高純度鉄の作製とその極低温における電気抵抗*

井垣 謙三** 大橋 伸光** 高木 清一***

Kenzo Igaki, Nobumitsu Ohashi and Seiichi Takaki : Preparation of High-Purity Irons and their Electrical Resistivity at Low Temperature. Three sources of iron have been purified by floating-zone refining, the dry H_2 treatment, the wet H_2 treatment and the vacuum treatment, and the effects of purification have been discussed. Using the iron specimens with different purities, the effects of various measuring conditions on the electrical resistivity and the longitudinal magnetoresistance effect up to a field of 1000 Oe have been investigated at 4.2°K. The conditions of electrical resistivity measurements which are suitable for specifying the purity of iron have also been considered. The results obtained are summarized as follows.

(1) High-purity iron with the resistivity ratio $RRR \{= \rho(298^\circ K) / \rho(4.2^\circ K)\}$ of 465 [$RRR_{min} \{= \rho(298^\circ K) / \rho_{min}(4.2^\circ K)\} = 2200$, $\Delta \rho / \rho = -84\%$] has been obtained from the source of iron with the least metallic impurities (Johnson-Matthey iron) by the wet H_2 treatment (30% H_2O-H_2) after floating-zone refining.

(2) The electrical resistivity of purer iron is more influenced by the measuring current.

(3) The longitudinal magnetoresistance of pure iron reaches the minimum value (ρ_{min}) at an applied magnetic field of 700~800 Oe. The value of ρ_{min} is independent of the measuring current density in the range of 50 to 150 A/cm² and is not influenced by the condition of demagnetization and the earth's magnetic field. RRR_{min} obtained with ρ_{min} shows more clearly the difference in the purity of iron. The modified resistivity ratio RRR_{min} can be used as an appropriate index of purity for iron.

(Received March 17, 1969)

I. 緒 言

高純度鉄は近年基礎研究上ますますその重要性を深めてきたが、より純度の高い鉄を作製することはまだ多くの困難を伴っており、高純度鉄と称されるものの純度も他の金

属にくらべてまだまだ低い水準にある。一方純度向上に伴って純度判定が問題となってくる。高純度金属の純度の尺度として、抵抗比 $RRR \{= \rho(298^\circ K) / \rho(4.2^\circ K)\}$ がよく用いられるが、この場合には極低温における電気抵抗 $\rho(4.2^\circ K)$ は不純物による抵抗 $\rho_{impurity}$ に等しいと近似できるとしている。ところが鉄は強磁性金属であり、内部磁場を持ち磁区を持つことによる磁気抵抗 ρ_{mag} が存在する。この ρ_{mag} は、高純度になつて $\rho_{impurity}$ が小さくなればなるほど $\rho(4.2^\circ K)$ への寄与が大きくなる。純鉄について Berger ら⁽¹⁾ は内部磁場の存在により 4.2°K、外部磁場零

** 東北大学工学部金属材料工学科 (Department of Materials Science, Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

*** 東北大学大学院 (Graduate School, Tohoku University, Sendai)

* 1967 年 10 月 本会 札幌大会 および 1968 年 9 月 本会 仙台大会に発表

での抵抗はある不純物濃度で極小値をとり、それがほぼ抵抗比の最大値 330 に対応することを主張し、これまでに得られている純鉄の抵抗比が他の非強磁性金属の抵抗比より 1 桁小さい事実を説明出来るとした。このような理由により、強磁性金属の純度判定の尺度として抵抗比を用いるのは不適当であることが数年前から指摘されてきた⁽¹⁾⁽²⁾。これに対しては、縦磁場をかけて測定電流方向にスピンを揃えて磁気抵抗を零にした値(磁気誘導 $B=0$ に外挿した値 $\rho_{B=0}$)、または最小にした値($\rho_{\min}$)を用いて抵抗比を表わしてはどうか($RRR_{B=0}$, $RRR_{\min}$)という提案がなされている⁽³⁾⁽⁴⁾。今後鉄の純度判定に非強磁性金属と同様に抵抗比を用いるためには、種々の磁場による影響を十分検討のうえ、測定基準を決める必要があるが、現在のところこれらの研究は十分でなく、とくに純度との関係を調べた報告は非常に少ない。

本研究では、種々の素材から種々の精製法により鉄の純化を試み、精製効果を検討し、また得られた種々の純度の鉄を試料として、極低温における電気抵抗におよぼす測定電流磁場の影響、地磁気の影響、消磁の影響のほか縦磁気抵抗効果を調べ、純度判定に抵抗比を用いる場合の抵抗測定条件について検討した。

II. 実験方法

1. 試料および精製法

素材として市販の電解鉄、再電解鉄[†]、および Johnson-Matthey 社製純鉄(以後 J-M と略す)を使用した。その化学組成を Table 1 に示す。

これらを浮遊帯溶融精製、乾水素処理、湿水素処理、真空処理を併用することにより精製した。浮遊帯溶融精製は高周波内熱式浮遊帯精製装置(400 kc)で行ない、試料の直

径は 5 mm ϕ 、雰囲気は乾水素 100 mm Hg、浮遊帯移動速度 0.42 mm/min、帯域移動距離 100 mm、精製回数は 3 回とした。湿水素処理、乾水素処理、真空処理はいずれも 0.5 mm $\phi \times 160 \sim 180$ mm の試料(スウェー加工と線引により 5 mm $\phi \rightarrow 0.5$ mm ϕ とした)につき、800°C で行なった。湿水素処理の操作はつぎのとおりである。すなわち乾水素を流しながら、あらかじめ 800°C に加熱しておいた炉を移動させ、1 hr 加熱後湿水素に切換え所定の時間処理した後再び乾水素に切換え 1 hr 処理後炉を後退させ、乾水素中で冷却した。飽和水蒸気量は 3% と 30%、湿水素処理時間は 12, 24, 72 hr とした。真空封入焼鈍の真空度は Ar 置換後 10^{-3} mm Hg の程度であり、また真空処理は 5×10^{-5} mm Hg で行なった。

2. 測定装置および測定方法

電気抵抗測定は標準四端子ポテンショメーター法で行ない、測定電流は電流効果測定の場合を除き 100 mA(電流密度 50 A/cm²)を基準とした。測定試料には各精製処理した試料をそのまま用い、前述のごとく形状は 0.5 mm $\phi \times 160 \sim 180$ mm である。測定のためのクライオスタットは、地磁気方向に中心軸を合わせたヘルムホルツコイル(木製: 直径 1.5 m)の中心に地磁気方向に設置した。縦磁場はソレノイド(11 cm $\phi \times 50$ cm, 10 層, 50 巻/cm, 63 Gauss/A)で 1000 Oe までかけた。用いた試料の反磁場係数は 10^{-5} の桁であるからほとんど無視出来る。試料の消磁は交流消磁法で行ない、地磁気を消す場合はヘルムホルツコイルを用いて 2.5×10^{-3} Oe 以下に消した。

なお精製効果判定の目的には、比較の便利のため従来普通に用いられてきた地磁気のもとで、消磁せずに測定した $\rho(4.2^\circ\text{K})$ を用いた抵抗比^{††} RRR で純度を異にする各種純鉄を区別表示することにする。

Table 1 Chemical composition of starting materials(wt ppm)

	C	O	N	Si	Mg	Mn	Ni	Al	Cu	Ag	P	S
Electrolytic iron	50			60		70			10		30	40
Johnson-Matthey iron	300	100	100	3	2	2	2	1	<1	<1		

- (1) L. Berger and A. R. de Vroomen : J. Appl. Phys., **36** (1965), 2777.
- (2) S. Besnard : *New Physical and Chemical Properties of Metals of Very High Purity*, Gordon and Breach Science Publishers, Inc., New York, (1965), 193.
- (3) A. I. Schindler and B. C. La Roy : J. Appl. Phys., **37** (1966), 3610.
- (4) S. Arais, B. F. Oliver and J. T. Michalak : J. Appl. Phys., **38** (1967), 1676.

† 再電解鉄は約 4 年前に購入したもので分析値は明確でないが、現在入手出来る再電解鉄とはほぼ同じ純度、ただし Ni, Co などの含量が現在のものより少ないと考えられる。

III. 実験結果および考察

1. 精製効果

著者らはこれまでに浮遊帯溶融精製の実験を行なってきたが、従来の報告と同様に鉄の精製において浮遊帯精製法自体では、非金属不純物の除去の目的にはあまり有効でな

†† 室温が 298°K でないときは、測定に用いた種々の純鉄の室温での比抵抗の温度係数がほぼ等しかつたので、その平均値をとり $0.047 \mu\Omega/^\circ\text{K}$ を用いて換算した。

いことがわかってきた。そこで真空処理、乾水素処理、湿水素処理法との併用でどの程度純化出来るかを検討することにした。Table 2 は精製効果を室温と液体 He 温度での抵抗比 $\rho(298^\circ\text{K})/\rho(4.2^\circ\text{K})$ で示したものである。表中の ( ) 内の数字は浮遊帯溶融精製試料の位置を示すものであ

い J-M は電解鉄より小さな値を示しているが、湿水素処理を行なつて非金属不純物が除かれると、金属不純物の少ない J-M の方がはるかに大きな値を示している。浮遊帯精製による偏析効果は明瞭ではないが、素材のまま種々の処理を施した場合よりも、帯精製してから処理した方が純

Table 2 Efficiency of purification on iron $\{\rho(298^\circ\text{K})/\rho(4.2^\circ\text{K})\}$

Starting material Treatment		Electrolytic iron					Reelectrolytic iron				Johnson-Matthey iron				
			after floating-zone refining					after floating-zone refining				after floating-zone refining			
sealed ample 10 ⁻³ mmHg, 800°C, 24 hr		57	(0.05) 126	(0.44) 124	(0.83) 148	(0.91) 136					32	(0.08) 246	(0.41) 179	(0.61) 199	(0.92) 213
dynamic vacuum, 5×10 ⁻⁵ mmHg, 800°C, 24 hr		83					92	(0.09) 197	(0.51) 191	(0.91) 183	102				
dry H ₂ 800°C, 24 hr		150	(0.09) 182	(0.28) 163	(0.68) 161	(0.92) 153	202	(0.07) 223	(0.30) 204	(0.60) 200	311		(0.32) 251	(0.51) 230	(0.81) 244
wet H ₂	12 hr	138									353				
	3% H ₂ O-H ₂ , 800°C, 24 hr	156					208	(0.08) 260	(0.52) 225	(0.93) 215	366				
		72 hr	161	(0.08) 200	(0.49) 167	(0.95) 174					362				
	30% H ₂ O-H ₂ , 800°C, 12 hr	153									387				
		72 hr	172	(0.07) 224	(0.51) 183	(0.93) 180					406	(0.09) 313	(0.31) 465	(0.63) 403	(0.83) 387

The numbers in brackets denote the fractional distance from the head of zone-refined bar

り、試料全長を 1 とした場合の始端からの距離を表わす。Table 2 で、J-M を精製した場合、素材を 3% H_2O および 30% H_2O 湿水素処理してそれぞれ抵抗比約 350 および約 400 となり、浮遊帯精製後 30% H_2O 湿水素処理したところ 465 といった高い値が得られたことは注目すべきである。この抵抗比 465 は、抵抗比から判断する限り、これまでに得られた最高純度に対応するものであるとともに、前述した Berger ら⁽¹⁾の抵抗比 330 が最大であるとする結果をうわまわる値である。従来の鉄の精製に関する報告では、抵抗比は通常は 300 を越えずほとんどは 250 以下である。300 を越す高い値のものとして、塩化第二鉄を電解後電子ビーム溶解したインゴットの 450 なる値⁽⁵⁾、酸化帯精製を行なつた試料の一端が 435 を示したという報告⁽⁶⁾がある程度である。本研究において、抵抗比 465 を与えるような高純度鉄が得られた原因としては、Table 1 からわかるように J-M においては金属不純物が非常に少ないということが考えられる。すなわち素材を比較してみると、 800°C , 24 hr 石英管内真空封入した場合、非金属不純物の多

度が向上していることは明らかであり、偏析による精製効果のほかに、高い蒸気圧をもつ不純物が高温で蒸発することによる精製効果も幾分かは寄与していると思われる。また帯精製後湿水素処理を行なうとさらに純度が上がり、なかでも始端の純度があがつている。これは帯精製であまり除かれなかつた非金属不純物が湿水素処理により除かれた結果、帯精製による金属不純物の偏析効果が明瞭に現われたものと考えられる。したがって鉄の純度をあげるには、両精製法を併用することが望ましいといえよう。なお湿水素処理条件として、時間は 12 hr よりも 72 hr の方が良く、飽和水蒸気量は 3% よりも 30% の方が精製効果があることがわかる。本実験では真空処理を活用しなかつたが、浮遊帯精製の前後に湿水素処理-乾水素処理-真空処理を繰返し行なえば、乾水素や湿水素処理後残っている水素なども除かれ、もつと純度が向上すると思われる。素材については、電解鉄、再電解鉄、J-M の順に純度の高くなることがわかり、現在のところ高純度鉄を得るには、湿水素処理などでかなり除ける炭素などの非金属不純物は多少多くとも、金属不純物が出来るだけ少ない素材を用いることが有利であろう。

2. 電気抵抗

Table 2 の結果は、地磁気のもとで消磁せずに測定電流

(5) S. Arais, B. F. Oliver and G. R. Dunmyre: J. Appl. Phys., **36**(1965), 2210.

(6) B. F. Oliver and E. W. Troy: Mém. Sci. Rev. Mét. (Numéro Spécial), **65**(1968), 39.

100 mA で測定したものであることを明記したが、従来の報告の多くはその測定条件についてはとくに注意が払われていないようである。すでに記述したように鉄の電気抵抗は磁場により複雑な影響を受ける。たとえば抵抗測定の際の測定電流による影響、すなわち電流磁場による影響がある。これについては Semenenko ら⁽⁷⁾、辰本⁽⁸⁾、Taylor ら⁽⁹⁾が磁気抵抗についての報告の中でふれているが、純度によってどの程度の差異があるかなど、詳細に検討されていない。そこで本研究では液体 He 温度での電気抵抗におよぼす測定電流の影響、またその履歴効果を地磁気、消磁の影響をあわせて考慮しながら調べた。

Fig.1 に普通測定に用いられていると思われる 300 mA までの測定電流によつて、比抵抗がどう変化するかを純度

Fig.1 Current dependence of electrical resistivity of iron specimens with different purities (indicated by RRR) at 4.2°K
 diameter of specimen: 0.5 mm ϕ
 ○△ after the demagnetization on compensating earth's magnetic field
 ●▲ after the demagnetization in the earth's magnetic field

を変数として示した。電流増加とともに、また抵抗比 88, 141, 336, 465 と純度が高くなるにつれ測定電流の影響が非常に大きくなることがわかる。用いた試料断面(直径 0.5 mm ϕ)の電流磁場の強さを計算すると、一番電流磁場の強い表面で $I=100$ mA に対し $H=10$ Oe, $I=300$ mA では $H=30$ Oe とかなり電流磁場が強いことがわかり実験結果を裏づけていると思われる。また地磁気を消して消磁した場合の方が、地磁気中で消磁した場合より、電流磁場による

抵抗増加が大きく、地磁気も抵抗測定に影響の大きいことがわかる。本実験における測定は電流零で交流消磁後、電流を流して行なうことで統一したが、電流を流しながら交流消磁した場合さらに抵抗増加が大きく、辰本⁽⁸⁾が単結晶について測定した結果と一致しており、消磁方法が微妙に影響することを示している。

Fig.2 は電流磁場の履歴効果を調べたもので、測定電流は 100 mA とし、測定前に 200, 300 mA など各電流を流した後それを 100 mA に戻して抵抗を測定し、これを測定前に流した電流値に対して図示したものである。ただし、測定前にそれぞれ十分消磁を行ない、前回の影響が残らぬようにして測定を行なった。各電流磁場での磁化状態、磁区配列状態の影響が現われるものと予想されるが、やはり高

Fig.2 Effect of applied current before measurement after alternating-current demagnetization on electrical resistivity of iron specimens with different purities (indicated by RRR) at 4.2°K

純度鉄ほどその影響を強く受けることがわかる。この結果は、純度が高くなるほど、電気抵抗測定の際に測定電流を徐々に増大させねばならぬことを示している。すなわち、測定電流以上の電流を流してから所定の電流値で測定すると、所定の電流値に徐々に増大して近づけた場合とは異なつた抵抗値を与えることになり、ふたたび消磁しなおさねばならなくなる。なお室温では高純度鉄でも抵抗の電流依存性は認められない。電流増加に伴い抵抗が増加する現象の機構については、後述する低磁場における磁気抵抗変化の機構と同様、磁区の磁化方向に関係した内部磁場による説明⁽¹⁾と磁壁による説明⁽⁷⁾とがある。

さて、電流磁場の影響がない電流零での抵抗値 $\rho_{I=0}$ を、電圧-電流曲線の電流 $I=0$ での接線の勾配から求め、抵抗比を求めてみると、従来の抵抗比 465 が、地磁気中で消磁した場合は 840、地磁気を消して消磁した場合は 600 とな

(7) E.E.Semenenko and A.I.Sudovtsov : Sov.Phys. JETP, **20**(1965), 323.

(8) E.Tatsumoto : Phys.Rev., **109**(1958), 658.

(9) G.R.Taylor, A.Isin and R.V.Coleman : Phys. Rev., **165**(1968), 621.

り、いずれも従来の値より大きな値となる。

このように高純度になるほど抵抗比が抵抗測定条件により大きく変化することが明らかになったが、これまでは純度の目安として抵抗比を用いる場合も、測定条件を明記していない場合が多く、報告された結果を比較することが出来ない。上述の結果から、純度を比較するために測定条件を一定に決めておく必要があることが考えられるが、どのような条件で測定すれば定常の値が得られるか、またそれが純度判定の基準として用いられるかどうかという点に目標を置いてさらに磁気抵抗効果を検討した。

3. 磁気抵抗

Fig.3 に抵抗比 103, 201, 296, 465 の純鉄の縦磁気抵抗測定結果を、横軸に外部磁場 H (Oe), 縦軸に比抵抗 ρ をと

Fig.3 Electrical resistivity of iron specimens with different purities (indicated by RRR) at 4.2°K as a function of applied longitudinal magnetic field. The behavior for $H \leq 50$ Oe is shown in detail in Fig.4

つて示す。また小さな磁場領域 ($H \leq 50$ Oe) での ρ - H 曲線を Fig.4 に示す。測定電流は 100 mA であり、 $H=0$ での値 $\rho_{H=0}$ は地磁気を消して交流消磁後測定した値をとった。最初の小さな外部磁場で磁気抵抗曲線を見ると、純度が低い試料では抵抗はゆるやかに減少しながら $\rho_{\min}$ へ向かっているが、純度が高くなるほど急激に減少した後、ごくわずかに変化して $\rho_{\min}$ に達している。これらの試料について磁化曲線が測定されていないので比較出来ないが、他の純鉄試料について調べた結果や Semenenko ら⁽⁷⁾⁽¹⁰⁾ や Taylor ら⁽⁹⁾ の得た結果を検討してみると、最初の急激な減少は不

連続磁化範囲に、その後のゆるやかな減少は回転磁化範囲に、それぞれ対応していると考えられる。この低磁場における変化機構については、前述の内部磁場による説明と磁壁による説明のいずれか一方だけでは説明出来ないようであり^{(11)~(13)}、現在まだ十分に解明されていない。

$\rho_{\min}$ の位置は測定電流が 100 mA の場合には明瞭でないが、30 mA での測定値と比較して抵抗を図示した Fig.5 から 700~800 Oe の近傍であることがわかる。後述する電流依存性の測定結果を示した Fig.7 において、 $H = 700$ Oe, $H = 800$ Oe で抵抗が一定値に達していることは上述の結果に対応するものと考えられ、また同様の結果は Fert⁽¹⁴⁾,

Fig.4 Electrical resistivity of iron specimens with different purities (indicated by RRR) at 4.2°K as a function of applied longitudinal magnetic field

Fig.5 Minimum of electrical resistivity of iron specimens in applied longitudinal magnetic field

- (10) A.I. Sudovtsov and E.E. Semenenko : Sov. Phys. JETP, **8** (1959), 211.
- (11) W.A. Reed and E. Fawcett : Phys. Rev., **136** (1964), A 422.
- (12) A. Isin and R.V. Coleman : Phys. Rev., **142** (1966), 372.
- (13) P.N. Dheer : Phys. Rev., **156** (1967), 637.
- (14) A. Fert : Compt. rend., **263** (1966), 1415.

Schindler ら⁽³⁾, Rengstorff⁽¹⁵⁾の報告からもうかがえる。

Fig.3 から $|\rho_{\min} - \rho_{H=0}|$ の値を求めてみると, $0.01 \sim 0.02 \mu\Omega$ で高純度鉄ほど大きくなっているが, これは試料が多結晶であり磁区構造が粒界の影響を受けているためと思われる。同じ形状の単結晶の場合には, 純度によつて縦磁気抵抗曲線の減少の仕方は違つても, $|\rho_{\min} - \rho_{H=0}|$ の値は同じになつて良いと思われる。本実験においては高々 $0.02 \mu\Omega$ が ρ_{mag} の $\rho_{H=0}(4.2^\circ\text{K})$ への寄与に相当すると考えられる。極低温での高純度鉄の抵抗値 $\rho_{H=0}$ は, この値と同程度の水準にすでに達しているの, 今後純度が上がればますます ρ_{mag} が純度判定としての鉄の電気抵抗測定に大きな影響をおよぼすことが理解出来る。

Fig.6 に $\Delta\rho/\rho_{H=0} - H$ 曲線を示す。比較のために Schindler ら⁽³⁾と Semenenko ら⁽⁷⁾の結果も記したが, Schindler らの 5-nine の純鉄を電子ビーム浮遊帯精製した試料もあまり高純度とは思えず, またこの両試料とも [111]

Fig.6 Longitudinal magnetoresistance for iron specimens with different purities (indicated by RRR) at 4.2°K in applied field up to 1 kOe
a: Semenenko et al.⁽⁷⁾; b, c: Schindler et al.⁽³⁾

Fig.7 Current dependence of electrical resistivity of high-purity iron ($RRR=465$) at 4.2°K in applied longitudinal magnetic fields of 300 to 800 Oe

磁区の寄与が大きいためか最初の抵抗減少の勾配がゆるやかである。一方本実験で得られた抵抗比 465 の試料の $\Delta\rho/\rho_{H=0}$ の減少率は 84% にも達しており, 従来の結果に比し高い純度のものが得られたことを示している。

Fig.7 は最も純度の良い抵抗比 465 の試料につき, $300 \sim 800$ Oe までの縦磁場中での比抵抗の電流依存性を調べた結果を示している。この場合, 外部磁場が大きいため電流磁場の影響は小さいと予想されるが, 事実 $100 \sim 300$ mA の測定電流では, ほとんど電流に依存しないことがわかる。また, この $\rho_{\min}$ の値には消磁条件や地磁気の影響も認められず, 純度判定の基準として用いることがわかる。一方 Schindler らの飽和磁化以上の外部磁場での抵抗値を, 磁気誘導 $B=0$ に外挿した値 $\rho_{B=0}$ を用いるとする提案については, Arais らも言及しているように外挿の仕方に任意性があるのが難点である。ただし上述の $\rho_{\min}$ の値は, Schindler らも述べているように, $\rho_{\text{mag}}=0$ の値ではなく “normal” magnetoresistance の値を含んでいるので, これを本質的に ρ_{impurity} と考えることは出来ない。しかし内部磁場や磁壁の影響が最も小さい値であることは確かである。上述の考察から, $\rho_{\min}$ を純度判定に用いるのが現在の段階では最も良いと考えられる。なお室温では ρ (298°K) の磁場依存性は非常に小さく, 抵抗比をとる場合無視してよいと思われる。そこで種々の純度の鉄試料につき, $H=700 \sim 800$ Oe での値を $\rho_{\min}$ として抵抗比 $RRR_{\min} = \rho(298^\circ\text{K})/\rho_{\min}(4.2^\circ\text{K})$ をとり, 従来の方法による抵抗比 RRR と比較したのが Fig.8 である。 $RRR < 100$ では, RRR と $RRR_{\min}$ とにはほとんど差がないが, $RRR > 100$ では高純度になるほどその違いが大きくなる。たとえば

Fig.8 Relation between RRR and $RRR_{\min}$ ($H=700 \sim 800$ Oe) of iron specimens with different purities

(15) G. W. Rengstorff : Mém. Sci. Rev. Mét. (Numéro spécial), 65(1968), 85.

$RRR=296$ は $RRR_{\min}=680$ であるが、本研究で得られた最も純度の良い $RRR=465$ の試料では $RRR_{\min}=2200$ となり、 $RRR_{\min}$ を用いた方が純度の差が明瞭に現われることがわかる。なおこの $RRR_{\min}=2200$ という値は多結晶試料について得られたものであるが、Arajs ら⁽⁴⁾ が単結晶鉄について得た値 $RRR_{\min}=2875$ に匹敵する値である。また化学分析を行なわねばはつきりしないとは言え、他の非強磁性金属の抵抗比 RRR とも十分比較出来る値であると思われる。

IV. 結 論

本研究は、異なつた素材に種々の精製条件を適用して鉄の精製効果を検討し、得られた種々の純度の鉄を試料として、極低温における電気抵抗におよぼす種々の磁場の影響を調べ、純度判定の目的に対しての抵抗測定の方法を検討したものである。本研究によつて得られた主なる結果はつぎのとおりである。

(1) 金属不純物の少ない Johnson-Matthey 社製純鉄を

30% H_2O 湿水素処理して抵抗比 406、浮遊帯精製後 30% H_2O 湿水素処理して抵抗比 465 [$RRR_{\min} \{=\rho(298^\circ K)/\rho_{\min}(4.2^\circ K)\}=2200$, $\Delta\rho/\rho=-84\%$] の高純度鉄が得られた。これらは抵抗比で判断する限りでは、これまでに得られた最高純度に属するものである。したがつて高純度鉄を得るには、出来るだけ金属不純物の少ない素材を用いて帯精製、湿水素処理、乾水素処理、真空処理を併用することが望ましい。

(2) 電気抵抗におよぼす測定電流磁場の影響は、純度が高くなるにしたがいきわめて大きくなり、とくに地磁気を消した場合に著しい。また消磁方法も微妙な影響をおよぼす。

(3) 純鉄の磁気抵抗は、外部縦磁場 $H=700\sim 800$ Oe 近傍で極小値 $\rho_{\min}$ をとる。 $\rho_{\min}$ は $50\sim 150$ A/cm² の測定電流密度範囲では電流依存性を示さず、消磁条件や地磁気の影響も受けない。この $\rho_{\min}$ を用いて抵抗比を表わすと純度の差が明確に出る。したがつて、鉄の純度判定の尺度として抵抗比を用いる場合 $\rho_{\min}$ を用いるのが最適であろう。