

福岡工業大学 機関リポジトリ

FITREPO

Title	無冷媒14 T 超伝導磁石内蔵1.5 K クライオスタットの導入と電気抵抗標準の実測
Author(s)	鈴木 恭一
Citation	福岡工業大学総合研究機構研究所所報 第2巻 P7-P11
Issue Date	2020-2
URI	http://hdl.handle.net/11478/1502
Right	
Type	Departmental Bulletin Paper
Textversion	Publisher

Fukuoka Institute of Technology

無冷媒 14 T 超伝導磁石内蔵 1.5 K クライオスタットの導入と 電気抵抗標準の実測

鈴木 恭一 (工学部電気工学科)

Installation of Liquid Helium-Free 1.5 K Cryostat with 14 T Superconducting Magnet and Resistance Standard Measurement

Kyoichi SUZUKI (Department of Electrical Engineering, Faculty of Engineering)

Abstract

We introduced a liquid helium-free cryostat for studying quantum mechanical electron transports in semiconductors or topological insulators. This cryostat can cool the samples down to 1.5 K and is equipped with 14 T superconducting magnet. The resistance standard originating from the conductance quantization was accurately measured by the quantum Hall effect measurement in a Si-modulation-doped AlGaAs/GaAs single heterostructure, in which high-mobility two-dimensional electron channel was formed. In addition, diamagnetic levitation of bismuth was successively observed. Further enhancement of our study is expected using this cryostat system.

Keywords : Liquid Helium Free, Ultra High Magnetic Field, Quantum Hall Effect, Diamagnetism, Semiconductor Heterostructures

1. はじめに

電気抵抗は、電界中で加速されている電子が散乱されて、それまで持っていた速度を失うことで生じる。物質中で最も大きな電子の散乱要因は、フォノン散乱と呼ばれる結晶格子の振動によるもので、温度の上昇と共に増大する。金属において温度が高いほど電気抵抗が高くなるのはこのためである。逆に、温度を下げるとフォノン散乱の影響が小さくなり、電子は波動性を維持したまま、散乱されずに移動できる距離(コヒーレント長)が長くなる。その結果、極低温におけるコヒーレント長の長い物質の電気伝導は、オームの法則のような電子の粒子としての集団統計的な性質よりも、波動性に起因した量子力学的な性質が顕著となる。

物質中の(自由)電子濃度の測定には、ホール効果がよく使われる。この方法は、試料に電流(I)を流し、電流と垂直方向に磁場(磁束密度: B)を印加し、両方に垂直方向に生じる電圧(ホール電圧: V_y)を測定する。ホール電圧は、磁場中で電子が進行方向に垂直方向の力であるローレンツ力を受けることにより生じる。電子濃度(n)とホール抵抗($R_{xy} = V_y / I$)の関係は

$$R_{xy} = B / (net) \dots\dots\dots (1)$$

で表される。ここで、 e は電気素量、 t は試料の厚さである。この式からわかるように、ホール抵抗は磁束密度に比例するので、強磁場ほど精度の高い測定が可能となる。

半導体ヘテロ構造やグラフェン(単層グラファイト)などのコヒーレント長の長い二次元電子系では、低温かつ強磁

場中において、ローレンツ力によって電子は曲げられるだけではなく、サイクロトロン運動と呼ばれる周回運動を行う。一周回ったときの波動関数の連続性から、電子軌道はランダウレベルと呼ばれる離散的なエネルギーを持つ状態に量子化される。この状況下では、電子は周回しながら電界と垂直方向に運動する。その結果、不純物等の散乱因子があっても電子はそれを避けるように移動し、無散逸な電気伝導を示す。このような系でホール抵抗を測定すると、ホール抵抗が磁場に対して階段状になる量子ホール効果が観測される[1]。式(1)で示される古典的なホール抵抗が磁場に対して比例するのに対して、量子ホール効果ではホール抵抗は

$$R_{xy} = h / (ve^2) \dots\dots\dots (2)$$

で表される。ここで h はプランク定数で、 ν はランダウレベル占有率と呼ばれる自然数となる。特に $\nu=1$ のホール抵抗は

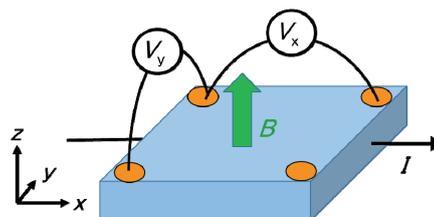


図 1. ホール効果の磁場と電極配置
Fig. 1. Electric terminal arrangement with magnetic field direction for Hall effect..

抗(25.81... kΩ)をフォンクリツィング定数と言う。この値は、材料や構造に依存しない普遍的かつ不変的な値であることから、電気抵抗の国際標準として採用されている。

これまで述べてきたように、電気伝導の研究には、低温と強磁場は必要不可欠なものである。今回、当研究室では、半導体やトポロジカル絶縁体の量子力学的な電気伝導を研究するために、中心磁束密度が 14 T の無冷媒超伝導マグネットを内蔵し、室温から 1.5 K まで冷却可能なクライオスタットを導入した。本論文では、本装置の概要とその性能を示すために行った反磁性磁気浮上実験および量子ホール効果による電気抵抗標準の測定について述べる。

2. 装置の概要

クライオスタットの写真とその構造を図 1 に示す。クライオスタットは真空断熱されており、冷却には、最低到達温度が 3.7 K のパルスチューブ(PT)冷凍機が用いられる。PT 冷凍機の低温部と超伝導磁石は銅の棒でつながっており、熱伝導で超伝導磁石が冷却される。試料の冷却は、外部にあるスクロールポンプを用いて、ヘリウムガスを循環させることで行う。スクロールポンプから排出されたヘリウムガスは PT 冷凍機で 4 K 程度に冷却され液体となる。その後ニードルバルブと呼ばれる細孔を通して急膨張させることで温度が 1.5 K に低下し、再び気体となり試料室外側を通過してスクロールポンプに吸引される。試料は試料室の壁との熱伝導で冷却される。

PT 冷凍機はスターリングサイクルを原理とする。スターリングサイクルによる冷却の原理を図 3(a)に示す。位相が 90 度ずれた二つのピストンが蓄熱器を通して繋っており、片方のシリンダーで膨張による吸熱、もう片方で圧縮による発熱が起こる。実際の PT 冷凍機では図 2(b)で示すように、シリンダーが一つで、圧縮されたガスがピストンの役目をする。シリンダーの片方から高圧ヘリウムガスを出し

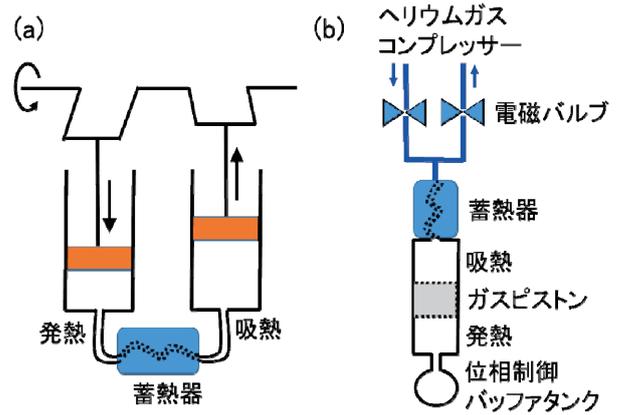


図 3. (a) スターリングサイクル. (b) パルスチューブ冷凍機の原理.

Fig. 3. (a) Schematic diagrams of (a) Stirling cycle and (b) pulse tube refrigerator.

入れると、反対側のバッファタンクで位相差が生じ、発熱部と吸熱部が現れる。冷媒には外部のコンプレッサーにより圧縮されたヘリウムガスを用いる。

従来、超伝導磁石や試料の冷却には、液体ヘリウムが用いられてきた。本装置と同等の性能の従来型クライオスタットでは、50 L/週以上の液体ヘリウム(約 10 万円/週)が消費される。近年のペルシャ湾やアメリカ合衆国の情勢により、ガスおよび液体ヘリウムの入手は非常に困難になってきており、今後さらなる価格の上昇が予想される。このような情勢で、本装置は無冷媒、つまり液体ヘリウムを消費せず、ヘリウムガスは閉鎖された環境を循環するのみであるので、非常に経済的で、また世界情勢に影響されることはない。液体ヘリウムの補充も不要であるので、測定を中断することもなく、数か月に渡る長期間の連続測定も可能である。

3. 反磁性磁気浮上

反磁性といえば、超伝導体の性質の一つである完全反磁性が有名であるが、あらゆる物質は内殻電子が反磁性を示すので、反磁性の性質をもつ。しかしながら、超伝導体以外ではその性質は非常に弱く、同時に持つ常磁性や強磁性の性質に打ち消され、日常的に反磁性の性質が表に現れることは少ない。ところが、強磁場中では、反磁性による磁界と反対に方向に生じる力が大きくなるので、物質によってはこの力が重力を超えて空中浮揚が実現される。これまでに、ガラス、カエル、ひよこなどで、強磁場中において反磁性による浮上が観測されている。今回、本装置が発生させる強磁場のデモンストレーションとして、ビスマス(Bi)の反磁性浮上実験を行った。

反磁性により生じる力は、磁束密度勾配、磁束密度、磁化率に比例することが知られている。磁束密度勾配、磁束密度の積、

$$K = -B \cdot (dB/dz) \dots \dots \dots (3)$$

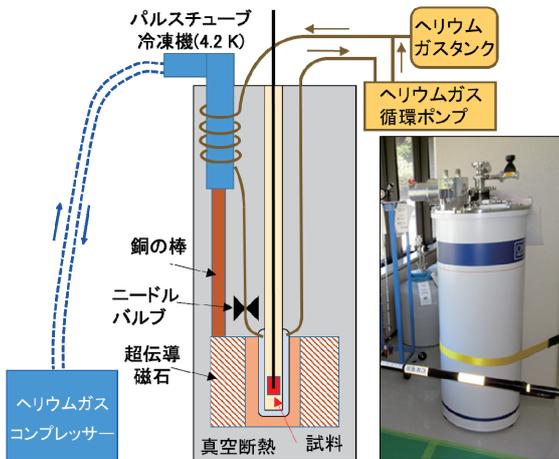


図 2. クライオスタットの構造と写真.
Fig. 2. Schematic diagram and photograph for the cryostat system.

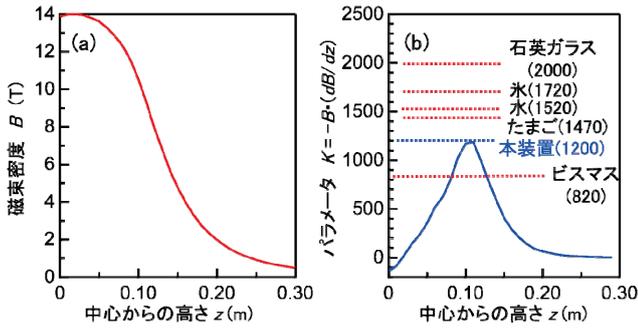


図 4.(a) 磁石中心からの位置に対する磁束密度. (b) 中心からの位置に対するパラメータ K と各物質の K の値[2].

Fig. 4 (a) Magnetic field as a function of the position from the magnet center. (b) Parameter K for the cryostat and other materials.

をパラメータとしたとき、生き物を含む各種物質が反磁性浮上するために必要な K の値は、文献[2]によると、図 4(b) 中に示したようになっている。ここで z は実空間の距離である。

反磁性浮上に先立ち、本装置の K の値を調べるため、磁気センサーを用いて、超伝導磁石内の磁場の空間分布を調べた。図 4(a) は磁場中心からの距離に対する磁束密度の測定結果である。この結果から求めた K を図 4(b) に示す。磁石の中心から 0.10 m の地点で最大値 $K = 1200$ となった。文献[2]で報告されている各物質の値と比較して、本装置では水や生き物の反磁性浮上は不可能であるが、ビスマスなら反磁性浮上可能であることが分かる。

反磁性浮上の観測のため、図 5 に示したように、LED 照明、カメラ、熱電対、ヒーターを備えた試料ホルダーを作製した。試料を入れる円筒内部の直径は 26 mm である。本装置は低温測定を前提として作られているため、試料冷却



図 5. 反磁性浮上観測用試料ホルダー。LED、カメラ、熱電対、ヒーターを備える。

Fig. 5. Sample holder for observation of the diamagnetic levitation, equipped with LED, camera, thermocouple, and heater.

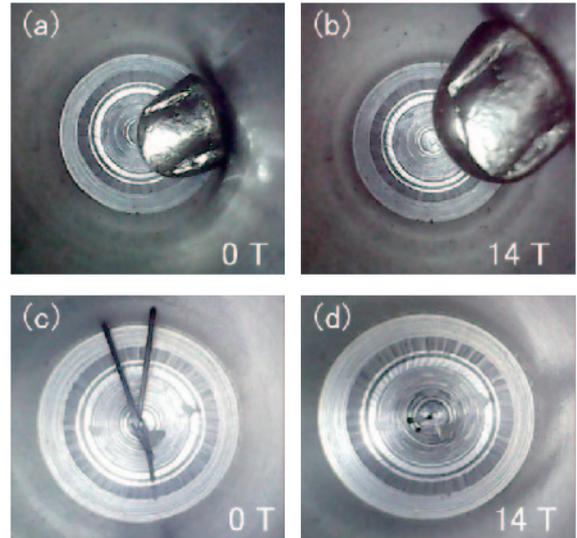


図 6. ビスマスの反磁性浮上. (a) 0 T. (b) 14 T. シャープペンシルの芯の磁気配向. (c) 0 T. (d) 14 T.

Fig. 6. Diamagnetic levitation for bismuth at (a) 0 T and (b) 14 T, and for sharp pencil lead at (c) 0 T and (d) 14 T.

のためのヘリウムガスの循環を止めても 100 K 程度まで温度が低下する。氷結を防止するためには、このホルダーのようにヒーターと熱電対を用いた温度制御が必要となる。最適な位置に試料を配置できるように、試料ホルダーはジャッキを用いて昇降できる。

指形のビスマスの反磁性浮上の様子を図 6 に示す。ビスマスの融点は 271 °C で、ホットプレートで容易に溶かすことができる。粘土で作った型に流し込むことで自由な造形が作成可能である。磁束密度を 0 T [図 6. (a)] から 14 T に掃引し試料ホルダーを上下させた。図 6. (b) に K が最大の位置で試料が浮上している様子がわかる。

ビスマスの反磁性浮上の他に、シャープペンシルの芯やグラファイトの磁気配向も観測された。図 6. (c), (d) にシャープペンシルの芯の磁気配向の様子を示す。磁束密度が 0 T では倒れていた芯が、14 T では磁場と平行方向(写真正面向き)に直立している様子がわかる。

4. 量子ホール効果による電気抵抗標準の実測

低温、強磁場で観測される量子力学的な電気伝導の代表的なものが量子ホール効果である。先にも述べたが、二次元電子系(または二次元正孔系)でさえあれば、ホール抵抗が磁場に対して階段状になり、材料や構造に依存せず、決まった値をとる。試料ホルダーへの電気配線やロックインアンプ、コンピュータ等の測定系の動作確認も含めて、量子ホール効果の測定を行った。

試料は分子線エピタキシー法で作製したシリコン(Si)変調ドープ AlGaAs/GaAs ヘテロ接合で、AlGaAs と GaAs のヘテロ界面に高移動度の 2 次元電子チャネルをもつ(図. 7)[3]。正方形に近い形に切り出し四隅にインジウム(In)電極

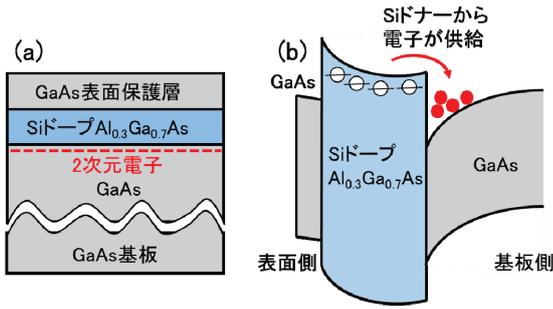


図 7. Si 変調ドーパ AlGaAs/GaAs 単一ヘテロ構造の(a) 断面図と(b)ポテンシャルプロファイル.

Fig. 7 (a) Schematic layer structure and (b) potential profile for Si-modulation-doped AlGaAs/GaAs single heterostructure.

を付けた(図 8). van der Pauw 法[4]により求めた 1.5 K における電子濃度, 移動度はそれぞれ $1.34 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$, $163 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ であった.

ホール抵抗の測定はロックイン法により行った. ロックイン法は, 特定の周波数の交流電流を流し, 同期させて特定の周波数の電圧のみを測定し, 一定時間積算するもので, ノイズの影響を受けにくく, 高精度の測定を実現する. 電極 A-C 間に 100 nA, 13 Hz の電流を流し, 電極 B-D 間の電圧の 13 Hz 成分を測定した. ホール電圧は電流に対して垂直成分である必要があるので, 磁場を試料の裏から表方向に印加したとき, 表から裏に印加したときの電圧を測

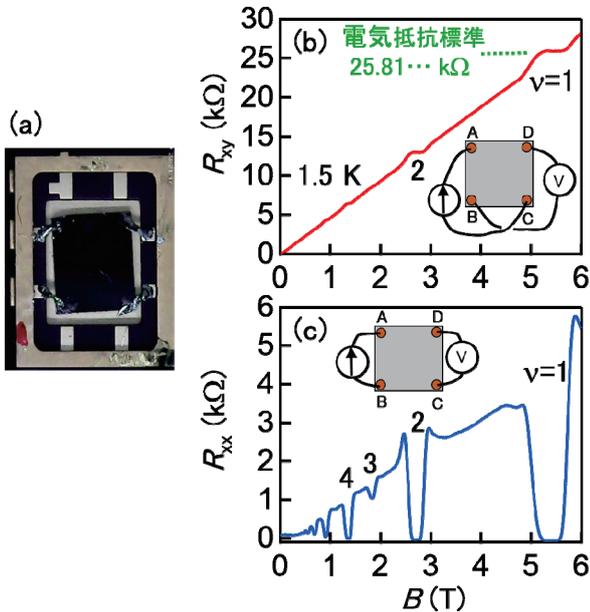


図 8. (a) IC チップキャリアに装着されて配線された試料. (b) 磁束密度に対するホール抵抗. (c)磁束密度に対する縦抵抗.

Fig. 8 (a) Sample mounted on a IC chip carrier. (b) Hall and (c) longitudinal resistances as a function of the magnetic field.

定し, これらを平均化する. これにより電流に並行方向の電圧が相殺され, 正確なホール電圧を取り出すことができ, 電流で除算することでホール抵抗が求まる. 磁束密度に対するホール抵抗を図 8. (a)に示す. ところどころ磁束密度に対して変化しない平らな部分(プラトー)が観測されている. これらは, それぞれ整数の ν に対応する抵抗となっている. 特に, 5.3 T 付近で観測される $\nu=1$ のときのホール抵抗が, 先にも述べた電気抵抗標準である.

電極の組み合わせを変えて, 縦抵抗 [$R_{xx} = V_x/I$, 電流(I)を A-B 間に流し D-C 間の電圧(V_x)を測定]と呼ばれるものを測定した結果を図 8. (b)に示す. ホール抵抗でプラトーが観測される磁束密度で縦抵抗が極小となり, 特に高磁場側ではゼロとなっているのが分かる. これは電子状態がランダウレベルに量子化され, 電極 A-D-C-B 間で無散逸な量子化伝導が起こっていることを示す.

5. まとめ

半導体やトポロジカル絶縁体の量子力学的な電気伝導の研究を目的として, 14 T, 1.5 K クライオスタットを導入した. 強磁場のデモンストレーションとしてビスマスの反磁性浮上を行った. また, シャープペンシルの芯の磁気配向も観測された. 本来の目的である電気伝導については, AlGaAs/GaAs 単一ヘテロ構造を試料として明瞭な量子ホール効果が観測できた. 本装置を用いて, 本学における量子化電気伝導の研究の発展が期待される.

謝辞

本論文は本研究室で行われた平成 30 年度, 令和元年度の卒業研究をまとめたものである. 卒業生の皆様に感謝する本装置の貸与および試料を提供してくれた NTT 物性科学基礎研究所の皆様に感謝する. 本研究は本学総合研究機構および本学教学特別予算の支援を受けた. また, 科研費基盤(C)19K03692 の支援を受けた.

(令和元年 10 月 21 日受付)

文 献

[1] K. v. Klitzing, G. Dorda, and M. Pepper, Phys. Rev. Lett., **45**, 494-497 (1980).
 [2] 本河光博, 日本金属学会誌 **37**, 926-930 (1998).
 [3] T. Saku, Y. Hirayama and Y. Horikoshi, Jpn. J. Appl. Phys. **30**, 902-905 (1992).
 [4] L. J. van der Pauw, Philips Res. Rep. **20**, 220-224 (1958).

Fig. 1. Electric terminal arrangement with magnetic field direction for Hall effect.

Fig. 2 Schematic diagram and photograph for the cryostat system.

Fig. 3. (a) Schematic diagrams of (a) Starring cycle and (b) pulse tube refrigerator.

Fig. 4 (a) Magnetic field as a function of the position from the magnet center. (b) Parameter K for the cryostat and other materials.

Fig. 5. Sample holder with for observation of diamagnetic levitation. It is equipped with LED, camera, thermocouple, and heater.

Fig. 6. Diamagnetic levitation for bismuth at (a) 0 T and (b) 14 T, and for sharp pencil lead at (c) 0 T and (d) 14 T.

Fig. 7 (a) Schematic layer structure and (b) potential profile for Si-modulation-doped AlGaAs/GaAs single heterostructure.

Fig. 8 (a) Sample mounted on a IC chip carrier. (b) Hall and (c) longitudinal resistances as a function of the magnetic field.