利点をもっている。我々の研究室ではこれまで焼結ダイヤを自作して超高圧発生用のアンビルとして使う技術の開発を進めており、60GPa を越える圧力下での電気抵抗測定やX線回折が可能になっている。

本稿では、試作した実験効率の良いそして信頼度の高い電気抵抗測定用低温超高圧発生装置とこの装置を使って得られた黒リンの超伝導に関する測定結果を紹介する。

2. 低温超高圧発生装置

1.7 Kまでの低温下で 50GPa 以上の圧力を可変できる装置についてまず説明する。超高圧発生部にあたる焼結ダイヤアンビルを用いる圧力セルとこれを低温下で加圧することができるクライオスタットから成っている。

図 1(a)にドリッカマー・セル方式のアンビルを示す。ここで使ったアンビルは円柱状の焼結ダイヤの片端を円錐台状にしたもので、ちなみに約 1 カラット (0.2 g) のダイヤから成っている。このアンビルをシリンダー内で対向させ、先端同志の間に圧力を発生させる。図 1(b)に試料部を拡大して示す。先に焼結ダイヤを使えば加圧面積を広くとれると言ったもののその直径は 1.0 φ mm で、この中に試料と圧力決定に使う鉛の超伝導マノメータ (25GPa 以上の測定には圧力定点の Fe-V 金属)、そして電気抵抗

測定用の電極をセットすることになる。試料と鉛の寸法はどちらも $3\text{ mm}^l \times 0.08\text{ mm}^W \times 0.01\text{ mm}^t$ である。

この作業は顕微鏡下で行なわれるが、試料や電極の配置には試料がうける圧力勾配を考え細心の注意がはらわれる。試料と鉛の抵抗測定には直流四端子法を使い超伝導遷移温度 (T_c) は抵抗の遷移曲線から決定する。このセル・アセンブリーで 50 GPa を発生するのに 6 トンの荷重を必要とした。またこれまでに 30 回以上の抵抗測定を行なっているが導線の切断や短絡は全くなかった。

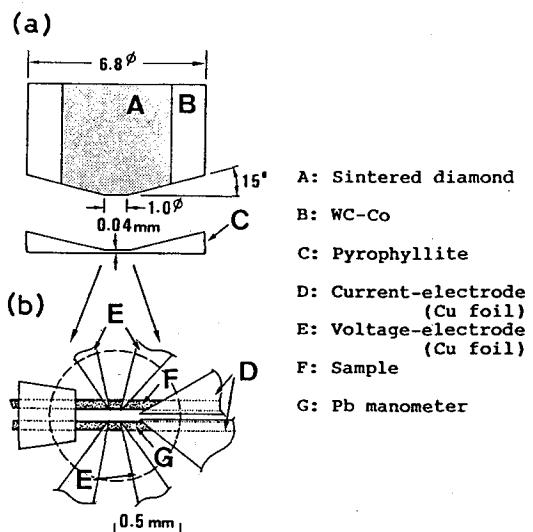


図 1. (a) : ダイヤモンド焼結体アンビルの断面図と
(b) : 試料部の電気抵抗測定のための試料と電極の配置。

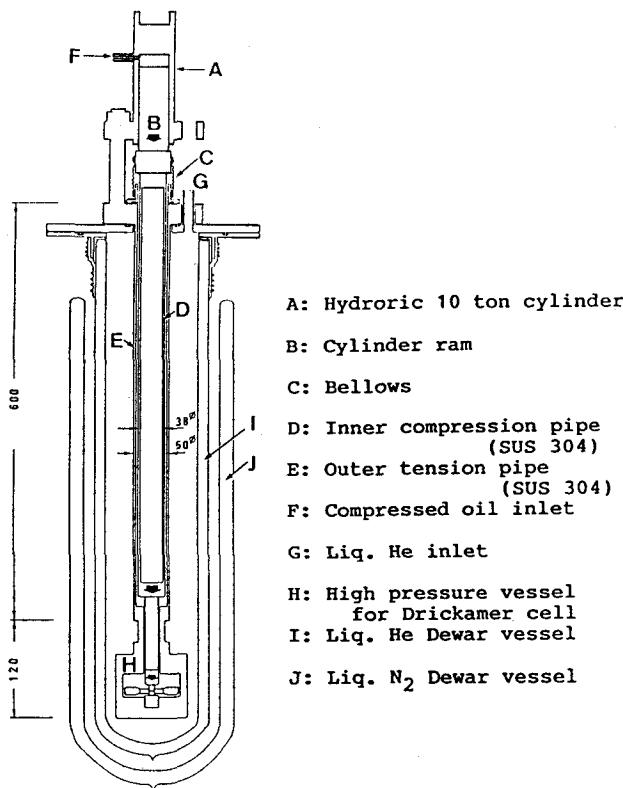


図 2. 低温加圧式クライオスタット

図 2 はクライオスタットの断面図である。このクライオスタットの特徴は低温にさらされている圧力セル (H) に外部から荷重を加えて発生圧力を可変できる点である。従来低温実験の主流であった圧力クリンプ式の装置の欠点 : (i) 装置の熱収縮による設定圧力値の変動、(ii) 圧力を変える毎に He を汲み直さなければならないという時間的経済的効率の悪さ等の改善が計られている。室温にある上部油圧シリンダー (A) からの力を低温の圧力セル (H) に伝達するためにステンレス製二重管を使った。内管 (D) が圧縮用、外管 (E) が支持用で最大 10 トンの荷重に耐えられる設計になっている。ただしこの方式は荷重の伝達部からの熱伝導とその熱容量により He 消費量が多くなるのではないかという心配があった。ところが 77 K から 4.2 K までの冷却に必要な He は $\sim 1.5\ell$ 、蒸発量は $\sim 0.5\ell/h$ と予想ほどではなか

った。またガラスデュワーを使い約7ℓの液体Heを貯められポンピングして1.7Kまで温度を下げられた。

温度測定にはCu-Be合金製シリンダーに埋込んだカーボン抵抗を使った。25GPaまでの圧力の決定にはPbマノメータを使いそれ以上ではPbの代わりにFe-V合金の α - ϵ 転移を圧力定点として使った。

3 黒リンの超伝導

黒リンは、常圧で層状の半導体であるが、10GPaの高圧下で単純立方構造をもつ金属相に転移し、低温で超伝導を示す。川村らは、この黒リンの T_c が加圧経路に依存することを報告している。最初に低温に下げてから加圧した場合、 T_c は図3の(A)の様に10Kを越える高い T_c を示すが、常温で完全に単純立方相に転移させてから冷却した場合(B)の様に6K程度であるという。実験では、単純立方相の T_c の圧力依存性を測定した。この測定は(B)の過程に対応する。

図4に黒リンと鉛の抵抗の超伝導遷移曲線の例を示す。これは低温での加圧前後の結果で、鉛の T_c から圧力が決定され、圧力の増加により黒リンの T_c が1K上昇している。鉛の遷移幅から見積られる圧力勾配は $\sim \pm 0.8$ GPaで予想したより小さかった。

図3に得られた T_c の圧力依存性を示す。 T_c は圧力の増加と共に上昇し9Kを越えた。本測定は川村等の(B)の過程に対応するが、結果は(B)とは異なり、むしろ(A)の結果と対応する。高い T_c は単純立方相本来の性質であり、加圧経路に依存しないものと結論された。

最後に、この実験に協力していただいた浅野雅己氏に感謝致します。

なお、旧超高圧実験施設にはHe回収管がきていないため低温センター浜川研究室の一部を拝借して上記実験を行ないました。感謝の意を表します。

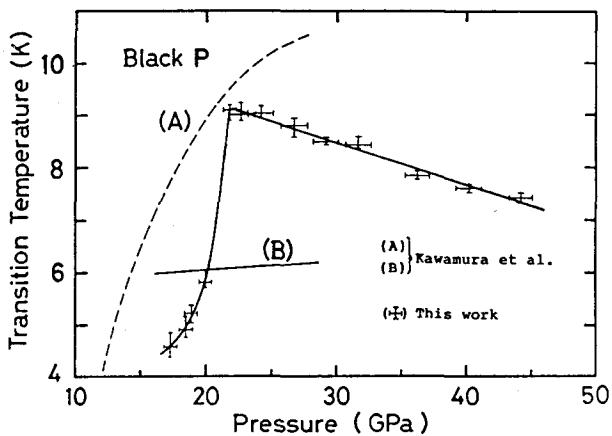


図3. 黒リンの T_c の圧力依存性

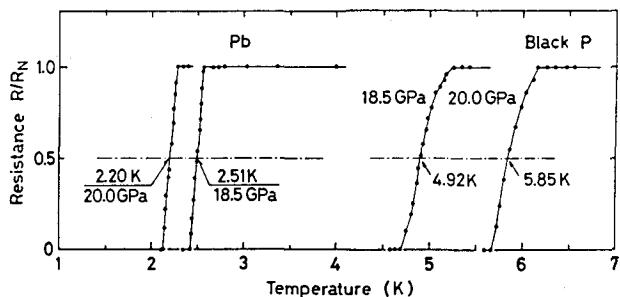


図4. 高圧下での黒リンと鉛の超伝導遷移曲線