

低温センターだより

第6号

1987年11月

東 京 大 学
低 温 セ ン タ ー

目 次

巻 頭 言	前低温センター長 菅野 卓雄	1
医学におけるNMR技術の応用の現状	医学部放射線科 吉川 宏起	2
研究室紹介：小林・池畑研究室	理学部物理学科 池畑 誠一郎	9
高温超伝導のこぼれ話	工学部総合試験所 内田 慎一	16
超伝導マグネット特訓記	教養学部基礎科学科第1 小宮山 進	20
抵抗温度計の特性	低温センター 安田 誠	27

巻 頭 言

前低温センター長 菅野卓雄

東京大学低温センターだより第6号が田隅三生低温センター長，大塚洋一助教授をはじめとする関係者の御努力により，ここに発刊されましたことを大変嬉しく存じ，また関係者の方々の御努力に敬意と謝意を表する次第であります。

極低温環境は物性の研究に不可欠な条件であることは勿論のことですが，超伝導やそれに関連した現象を出現させ，利用する上でも従来必要であったのが，最近の高温超伝導材料の進歩によりこの事情は変わるかも知れませんし，またそうなることを願っています。

しかし，その場合にも極低温は物性研究手段として必須であることに変わりはないでしょうから，低温センターはますます重要な存在になってきたといえるでしょう。

東京大学内で液体ヘリウムや液体窒素を使用しておられる研究者はかなりの人数になり，その成果はそれぞれの分野の専門の学会誌に発表されているわけですが，東京大学内で極低温環境を使用してどんな研究が行われているかは一寸分野が異るとよほどの努力をしないと知ることは容易ではありません。各研究室ではそれぞれ極低温技術も研究，開発し蓄積しておられるでしょうから，これらの情報の流通をよくすることは研究を進めていく上で重要であると思います。

低温センターだよりがこのような意味で研究者のお役に立つことを願っております。

医学におけるNMR技術の応用の現状

医学部放射線科 吉川 宏 起
(内線 8682)

1. はじめに

医学におけるNMR (nuclear magnetic resonance) 技術の応用を大きく2つに分けると、1つはプロトン (^1H) を中心とした人体の断層像が得られる映像技術、すなわち磁気共鳴映像法 (magnetic resonance imaging; MRI) と、もう1つはプロトンやリン (^{31}P) などを対象としたスペクトロスコピー、すなわち磁気共鳴スペクトロスコピー (magnetic resonance spectroscopy; MRS) である。ともに非侵襲的に人体の臓器あるいは組織に関する形態学的診断や機能・生理学的診断に有用な情報を提供する技術であることより、現在 医学領域では注目を集めている診断法の1つであるということが出来る。そして現在では我が国におけるMRI装置の稼働台数は120台を超え、本年中には200台に近づくことが予測されている。

このMRIの歴史を辿ると、1946年にPurcellとBlochによってNMR現象が発見され^{1,2)}、さらに約27年後にLauterburによってNMRを用いた映像法の報告³⁾に遡ることが出来る。またDamadianによるT1、T2値を用いたmalignancy indexの提唱⁴⁾がMRI技術の開発に拍車をかけたのであった。スペクトロスコピーの歴史は映像法と比較すると古く、1965年頃より生体の一部を用いて行うスペクトロスコピー分析に関する医学、生物学の基礎的研究は多数行われていた。しかしそのいずれも小さな口径の磁石を用いたものであって、人体を入れることのできる大きな口径を有する磁石によるスペクトロスコピーが可能となったのはつい最近のことで、1980年代に人体を入れることのできる超電導磁石の開発が行われてからであった。

本稿では1984年より我々の施設で稼働を開始している超電導型MRI (Siemens社製Magnetomで静磁場強度は1984年代は0.35T、1985年からは1.5Tである) の臨床経験^{5,6)}をもとに医学におけるNMR技術の現状について紹介するとともにその問題点について触れることにする。

2. MRIの特徴

MRIは同様に人体の断層像が得られるX線CT(X-ray computed tomography)とよく比較されるが、次に示す5つの主な特徴を挙げる事ができる。1つは考えられる検査による侵襲がないこと、2つは任意の直接断層像が得られること(図1)、3つは軟部組織のコントラスト分解能が高いこと(図2)、4つは周囲の骨や空気によるアーチファクトが少ないこと(図1、2)、5つは造影剤を用いることなく血流に関する情報が得られること(図3)である。

反面、MRIの欠点としては次の3つが挙げられる。1つは撮像時間が数分と長いため、胸・腹部では体動によるアーチファクトを無視することができないこと(図4)、2つは骨皮質の病変や組織内の石灰化の検出能が低いこと、3つは造影剤が自由に使用できないことである。最後の項の造影剤については、常磁性体ガドリニウムの錯体であるGd-DTPAが報告されていて⁷⁾、現在我が国においても既に中枢神経系の疾患に対する臨床試験が完了して^{8,9)}、将来的にはCT同様に自由に使用できる可能性を有している。

上記のMRIの特徴と欠点を考慮に入れれば、人体の各領域におけるその臨床的有用性は、ある程度推定されてくる。MRIの有用性の高い領域は体動の影響の少ない脳、脊髄、骨盤、四肢などである。胸部では縦隔、心電図同期による撮像法が容易に行えるため、心・大血管部における有用性が高い。腹部では後腹膜や比較的大きな臓器である肝臓の有用性が高い。一方、臨床的有用性の低い領域は肺、脾、腹腔内などであるが、このうち脾は今後の技術的改良によって空間分解能の改善が可能となればその適応も増していくものと考えられる。

3. MRIにおける新しい技術

MRIの欠点である長い撮像時間を解消しようとする技術の1つであるが、高速映像法^{10,11)}の技術開発が、現在進められている。10秒以内に撮像が可能な技術で、胸・腹部においても、CT同様に呼吸停止下での撮像が可能となる(図4)。また病巣の立体表示ができるようになる3次元フーリエ撮像法も、従来の撮像法では時間的に不可能であったが、高速映像法が可能となれば20分以内に完了するので、現実のものとなってくる。未だ十分な画質が得られる段階に至っていないが、この高速映像法の技術では今後の改善が大いに期待されている。

MRIでは造影剤を用いることなく血流に関する情報が得られることが1つの特徴であるが、これを利用して非侵襲的に血管撮影を施行しようとする技術がMRアンギオグラフィー (magnetic resonance angiography; MRA)^{12, 13)}である。種々の方法が報告されているが、造影剤を静脈内に投与して行うDSA (digital subtraction angiography)に相当する情報が得られることがまず第一の目的とされている。

1.5T以上の高磁場MRIに限られるが、プロトン以外の核種の映像法では、我々の施設においても1986年5月より、ナトリウム (^{23}Na) による映像法の臨床応用を開始している (図5)¹⁴⁾。現在の問題点は細胞内のナトリウムの検出能にあり、このためには5 msec以内のエコー時間 (TE)が必要とされている。また撮像時間は多少長くなるが、人体におけるリン (^{31}P) や炭素 (^{13}C) の映像法の報告もなされている^{15, 16)}。

4. MRSの臨床応用

MRSも高磁場MRI装置においてのみ可能な技術であるが、プロトンとリンのスペクトロスコピーが、現在可能である。これらのうち後者のリンは生体内において化合物の種類が少ないことと生体における重要な化合物に含まれていること、体内の酸性度に関する情報が得られることなどの理由によってMRSに有利な特徴を備えているということが出来る。我々の施設においても1985年4月より、表面コイルを用いて筋肉の代謝疾患 (図6) や筋萎縮の分析、四肢の腫瘍の治療効果の判定などに応用している¹⁷⁾。また四肢における血流障害の評価にも有用である。さらに受信コイルの改良によって信号・雑音比を上昇させ、短時間に連続してスペクトルを得る、いわゆるダイナミックスペクトロスコピーを行うことも可能である¹⁸⁾。今後の問題点はある関心領域から正確にスペクトルを得る技術 (選択励起法あるいはrotating frame spectroscopyなど) の開発にある。これによって筋肉以外に脳や心、肝、腎などの深部臓器の代謝過程や血行性に関する有用な情報が得られるようになるのである。

プロトンを用いたスペクトロスコピーは、多くの場合、化学シフト映像法に応用されている。Dixon法¹⁹⁾やCHESS法²⁰⁾、SIDAC法²¹⁾などの報告があるが、肝腫瘍性疾患への応用、脂肪髄や脂肪組織内の病変の描出、組織内の脂質の定量化に期待が寄せられている。最近では、水飽和法を用いて大きな水のピークの中に存在する乳酸などのピークを検出する技術が人体に応用可能なことが報告されている。この技術の実現によって脳や心臓

における梗塞前状態、すなわち虚血状態の評価が行える可能性が論じられるようになるのである。

5. おわりに

NMR技術の最も大きな特徴は生体や試料を傷つけることなく、そのままの状態での内部の性状あるいは構造に関する多くの情報が得られるところにある。この特徴がそのまま備っているMRIあるいはMRSは医学領域においても1つの理想的な診断法であるということが出来る。そのため本稿でも触れてきたようなMRIあるいはMRSの利点はさらに伸ばしていき、問題点は細かく分析していった改善していくという姿勢が今後必要とされている。

(図1) 腰椎椎間板ヘルニア (15才男性)



T2強調矢状断像 (SE 2000/75)

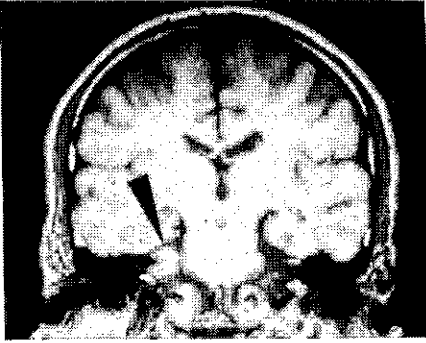
(図2) 下垂体腺腫 (28才女性)



T1強調冠状断像 (SE 500/14)

SE: spin echo法の略
2000/75: 繰り返し時間 (TR) が2000sec、
エコー時間 (TE) が75msecの意味

(圖3) 小腦橋角部髓膜種 (47才男性)



造影前T1強調冠状斷像 (SE500/28) 造影後T1強調冠状斷像 (SE500/28)

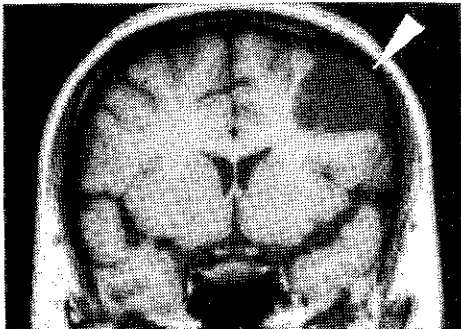
(圖4) 解離性大動脈瘤 (51才男性)



心電圖同期斜位像 (SE1100/34)

位相画像

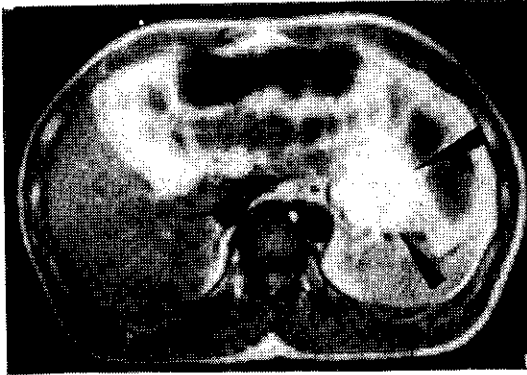
(圖5) 左前頭葉神經膠腫 (18才女性)



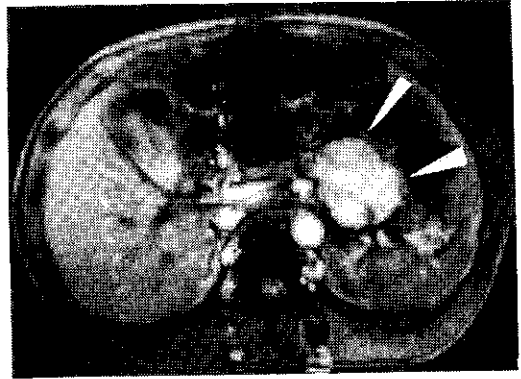
T1強調冠状斷像 (SE600/28)

²³Na 冠状斷像 (SE140/11)

(図6) 膵囊胞腺腫 (36才男性)

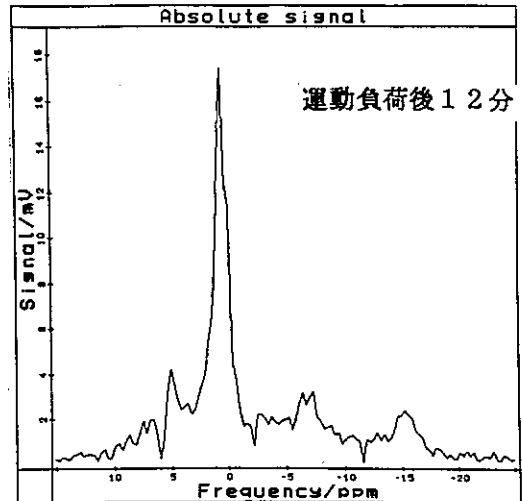
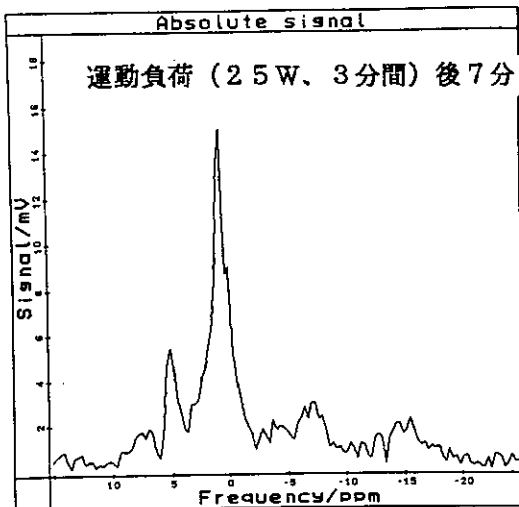
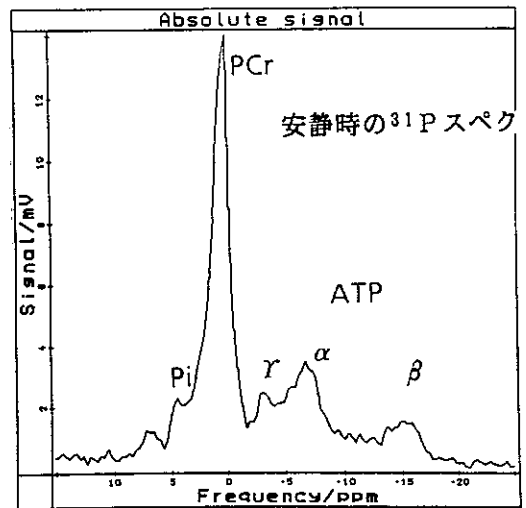


T2強調横断像 (SE 2000/28)



呼吸停止下での高速撮像 (横断像; 約10秒)

(図7) Cori病 (糖原病3型; 33才男性)



〔文献〕

- 1) Purcell EM, et al.: Resonance absorption by nuclear magnetic moments in solid. Phys. Rev. 69: 37-38, 1946.
- 2) Bloch F, et al.: Nuclear induction. Phys. Rev. 69: 127, 1946.
- 3) Lauterbur PC: Image formation by induced local interactions: Examples employing nuclear magnetic resonance. Nature 242:190-191, 1973.
- 4) Koutcher JA, et al.: NMR in cancer X: a malignancy index to discriminate normal and cancerous tissue. Cancer 41: 174, 1978.
- 5) 吉川宏起ほか: 超電導MRIの臨床応用; 胸・腹部を中心に. 映像情報(M)5:459-468, 1985.
- 6) Yoshikawa K, et al.: Clinical application of the 0.35T and 1.5T superconducting MRI systems. Jpn. Radiol. Technol. 5:181-184, 1986.
- 7) Weinmann HJ, et al.: Characteristics of gadolinium-DTPA complex: a potential NMR contrast agent. AJR 142: 619-624, 1984.
- 8) 吉川宏起ほか: MRI造影剤Gd-DTPA(dimeglumine gadopentetate)の臨床第1相試験. 画像診断6: 959-969, 1986.
- 9) 吉川宏起ほか: Gd-DTPA(dimeglumine gadopentetate)の臨床第2相試験. 画像診断(投稿中)
- 10) Farm J: Magn. Reson. Med. 3: 321-327, 1986.
- 11) Oppelt A, et al.: Electromedica 54: 15-18, 1986
- 12) Hale JD, et al.: MR imaging of blood vessels using three-dimensional reconstruction; methodology. Radiology 157:727-733, 1985.
- 13) Lenz G, et al.: Representation of vessels in magnetic resonance imaging by topogram and reconstructed vascular tree. Computer Assisted Radiology, p50, Springer-Verlag-Heidelberg, 1985.
- 14) Yoshikawa K. et al.: Clinical application of sodium(^{23}Na) imaging by 1.5T MRI. Sixth Annual Meeting of SMRM, Book of Abstracts, 1987, p215.
- 15) Moundsley AA, et al.: In vivo MR spectroscopic imaging with P-31. Radiology 153:745-750, 1984.
- 16) 長谷川純ほか: 人体の天然存在量 ^{13}C イメージング. 第9回日本磁気共鳴医学会大会, 1987.
- 17) Itoh M, et al.: ^{31}P -NMR spectroscopy of myopathies; clinical application of whole-body MR. Radiation Medicine 4: 41-45, 1986.
- 18) Yamai S, et al.: Phosphorus-31 real time spectroscopy. RSNA 72nd (Chicago), Scientific program. 1986, p341.
- 19) Dixon WT: Simple proton spectroscopic imaging. Radiology 153:189-194, 1984.
- 20) Haase A, et al.: ^1H -NMR chemical shift selective (CHESS) imaging. Phys. Med. Biol. 3: 341-344, 1985.
- 21) Miyazaki T, et al.: Spectroscopic imaging by dephasing amplitude chaging (SIDAC). 5th Annual Meeting of SMRM. Book of Abstracts, 1986, p856-857.

研究室紹介：小林・池畑研究室

理学部物理 池畑 誠一郎
(内線 4161)

私たちのグループでは液体ヘリウム温度以下の極低温における電子物性の研究を永年に亘り行ってきた。研究の目的は主に相互作用、乱れ、次元性等が電子物性に与える影響を調べる事にある。以下に現在行っている研究について簡単に紹介する。

[1] 金属・非金属転移

乱れによる電子の局在をアンダーソン局在と言い、乱れによる金属・非金属転移をアンダーソン転移と呼ぶ。アンダーソン転移の実験的研究をいくつかの系について行った。

1. 1 不純物半導体の金属・非金属転移と誘電率

Ge:Sb 系の金属・非金属転移濃度 N_c 近傍で、金属側に於ける $T=0\text{K}$ の電気伝導度 $\sigma(0)$ の臨界数 $\nu(\sigma(0) \sim (N/N_c - 1)^\nu)$ がほぼ1になる事を見出した。一方絶縁体相での誘電率 ϵ を極低温で測定したところ臨界指数 $\nu'(\epsilon \sim |N/N_c - 1|^{\nu'})$ も約1である事が見出された。これは、同じ不純物半導体であるSi:P系で見出された関係 $\nu=2\nu'$ を満さず興味深い。さらに、臨界濃度に近い試料について実験を行う必要がある。

1. 2 Si:Pのスピン帯磁率

金属・非金属転移濃度近傍に於いて電子スピン帯磁率の測定を行った。測定は、ESR/NMR法によって行い数G程度の低磁場での電子スピン帯磁率を決定する事ができた。帯磁率の温度依存性は金属域に於いても通常のパウリ帯磁率とは大きく異なり、100mK以下の極低温で急激に増加する。この異常な振舞いは、局在化に伴い電子同相互作用の影響が極低温下で強められる事で定性的に理解する事ができる。

1. 3 永続的光伝導効果による金属・非金属転移

半導体の深い不純物にともなって現われる永続的光伝導効果(Persistent Photoconductivity; PPC)を用いて、3次元系において、電子濃度を制御し、金属・非金属転移を起こすことを試みた。

試料には分子線エピタキシー法で成長したAlGaAs(Al組成0.3)混晶を用いた。稀釈冷却機温度域では、PPCの減衰時間はほぼ無限大となり、3次元的な単一試料内での電子濃度制御を実現した。

これによって、3次元系でも、Si-MOS2次元電子系での電子濃度制御に匹敵する制御性がえられた。

この電子濃度制御を利用して、金属・非金属転移点近傍での伝導度の振舞いを調べた。その結果、転移の臨界指数が1であること、4テスラの磁場中でもこれが変化しないこと、磁場によって局在が解けることによっても金属・非金属転移が起ること、などが明らかになった。現在、非金属側での誘電率の変化、ホットエレクトロンによる電子濃度の減少効果、サイズ効果などについて実験を進めている。

1. 4 正常金属の微粒子薄膜における金属・非金属転移

今まで様々な金属で微粒子膜を作成しその金属・非金属転移を調べてきたが、ビスマスと銅マンガ合金で、臨界指数、及び臨界的な伝導度が、乱雑さを表すパラメタにどのように依存するかを調べた。臨界指数には、主としてクーロン相互作用の効果が現れていたが、パラメタ依存性には磁場や磁性不純物に敏感な局在効果も現われていることがわかった。

また、銅微粒子膜の絶縁体相の電気抵抗の温度依存性を調べた。抵抗は温度に対して $\exp(T/T_0)^\alpha$ のように振る舞い、パラメタ α は乱雑さが増すほど大きくなる。これは、伝導が単純なバリアブル・レンジ・ホッピングではないことを示している。

1. 5 超伝導体の微粒子膜の金属・非金属転移

超伝導物質では乱雑さが増していくと、その転移温度が減少するが、同時に伝導度も減少して行き、ついには絶縁体になる。超伝導から直接に絶縁体になるのか、あるいは一旦常伝導になってから絶縁体になるのかを知ることは興味深い。そこで、アルミニウムの微粒子膜を用いて、その転移の様子を、磁場と乱雑さをパラメタとして調べた。その結果、この系ではどちらのパラメタに対して超伝導状態からすぐに絶縁体相に転移することがわかった。一方、NiSiなどにおいては超伝導から常伝導を経て絶縁体になることが報告されている。その違いを明らかにするために、アルミニウムに金やパラジウムを混入した微粒子膜を作成した。金を混入した試料では、純粋なアルミニウムの場合と同じ様な転移を示す。一方、パラジウムを混入した試料では、磁場をパラメタとした場合、

超伝導から絶縁体に転移する試料は存在しない。また、この試料は、乱雑さをパラメタとした場合には超伝導から絶縁体に直接転移するが、乱雑さが純粋なアルミニウムの場合よりも小さいところで転移を起こす。これらの事はパラジウムの中ではクーロン相互作用が強いことで定性的に説明できる。

[2] 金属微粒子

直径数10Å~数100Å程度の金属微粒子中では大きな金属では期待されないさまざまな異常が観測される。

2.1 スズ微粒子の核スピン緩和の低温低磁場における異常

${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$ 混合液中に浸されたスズ微粒子のスピン格子緩和時間が、2mT以下の低磁場において急激に短くなることは、我々が既に見出したが、この機構については、核断熱で冷却されたスズ微粒子の核スピン系へ、 ${}^3\text{He}$ 核スピン系から双極子相互作用による熱流入があるためと考えた。これを検証するために純粋な ${}^4\text{He}$ 液中にスズ微粒子を浸して、スピンの低磁場中緩和を30mKで磁場循環法により測定した。その結果、 ${}^4\text{He}$ 中では、 ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$ 混合液中とは異なる磁場依存性をもった緩和が観測された。 ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$ では、 ${}^3\text{He}$ とスズ核スピンの共鳴が重りはじめの2mT程度で急激に緩和が起る。これに対して ${}^4\text{He}$ 中では10mT程度から徐々に見えはじめ、磁場依存性はゆるやかである。これら二種の緩和を、 ${}^3\text{He}$ への緩和及び微粒子表面に存在すると思われる磁性中心の役割を合せて考えることによって説明しようと試みている。

スズ微粒子と並行して、テフロン微粒子におけるフッ素核スピンの低磁場緩和も測定し、金属微粒子との相違から緩和機構をより明確にしようとしている。

2.2 アルミニウム微粒子の超伝導転移

粒径数100Åのアルミニウム微粒子の核磁気共鳴を30mKまでの低温で測定することにより、これらの超伝導臨界磁場を調べた。臨界磁場は粒径依存性を持ち、軌道反磁性対破壊の機構によるものであり、転移は粒径に対して狭い範囲で起こることがわかった。

2.3 高磁場中の久保効果

金属微粒子中の離散的エネルギー準位の間には、系のハミルトニアンの特称性を反映した相関が存在する。この相関は、スピン軌道相互作用が極めて強くない限り、一つのスピン・サブバンドの中でしか働かないので、強い磁場を印加してゼーマン・エネルギーの方が平均の準位間隔よりも大きくなるようにすると、両スピンを含めた、フェルミ準位近辺での相関は失なわれてしまうことになり、いわゆる久保効果は消滅するものと予想される。これを検証するために、銅微粒子の核磁気共鳴を低磁場(0.68 T)と高磁場(4.9 T)において行ない、ナイト・シフトを測定した。その結果、高磁場においてシフトがバルクの値に向かって回復することが認められ、予想との良い一致を見た。定量的な解析にはスピン軌道相互作用を取り入れた理論が必要であるが、エネルギー準位の相関について明確な定性的検証ができたものとする。

2.4 金属微粒子の核断熱消磁による ^3He - ^4He 混合相の超流動探索

^3He - ^4He 混合液中の ^3He の超流動の探索を行なうために、稀釈冷却機の混合室の一部を弁で隔離し、微粒子を使った核断熱消磁により液を冷却する実験を開始した。はじめに直径100 Åの銅の微粒子を用いて断熱消磁を行ったが、液を冷却することはできなかった。この原因は、銅核の四重極相互作用であると結論し、これを避けるためにスピン1/2の白金核を用いることに計画を変更した。目下、白金微粒子の作成と、断熱消磁システムの性能チェックのためのCMN粉を用いたテスト運転を行っている。

〔3〕 低次元化合物

次元性が電子物性に与える影響の研究として、二次元性をもつアクセプター型黒鉛層間化合物の軌道常磁性、電荷移動比の問題、一次元物質ポリアセチレンの金属・非金属転移の問題を中心に実験を行った。

3.1 黒鉛層間化合物(GICs)

HNO_3 - GIC を合成し、アクセプター型での軌道常磁性の問題および電荷移動の機構について研究を行っている。ESR/NMR法によるスピン帯磁率および磁気天秤による全帯磁率の測

定から、この系においても軌道常磁性の存在を示唆する結果を得た。しかし、インターカラントHNO₃の反磁性をどう評価するかが大きな問題で、現在検討中である。また、ステージ2、3の α 型、 β 型HNO₃-GICについて状態密度を求めたところ、常にインターカラントをはさむ炭素間距離の短い β 型の方が大きく、この距離の減少で電荷移動比が増加したことを意味している。この結果はアクセプタ型においても軌道の混成による電荷移動の機構が存在することを意味する。

3.2 ポリアセチレンの μ^- 磁気共鳴

ポリアセチレンの格子、あるいはパイエルス歪みをもった格子が格子上の不純物に対して安定かどうかは理論的にも実験的にも未知の問題である。今のところ、ポリアセチレンの格子上に不純物を入れる唯一の方法は μ^- を照射することである。 μ^- は格子上のCの核を中心とする半径が極めて小さな1s軌道に入るため、 μ^- の寿命 $\sim 2\mu\text{sec}$ の間、この原子は有効的に3価の不純物となる。

この不純物の効果は μ^- 磁気共鳴を測定することで直接調べることができる。高エネルギー研究所内の東京大学中子科学実験施設と共同で μ^- 磁気共鳴の実験を行った。この結果 μ^- の共鳴位置はポリアセチレン格子上で、自由な場合に比べて300ppm程度低磁場側にシフトしていることが認められた。一つの可能性として、格子上の不純物によりポリアセチレンのパイエルス歪みがこわされ、1次元金属になったためではないかと考えている。

3.3 ポリアセチレンのソリトンの運動

トランスポリアセチレン中のソリトン運動機構を調べるために、純粋な試料とヨウ素を1%程度ドーブした試料のESR線幅の温度依存性を測定した。液体ヘリウム温度における線幅がシス型のものの線幅の半分であることから、何らかの先鋭化がおこっていることが明らかになった。ESR線幅の温度依存性の測定から、この先鋭化は1%程度のドーパントの影響は受けないことがわかった。

一方、荷電ソリトンの運動機構を調べるために、ClO₄を10%ドーブしたトランスポリアセチレンの電気抵抗の温度および磁場依存性を測定した。低温における電気伝導は、荷電ソリトンの波動関数が重なって金属状態になっていると考え、アンダーソン局在で定性的に理解できる。

3. 4 ポリシランの熱中性子照射によるドーピング

擬一次元構造をもつポリシラン ($\text{SiH})_n$ に熱中性子を照射し、 $^{30}\text{Si} + n \rightarrow ^{31}\text{Si} + ^{31}\text{P}$ の変換によりポリシラン上にPを導入することを試みた。予備的照射により 10^{17} 個/cm³ のPができたと思われる試料についてXバンドのESRを行ったところ、4.2Kで $g=2$ 近傍に二つに分れた吸収が測定された。これは格子上のPのドナー状態からの吸収と思われるが、二つの吸収線の間隔は約5Gで、Si:Pの場合の42Gとくらべてかなり小さい。熱中性子照射を増し、 $\sim 10^{18}$ 個/cm³ 以上のPを導入することを試みている。この研究は原子力研究所の岩田忠夫氏との共同研究である。

[4] ランダム・ジョセフソン・ネットワーク

昨年度に製法を確立した、直径が300Å程度のスズ微粒子を、薄い酸化膜を介して接触するようにランダムに配列したランダム・ジョセフソン・ネットワークの性質を、電気抵抗の温度および磁場依存性、電流電圧特性などの面から調べた。その結果、低温において超伝導になる試料と、絶縁体になる試料は、面抵抗が約6kohmを境にして分れることがわかった。この値は e^2/h に近く、最近の散逸のあるジョセフソン素子についてのいくつかの新しい理論と一致する。さらに、超伝導になる試料にマイクロ波を照射しながら電流電圧特性を測定したところ、電流軸上で $2ef$ (f はマイクロ波周波数) を周期として電圧のスパイクが現れることを観測した。この現象は新しい巨視的量子効果として興味深い。

[5] 極細線の電気伝導と量子ゆらぎ

電子線リソグラフィの手法を用いて幅0.1 μm 、厚さ300Åの極細線を作成し、このような微細な系に期待されるAB効果や、磁場を印加したときに現われる抵抗のゆらぎの観測を試みた。未だ確定的なデータを得るに至っていないが、今後これらの効果にたいする各種の散乱機構の影響を詳細に研究していく予定である。

[6] NaCl型MoNの超伝導

NaCl型MoNは転移温度が30K程度の超伝導体となるという理論の予想があるが、結晶の

作成が困難であった。教養学部の藤本グループと共同で、モリブデンの蒸着中に窒素をイオンビームを照射することによりこれを作成することに成功し、この試料を用いて超伝導特性を調べた。その結果、転移温度は5.8 Kであった。予想ほど転移温度が高くないのは、この試料が多くの格子欠陥を含むためと思われる。

以上のすべての実験には液体ヘリウムが不可欠で毎週多量の液体Heの供給を東京大学低温センターよりうけている。永年に亘るご援助に対し、低温センター長はじめセンターの皆様へ深く感謝いたします。

高温超伝導のこぼれ話

工学部・総合試験所 内田 慎一
(内線 7666)

筆者の研究室は、東京大学工学部付属総合試験所の2階にある。総合試験所とは何をしているところなのか？ 他学部、他大学の方々には、ほとんど馴染みのない存在かもしれない。古めかしい名前に反して、実際は、工学の様々な分野で、かなり先端的な研究を行っている機関なのである。大型構造物試験機、超高圧電子顕微鏡、オンライン実験用電子計算機システムを擁し、工学部を主とした学内共通の利用に供する他、工学部の各学科から派遣された8名の若手教官(所員)が各階に研究室を与えられて独自の研究を行っている。ユニークな点は、所員の任期が3~5年で、その間は、何も抱束されず自由な研究が行えることである。

筆者は、昨年(1986年)4月から所員の一人として物理工学科から派遣された。ほとんどゼロからの出発であったので、物理工学科の田中昭二教授から人材、設備の援助を受け、最初の一年は、従来から研究してきた酸化超伝導体、 $Ba(Pb, Bi)O_3$ の研究の完成を目指すことにした。その当時の研究室の悩みの一つは、液体ヘリウムであった。低温センターと同じ構内にありながら、総合試験所にはヘリウムガスの回収設備がないので、ヘリウムガスを満タンに詰め込んだ風船を低温センターまで運んで回収し、空になった風船を実験室に戻すという作業を繰り返さなければならない。このことがネックになって、専ら、液体ヘリウムを使わずに済む、超伝導体の常伝導状態の物性実験ばかり行っていた。

同年10月には、ほぼ $Ba(Pb, Bi)O_3$ の研究が完成し、そろそろ来年をにらんで新しい研究テーマを開発しなければならないと思っていた矢先の11月6日にIBMチューリッヒ(スイス)研究所から出された一つの論文に遭遇した。これが現在のマスコミを巻き込んだ高温超伝導フィーバーの引き金になってしまうのである。

高温超伝導の可能性と題したその論文が目にした物質の正体は不明だが、我々が研究していたのと同類の酸化物であるらしい、新しい対象に飢えていた筆者は、ついそれにとびついてしまった。酸化物合成の設備と、経験

者をかかえていた研究室にとって、類似の物質を合成するのは造作もない事で、一週間後の11月13日には、高温超伝導が可能性ではなく現実のものであることを検証し、12月初旬には高温超伝導体の正体 ($La_{1-x}Ba_x$)₂ CuO₄ という組成の化合物をつきとめることに成功した。研究規模も拡大し、物理工学科・田中研、工業化学科・笛木研と共同で、職員・学生総勢25名の“東大・工学部グループ”が形成された。

高温とはいっても、その当時の超伝導臨界温度 T_c は30-40 K。4月以来避けていた液体ヘリウムとの付き合いを否応なく始めざるをえなくなった。ヘリウムの大きな風船をかかえて、総合試験所と低温センター、時には本郷構内、工学部6号館にあるサブセンターとの間を往復する毎日に学生達が悲鳴をあげるのではと懸念したが、不平一つ言わず黙々と風船を運んでくれた。毎日のように更新される T_c と、次々に出る新しい実験結果に、彼らも歴史に参加しているという充実感を味わったようであった。

年が新まり、1987年2月16日、寝耳に水のニュースが飛び込んできた。ヒューストン大学とアラバマ大学の研究チームが液体窒素温度以上の $T_c \sim 90$ K で超伝導を実現したと発表したのであった。しかし物質は、酸化物とだけしか公表されなかった。我々は最初その発表を疑った。何故なら、これまでの2、3ヶ月、笛木研と協力して、ほとんどすべての元素をチェックしていて、その兆候を見出せなかったからである。そのニュースの直後から奇怪な噂がとび交い始めた。窒素温度超伝導体の色は緑色であるとか、酸素の一部がフッ素におき置き換わっているとか等々。しかし徐々に確からしいとの情報がはいる、一週間後には日本でも東大・教養学部のグループが独自にその物質をつきとめた。

リードを保ち続けた東大・工学部グループが一転して追う立場に変わり、卒業論文、修士論文の締め切りが迫ったため、学生達の動員力も落ち、我々にとって一番苦しい時期であった。噂にも振り回され、フッ素化物などの超伝導にならない試料の残骸が山のように積み重ねられていった。結局、室温温度超伝導物質の組成が Y (イットリウム) - Ba - Cu の酸化物であることがわかったのは2月末、中国からの新聞報道でそれを知った。

この話には落ちがついている。当初、中国からの報道が誤訳され、我々には、Yb (イッテルビウム) - Ba - Cu - O として伝わった。Yb という元素は、

周期律表で別枠扱いされている14種の希土類ランタニド系列元素の一つである。LaやYを含めて一列をなすこれらの希土類元素は似通った性質を示す。何故Ybの化合物だけが窒素温度超伝導体なのかという疑問を当然抱いたがその後、Ybを含めて、ほとんどの希土類で窒素温度超伝導が確認された。

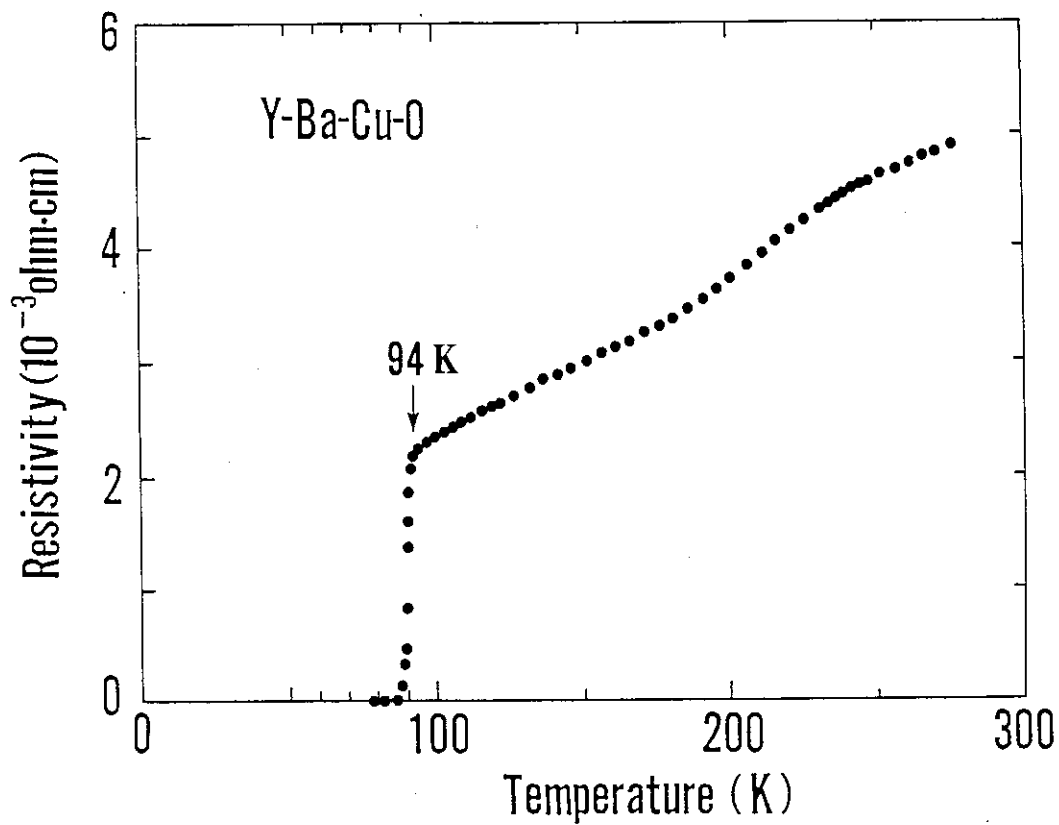
YbがYの誤りであることは、2日後にわかり、2月28日には我々もY-Ba-Cu-Oで窒素温度超伝導の手応えを確かめた。我々のグループにとって悔やまれるのは、YもYbも2、3ヶ月前に試みておりながら、最初に焼き上がったものが超伝導を示さなかったために、それきりでやめてしまっていたことである。YやYbが超伝導になるかならないかは、焼くときの温度の僅かな差であることが、このときわかった。

苦しい思い、悔しい思いをしたが、試料の純度を上げて、真の窒素温度超伝導を実現したときは感動的であった。その時(3月1日)の電気抵抗のデータをここに示す。電気抵抗が90Kで急激な減少を示すデータの左端を見ていただきたい。最後のデータ点の温度は77Kである。これは、我々にとって、液体ヘリウムを使用しない初めての超伝導実験であった。

その一週間後位から、新たな問題をかかえることになった。高温超伝導がマスコミに取り上げられるようになり、我々も取材攻勢をうけることになった。我々の研究室に新聞、雑誌記者がはいり込み、テレビカメラが土足で踏み込んできた。最初は、テレビに映るといふ喜びで協力的であった学生達も、入れかわりたちかわりの取材で、腰を落ちつけた研究ができなくなり、次第に不快感を露骨に表すようになる。こうなると研究体制そのものの危機である。5月に、研究室にマスコミが入るのを禁止した。

現在、 T_c の上昇の勢いも一時的(?)な停滞をみせ、高温超伝導もようやくサイエンスとして根付く気配をみせている。室温超伝導の出現で一時的に希薄になった液体ヘリウムとのつきあいも、基礎物性の研究ということで再開することになった。今、国内では1000人を下らない数の研究者が、世界ではその10倍の数の人々が、この分野の研究に携っている。昨年11月、総合試験所の一研究室のテーマとして細々と開始した研究が、一年も経ないうちに怪物じみた大きな流れに成長してしまった。その巨大な流れに飲み込まれないよう、必死で独自の流れを作ろうともがいている

のが研究室の現状である。



超伝導マグネット特訓記

教養学部 基礎科学科第1 小宮山 進
(内線 453)

私の研究室では磁場中の半導体の伝導を測定することが多いため、ほとんど全ての実験において超伝導マグネットのご厄介になる。現在研究室には用途に応じて5つの超伝導マグネットがあるが、そのうち4つは自家製である。ここでの話は最後の一つ、唯一メーカーから購入した当研究室で最も重要なマグネットに関する話である。このマグネットは最高磁場 5.5 Tの指定で作ったものだが、当初クエンチ・トレーニング等の効果によって2 Kでは 8.8 T以上の磁場を発生することができた。ところがある日トラブルを起こし、それ以後かなり使いにくいマグネットになってしまった。その顛末記である。

1. マグネット発注時のスペック

研究室設立当時の6年程前、真空冶金に第1図に示すようなクリア・ボア33φのごくありふれた小型のNbTi-マルチファイバー線による超伝導マグネットを発注した。4.2 Kにおける保証磁場として 5.5 Tを指定した。当初からホット・エレクトロンの実験とともに量子ホール効果の実験も計画していたが、前者のためには大した磁場を必要とせず、又10 T程度の、より強磁場を必要とする後者の実験のためには試料の入手の目途が立っていなかったため、とにかく使い易いマグネットをまず一つそろえることにした訳である。何とか量子ホール効果の実験にも使えるよう、最低でも8 T保証程度のマグネットが実際には欲しかったのだが、研究室設立当初で他に必要な機器も多く、予算の都合上 5.5 T保証で我慢することにした。また 5.5 T保証とは言っても多分メーカーは余裕をもって設計するから、後述するクエンチ・トレーニングを行った上、2 K程度に冷して使えば何とか8 T位までの磁場は発生出来、量子ホール効果の実験にも使えるのではないかという見込みも持っていた。

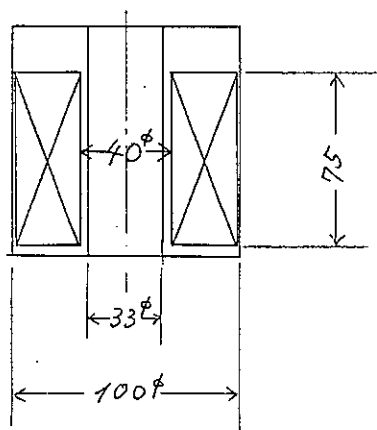
発注後数ヶ月して届いたマグネット(価格 120万円)は第1図の右に示すような性能をもっており、大体期待通りのものであった。特にメーカー側のテストでの 72 A (7.02 T) までクエンチなし (於 4.2 K) という結果は期待以上であり、これで2 Kにおける8 Tは确实だと内心大いに喜んだ(クエンチとは、許容以上の電流を流すこと等によってマグネットの超伝

導性が破れること。) ただしメーカーが添付したマニュアルには、“62 A (6.05 T) 以上では使用しないで下さい”とあり、ご丁寧に赤の下線がついていた。電話で問い合わせると「根拠はないが、それ以上の電流だとクエンチしないという自信がない。5.5 T保証は完全にクリアしているのだからそんなに欲張らなくても良いだろう」というような答えが返って来たように記憶する。その指示を守るつもりはあまりなかったものの、幸か不幸か以後しばらくの間は6 T以上の磁場を必要とする機会に恵まれず、ホット・エレクトロンの実験でおとなしく過ごした。

2. クエンチ・トレーニング

ところがマグネット入手後一年程して学習院大学の川路先生の所から上等のSi-MOS FETの試料を一つ戴くことができることになり、待望の量子ホール効果の実験にとりかかることができるようになった。といっても使用できるマグネットは上記の“6.05 T以上で使ってはいけない”マグネット以外にはない。8 T以上のマグネットをおいそれと発注できる程まだ研究室も豊かになってはいない。そこで当初の計画通りクエンチ・トレーニングを実行することになった。

クエンチ・トレーニングといっても特別のことではなく、ただ単純に超伝導状態にあるマグネットへの通電電流を増大させていき、態々許容値以上にしてクエンチさせるということである。このようなスパルタ式訓練を何度か施すとなぜかマグネットの最大許容電流が通常10~20%増大するこ



コイル定数 0.0975T/A
 インダクタンス 1.86H
 掃引速度 20A/分
 磁場均一度 0.7% at 10 DSV
 メーカー側テスト：
 72Aまでクエンチなし

第1図 マグネット寸法と性能諸元

とが経験的に知られている。マグネットの巻線のわずかな巻きむらがクエンチ発生の源となっており、クエンチをくり返す度に巻線の位置がごくわずかずつずれて最適の場所に収まるのがトレーニング効果の原因であると誰かに聞かされたような気がするが、本当かどうか私は知らない。が、とにかく自作のマグネットでの経験でも最大磁場はこの方法で若干増大する。また以前、Hamburg大学で助手をしていた時研究室に4.2K-9T保証、クリア・ボア42φの中型のマグネットが納入されたことがある。Clyogenic Consultant Ltd. (CCL)社の恐らく第一号製品であった。ボスのProf. Kotthausが「早速テストせよ」と言う。何のことかと思ったらくエンチ・トレーニングのことであった。一度も使っていない新品で万一壊れたりしたら一大事と思ったがボスはクエンチで壊れることなどあり得ないと言う。またそこに居合わせたCCL社のDr. Good(現社長)も壊れる危険はないと保証するので意を決して数回のトレーニングを行った所、4.2Kで10.7T, 2Kで12.5Tまで最大磁場が上昇した。このマグネットはそれ以後も健在でトラブルの話は聞かない。

以上のような経験があったので自信はあったが、念のため真空冶金に相談すると、案の定「やめて欲しい」との答えが返って来た。同社の経験では、ごくまれに(500台中2~3台)クエンチによって壊れるマグネットがあるという。その原因は多分、線材間か、又は線材とボビンとの間の放電による絶縁破壊だという。万一壊れた場合保証しないということであったが、営業の人と相談して「その時にはコアは再使用することにし、線材代+αの費用で巻き直す」という約束をとりつけた。

クエンチ・トレーニングで重要なのはマグネットと並列にできるだけ小さな抵抗値をもつ抵抗R₁を入れることである。(通常使用の場合も安全のためにつけておくが、特にクエンチさせる場合忘れることは許されない。)クエンチが起こった瞬間に電源の安全回路が働いて電流が零となるが、この時小さな抵抗でシャントしていないとマグネット端子間に途方もない逆起電力が生じてマグネットは確実に壊れる。つまり、ソレノイドに貯えられた磁場のエネルギー $U = LI^2/2$ (L; インダクタンス、I; 電流)を抵抗R₁を通してジュール熱の形で安全に逃さなければならない。実際には1.7Ω/30Wの抵抗をクライオスタット上部につけ、さらに10Ω/10W程度の抵抗をマグネット本体に取りつけた。

いよいよ決行ということになるとさすがに緊張する。Hamburg大学ではボスの命令であったし製造元の張本人が大丈夫と保証していた。しかるに今回は自分の責任であるし、しかも製造元はやめろと言っている。何しろ

500台中2～3台壊したという実績の裏づけを伴った発言だから重みがある。これで万一壊れたら貴重な研究費をみすみす100万円近くも無駄にすることになるばかりか、我が研究室の研究は数ヶ月間全面的に停止する。しかし量子ホール効果の実験をするにはこれしかないのである。テスト中、電流が62Aを越えると心臓がキリキリと締め上げられていく気がし、他の用で実験室に出入りする院生がドアをボタンとさせるたびに飛び上りそうになる。結果を表1に示すが、4.2Kにおける一回目のテストでは69A(6.73T)でクエンチした。まずマグネットが(何故かは解らないが)ブツンと乾いた音をたて、同時に電源が停止した後2秒程で猛烈なヘリウムの蒸発が始まる。L=1.86HだからI=70Aの時全体でU=5KJのエネルギーのうちのほとんどがR。ではなくてマグネット自身を温めるのに使われ(注、クエンチ時のマグネットの抵抗はR。よりずっと大きい。)、ヘリウムの蒸発につながる。1kWのヒーターを5秒間程液体ヘリウム中で焚くことを想像して頂ければよい。猛烈な蒸発は数秒で収まり、その間の蒸発量は1～1.5ℓ程度である。さて、一回目でクエンチが起った電流、69A、はメーカー側で72Aまでクエンチしなかったという結果に比べると劣っているが輸送途中や、一年以上にわたる実験での取り扱いに際しての小さな機械的衝撃でこの程度変化してもおかしくないであろう。壊れたかも知れないと心配しながら行った二回目のテストでは無事75Aまで上昇し、さらにもっと上昇するかも知れないと期待しながら行った三、四回目のテストでは75A程度で頭打ちとなった。次にクライオスタットを減圧して2Kまで温度を下げ、同様なテストを行ったが86Aまでクエンチしなかったその日は液体ヘリウムと神経が続かなかったので後日、2Kで二回目のテストを行った。クエンチするまでやろうと決心はしていたが、91A(8.9T)まで行ってもまだクエンチしない。すでにマニュアル指定の上限値のほぼ1.5倍である。これ以上の電流でクエンチさせるのがさすがに怖くなり、トレーニングを完了することにした。

このようにクエンチ・トレーニングはマグネットの破壊を起こすことなく成功し、それ以後マグネットは何のトラブルもなく我が研究室の主力装

表1 クエンチ・トレーニング結果

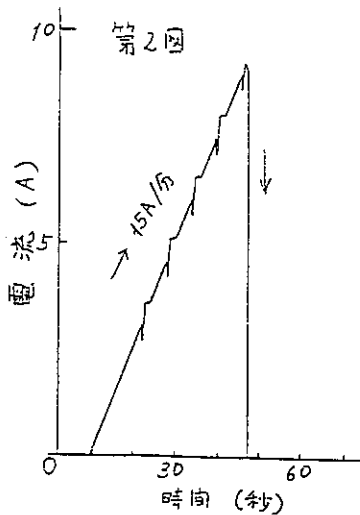
	1回目	2回目	3回目	4回目
4.2K	69A	75A	75.2A	74.7A
2K	86Aまで クエンチなし	91Aまで クエンチなし	／	／

置の一つとして日夜働き続けた。私はその後会う人毎に成果を自慢した。何せ 5.5 T 保証に過ぎないマグネットを 8.9 T 出す所までもって行ったのである。これぞ儉約精神旺盛であるべき大学研究者の以て範とすべきところではないか。

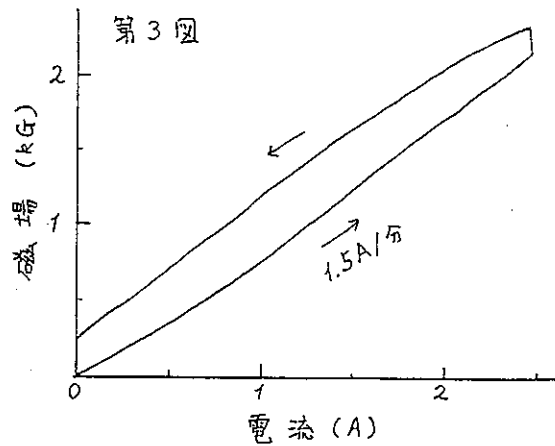
余談になるが、それでも Si-MOS での測定は苦しかった。特に試料温度を 4.2 K 以上にしようとする時、マグネットのみを 2 K に冷やすと実験時間が非常に短くなり、実際上は測定をあきらめざるを得なかった。しかし程なく富士通の冷水氏のグループより GaAs-AlGaAs の HEMT 試料の提供を受けることができるようになり、4 T 程度の磁場で基本的な量子ホール効果の実験ができるようになった。8 T 以上の磁場がどうしても必要な時にはこのマグネットを使ったり、あるいは真隅研究室の 10 T マグネットをお借りしてやりくりした。

3. トラブル発生

トレーニング後 2 年半程したある日、それまで快調だったマグネットがクエンチする筈のない 4 ~ 5 T の磁場で突然クエンチするという事態が発生した。クエンチ・テストをしてみると 7 T 程度まで行くこともあれば 6 T 程度の時もあり、甚だ一定しない。また、非常に低い電流値で電流の下降時にクエンチすることすらある。最初電源の不調を疑ったが、マグネット自身に問題があることが後に解ってきた。原因は解らないが、とにかく

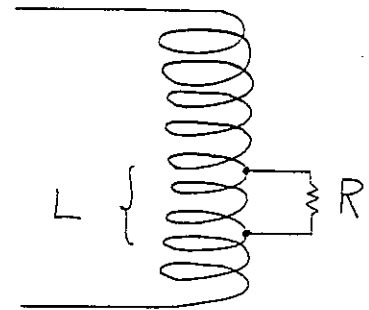


第 2 図 掃引時のマグネット電流の時間変化



第 3 図 磁場 (ホール素子出力) と電流の示すヒステリシス

巻線のどこかの絶縁がやられていると思われるので、絶縁が復活することを期待して院生の高増君と牛山君がマグネットをパラフィンで煮ることにした。マグネットと固形パラフィンとを真空中に置き、いっしょに加熱してパラフィンを溶かす。マグネットが溶けたパラフィンに没した所で常圧に戻し、そのままぐつぐつ煮る。こうすれば圧力差で溶けたパラフィンが巻線の奥まで浸透するであろう。以前自家製マグネットの特性をこの方法で改善した事がある。しかし今回は無駄であった。2度やり直してみたが効果はなかった。



第4図 考えられる故障

症状を調べてみると、電流のスイープ速度に問題があることが解った。つまり $7.5 \text{ A} / \text{分}$ 以上の速度で電流掃引すると電流の大きさにあまり関係なくクエンチしてしまう。図2に、 $15 \text{ A} / \text{分}$ で掃引して 9.2 A (0.9 T) でクエンチした時の電流の時間変化を示すが、クエンチ以前にもほぼ等間隔で電流がスパイク的に変化していることが解る。掃引速度を $3 \text{ A} / \text{分}$ 以下にするとスパイク状の変化はなくなり、またテストした範囲では 60 A 程度までクエンチしなかったが、図3に示すように電流 I と磁場 H との間に大きなヒステリシス（以前にはなかった）が存在する。ただし十分長時間一定電流に保っておいた時の磁場の値は正常時の値に等しい。これらのことから、マグネットの巻線の一部が図4のように小さな抵抗 (R) でショートしているものと考えられる。充分ゆっくりと電流掃引すればショート部分のコイルの L による逆起電力が小さく、 R を通って流れる電流も従って小さく、 H vs. I の曲線にヒステリシスをもたらすだけである。しかし掃引が早いと大部分の電流が R を流れることになる。そればかりかショートした部分のコイルは、($R=0$ でないため不完全ではあるが) 永久電流モードで動作することになり、全体の電流を変化させていくと、それに抗してマグネットの全磁束を一定に保つべく他の部分とは逆方向に R を通して大電流が流れることになる。ショート部 L は全体に比べれば小部分であろうからすぐに臨界電流値に達してしまい、ここだけクエンチする。するとコイル L 中に本来の全磁束が入り、また同じことがくり返される。この局所的クエンチが図2における等間隔の電流スパイクであろう。詳しい解析をすれば R , L の値の導出、その部位の特定等ができるだろうが、その研

究意欲よりは落胆度の方が大きい。

以上のように我が研究室自慢のマグネットは一夜にして重病持ちの身と
なってしまった。3 A / 分以下の電流掃引でどこまで行くかのクエンチ・
テストは行っていないが、おそらく60~70 Aであろう。従ってほとんどの
実験にもまだ使えるし、現実に使っているが、問題なのは掃引可能速度が
当初20 A / 分以上であったものが3 A / 分以下になってしまったことであ
る。これは実験の能率に大きく影響する。またヒステリシスが大きいとい
うことも非常に使いづらい。という訳で私はクエンチ・トレーニングの成
果を会う人毎に自慢するという楽しみを失ってしまった。ただし1年半前
のこのトラブルの原因が、その2年半前に行ったクエンチ・トレーニング
にあるのかどうかは今もって不明であり、クエンチ即破壊という教訓を決
して引き出さないようお願いしたい。とは言っても、このトラブルが何
故生じたのかと聞かれると困ってしまう。 解らないのである。

4. むすび

心優しい本稿の読者の中には、この傷ついたマグネット（と自家製の小
さなマグネット）しか持たぬ当研究室の将来を案じて下さる方も居られよ
う。しかし御心配は無用である。ついに当研究室も本年度、10 Tの本格的
マグネットを発注できることになった。発注先はクエンチ・テストを保証
している CCL社にしようと考えている。

抵抗温度計の特性

低温センター 安田 誠
(内線 2853)

当センターでは、数種類の低温用抵抗素子を在庫しており、希望者に無料で配付している。そこで、今回はそれぞれの抵抗の校正表を作成するために温度特性を調べた。表1に調べた抵抗の一覧を示す。

測定は、直流4端子法で行っている。定電流源としてタケダ理研TR-6150を使用し、電圧計はデジタル電圧計(ケイスレー181)を使用している。測定系の制御はGP-IBで行っており、データはNEC-PC8801によって記録している。チャンネル間の電流、電圧端子の切り換えには、電流、電圧の各々に10チャンネルのスキャナー(ケイスレー705)を使用している。現在の測定では、標準温度計に2チャンネル、サンプルに7チャンネル使用している。試料部分は、標準温度計・サンプルともに、銅ブロックにそれぞれのサイズに合った穴をあけ、うめこみ式とし熱平衡を取っている。サンプル数が多いため熱平衡が問題で、銅ブロックに納める時にグリスを塗るなど熱接触が十分になるようにしている。

標準温度計は、20K未満でLAKE SHORE ゲルマニウム抵抗温度計(GR-200B-1000)を使用し、20Kから室温までは千野製作所 白金-コバルト抵抗温度計(800-4)を使用している。

今回は、デュワーの大きさの都合もあってサンプルホルダーを断熱真空にすることができず、温度制御をするまでにいたらなかった。そのため、実験は1.5K程度まで温度を下げ測定を開始し、急激に温度変化が生じないように時間をかけて温度を上げていくという方法で行った。このためサンプル数が多いことにより、標準温度計とサンプル間の測定時間の差による温度差が生じ、この対策として、プログラムにより各チャンネルごとの温度補正を行っている。

サンプルの測定電流は、0.001mA-1mAを用いている。これは

デジタル電圧計のレンジを200mVに一定にしているプログラムの便宜上のため抵抗値で、電流値を決めている。具体的には、100Ω未満で1mA、1kΩ未満で0.1mA、10kΩ未満で0.01mA、100kΩ未満で0.001mAの電流で測定している。白金-コバルト抵抗温度計では、1mA一定で測定を行っている。ゲルマニウム抵抗温度計は、サンプルと同様の電流値の決めかたをしている。熱起電力の対策としては電流を流していないときの電圧値を、ある電流を流したときの電圧値から引くという計算処理をしている。

実験の精度で重要なことは、電流値である。しかし、電流値の精度を測定するとなるとなかなか難しいので、今回は測定系全体の精度を測定してみた。実験には、サンプルとして許容差±0.002%の1Ω、10Ω、100Ωの標準抵抗を使用した。結果を表2に示す。測定値は、測定結果平均値を示す。結果より、0.01mAから1mAまでは、0.01%~0.05%の精度があることがわかる。0.001mAに関しては、測定で使用した標準抵抗が、100Ωと小さかったために1%近い悪い結果となった。しかし、実際の測定で0.001mAで測定するのは10kΩ以上の場合であるから、実際の精度はもっと良い結果になると予想される。

一般に、カーボン抵抗は較正を行っても常温に戻すと値が違ってしまい再現性が良くないと言われる。今回、カーボン抵抗の較正を主に行っているので、実際に再現性を調べてみた。実験は、較正を行っている4種類の素子を用いて急激な熱サイクルを8回行った。実験結果の中から4.2K、77.3K、273Kのときの抵抗値を取り出し、8回の結果を比較して再現性を調べた。表3は、実験結果から標準偏差を求め、それと平均値との誤差を計算したものと、その値を温度換算したものである。結果をみると、白金抵抗(SDT101A)の77.3Kの時の抵抗値の誤差が0.31%と一番大きい結果となった。これは、白金抵抗では、この温度近辺で抵抗の変化が大きいためわずかな温度差が、抵抗のばらつきとなって現れる。つまり、測定系の誤差であるとも考えられ、再現性としては問題ないと思われる。カーボン抵抗の結果は、抵抗値で0.17%以内と

なっており、温度換算では、最大で $\pm 9.89 \text{ K}$ ($\pm 3.6\%$)という結果が得られた。一度の校正で、 $\log R - \log T$ の校正表を作っておけば、あとは一点、たとえば 4.2 K での抵抗を測定して、先の校正表の曲線がその値を通るようにを平行移動してやればよいということが知られている。このような方法で、あまり精度を必要としない実験なら、今回の一度の校正で十分に使用できると期待される。

最後になるが、図1に4種類の抵抗の温度特性を示す。特性図の点は、各抵抗の測定値を適当な間隔でプロットしたものである。校正表は、これらの測定値より、 $1.6 - 273.0 \text{ K}$ の間の各温度での抵抗値を内挿法により計算で求めて作成している。今回は、特性図のみ掲載しているが、計算した値を中心に持つ円を、図に描いている。

校正にあたって最大の問題点は、やはり、測定方法にどれだけの信頼性と確度があるかということである。そこで、今回の報告は、校正結果よりも測定方法に重点をおいて行った。まだまだ、データ数が少ないためどの程度信頼性があるかはっきりしたことは言えないが、以上までの実験結果から最大でも 1% より誤差が大きくなることはないであろう。

今後の課題としては、まずサンプルホルダーの温度制御を行えるようにして、測定系の精度を向上させる。そして、さらに多くの実験データを得て、再現性とデータ処理の段階での精度がどの程度かさらに詳しく調べる必要がある。その後の段階として、同一素子間の特性のばらつきや磁場中の影響等についても調べていきたい。

なお、校正表付きの抵抗を希望の方は、その旨を付け加えて連絡してください。

表1 抵抗温度計

1	多摩電気工業	白金抵抗	SDT101A	500Ω
2	Allen-Bradley	カーボン抵抗	20Ω	1/8W
3	Allen-Bradley	カーボン抵抗	56Ω	1/8W
4	Allen-Bradley	カーボン抵抗	100Ω	1/4W

表 2 測定系の精度

1 電流値 = 1.0 mA

標準抵抗	1 Ω	10 Ω	100 Ω
測定値の平均	1.0002	10.005	100.02
誤差	0.02%	0.05%	0.02%

2 電流値 = 0.1 mA

標準抵抗	10 Ω	100 Ω
測定値の平均	9.996	100.016
誤差	0.04%	0.02%

3 電流値 = 0.01 mA

標準抵抗	100 Ω
測定値の平均	100.05
誤差	0.05%

4 電流値 = 0.001 mA

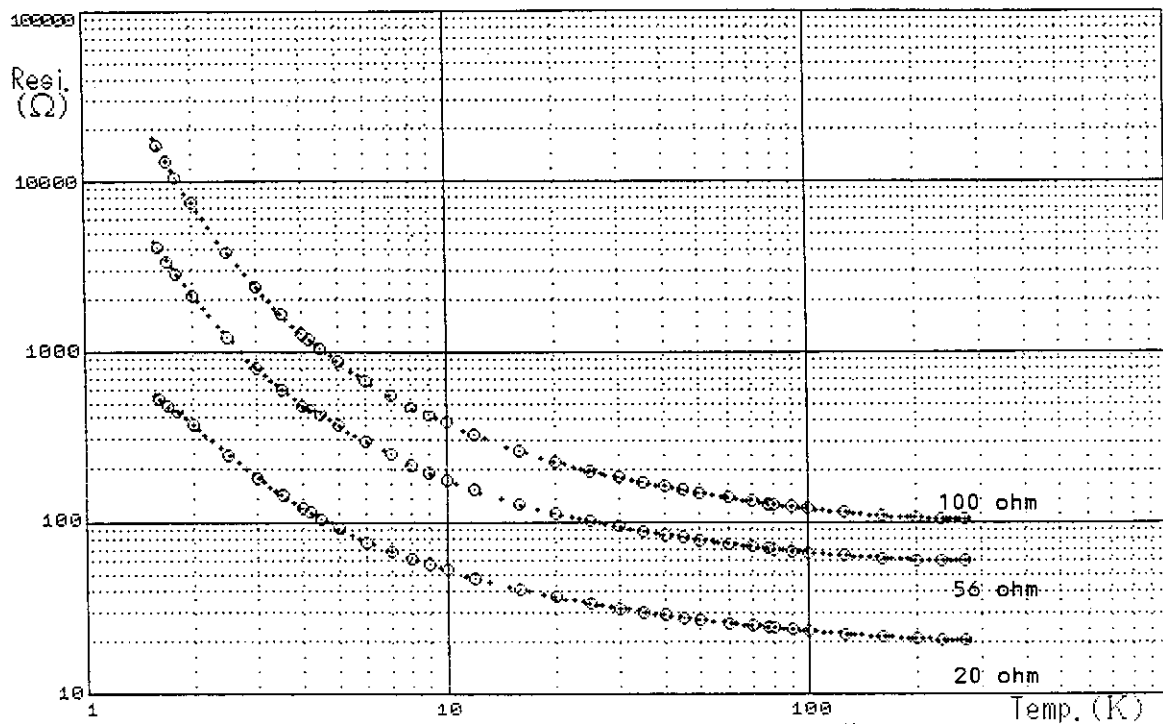
標準抵抗	100 Ω
測定値の平均	100.89
誤差	0.89%

表 3 再現性

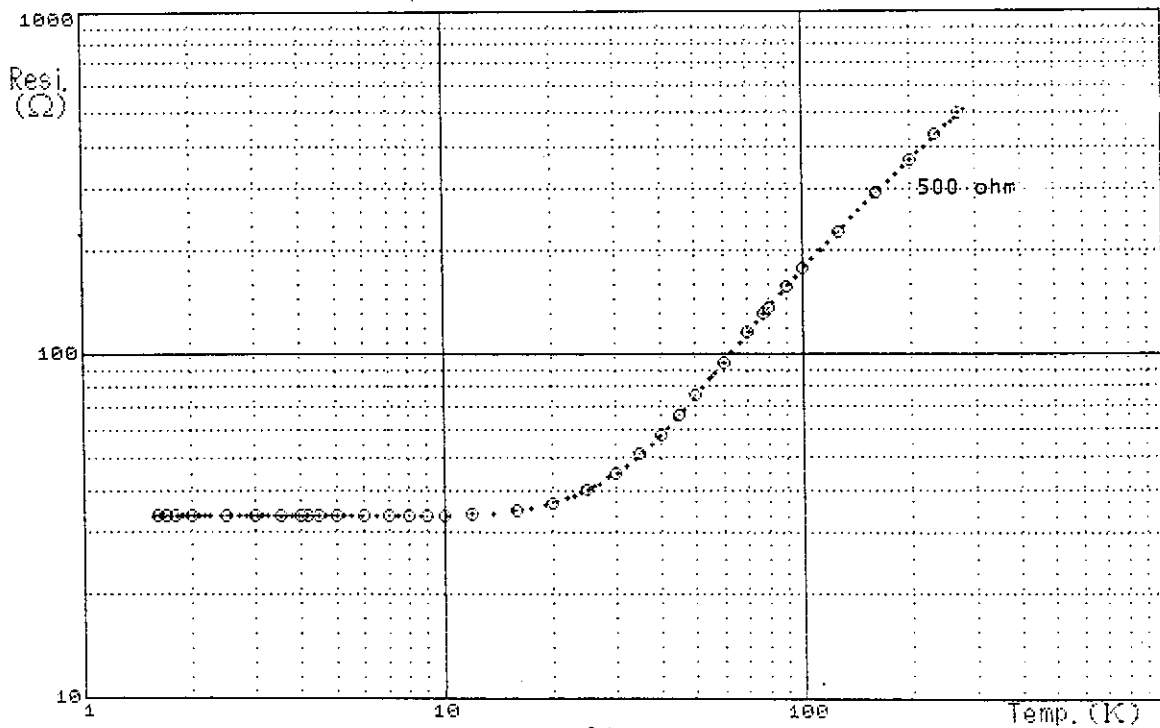
温 度	多摩電気	Allen-Bradley		
	500 Ω	20 Ω	56 Ω	100 Ω
4.2 K	0.02%	0.10% ±0.004 K	0.17% ±0.005 K	0.12% ±0.003 K
77.3 K	0.31% ±0.17 K	0.07% ±0.27 K	0.13% ±0.43 K	0.07% ±0.20 K
273. K	0.12% ±0.34 K	0.07% ±3.35 K	0.12% ±9.89 K	0.08% ±5.19 K

図1 抵抗温度計の特性

1 Allen Bradley カarbon抵抗



2 多摩電気工業 S D T - 1 0 1 A 白金抵抗



低温センターだより編集委員会

編集委員長

田隅三生センター長 理・化学 (4327)

編集委員

池畑 誠一郎 理・物理 (4161)

坪野 公夫 理・物理 (4142)

薬師 久弥 理・化学 (4332)

北沢 宏一 工・工業化学 (7202)

前田 京剛 工・物工 (6848)

柴田 浩司 工・金属材料 (7147)

鹿児島 誠一 教養・基礎科 (93-329)

大野 公一 教養・化学 (93-255)

臼倉 治郎 医・解剖 (3328)

西沢 直子 農・農芸化学 (5107)

大塚 洋一 低温センター (2860)

大嶋 孝吉 低温センター (2861)