Osaka University Knowledge Archive

Title	低温センター実験室での物理学生実験
Author(s)	音, 賢一
Citation	大阪大学低温センターだより. 2001, 116, p. 19-24
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/8772
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

低温センター実験室での物理学生実験

理学研究科　音　　賢一（内線5375）
Email: oto @phys.sci.osaka-u.ac.jp

はじめに

今年度より、理学部物理系３年生を対象とした物理学生実験の内容・運営方法が一新されました。これまでは、物理系の各研究室がそれぞれ異なるテーマで特色ある実験が行われてきましたが、３年生の学生にとっては専門性が高く、内容を理解するには授業等でまだ勉強していない知識や概念が必要など、多少荷が重すぎる傾向もありました。また、昨今の理科離れの影響は理系大学生といえども無視できる事態ではなく、物理学科の学生にも「物理の面白さ」を分かってもらう努力が必要な状況となっています。今回の学生実験の改新では、学生が基礎的な事柄を十分理解できるように内容・指導方法・実験時間を考慮しつつ、やる気のある学生には発展課題を与えてさらに興味を持ってもらえるように配慮しました。

物性実験の分野では、これまで行ってきた「磁性と低温」[1]および「半導体」の２テーマをもとに「物質の電気伝導と物性」というテーマを立ち上げました。この学生実験室として低温センター研究室の一部をお借りして週２回３～５限目の時間帯に受講学生と指導教官、院生ティーチング・アシスタントの総勢13名がひしめき合うように実験を行っています（図１）。この学生実験室は３スパンの大実験室の一部をついたてで間仕切りしただけのもので、すぐ近くに希釈冷凍機や大型の電磁石など低温物性研究用の様々な装置が設置してあり学生にとっても興味津々のようです。実験中の余談としてこれらの装置を見せながら原理を説明したり、これらを使った最先端の研究を紹介できるなど物理屋の卵を温めるのに一役買っています。

本稿では、低温センターで行っている学生実験の様子と、今回学生実験用に作製した電気抵抗の温度変化を測定する装置について紹介します。

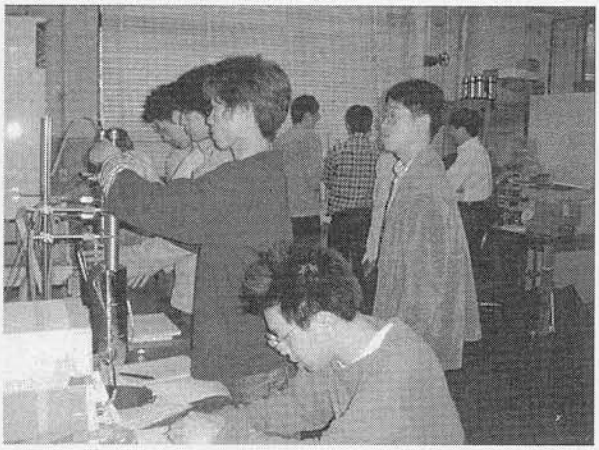

図１　低温センター学生実験室で電気伝導の測定をしている。学生10人に教官１名とＴＡ２名が指導に当たっており手狭ではある。

学生実験：物質の電気伝導と物性（６日間）

このテーマでは物質を電気伝導の観点から金属・半導体・絶縁体に分類し、実際に電気抵抗を調べて電気伝導の仕組みについて理解することを目指しています。実験は金属（銅）、半導体（ゲルマニウム）、金属磁性体（ガドリニウム）、超伝導体（ビスマス系酸化物高温超伝導体）の４種類について電気抵抗の温度依存性を測定して、その原因について考察を行います。

１日目：講義と装置の使い方を知る

実は学生が物性物理学などの講義を受けるのは３年生に進級してからのため、固体中の電子のバンド構造などの重要な概念はほとんど知らない状態で実験を受けることになります。そこで、初日は実験担当の教官が固体中の電子について、エネルギーバンド、金属と絶縁体の電子状態の違い、電子の散乱などの話題を中心に（学生の睡魔と戦うため脱線話や休憩もしながら）約２時間ほど説明をします。この後、金属（銅線）の電気抵抗の測定を行います。２端子法と４端子法による測定の違いや、熱起電力による誤差をなくすための電流反転操作、電流－電圧特性が比例関係にあることなどを実際に測定して、基本的な電気計測を実習しています。また、データ処理をパソコンで行うため、表計算ソフトや計測ソフトについて実際に使って慣れてもらいます。

２日目：金属の電気抵抗の温度変化

クライオスタットに付いているヒータと、冷却用の液体窒素を使って２ｍの銅線（直径0.1㎜のフォルマル被覆線）の抵抗を100℃から77Ｋまで測定します。試料には５mAの定電流を流し、電圧を測定します。このとき手早く電流の向きを反転してもう一度電圧を測定し、温度計の値とともに表計算ソフトのシートに記入します。実験は２人でグループを組んでいるので温度調整をする者とデータを書き込む者とが共同で作業を進めます。冷却しながら５Ｋ間隔程度で測定を行い、温度と抵抗の関係をグラフにすると見事に直線のグラフとなり、熱による格子振動が電子を散乱させるために温度に比例した抵抗が現れることを説明します。また、２端子法の測定も同時に行い、４端子法での結果と比較させています。２端子法では通常電極の接触抵抗や配線の抵抗も含めて測定するので、正しい抵抗（率）が得られないのですが、今回の試料の抵抗は数Ωと比較的大きく、また電極は半田づけで行っているため接触抵抗は相対的に大きな問題とならないため、２端子と４端子法の結果には定性的な差はあまり見られません。なお、興味のある学生には金属の抵抗を与えるグリューナイゼンの式を説明して考察させています。

３日目：半導体の電気抵抗の温度変化

ゲルマニウム試料の付いた試料ホルダーに交換し、銅線の場合と同様な測定を行います。図２の実線の様に、温度が０℃以上では熱励起によりキャリア濃度が増大するため抵抗が下がり（真性領域）、０℃～77K ではキャリア濃度はドーピングされた不純物の濃度で決まる一定値となり（出払い領域）低温にすると格子振動による散乱が減るためやはり抵抗値が下がります。真性領域の測定結果からゲルマニウムのエネルギーギャップを求め、出払い領域では金属とは違い、抵抗が温度の３／２乗に比例していることを求めます。様々な形式でのグラフのプロットやフィッティングにより傾きを求めることなどはパ

ソコンで瞬時に行えます。また、半導体では一般に電極の抵抗が高くオーミック性も完全でない場合が多いため、2端子法では正しい測定ができない(図2点線)ことを確認します。通常、半導体試料に良好な電極を付ける際には、半導体をエッチングして表面の変質層を取り除き、電極金属を半導体内部に拡散させるなど、ノウハウと手間のかかる手順[2,3]が必要です。しかし、この学生実験では敢えてインジウムを超音波半田こてで試料表面に付着させただけの電極とし、電極金属と半導体間が完全にオーミック性とならないようにしました。このような場合、電極ー半導体間にショットキーバリアがあるため、試料を低温にすると電極での抵抗が急激に増大します。すなわち、2端子法による測定では、低温では電極の抵抗が支配的となりゲルマニウム本来の電気伝導は測定できません。発展課題として2端子抵抗の温度変化や、低温（77K)での電流ー電圧特性を測定してショットキーバリアの大きさを見積もることも行っています。

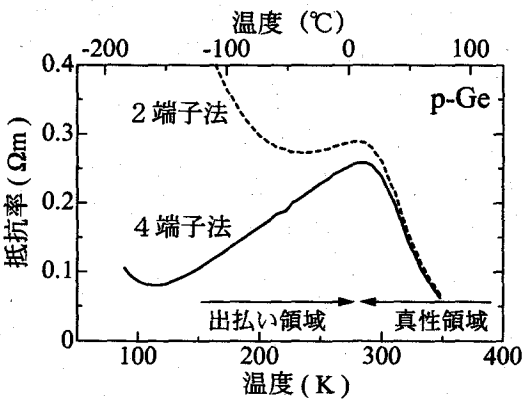

図2　P型Geの抵抗の温度依存性。実線は4端子法、点線は2端子法による結果。低温では電極の抵抗が大きくなり2端子抵抗は急激に増大する。

4日目：金属磁性体の電気抵抗の温度変化

金属磁性体中の伝導電子が散乱される要因の一つに磁気散乱があります。磁性体中の磁気モーメントが整列して秩序がある場合と、バラバラの方向を向いている場合では電子の散乱の強さが変化しますが、これをガドリニウムの電気抵抗で実際に調べます。ガドリニウムは温度290K（17℃）付近にキュリー点があり、これより低温で強磁性状態になります。抵抗の温度変化をみると、ほぼ290K付近で傾きが変わることを確認できます。ただし、この測定では試料の抵抗値が非常に小さく4端子法と電流反転による熱起電力のキャンセルを行わないと良い結果が得られません。

5日目：超伝導体の電気抵抗の温度変化

金属の特異な性質として電気抵抗がゼロになる超伝導現象を実際に調べます。試料はビスマス系の酸化物高温超伝導体 $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ セラミックスを短冊状にカットしたもので、約110K以下で超伝導となり抵抗がゼロを示します（図3実線)。この試料は筆者がまだ学生で高温超伝導フィーバーの頃に焼いて作ったものですが、13年経った今も安定してゼロ抵抗を示したのには驚くとともに感慨もひとしきりでした。また、電極はインジウムを超音波半田こてで付着させたものですが、2端子法では電極やリード線の抵抗があり温度変化の様子が異なります（図3点線)。この測定では、超伝導になる付近の温度で抵抗変化が激しいため、ゆっくり温度を下げる必要がありますが、この頃には学生さんも十分慣れているので、比較的きれいな結果を出してくれています。

磁性体、超伝導体の抵抗の温度変化を理解するには、相当の予備知識が必要なため、正直なところ３年生の段階では深く掘り下げての議論は困難です。そのため全員には定性的な結果を求め、希望する学生には教科書等を挙げて勉強してもらいレポートに書いてもらう事にしています。

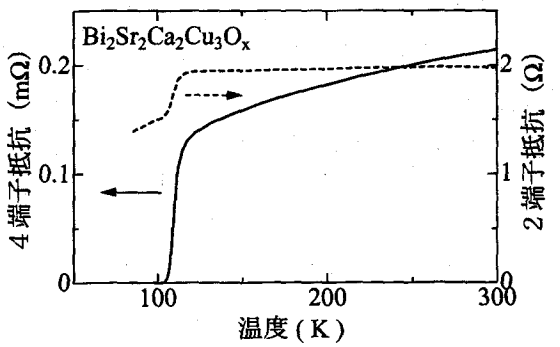

図３　ビスマス系超伝導体の抵抗の温度依存性。実線は４端子法、点線は２端子法による結果。約110K で超伝導転移が見られる。

６日目：まとめと質問、レポート提出

５日間の実験結果をまとめて必要なグラフを作成したり解析を行います。また、レポートにまとめる上で疑問点を担当者と TA が答えます。最終的にレポートとして提出するか、少なくともグラフなどのデータと解析結果を揃えて TA のチェックを受け、レポート提出日を予約してから帰るように指導しています。担当者がレポートを受け取る際は、書かれている内容について質問したり逆に学生から聞かれたりと、15分～小１時間程度の面談をして理解を深めてもらいます。

実験装置について

電気抵抗の測定装置はパソコン１式、デジボル３台、プログラム電源１台、クライオスタットを１セットとして（図４）、同様のものを５セット準備しました。また、パソコン５台を実験室内だけの LAN に接続し、プリンターを１台共有してどのパソコンからでも印刷できるようにしました。近年、計測機器を制御したりデータを取り込むためのソフトが発達しており、研究室等では自動計測も無理なくできるようになっています。当初学生実験でも Lab-VIEW などの制御計測ソフトで測定を簡略化しようと考えて準備したのですが、実際にやってみると人間は温度変化のための液体窒素の供給しかやることが無く、まるでゲーム感覚で知らぬ間に膨大なデータが貯まるといった感じです。これでは学生実験としては・・・と思い、結局、電流反転や測定値の読み出しとコンピュータへの入力は学生に行わせています。

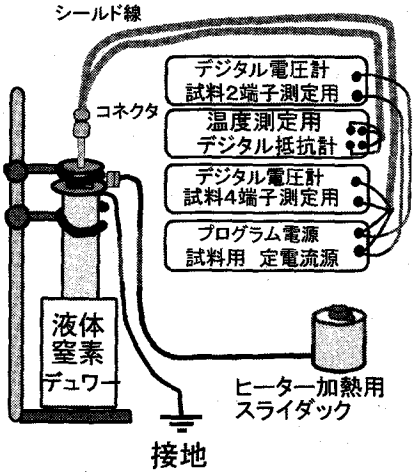

図４　学生実験用電気抵抗測定システム。試料に定電流を流し、２端子と４端子法の測定が同時にできる。また、Pt 抵抗温度計の抵抗値を４端子法の抵抗計で測定し、パソコンで温度に換算する。

クライオスタットは温度変化の実験をするため２重管構造で試料室と外との間に断熱真空部がありま

す（図５）。まず断熱真空部をロータリーポンプで３分程度排気した後、ヒーターにつながれたスライダックの電圧をサンプルの温度計を監視しながらゆっくり上げて100℃程度まで温度を上げます。比較的小さな電力のヒータ（特に古いもの）は真空中で急に加熱すると、細いニクロム線がすぐに切れてしまいます。この後、ヒータをOFFにして、液体窒素が入った広口のデュワーに徐々に入れて冷却を始めます。冷えるスピードが遅くなったら、断熱層にほんの少しの[4]ヘリウムガスを入れたりデュワーの液体窒素を足したりして最終的には80Ｋ程度まで冷却します。

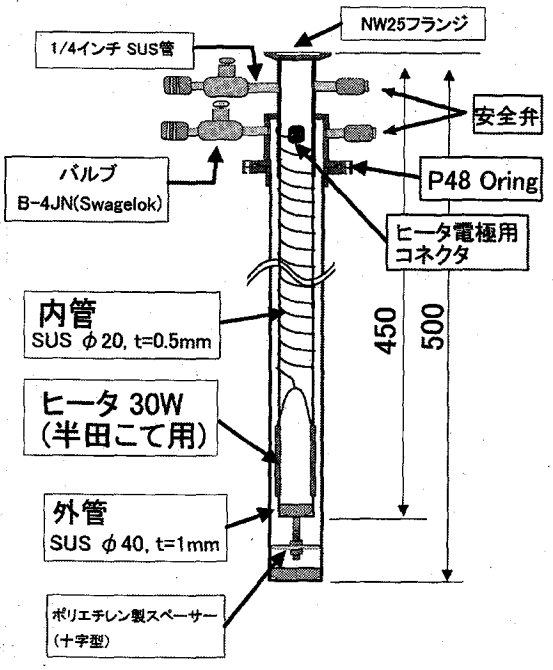

図５　クライオスタット（２重管）の概略図。試料室となる内管の上部にはNW25のフランジを付けている。

なお、学生実験の装置は「安全第一＆丈夫が何より」ですので、２重管の外管は厚さ１㎜のステンレスパイプを用いました。それでも、もし外管部を壊した場合は外管部だけ容易に交換できる構造にしています。試料室、断熱層は真空にしたり熱交換のためのHeガスを入れるので、ホースニップルがついたバルブと異常な圧力による破壊防止のため安全弁を設けています。内管の下部に半田こて用ヒータ[5]を銅線で縛って取り付けています。ヒータの配線は、断熱真空部から気密コネクタ[6]を通ってクライオスタットの外部に出してあります。クライオスタットは万一ヒータ部で漏電しても学生が感電しないようにアースに接続しています。

試料のセットされたロッドは容易に交換できるようにNW25のクイックカップリングで２重管に固定するようになっています。この試料ホルダーロッド（図６）には上部にハーメチックシールの９ピンコネクタをエポキシ接着剤で固定し、ピンから試料部まで直径0.1㎜のフォルマル銅線９本を撚りあわせたもので配線しました。コネクタから試料部までは銅線の保護のためテフロンチューブに入れています。試料ホルダー部は銅製の半円柱で絶縁のため極薄のマイラーシートを敷いた上に試料をＧＥワニスで固定し、試料のすぐ側には白金の抵抗温度計（公称抵抗100Ω）を取り付けています。試料には４端子法の電極をつけ、抵抗温度計も４端子測定を行うので、合計８本の銅線を使うことになります。残り１本については、どこにも接続しないで宙ぶらりんではノイズを拾う原因にもなるので、とりあえずホルダーの銅半円柱部に接続しアース電位としています。

試料電極はゲルマニウム、ガドリニウム、超伝導体すべてインジウムを超音波半田こて付けました。最初は銀ペーストで試みた試料もありますが、２～３度目の冷却でポロポロはがれてしまい学生実験のように同じ試料を多数回測定するような用途には不向きです。試料ロッドは４種類の試料×５組の計220本用意して実験室の壁につり下げて保管しています。

おわりに

今春立ち上げたばかりでしたので、まだまだ試行錯誤で行っている部分も多いのですが、先日行った学生アンケートでは概ね良い評価を受けることができました。ただ、良くできる学生さんにとってはちょっと単調な実験のようにも感じるようで、内容についてはさらに工夫が必要だと考えています。また、せっかく低温センターで実験をさせて頂いておりますので、今後液体ヘリウムを利用した実験もぜひ企画したいと思います。

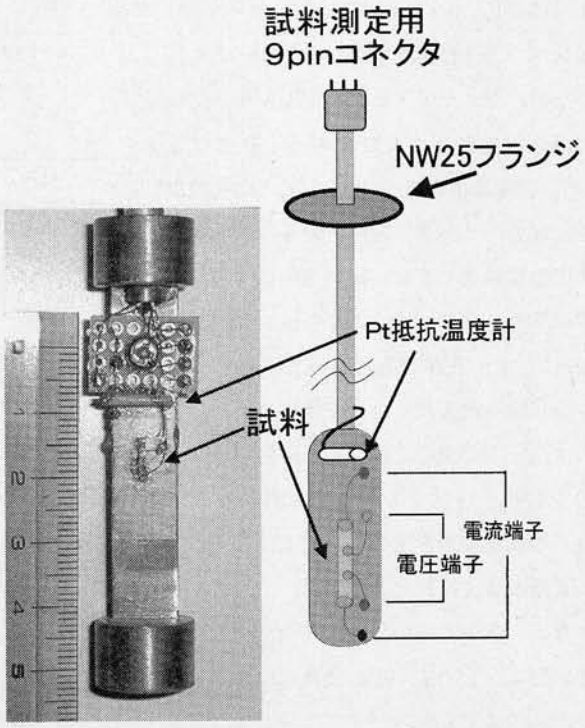

図6　試料ホルダー・ロッドの概略図と写真。試料直上にPt抵抗温度計がセットされている。

本テーマは、低温センター竹内徹也氏と理学研究科王勇氏と共同で立ち上げを行い担当しています。また、大阪大学工作センター機械工作の皆様にはクライオスタットと試料ロッドを短期間で仕上げて頂きまして有り難うございました。最後になりましたが、理学研究科大貫惇睦先生、杉山清寛先生、摂待力生先生には本テーマを構成する際に有益な議論を頂くとともに学生実験教科書の執筆でもたいへんお世話になりました。ここに深く感謝します。

参考文献

[1]　低温の学生実験、竹内徹也、大阪大学低温センターだより　No.108,(1999)13-16.

[2]　半導体試料への電極付け、石田修一、大阪大学低温センターだより　No.29,(1980)16-18.

[3]　輸送現象測定、大塚洋一・小林俊一編　丸善実験物理学講座11(1999)246-259.
電極作製に関する文献リストも掲載されている。

[4]　ヘリウムガス約1cc程度を入れる。ヘリウムベッセルの加圧用に使っているゴム風船にヘリウムガスを入れて断熱層のバルブにつなぐ。風船からのびているゴムホース（直径8㎜）をバルブから長さ3㎝程度のところで折り曲げたままバルブを開けすぐに閉める。温度変化の早さを見て、必要ならガス導入を繰り返す。

[5]　半田こて用の交換用ヒータは、電力100W以下のものは現在ほとんどが円筒形をしている。旧来の平型ヒータは大型の物しか入手困難である。従ってヒータを取り付ける断熱層の厚み、すなわち内管と外管の直径差は比較的大きくしておく必要がある。

[6]　スウェージロック「めすコネクタ」のめすねじ側に小型の絶縁コネクタ（プラスチック製）を入れ、真空側からエポキシ接着剤で埋めて気密コネクタとした。