

卒業論文

断熱消磁冷凍機を用いた冷却実験

東京都立大学理学部物理学科
宇宙物理研究室

9 8 4 5 4 4 8 降矢武志

目次

第1章 X線マイクロカロリメータ開発と断熱消磁冷凍技術	
1.1 次世代X線検出器	3
1.2 断熱消磁とは	3
第2章 断熱消磁の冷却原理	
2.1 温度とエントロピーの関係	4
第3章 ADRの構造	
3.1 ヘリウムタンク	5
3.2 ヒートスイッチ	6
3.3 超伝導マグネットコイル	6
3.4 ソルトピル	6
3.4.1 ソルトピルの製作	
3.5 TES	7
3.6 SQUID	7
3.7 Detector table	8
3.8 X線入射窓	9
3.8.1 入射窓の役割	9
3.8.2 多重シールドの効果	9
3.8.3 フィルタの性能	10
3.8.4 輻射伝熱による温度勾配	10
第4章 冷却手順	11
4.1 ポンピング開始／4.2 液体窒素冷却／4.3 デュアーポンピング／	
4.4 液体ヘリウム冷却／4.5ヘリウム減圧／4.6 等温磁化／4.7 断熱消磁	
第5章 実験	
5.1 断熱消磁試験結果	12
5.2 TESのRT測定	13
5.2.1 TES#25のRT測定	13
5.2.2 カロリメータ32CDのRT測定	14
5.3 まとめ	15

第1章

X線マイクロカロリメータ開発と断熱消磁冷凍技術

1.1 次世代X線検出器

次世代のX線検出器として期待されるX線マイクロカロリメータは100 mK以下の極低温環境で高いエネルギー分解能を発揮することができる検出器である。超伝導遷移端検出器—TES(Transition Edge Sensor)は入射したX線による超伝導体の温度上昇を、超伝導遷移による急激な抵抗の変化で読みとるため、微小な温度変化を非常に感度よく測定することができ、また検出器の温度を極低温に持ってくることでエネルギー分解能を大幅に向上させることができる。

1.2 断熱消磁とは

液体ヘリウム温度(約4 K)以下の極低温(～100 mK)を作り出すために利用される方法の中で最も有効かつ最低到達温度が低いのが断熱消磁であり、磁場をかけたときのエントロピーと温度のカルノーサイクルの原理を利用して冷却する。1 K以下の温度生成手段として断熱消磁の他に希釈冷凍機を用いる方法があり広く普及しているが、希釈冷凍機はその冷凍サイクルのため、無重力下の宇宙で用いることはできず、また温度制御の点で断熱消磁冷凍機—ADR(adiabatic demagnetization)の方が他の冷凍機より優れている。



図.1 ADR外観

第2章 断熱消磁の冷却原理

2.1 温度とエントロピーの関係

磁性体を構成する磁性原子の磁気モーメントは温度が非常に低くない限り無秩序でありその系のエントロピーは高い状態にある。ここに外部から強い磁場を加えると、磁気モーメントは外磁場の方向に整列し、部分的に秩序化が起こって、系全体のエントロピーは減少する。常磁性体を等温に保った状態で外部磁界を加えると、磁性原子の磁気モーメントは磁界の方向に配列し、系全体のエントロピーは減少する。等温磁化を行うとこのとき磁化熱が発生し温度が上昇する。この熱がヘリウムタンクステージによって取り去られた後、次にヘリウムタンクステージと磁性体とを熱的に分離し、断熱状態に系を孤立させ外部磁場を徐々に取り去ると、孤立した系のエントロピーは一定であるから、磁場の減少と共に温度が低下する。(エントロピーは磁場と温度の比の関数) この断熱消磁によって液体ヘリウム温度以下の極低温が実現する。以上の原理に従えば、外磁場を0にすれば到達温度は絶対零度になり、熱力学第3法則に反するが、実際には核スピン間に働く相互作用による内部磁場があるので、絶対零度にはならない。

断熱消磁の際の磁性体のエントロピー S は

$$\frac{S}{R} = \alpha \tanh(\alpha) - (2J+1)\alpha \tanh((2J+1)\alpha) + \log\left(\frac{\sinh((2J+1)\alpha)}{\sinh(\alpha)}\right) \quad (1)$$

ここで R は気体定数、 J はスピン量子数、 $\alpha = \frac{g\mu_B H}{k_B T}$ g は g 因子、 T は温度。

大半の場合、 α は小さいので $\alpha \ll 1$ の極限では(1)は

$$\frac{S}{R} = \log(2J+1) - \frac{CH^2}{2T^2} \quad (2)$$

C はキュリー定数。エントロピーは変化しないので(2)は

$$\frac{H}{T} = \text{const} \quad (3)$$

よって断熱消磁開始温度 T_H 、消磁開始時の最大外磁場 H_H 、最低温度を T_L とおけば、磁性体内部磁場 b は

$$\frac{(H_H^2 + b^2)^{1/2}}{T_H} = \frac{b}{T_L} \quad (4)$$

より求まる。

このとき最低到達温度を決めるものに、予冷時の温度や磁性体にかかる磁場の大きさ、磁場中にある磁性体の総量などのほか、完全な断熱状態は作り出せないのも磁性体との熱リンクを作り出すヒートスイッチからの熱流入や振動による発熱などがある。また、衛星搭載時の限られた量の冷媒をできるだけ長い時間保持するためには外部からの熱流入をなるべく小さくする必要がある。

冷媒塩そのものは熱容量が大きいのでかなりの熱流入に耐えうるが、他の試料を冷やす場合、冷媒—試料間の熱伝達の割合を Q_1 、単位時間あたりの熱流入を Q_2 とすれば試料の到達温度 T_L は $Q_2(T_L) \cong Q_1(T_L)$ で定まってしまう。熱伝達 Q_1 は温度が低くなると急速に小さくなるため、最低温度での実験あるいは長時間にわたる精密測定を目指すならば熱流入をなるべく抑え、熱伝達を大きくすることが必要である。

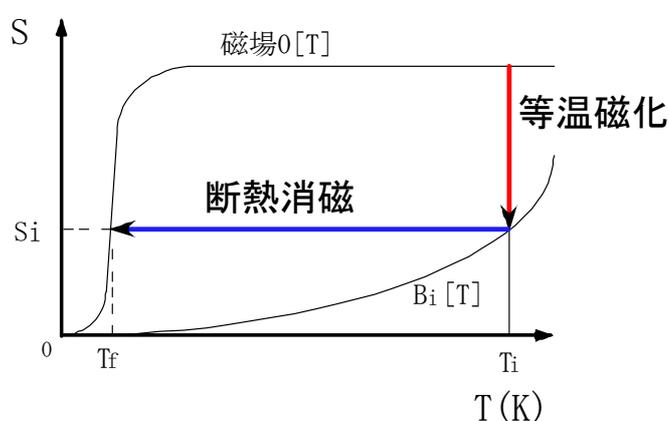


図. 2 冷却の際の温度とエントロピーの関係

第3章 ADRの構造

3.1 Heタンク

Heタンクによる液体窒素予冷、液体ヘリウム冷却、液体ヘリウム減圧などの段階的な冷却過程は、最終的にADR中核の温度を約1.75 K程まで下げる役目を持つ。150 Kステージ、50 Kステージ、3 Kステージはそれぞれ20枚ずつのアルミ蒸着フィルムで覆っており、その多重断熱で熱流入を抑えることによってヘリウムの蒸発速度を遅くし、持続時間を長くしている。

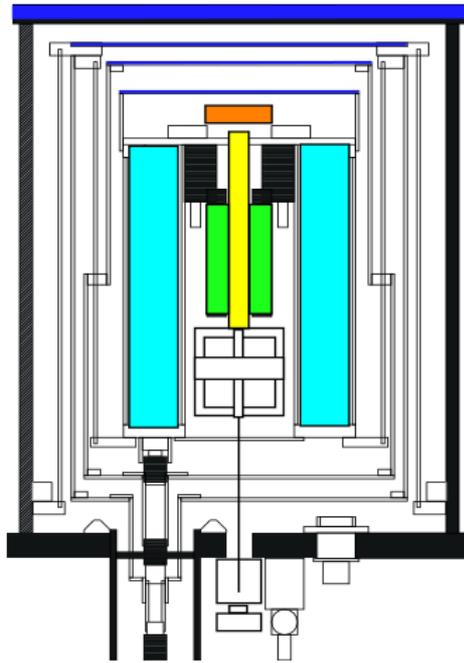


図 3.1 ADRの構造図

図の水色部分がヘリウムタンク。黄色部分が磁性体ソルトピル。
オレンジがdetector table。黄緑が超伝導マグネットコイル。
青がX線入射窓の付いたシールド。

3.2 ヒートスイッチ

ヒートスイッチはソルトピルとヘリウムタンクとの熱接触をON/OFFにするための部品である。ヒートスイッチには、ON状態においてソルトピルとADRとを熱接触させ効率よくソルトピルを冷却するための高い熱伝導性と、OFF状態において外部からソルトピルへの熱流入を抑えるための熱絶縁性が求められる。本ADRではソルトピルは6本のケーブルひもでつられた状態になっており、ヒートスイッチは機械接触を採用している。

3.3 超伝導マグネットコイル

等温磁化、断熱消磁の際ソルトピルにかかる磁場を作り出すコイルで、より強力な磁場をかけるため超伝導体のNbTi線を用いている。この線の性能は、遷移温度9.4K、電流限界値7.82A、常温抵抗15.05k Ω 、自己インダクタンス36H、電流あたりの磁場0.5177T/A。

3.4 ソルトピル

実際に用いる塩は所望の到達温度と測定温度領域で比熱の大きいものを選定する。本ADRでの断熱消磁の際の冷却媒体となる塩は鉄ミョウバンが使用されている。塩は筒の中で棒状に成長し、筒の中には熱伝導のため多数の金線が埋め込まれた形となっている。

3.4.1 ソルトピルの制作

10 gの鉄ミョウバンを7%の硫酸溶液5 mリットルと混ぜ37度から39度の範囲に保ちながら溶かし、筒の中に入れたらゆっくりと室温まで戻して金線に付着するように析出させる。結晶が育ったら、筒の中の廃液を捨て、前記の行程を繰り返す。筒いっぱいまで結晶の成長が完了したらエポキシで注入口を閉じる。

3.5 TES

超伝導遷移端検出器—TES(Transition Edge Sensor)は入射したX線による超伝導体の微小な温度変化を、超伝導遷移による急激な抵抗の変化で読みとるため、非常に高いエネルギー分解能を得ることができ、また検出器の温度を極低温に持つことで感度を大幅に向上させることができる。入射したX線のエネルギーがTESに吸収され、熱へと変わるときのTESの微小な温度上昇は、入射X線のエネルギーをE、TESの熱容量をCとすると、

$$\Delta T = E/C$$

となる。熱容量CはTESの動作温度を極低温に持つことで、体積を小さくすることで小さくなり、その分エネルギー分解能も上がるが、素子が小さくなると検出効率が低くなってしまうので、TESとして用いる物質には高い吸収効率と小さい熱容量を持つことが求められる。

TES型カロリメータの動作温度は用いるTESの超伝導遷移温度で決まってしまうが、TESを超伝導体と常伝導体の二層薄膜にすることでクーパ対が常伝導体に漏れ出す近接効果によって超伝導遷移温度を変化させることが出来る。本実験で使用したTESは底面積0.5 mm×0.5 mmで厚さ40 nmのTiと110 nmのAuの二層薄膜から成る。

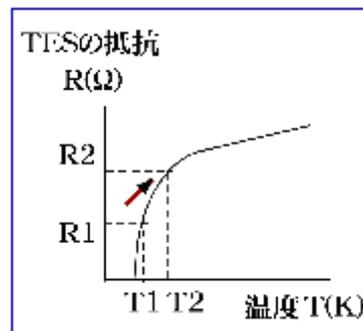


図 3.2 TESの抵抗と温度の関係

3.6 SQUID

超伝導量子干渉素子—SQUID(Superconducting Quantum Interference Device)は超伝導の量子化現象を利用した超高感度の磁気センサーである。SQUIDは超伝導薄膜を微細加工して、接合部を並列になるように形成してあり、SQUIDにバイアス電流I_bを流すと、臨界電流値I_cまでは超伝導状態であるため、SQUIDの両端に発生する電圧は0だが、I_cを越えると、SQUIDは常伝導状態になり、電圧が発生する。また、SQUIDに磁場をかけると臨界電流値が減少する。バイアス電流を臨界電流付近に固定して、外部から磁

場を加えると、SQUIDの両端に発生する電圧が変化し、この電圧の変化をとらえることで磁場の強さを測定する。

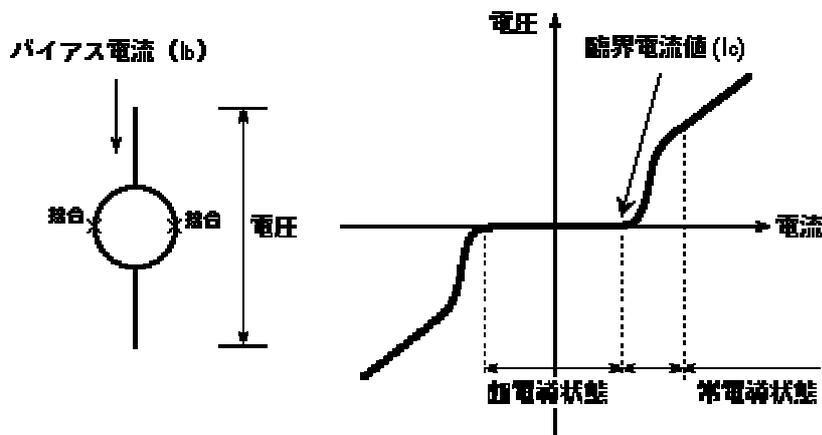


図 3.3 SQUIDの I—V特性

3.7 detector table

温度計などの素子を乗せた検出部で、ソルトピルと熱接触しており、断熱消磁して極低温になったソルトピルの温度を計測する。ソルトピルは6本のケブラーひもで吊られた状態になっているので、あまり大きすぎたり重いとひもに負担がかかり、また熱容量が大きくなって冷えにくくなる。必要とされる性能として、輻射や磁場から素子を守りかつそれらの影響でtable自身の温度上昇なるべく小さくする必要がある。

detector tableは高さ7 mm、底面積5 cm×5 cmの箱形で、材質は底面が厚さ2 mmの銅、側面が1 mmの銅できており、その周りを0.1 mmのNbで覆ってある。部品同士を接着ではなくねじ止め式にして、全体の熱リンクを大きくしてある。

全体の材質を銅にしたのはソルトピルとの熱伝達をよくするためで、100 mKでの銅の熱伝導率は約10 W/m・Kと高く、そのため銅は低温装置の熱交換器などに使われる。断熱消磁の際に発生する磁場(超伝導マグネットコイルが作る磁場と磁性体の内部磁場)は超伝導体で臨界磁場が100 mKで1943.7 Gaussと大きいNbで防ぐようにしてある。

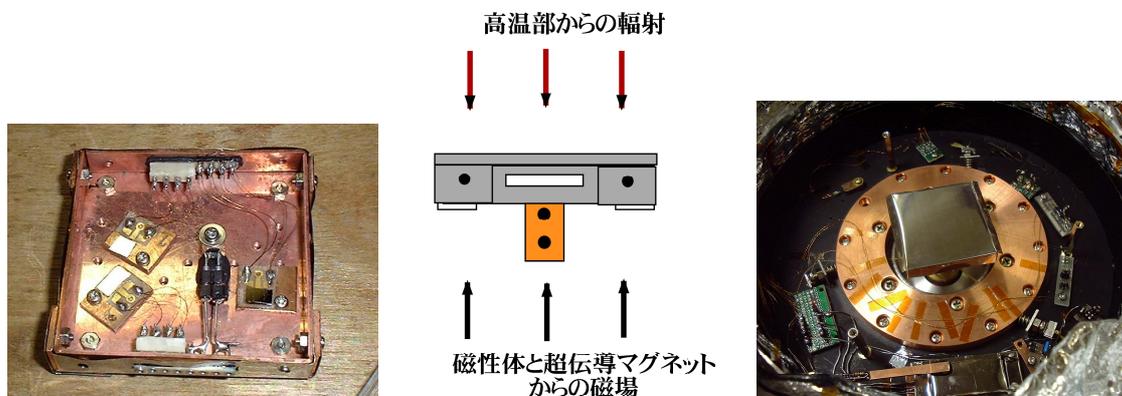


図 3.4 detector table外観

3.8.3 フィルタの性能

・ベリリウムの特長

ベリリウム薄板は X 線透過性に優れ、同じ厚さのアルミニウムの 17 倍、リンデマンガラスの 6 ~ 10 倍も良く、X 線管・球窓・X 線ディテクター用窓に使用されている。ベリリウム金属の硬度は鋼材の 1.5 倍、アルミニウムの 4 倍、密度はアルミニウムの約 1/3 で、比熱は金属中最大であり、他金属にはみられない独特の性質がある。

・アルミニウムの特長

アルミの屈折指数は赤外領域でとても大きく、長波長を反射するのに有効である。赤外線領域から表面で大きな反射の性質を持ち、X 線の範囲は表面に比較的影響されない。

ポリレンはアルミに強く影響されない非常に明るい 41 eV 地球重水素コロナ ライマン α 線を弱めるのに役立つ。

150 K、50 K、3 K それぞれアルミ蒸着フィルムを一枚ずつ入れた場合の X 線透過率は、5.9 keV の場合 92.13% 150 K に 2 枚、50 K に 2 枚、3 K に 3 枚入れた場合は 87.23% となる。

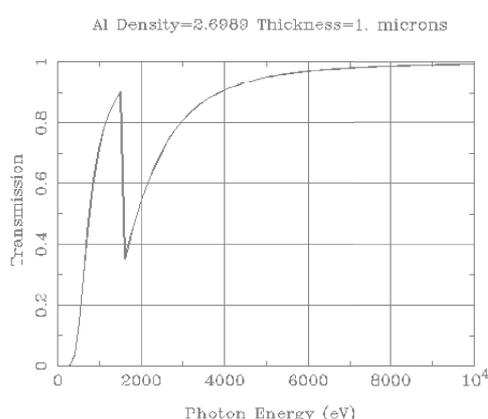


図 3.7 a アルミの透過率

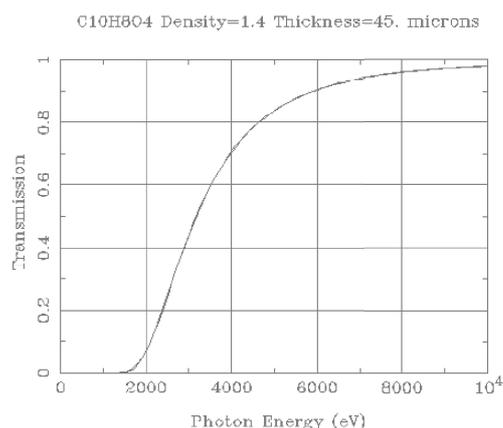


図 3.7 b マイラーの透過率

3.8.4 輻射伝熱による温度勾配

上部シールドからの輻射がもたらす Al フィルムの温度勾配を

$Q = \kappa l d T$ Q : 熱流入(W) κ : 熱伝導率(W/m·K) l : 両端の長さ(m) より求めた。

表 3. 上部シールドから各シールドへの熱流入とそれによる温度勾配

	熱流入 Q(W)	温度勾配 T(K)	Al 熱伝導率 k (W/m·K)
150K シールド	9.25×10^{-4}	7.68×10^{-4}	241
50K シールド	6.12×10^{-5}	1.36×10^{-5}	900
3 K シールド	7.67×10^{-7}	1.39×10^{-7}	1100

表 3 より Al フィルムは 9 μm と非常に薄いながらも、輻射による温度上昇は充分小さいと見積られる。

第4章 冷却手順

4.1 ポンピング開始

まず、ADRを真空ポンプとつないでポンピングを開始する。ADRデュアーに真空ポンプをつないだらポンプの黒バルブを開けて管の空気を抜く。ADRの緑バルブを1/4回転ほど開け、ポンプのスイッチをONにする。デュアーの真空度が10 Torr程になったら緑バルブを全開にする。

4.2 液体窒素冷却

デュアーの真空度が 10^{-4} 以下に下がったら予冷のため、タンクに液体窒素を注入する。窒素注入後ヒートスイッチをONにし、ソルトピルと熱リンクさせる。 温度 $\sim 77\text{ K}$

4.3 デュアーポンピング

液体窒素予冷が終わったらヘリウムガスの圧力を使ってタンクの液体窒素を追い出す。その後、ヘリウムタンクをロータリーポンプでポンピングして、ヘリウムタンクTopの温度が上がり始めるか、もしくは真空度のメーターがいっぱいになったら、タンク内の空気を追い出すためヘリウムガスを入れる。メーターが0に戻ったらタンクのバルブを閉め、ロータリーポンプのチューブを外す。

4.4 液体ヘリウム冷却

ヘリウムタンクに差し込んだトランスファーチューブから白い煙が出てきたらADRタンクに注入口を差し込んで液体ヘリウムを注入する。液体ヘリウムを入れた後、注入口に弁つきの管を取り付ける。 温度 $\sim 4.2\text{ K}$

4.5 ヘリウム減圧

デュアーの真空引きポンプを外し、ヘリウムタンクにロータリーポンプをつないでゆっくりと液体ヘリウムを減圧する。小バルブを毎分1/4回転程のペースで開いていく。 温度 $\sim 1.75\text{ K}$

4.6 等温磁化

マグネットコイルのコネクタにアンプをつなぎ、電圧0V最大電流7Aにセット。マグネットコイルに電流を流して等温磁化を開始する。CH7コイル電圧を上げていき最大電圧で一定にする。同時に大バルブも少しずつ開けていく。この時磁化熱が発生するがその熱が取り去られるまで待つ。

4.7 断熱消磁

ヒートスイッチをOFFにし、ソルトピルとの熱的接触を断って断熱状態にし、コイル電圧を0Vまで下げていき、ソルトピルにかかる磁場を下げていく。ソルトピルにかかる磁場が下がった分温度が下がることになる。

モニター CH1ヒートスイッチ/CH2ヘリウムタンク上部/CH3コイル/
CH4ヘリウムタンク下部/CH6アンプ電圧/CH7アンプ電流/
CH9超伝導マグネットコイル

第5章 実験

5.1 断熱消磁試験結果

表 5.1 断熱消磁試験結果

日	消磁開始温度(K)	最大磁場(T)	到達温度(MK)	内部磁場(GAUSS)
10/26	3.6	2.95	74.9	608
11/13	3.3	2.87	85.0	740
11/23	2.99	3.04	67.6	687
11/21	3.25	3.00	70	646
12/27	3.2		81.66	711
1/10	3.2	3.17	87	862
1/17	3.53	3.016	64	547
1/17	3.43	3.087	60.5	541
2/4	3.39	3.46	49	500
2/11	3.5	3.27	63	589
2/25	2.92	2.96	41.44	416
2/25	3.1	3.25	37.9	397

表 5.2 各実験の実験内容

日	実験内容
10/26	TES TMU#25、#38 RT測定
11/13	TES TMU#25 Ti20、50nm RT測定。 detector table3号機導入。温度制御
11/21	TMU#25 Ti50nm、30nm RT測定。温度制御試験。
12/27	TMU#25, date tableフタ(0.1mmOFC+0.1mmNb)に変更。SQUID導入。
1/10	3K shield9 μ m入射窓導入。RT測定。
1/17	TESカロリメータS II 32、SQUID shield2号機動作試験。入射窓2、2、3枚
2/4	SQUID試験。TES導入試験。線源Cd22keV
2/11	TES RT測定。温度制御。
2/25	TESカロリメータ32Cdのdetector tableを用いたRT測定

5.2 TESのRT測定

5.2.1 TES TMU # 25のRT測定

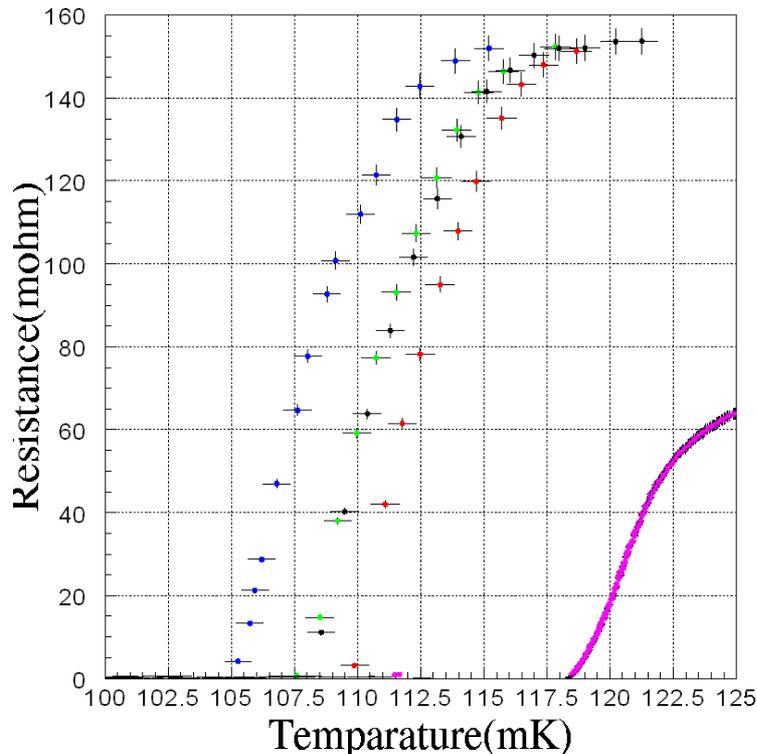


図 5.1 TMU # 25 のRT測定結果

TESの温度はdetector tableに載せられた温度計で測定しており、上図の横軸がdetector tableに載せた温度計の読みで、縦軸はTESの抵抗となっている。したがって、種々の原因による外部からTESへの熱流入によってTESとdetector tableの間に温度勾配が発生すると、その温度勾配分だけ余計にTESを冷やさなければならず、TESが超伝導遷移する場所の温度計の読みが下がる。希釈冷凍機の場合、TESなどの試料は冷媒に直接浸っている構造となっているためTESとそれを載せるtableとの温度勾配はないと考えられる。よって希釈冷凍機で測定したデータとADRのデータとの差がTESとdetector tableの温度勾配になる。宇宙研希釈冷凍機による測定ではTES TMU # 25の遷移温度は120 mKとなっている。detector table 3号機は全体の材質が銅のため重く熱容量が大きくて冷えにくいことが考えられたので、最初ふたの部分が厚さ1 mmの銅(黒と緑の点)だったのを0.1mmの無酸素銅に変更したところ、TESとtableの温度勾配は約2 mKほど減少した(赤の点)。輻射によるtableの温度上昇より、熱伝達でソルトピルに吸収される熱の方が大きかったと考えられる。その後、3 KリングにX線入射窓となる直径1 cm厚さ9 μ mのアルミ蒸着フィルムを取り付けたところTESとtableとの温度勾配は5 mKほど増加した(青の点)。計算ではX線入射窓導入による輻射熱の増加は 5.77×10^{-19} W程度で、温度変化にほとんど影響をあたえないはずが、予想以上に大きな温度変化をもっていた。これはアルミ蒸着フィルムとそれを留めるステンレスリングにの間に小さな隙間があり、そこから輻射がもれていた可能性がある。このときの断熱消磁試験結

果も 87 mK となってあまり冷えていなかった。そのため次の冷却試験では 150 K、50 K、3 K それぞれアルミ蒸着フィルムが 1 枚ずつだったのを 150 K に 2 枚、50 K に 2 枚、3 K に 3 枚に変更したところ最低到達温度はその後 60 mK 台に回復した。

5.2.2 カロリメータ 32CD の RT 測定

カロリメータ 32CD の RT 測定では希釈冷凍機で測定されたデータと比較すると、温度勾配は 70 mK にもなり、その遷移幅も広くなだらかなカーブを描いている(青の点)。これは使用した TES ホルダーが希釈冷凍機用のもので TES に直接輻射が当たって table と大きな温度勾配を持ってしまったためと考えられる。そのため TES を detector table にのせかえて測定したところ、detector table の磁場と輻射のシールド効果により 50 mK ほど温度勾配が回復した。カロリメータの熱伝導度 $G = 1 \text{ nW/K}$ を使用すると $Q = G\Delta T$ より、約 47.5 pW の流入熱をカットしたことになる。カロリメータ 32CD は 2 段階遷移のような形になっているが、希釈冷凍機のデータと比べると、detector table に載せ変えて測定したデータでも 2 段階目の部分が引き伸ばされたようになっている。上の段を比べると希釈と ADR の差は 20 mK ほどであるが、下の段の遷移終了時点では、差は 40 mK ほどにもなっている。第 2 臨界磁場よりも第 1 臨界磁場の方が小さいため、残留磁場からより強い影響を受けていると考えられるかもしれない。TES は非常に薄いためそれによる磁場の進入が TES と detector table の温度勾配をもたらしている可能性がある。

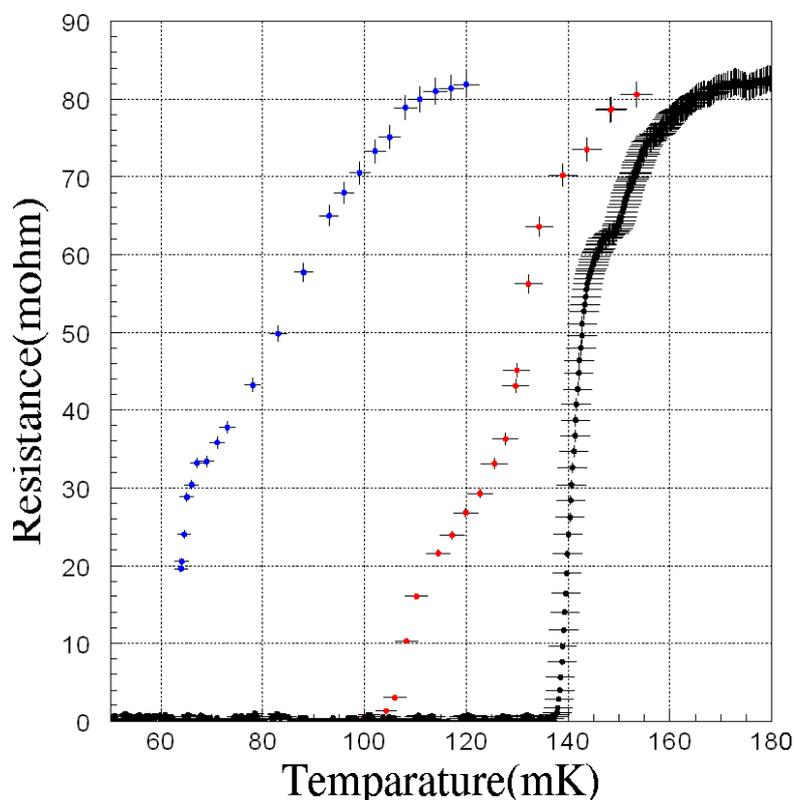


図 5.2 カロリメータ 32CD の RT 測定結果

5.3 まとめ

今回の導入したdetector table 3号機による冷却実験では断熱消磁試験結果も最低温度の37.9 mKを記録し、tableが十分に冷えることができ、また同じ測定条件下でのデータの再現性も0.5 mK以下程度で優れていることを確認した。しかし、2つのRT測定とも希釈冷凍機のデータとの間にはまだ差があり、今のdetector tableではまだ十数pWの流入熱が防ぎきれてないことがわかる。現在のdetector tableは部品の数が多いので、それをなるべく少なくし、隙間をなくすとともにさらに熱リンクを強化してソルトピルに効率よく熱伝達出来るようにする必要がある。また、磁場や輻射を防ぎ、かつ部品の接合部分からそれらが漏れることのないように薄いシールドを多重にすることなども考えられるだろう。