広島工業大学紀要研究編
第59巻（2025）79-82
論　　文

複素帯磁率測定によるニオブおよび鉛のマイスナー効果の測定

國重　陽太*・島谷　拓暉*・安塚　周磨*,**

（令和6年10月28日受付）

Measurements of the Meissner Effect in Superconducting Niobium and Lead Using the AC Complex Susceptibility Technique

Haruta KUNISHIGE, Hiroki SHIMATANI, and Syuma YASUZUKA

（Received October 28, 2024）

Abstract

To improve our measurement system for detecting the Meissner effect, we designed a sample holder made of oxygen-free copper. The Meissner effect of Nb and Pb was confirmed, with T_c values showing good agreement with the nominal values in both cases. When the sweep rate was 0.1 K/min, it was possible to measure the Meissner effect with sufficient accuracy during both heating and cooling processes. Thus, a measurement system for studying the magnetic properties of various superconducting samples has been successfully established in our group.

Key Words: Meissner effect, AC complex susceptibility, niobium, lead, superconductivity

1．はじめに

超伝導現象は，1911年にカマリン・オンネスによって発見されて以来，１世紀以上の歴史をもつ。超伝導現象は「直流電気抵抗ゼロ」と「完全反磁性（マイスナー効果）」の２つによって特徴付けられる［１］。これまでに，単体元素，金属間化合物，銅酸化物，有機物，重い電子系，鉄系超伝導体など，様々な物質が低温で超伝導になることが発見されてきた［２］。最近では，100 GPa 以上もの超高圧力下ではあるが水素を含む化合物において室温付近で超伝導転移を示す物質も発見されている［3-5］。

我々の研究室では，複素帯磁率法によるマイスナー効果の測定装置の開発に取り組んできた［6-8］。複素帯磁率とは，試料が交流磁場下に置かれたとき，その外部磁場の振動数の関数として与えられる磁気的感受率のことであり，次式のように複素表示される。

$$\chi = \chi' - i\chi'' \qquad (1)$$

試料がバルク超伝導体の場合，実部 χ' は完全反磁性，すなわちマイスナー効果に対応し，超伝導転移により減少し，転移が完了した温度で飽和値をとる。また虚部 χ'' 試料中に発生した渦電流によるエネルギー損失に対応し，超伝導転移温度でピークを形成する［９］。我々はこれまでに，ニオブ（Nb）超伝導体に対して，磁化率の変化を伴ったマイスナー効果を明瞭に観測してきたが，問題点として超伝導転移温度 T_c が公称値よりも１K ほど低い結果が得られており，その原因として①測定試料内に含まれる格子欠陥の影響，②試料の温度計測が正しくできていない，のふたつの検討事項が問題として残っていた［6-8］。①に関しては，600℃で６時間熱処理した Nb 試料のマイスナー効果を測定したが，T_c の改善が見られなかった［７］。本研究では②に関して検討を行うとともに鉛（Pb）超伝導

* 広島工業大学工学部知能機械工学科
** 広島工業大学量子物理工学研究センター

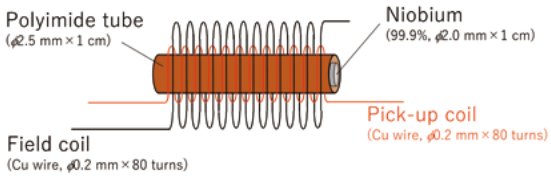

図 1．コイルの構造。

体に対してマイスナー効果を測定したので，これらの結果について報告する。

2．実験方法

磁化率測定は相互インダクタンスの原理を用いて測定した。すなわち，内側と外側の２重になったコイルの中に試料を入れて，外側のコイル（励磁コイル）に交流電流を流したときの内側のコイル（検出コイル）の誘導起電力を測定する。コイルの構造を図１に示す。図１に示すように，帯磁率の測定においては試料をコイルの中に入れるため，試料の温度を測定するには注意を要する。この点を解決するために図２のような試料ホルダーを作成した。材質として，熱伝導率の高い無酸素銅を用いた。２つの試料を同時測定するために，幅5.0 mm で深さ2.0 mm の２本の溝を平行に掘った。コイル内の温度分布ができるだけ均一になるように，これらの溝に多量のアピエゾン N グルースを塗り，この試料ホルダーでコイルを上下からサンドイッチするように設計した。試料ホルダーにコイルをセットしたときの様子を図２（b）に示す。試料ステージと試料ホルダーの間には熱接触を良くするために少量のアピエゾン N グリースを塗り，温度計の固定も兼ねてネジで試料ステージに固定した。試料ステージに固定された試料ホルダーと温度計の様子を図３に示す。

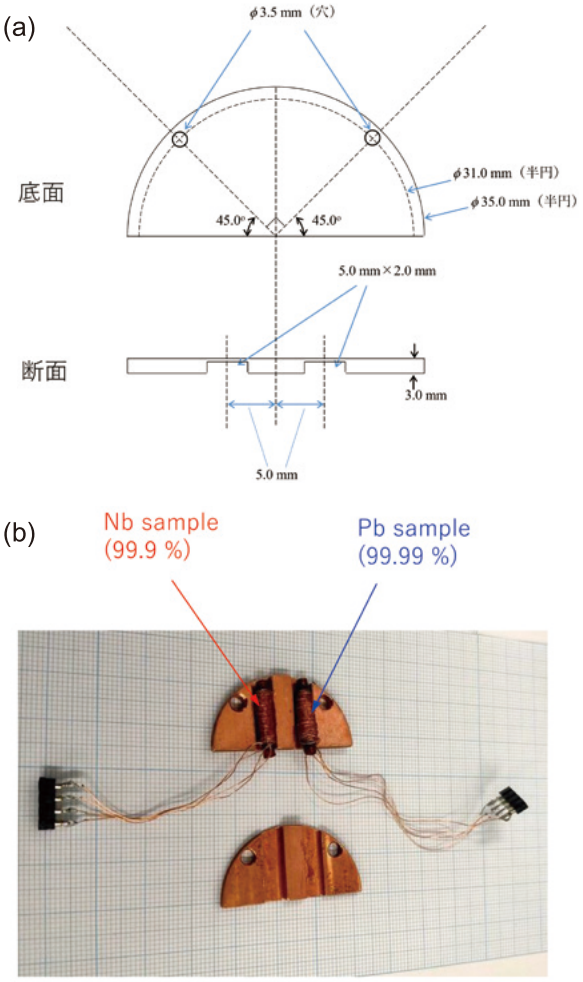

図 2．（a）試料ホルダーの設計図。
（b）試料ホルダーにコイルをセットしたときの様子。

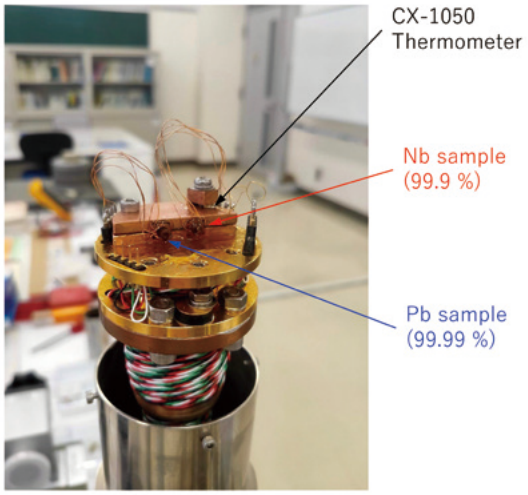

図 3．試料ホルダーの固定の様子。

本研究では，ニラコ社から購入した Nb（純度99.9％）および Pb（純度99.99%）を試料として用いた。励磁コイルに交流電流を流すために，発振器にはロックイン増幅器 SR830を用いて振幅1.000 V で周波数246.9 Hz の交流電圧を出力し，50 Ω の負荷抵抗を直列に挿入することにより，励磁コイルに振幅20 mA 程度の交流電流を流した。検出コイルに発生した誘導起電力は微弱なため，前置電圧増幅装置 SR560を用いて信号を100倍にしたものをロックイン増幅器で検知した。試料の温度計測と温度制御には，レイクショア社の温度コントローラ Lake Shore325を用いた。本研究室既設の Gifford-McMahon 冷凍機を用いることにより，$3.0 < T < 300$ K の温度範囲で測定を行った。10 K 以下での温度分解能は0.01 K である。

3．実験結果と考察

図４(a)に Nb 試料の複素帯磁率の χ' および χ'' に対する温度依存性を示す。先ず，χ' からみていくと，9.26 K においてマイスナー効果による急激な落ち込みが観測される。また，この温度において χ'' ではシャープなピークが観測される。これは試料中に発生した渦電流によるエネル

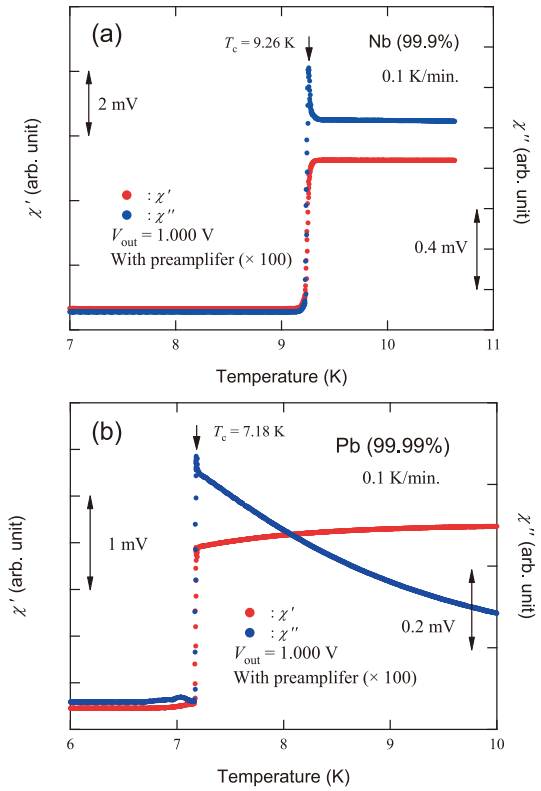

図 4．（a）Nb の複素帯磁率の温度依存性。
（b）Pb の複素帯磁率の温度依存性。

ギー損失によるものであり，Nb の超伝導転移温度の公称値 T_c = 9.25 ± 0.01 K［8］とよい一致を示す。

図 4 (b) に Pb 試料の複素帯磁率の χ' および χ'' に対する温度依存性を示す。実部 χ' では，7.18 K にシャープで急激な落ち込みが観測される。また，この温度において虚部 χ'' では超伝導転移によるシャープなピークが観測される。Pb の超伝導転移温度の公称値 T_c = 7.175 ± 0.005 K［10］とよい一致を示す。

Nb 試料の複素帯磁率（虚部）のピーク温度に対する掃引速度の依存性を図 5 に示す。掃引速度が増加するにつれて，超伝導転移で出現するピークは低くなり，かつブロードになりながら高温側へシフトしていく様子が確認できる。この測定は降温過程で行われたものだが，同様の振る舞いは昇温過程においても確認された。このことから，掃引速度が増加するにつれて，試料と温度計との間の温度差が拡大していくことが分かる。

Nb 試料の複素帯磁率のデータから得られた T_c に対する掃引速度依存性を図 6 (a) に示す。昇温過程では 1.0 K/min まで不確かさの範囲内 T_c = 9.25 ± 0.01 K で一致する。しかし降温過程では0.5 K/min から公称値との差が大きくなる。図 6 (b) に示すように，類似の振る舞いは Pb 試料でも確認され，温度掃引速度が0.5 K/min 以上になると Pearson ら［11］による T_c の値との差は開くが，

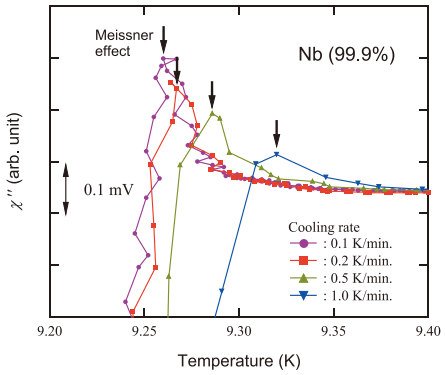

図 5．様々な掃引速度での Nb の複素帯磁率の温度依存性。

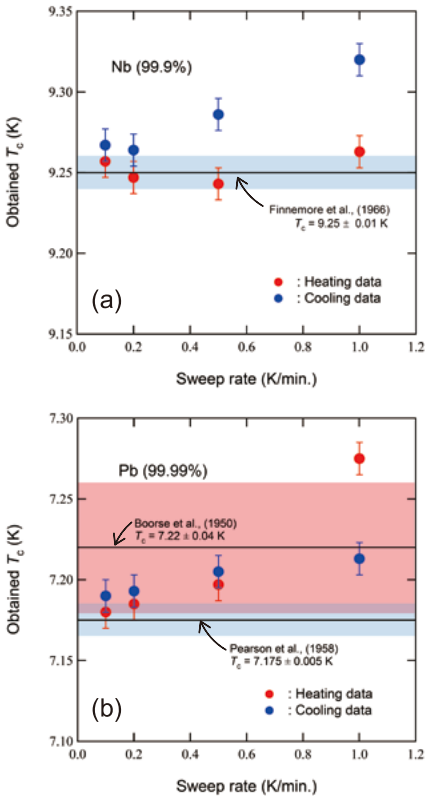

図 6．（a）Nb の複素帯磁率に対する掃引速度依存性。
（b）Pb の複素帯磁率に対する掃引速度依存性。

Boorse ら［12］による報告値 T_c = 7.22 ± 0.04 K に，ほぼ収まっている。しかし，Nb の場合と同様に掃引速度の上昇とともに T_c が高温側へシフトするので，0.1 K/min での測定が最適であろう［13］。

4．まとめ

複素帯磁率法によるマイスナー効果測定において，正確な温度測定を実現するために無酸素銅製の試料ホルダーを設計した。Nb および Pb のマイスナー効果を測定し，いずれも T_c の値は公称値と良い一致を示した。掃引速度が 0.1 K/min であれば，昇温過程および降温過程において，十分な精度でマイスナー効果の測定が可能となった。本研

究により，様々な超伝導試料に対して磁気的性質を研究するための測定系を構築できた。

謝　辞

本研究において，正確な温度測定に必要不可欠だった試料ホルダーを作成していただいた広島工業大学工作センターの中村一雅先生に感謝いたします。

文　献

［1］C. Kittle, *Introduction to Solid State Physics*, 8th *edition Chapter* 12, *Superconductivity* (2004).
［2］例えば，家泰弘 超伝導（朝倉書店）p190-203.
［3］A. P. Drozdov et al., *Nature* **525**, 73 (2015).
［4］A. P. Drozdov et al., *Nature* **569**, 528 (2019).
［5］M. Somayazulu et al., *Phys. Rev. Lett.* **122**, 027001 (2019).
［6］石田紘一，石原大輔，令和２年度 広島工業大学 知能 機械工学科 卒業論文“超伝導相転移検出のための交流磁化率測定装置の試作”
［7］日野道成，令和３年度 広島工業大学 知能機械工学科 卒業論文“熱処理されたニオブ超伝導体のマイスナー効果”
［8］石田紘一，石原大輔，安塚周磨，広島工業大学紀要研究編，第56巻（2022）63-67.
［9］E. Maxwell et al., *Phys. Rev. Lett.* **10**, 212 (1963).
［10］D. K. Finnemore et al., *Phys. Rev.* **149**, 231 (1966).
［11］W. B. Pearson et al., *Phys. Rev.* **109**, 1094 (1958).
［12］H. A. Boorse et al., *Phys. Rev.* **78**, 635 (1950).
［13］國重陽太，島谷拓暉，令和５年度 広島工業大学 知能機械工学科 卒業論文“マイスナー効果検出のための交流磁化率測定装置の改良”