修士論文

極低温X線検出器のための断熱消磁冷凍機の開発

首都大学東京 理工学研究科 物理学専攻 修士課程 宇宙物理実験研究室

指導教員 石崎 欣尚

床井 和世

2008年3月

目 次

第1章	はじめに	9
1.1	X線分光による宇宙の進化の解明	9
1.2	次世代の X 線分光器に要求される性能	10
	1.2.1 宇宙 X 線分光学	11
	1.2.2 回折格子	12
	1.2.3 X 線マイクロカロリメータ	12
1.3	カロリメータの動作環境―極低温システム	13
	1.3.1 超伝導体型—TES 型カロリメータの動作原理	13
	1.3.2 極低温冷凍機	14
1.4	本修士論文の目的....................................	16
箆2音	ADB の冷却原理と構造	17
21	冷却原理	17
2.1	2.1.1 理想常磁性体の基本的性質	17
	2.1.2 比執	20
	2.1.3 エントロピー制御	23
	2.1.4 冷凍サイクル	24
	2.1.5 温度制御	25
2.2	冷凍機の構成	26
	2.2.1 磁性体の選択	26
	2.2.2 鉄ミョウバンとクロムカリウムミョウバンの特性	27
	2.2.3 デュワー	29
2.3	ADR の構造	31
	2.3.1 構造図	31
	2.3.2 熱スイッチ―ヒートスイッチ	32
	2.3.3 ソルトピル	33
	2.3.4 マグネットコイル	33
2.4	デュワー構造	34
	2.4.1 He tank	34
	2.4.2 支持材料	34
	2.4.3 液体ヘリウム注入口と radiation shield(アルミ合金)	35

第3章	新ADRデュワーの改善点	36
3.1	MLI	36
	3.1.1 Lockheed Model	36
	3.1.2 首都大 ADR の構造	39
	3.1.3 計算結果	39
	3.1.4 加工	41
3.2	配線	48
	3.2.1 超伝導マグネットコイル配線	48
第4章	ソルトピル – 磁性塩結晶カプセルの検討と作成	51
4.1	熱設計の最適化	51
	4.1.1 原理	52
	4.1.2 ワイヤーの熱抵抗値	53
	4.1.3 磁性体の熱抵抗値	55
	4.1.4 境界での熱抵抗値	56
	4.1.5 熱抵抗のまとめ	57
4.2	数値計算....................................	58
	4.2.1 熱抵抗を考慮した RRR の選択	58
	4.2.2 熱抵抗	58
	4.2.3 温度勾配	59
	4.2.4 時間損失	60
4.3	高純度線材の残留抵抗率・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	61
	4.3.1 RRR	62
	4.3.2 XRS ソルトピルに使用されている金線	64
4.4	支持ワイヤー	64
	4.4.1 KEVLAR について	64
	4.4.2 ケブラーの熱伝導	65
	4.4.3 強度	66
4.5	容器構造	66
	4.5.1 電子ビーム溶接	66
	4.5.2 飽和溶解度曲線	67
	4.5.3 循環式結晶析出法	69
4.6	結晶評価	71
	4.6.1 磁化測定	71
	4.6.2 密度測定	75
第5章	CPA ソルトピル冷却試験	78
5.1	Wisconsin 大 ADR 冷却試験–試作ソルトピル	79
	5.1.1 ソルトピル 容器構造	79

	5.1.2	冷却試験結果....................................	80
	5.1.3	磁場分布の不均一性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	80
	5.1.4	SUS と Cu による熱損失	82
	5.1.5	ソルトピル内部の温度勾配・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	85
5.2	首都大	、ADR 冷却試験	85
	5.2.1	ソルトピル容器構造	85
	5.2.2	冷却試験結果	85
	5.2.3	磁場分布の不均一性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	87
	5.2.4	SUS と Cu による熱損失	88
	5.2.5	eddy current	88
	5.2.6	ソルトピルへの熱流入の実測値とその見積もり................	89
	5.2.7	ソルトピル内部の温度勾配	90
5.3	宇宙研	FADR 冷却試験	90
	5.3.1	冷却試験結果	92
	5.3.2	磁場分布の不均一性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	92
	5.3.3	SUS と Cu による熱損失	93
	5.3.4	ソルトピルへの熱流入の実測値とその見積もり................	94
	5.3.5	ソルトピル内部の温度勾配	95
5.4	到達温	1度を制限している要因のまとめ	96
第6章	まとめ	こと今後の課題	97
(]			
í 録Α	ソルト	モル図面	99
付録B	ADR	冷却マニュアル	106
B.1	作業前	かの心得	106
B.2	真空引	き前のチェック項目	106
B.3	dewar	の真空引き (4 時間以上)	106
B.4	ヘリウ	コムタンクへの液体窒素の転送	107
B.5	ヘリウ	ウムタンクからの液体窒素の追い出し	109
B.6	ヘリウ	ウムタンクの真空引き	109
B.7	気体へ	、リウムによる置換	110
B.8	ヘリウ	ウムタンクへの液体ヘリウムの転送	110
B.9	等温磁	紅化	111
B.10) 断熱消	1磁	112

図目次

1.1	個となるエネルギー分解能の検出器で観測したとき得られるスペクトル	11
1.2	X 線分光器の性能比較	12
1.3	TES 型マイクロカロリメータの動作概略	14
1.4	「すざく」に搭載された半導体カロリメータ (XRS) 用 ADR	15
1.5	ADR が導入された固体 Ne デュワー	15
2.1	常磁性塩の、1 K まであげるのに要する熱量	22
2.2	冷却課程でのエントロピーと温度の関係グラフ...............	24
2.3	温度制御の原理	26
2.4	FAA、CPA および代表的な磁性体の比熱。 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	28
2.5	ADR 中心部。	31
2.6	ADR 中心部の構造断面図。	31
2.7	ADR デュワー。外観。	34
2.8	ADR デュワーの構造図。	34
3.1	ADR 内部の各温度領域	38
3.2	300 K-130 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果	39
3.3	130 K-30 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果	40
3.4	30 K-4.2 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果	40
3.5	MLI 間隔測定時の写真	43
3.6	切り出し作業台	44
3.7	切り出し作業の様子・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	44
3.8	縫製方法—その1....................................	44
3.9	縫製方法―その2....................................	44
3.10	側面の MLI 端面の加工方法の概念	45
3.11	側面の MLI と底面の MLI の端面の接触方法の概念	45
3.12	MLI 製作の写真	46
3.13	MLI 挿入前後の He 保持時間	47
3.14	$J+W$ を最小にする配線の長さ L と直径 d の関係 \ldots \ldots \ldots \ldots	50
3.15	記線の表面温度と直径の関係・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	50
4.1	磁性体モデルと定義した各変数の概念図	52
4.2	ソルトピルワイヤーの熱収支の概念図	53
4.3	各成分の熱抵抗値とワイヤー本数 n の関係	58

4.4	cold stage との温度勾配	59
4.5	CPA ソルトピルのエントロピー曲線	60
4.6	保持時間損失と filling factorp の相関	61
4.7	ケブラーワイヤーの直径と熱伝導の関係	65
4.8	ケブラーの直径と引張強度の関係	65
4.9	ソルトピル容器の構造図	66
4.10	電子ビーム溶接	67
4.11	電子ビーム溶接した容器。リーク試験の様子。・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	68
4.12	CPA 溶解度曲線	69
4.13	循環式結晶析出法....................................	71
4.14	循環システムの写真	72
4.15	rf-SQUID 装置写真	73
4.16	CPA 磁化測定結果 1	74
4.17	CPA 磁化測定結果 2	74
4.18	FAA 磁化測定結果 1	75
4.19	FAA 磁化測定結果 1	76
51	消磁中の磁提と温度の関係	78
5.1 5.9		70
5.3	$\Delta DR - Z グネットコイルの写真 Wisconsin$	19
5.4	ADA: (ソハノーコー))) 当員・Wisconsin · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	81
5.5	温度、磁場 ジ Wisconsin / · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	81
5.6	カ 家島 Wisconsin	83
5.7		84
5.8		85
5.9		86
5.10	自部人で区川のにノルト ビル・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	86
5.11	自またの mbre (、) () (」 () (、) (、) (、) (、) (、	87
5.12	<u>いした</u> (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)	87
5.13	如容量-首都大	88
5.14		89
5.15	$K_{m,n}$ 、 $K_{m,n}$ ($K_{m,n}$) (($K_{m,n}$) ($K_{m,n}$) ((K_{m,n	90
5.16	宝 ア ここの $(= =) (=) (=) (=) (=) (=) (=) ($	91
5.17	温度 磁場データ-Wisconsin 大	92
5.18	ソルトピルの磁場分布-宇宙研	93
5.19	執容量-宇宙研	93
5.20	熱流入による温度上昇	94
5.21	ヒーターをたいたときの温度変化	95

A.1	SUS304 円筒容器
A.2	OFC 蓋
A.3	真鍮つっかけ
A.4	OFC ロッド
A.5	溶液注入用パイプ、ソルトピルを吊るジグ
A.6	ソルトピルに温度計やヒーターをつけるジグ
B.1	dewarの真空引き
B.2	液体窒素の転送
B.3	液体窒素の追い出し
B.4	ヘリウムタンクの真空引き。バックにいるのはマッカモンさん。

表目次

2.1	常磁性塩の比熱の山の特徴...................................	23
3.1	Lockheed modelの各パラメータ	37
3.2	首都大 ADR の各温度領域への熱流入量	38
3.3	ポリエステルネット検査成績....................................	42
3.4	クラレベルクロ 標準強度	42
3.5	アルミ蒸着ポリエステルフィルム検査成績	42
3.6	ネットスペーサーの枚数	43
3.7	He 保持時間と He タンクへの熱侵入	47
3.8	真鍮と銅の熱伝導率と電気抵抗率	49
3.9	実際の真鍮線に照らし合わせた理論値...............................	49
4.1	計算に用いた各パラメータ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	58
4.2	測定に用いた金線と銅線	62
4.3	各温度での金線の抵抗値測定結果	63
4.4	各温度での銅線の抵抗値測定結果	63
4.5	金線と銅線の RRR	64
4.6	リークディテクターとターボポンプによる測定結果	67
4.7	100 g の水に溶ける CPA の量	68
4.8	50 g の水に溶けた CPA の質量の測定値	69
4.9	水の蒸発量・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	69
4.10	100g の水に溶ける CPA の質量	70
4.11	測定サンプル	73
4.12	CPA 密度測定 1	76
4.13	CPA 密度測定 2	77
5.1	冷却試験結果	78
5.2	開始条件とそれぞれの重量・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	80
5.3	開始条件とそれぞれの重量・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	86
5.4	開始条件とそれぞれの重量・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	92
5.5	到達温度を制限している要因のまとめ.................................	96

第1章 はじめに

1.1 X線分光による宇宙の進化の解明

宇宙物理学は様々な天体の起源と進化を物理法則を使って明らかにする天文学、物理学の一分野で ある。20世紀に入って人類は、宇宙は決して定常的なものではなく、およそ137億年前にビッグバン (big bang)と呼ばれる大爆発によって始まったこと、その後も進化を続け、現在の複雑な階層構造を 持った宇宙に至っていることを知るようになった。それではビッグバンの後、いつ頃、どのようにし て星が生まれ、銀河が形成され、銀河団のような巨大な構造が作られたのだろうか?宇宙は今後どの ようになっていくのだろうか?

恒星は人の一生と同じように、life cycleを持っている。すなわち星間物質の重力収縮によって原始 星が生まれ、原始星がさらに重力収縮を続けることでやがて中心部で核融合反応が起こり、主系列星 となる。核融合反応のための燃料を使い果たすと、あるものは周辺部が惑星状星雲として星間空間に 還元されて白色矮星が残り、あるものは超新星爆発を起こして自分自身を吹き飛ばし、中性子星やブ ラックホールを残す。銀河とは恒星の集まりであり、無数の恒星が、あるいは独立に、あるいは影響 しあって cycle を繰り返している。長期的に見ると、恒星によって作られた重元素を含んだ星間物質 (ISM)が、銀河風 (galactic wind)という形で銀河系外に放出される。銀河はさらに銀河団という集 団を形成している。銀河団の重力ポテンシャルは実は電磁波では見ることのできない暗黒物質(dark matter)によって作られており、銀河はそのポテンシャルに束縛されている。また、銀河団内の空間 は銀河団の重力ポテンシャルに束縛された数千万度程度の高温ガスで満たされており、その総質量は 個々の銀河の質量和よりも大きい。このような高温ガス内にも重元素が存在しており、個々の恒星で 作られ、銀河風として放出された星間物質が大きく寄与している。銀河団同士もまた衝突合体を繰り 返しており、より大きな銀河団へと成長している。ビッグバン直後の宇宙は極めて一様であり、現在 の宇宙に見られるような構造は、その後の進化の過程で互いに密接に関係しながら作られたものであ る。したがって、宇宙の進化を理解するためには、各種の天体の進化とお互いの関連を観測的に見究 めていくことが重要である。

宇宙 X 線観測は Friedman et al. (1951) らによる GM 管を用いた太陽からの X 線検出に発端があ る。Sco X-1 からの X 線と X 線背景放射を Giacconi et al. (1962) が世界で初めて検出することで 本格的な X 線天文学の分野が開かれていった。その後は Uhuru 衛星により 339 個の X 線源カタロ グが作られたのを始め、HEAO-1 は数千を越える X 線源カタログをつくる。近年になって観測技術 が飛躍的に進歩し、光・赤外線では、地球大気の影響を受けないハッブル宇宙望遠鏡 (Hubble Space Telescope) や、「すばる」望遠鏡をはじめとする 8 ~ 10 m クラスの望遠鏡が、電波では「はるか」衛 星を使ったスペース VLBI が実現され、人類はこれらの諸問題に対して観測的な回答を得はじめよう としている。X 線においても、1993 年に日本の「あすか」、1999 年に NASA の Chandra、2000 年に は ESA の XMM-Newton が軌道に投入され、結像性能や有効面積において過去の衛星をはるかに上 回る性能を達成している。さらに、2005年には「すざく」衛星が軌道に投入され宇宙でのX線分光 学が本格化する時代へと突入した。

X線は高エネルギー電子によるシンクロトロン放射や逆コンプトン散乱によって、あるいは高温物 質からの熱制動放射や黒体放射によって生み出される。したがって、宇宙における高エネルギー現象 をとらえるのにもっとも適した電磁波である。また、エネルギー100 eV から10 keV の間には、炭 素、窒素、酸素、ネオン、マグネシウム、シリコン、イオウ、アルゴン、カルシウム、鉄等の、宇宙 に存在する主要な重元素のK 輝線、K 吸収端が存在することから、これらの重元素の量や物理状態 を知る上でも、X 線による観測が有効である。また、これらの輝線のエネルギーシフト、あるいは幅 は、これらの元素を含むガスの運動状態を知る上で有効である。これらのX線の性質を踏まえると、 X 線による分光観測が、宇宙の進化を解明する上での鍵となる。

1.2 次世代のX線分光器に要求される性能

次に、次世代検出器に必要なエネルギー分解能と撮像能力について考えてみる。エネルギー分解能 としては、精密なプラズマ診断が行なえるように、数百 km s⁻¹のガスの運動によって起きるドップ ラーシフトや各輝線の微細構造を十分に分離できる分解能が必要である。微細構造が分離できない と、プラズマの状態によって輝線構造の中心エネルギーが変わってしまうため、統計に関わらずエネ ルギーの決定精度が制限されてしまう。したがって微細構造の分離は不可欠である。

宇宙にもっとも多く存在する元素の1つで、X線分光でもっとも興味のある鉄のKa線について考えてみる。ヘリウム様に電離された鉄のKa線のエネルギーは6.7keVであるが、この鉄イオンが一階励起された状態はLSカップリングによって、1s2s¹S₀、1s2s³S₁、1s2p¹P₁、1s2p³Pの4つの状態に分裂する。このうち1s2p¹P₁→1s²¹S₀は双極子遷移によって6698 eVの共鳴X線を放射する(例えばMewe Gronenschild & Oord 1985)。一方、1s2s³S₁→1s²¹S₀と1s2p³P→1s²¹S₀は双極子遷移が禁止されており、プラズマの物理状態によって6637 eVの禁制線と6673 eVの intercombination線として観測される。さらに、これらの輝線の近くにはリチウム様イオンやベリリウム様イオンから出る衛星線が現れる。したがってこれらの微細構造を分離するためには、 $\Delta E < 10 \text{ eV}$ のエネルギー分解能が必要である。X線CCDカメラなどの半導体検出器では原理的にこれよりも1桁以上悪く、この条件を満たせない。図1.1は、温度kT=2 keVの光学的に薄いプラズマから放射される6.7keVの鉄輝線を、エネルギー分解能が120 eV、10 eV、2 eVの検出器で観測した場合に得られるスペクトル(シミュレーション)である。エネルギー分解能が120 eVの検出器では共鳴線を分離でき、さらに2 eVの検出器では複雑な微細構造をしっかり分離できているのがわかる。

 100 km s^{-1} の運動によって起こるドップラーシフトは、6.7 keVの鉄輝線に対して 2.2 eV である。 これは運動の状態によって、エネルギーのシフトもしくは輝線の広がりとして検出される。したがっ て、天体の運動を正確に知るためには、エネルギー分解能 ~ 数 eV が必要となる。

撮像能力としては、角度分解能 30 秒程度は欲しい。そこで 1 ピクセルの大きさを 20"×20"とし、 受光面積を 10'×10'とすると、ピクセル数は 30×30 になる。望遠鏡の焦点距離を 8 m とすると、1 ピクセルの大きさは 0.78 mm×0.78 mm、全体では 23 mm×23 mm になり、CCD チップ 1 枚分に 相当する。角度分解能としては X 線 CCD カメラより 1/30 程度悪いが、撮像検出器として CCD カメラを併用することを考えれば妥当な大きさである。



図 1.1: 温度 *kT* =2 keV の光学的に薄いプラズマ から放射される 6.7 keV の鉄輝線を、エネルギー 分解能が 120 eV、10 eV、2 eV の検出器で観測し た場合に得られるスペクトル (シミュレーション)

まとめると、次世代 X 線検出器に求められる性能は、6 keV の X 線に対して 1-2 eV (FWHM) の エネルギー分解能 ($E/\Delta E \sim 3000 - 6000$)を有し、 30×30 ピクセルで 2 cm × 2 cm 程度の面積を カバーすることである。

1.2.1 宇宙 X 線分光学

以上のような高精度 X 線分光が実現すると、我々は観測した X 線スペクトルの解釈をするため に放射過程に基づく原子物理学的データを適切に理解する必要に迫られることになる。 すなわち、 radiationの輝線強度比から宇宙プラズマ周辺の環境を知ることができる。また、電離と再結合のデー タは X 線放射物質の適切な電離状態を決める。

こうした原子物理データの理論計算はこれまでに数多く行われてきた。しかしながら、理論計算の 最大の問題点は常にいくつかの物理過程を省略しているという点である。また、最も新しい計算結果 が常に最善であるとは限らない。

これに対して、我々は地上プラズマの高精度分光観測を行うことで実験室観測をアナログ計算機と して利用できる。こうした試みとして EBIT(Electron Beam Ion Trap)を用いた高エネルギーでの二 電子再結合線の観測や、Merged and crossed beam facilities を用いた Fe の全荷電状態での電離断面 積の測定 (2keV 以下と 5keV の一部)、Ion strage ring facilities における低エネルギーでの再結合率 の計測などがあげられる。こうした、アナログ計算機としての実験室観測はいずれも次の条件を満た して始めて実現が可能となる。

• 短時間で大量、高品質の原子データを作成できる。

- 全物理過程の測定が可能である。
- 実験セットアップを最高の状態にする。

1.2.2 回折格子

回折格子 (grating) は、X 線領域で数 eV の分解能を達成する方法としてもっとも一般的である。 例えば、Chandra 衛星には transmission grating (LETG、METG、HETG)が、XMM-Newton 衛星 には reflection grating (RGS)が搭載されている。しかし、分散型はその検出原理において、広がっ た天体への観測には向かない。また grating の分散角は入射 X 線の波長に比例するため、波長の短 い、すなわちエネルギーの高い X 線に対してはエネルギー分解能が悪い。図 1.2 左に、エネルギーに 対するエネルギー分解能を示した。Chandra と XMM-Newton に搭載されている grating 分光器は、 1 keV 以下では非常に高いエネルギー分解能を持つが、2 keV 以上では急激にエネルギー分解能が悪 くなっていることがわかる。6 keV 付近の鉄の K α 線に対しては十分なエネルギー分解能ではない。 さらなる欠点としては、回折格子では検出効率が低いことである。grating 分光器では分散された光 だけがエネルギー情報を持つため、非分散型分光器に比べて非常に検出効率が低くなる。図 1.2 右は、 Chandra と XMM-Newton の grating 分光器の有効面積をエネルギーに対してプロットしたものであ る。XMM-Newton は大きな X 線望遠鏡を搭載しているが、望遠鏡と grating 分光器とを合わせた有 効面積は 100 cm² 程度しかない。高いエネルギーに対してはさらに有効面積が小さくなってしまう。 以上のことから grating 分光器で観測できる天体は、軟 X 線で明るく、さらに点源だけに限られ、広 がった天体や硬 X 線の分光には適していない。



図 1.2: X 線分光器の性能比較。 左: エネルギー分解能のエネルギー依存性 右: 有効面積のエネルギー 依存性

1.2.3 X線マイクロカロリメータ

半導体検出器はエネルギー分解能の点で性能不足であり、分散型分光器は広がった天体の観測には 向かず、また低いエネルギー領域でしか十分なエネルギー分解能を達成できない。現時点では、鉄の Kα線領域に対して十分なエネルギー分解能を持つ非分散型検出器は、X線マイクロカロリメータを おいて他に存在しない。X線マイクロカロリメータは、入射エネルギーを素子の温度上昇として測 る検出器であり、極低温 (~100 mK) において高いエネルギー分解能を達成できる。超伝導トンネル 接合 (STJ)検出器も低温で動作する検出器として開発が進められているが、硬 X線に対するエネル ギー分解能と検出効率の点で X線マイクロカロリメータの方が優れている。

2000年2月に打ち上げられた ASTRO-E 衛星に搭載されていた XRS は、初めて軌道上に投入され る X 線マイクロカロリメータとして大きく期待されていた (例えば Mitsuda & Kelley 1999; Kelley et al. 1999)。XRS は 2×16 のピクセルで 2.5 mm×5.3 mm (視野 1.9' × 4.1') の面積を持ち、個々の ピクセルの大きさは 1.2 mm×0.3 mm、エネルギー分解能は地上試験で平均 12 eV (FWHM)を達成 していた。図 1.2 には、ASTRO-E に搭載されていた XRS と X 線 CCD カメラ XIS のエネルギー分 解能と有効面積も示してある。1-2 keV 以上のエネルギー帯で、XRS はエネルギー分解能と有効面積 のどちらも他の検出器と比べて高い性能を持っていることがわかる。さらに、XRS は 32 ピクセルな がら空間分解したエネルギースペクトルを取得することもできる。このように、XRS は X 線天文学 において新たな時代を切り開くことが期待されていた。2000 年 2 月に打ち上げを試みた ASTRO-E は、残念ながら軌道にのせることができなかったが、これの再挑戦機として、2005 年 7 月に「すざ く」衛星が打ち上げられた。すざくの XRS は打ち上げ後しばらくして、液体へリウムがなくなり使 用できなくなってしまった。

上で述べた次世代 X 線検出器は、エネルギー分解能で XRS よりも数倍良く、ピクセル数は 2 桁 近く多い。エネルギー分解能のさらなる改善には、XRS で用いた半導体温度計の代わりに超伝導遷 移端を利用した温度計 (TES)を用いた新しいマイクロカロリメータが提案されている (例えば Irwin 1995a; 1995b; Irwin et al. 1995)。TES マイクロカロリメータの読み出し系としては超伝導量子干 渉素子 (SQUID)を用いれば読み出し系のノイズを抑えることができる。すでに、5.9 keV の X 線に 対して 2.5 eV (FWHM)のエネルギー分解能が報告されている。このように、エネルギー分解能に ついては要求される性能を達成しつつある。一方、1000 ピクセルの読み出し系はまだ開発段階であ る。XRS では 32 ピクセルを独立に読み出していたが、これと同じように 1000 ピクセルを独立に読 み出すのは配線による熱流入の影響などを考えると現実的でない。何らかのマルチプレクスを行うこ とによって、配線数を減らすことが必須である。すでにいくつかの方法が提案されているが (例えば Chervenak et al. 1999, 2000; Mitsuda et al. 1999)、いずれも確立されるには至っていない。

1.3 カロリメータの動作環境―極低温システム

1.3.1 超伝導体型—TES 型カロリメータの動作原理

カロリメータは X 線が入射した際のわずかな温度上昇を捕えることで高いエネルギー分解能を実 現する検出器である。温度変化を捕える方法は抵抗変化を捕えたり、または磁場変化を捕えるなどの 方法が取られている。このうち TES(Transition Edge Sensor)型マイクロカロリメータは、温度計と して超伝導体を使用し、超伝導遷移端という温度に対してとても敏感な抵抗変化を利用する検出器で ある。



図 1.3: TES 型マイクロカロリメータの動作概略。吸収体に X 線が入射するとそのエネルギーに伴って温度上昇する。これを TES が捕え、TES の抵抗が増す。 温度変化に対して抵抗変化の大きい物の方がエネルギー分解能がよい。

図 1.3 にマイクロカロリメータの動作原理を簡単に示す。検出したい X 線のエネルギー範囲は 0.1~10 keV ないし 20 keV 程度だが、仮に 100 keV としても 1.6×10^{-12} Jにしか相当しないので、通常の方法ではこの熱を感知することはできない。しかし X 線を吸収する吸収体の比熱を C とすれば X 線入射による微小な温度変化は $\Delta T = E/C$ なので、熱容量を非常に小さくする、すなわち吸収体 を小さくし、かつ極低温にすることで ΔT を大きくでき、十分感知することが可能となる。比例係数 管やシンチレーション検出器のような放射線検出器では、X 線入射によって生成されるイオン数の揺らぎがエネルギー分解能をほぼ決めているが、カロリメータの場合は温度を測定するので分解能は熱 的ノイズなどで決まる。これを計算すると、エネルギー分解能は FWHM(半値幅) で、

$$\Delta E_{\rm FWHM} = 2.35 \xi \sqrt{k_B T^2 C(T)} \tag{1.1}$$

ここで ξ は α で決まるパラメータ¹で、 α の大きい方が ξ が小さい。 k_B はボルツマン定数である。

上式より、αが大きくなればエネルギー分解能は基本的に良くなる。よってこのαを大きくしよう というのが TES 型カロリメータである。TES 型カロリメータは温度計として超伝導体を使い、これ の超伝導遷移端を動作点として使用することで、温度に対して高い抵抗感度を持たせている。超伝導 体には通常は2層薄膜を使用する。これは超伝導体と常伝導体を2層薄膜にしたときに生じる近接効 果を利用して、自由に超伝導遷移端—動作温度を選択可能にするためである。

1.3.2 極低温冷凍機

このように高いエネルギー分解能が期待できるカロリメータは、その目的と動作原理より、100 mK 以下という極低温で動作させる必要がある。現在この100 mK 以下の状態を作り出せる冷凍機は希釈 冷凍機と断熱消磁冷凍機の二つである。

 $^{^{1}\}alpha$ はカロリメータの温度と抵抗から見積られるパラメータで、通常はカロリメータの動作温度における温度変化と抵抗変化の関係から $\frac{d\log R}{d\log T}$ で表す。すなわち温度計の感度である。

希釈冷凍機は液体 3 ヘリウム (以下 ³He) と液体 4 ヘリウム (以下 ⁴He) を分留、混合することで冷却 する冷凍機である。³He と ⁴He の混合液は、臨界温度 0.76 K 以下で ³He-濃厚層 (concentrated phase) と ³He-希薄層 (dilution phase) の 2 つの層に分離する。³He は ⁴He に比べ軽いため、concentrated phase は dilution phase の上に浮かぶことになる。³He のエンタルピーは 2 つの層で異なり、³He を consentrated phase から dilution phase へ希釈混合させることにより冷却が起こる。希釈冷凍機は ³He を外から排気、導入する循環運転をしており、循環速度を上げることで大きな冷凍能力が得られ る。また冷凍サイクルが磁場などにほぼ影響を受けないため、現在の地上の実験室で使用されている 冷凍機はほとんどが ³He-⁴He 希釈冷凍機である。しかし希釈冷凍機は ³He と ⁴He 混合液の 2 層分離 を利用しており、無重力状態の宇宙空間では使用できない。宇宙空間で 100 mK 以下の極低温を作り 出すには、もうひとつの断熱消磁冷凍機—ADR ²が必要となる。

断熱消磁冷凍は第2章に示すように、常磁性体を冷媒として、磁場を用いて温度とエントロピーの カルノーサイクルを作り出して冷却する磁気冷凍システムである。常磁性体は低温で強磁性となり エントロピーがさがるため、低温にて大きな比熱を持ち得るため冷媒として使用することができる。 断熱消磁冷凍は希釈冷凍と違って固体冷媒をデュワー内にあらかじめ封入させる必要があるため、冷 凍能力については希釈冷凍に劣る。しかし断熱消磁冷凍ではその冷凍サイクルに重力を使用しないた め、宇宙空間でも使用可能である。また冷媒に固体を使用しているため、ヒーターを用いて温度制御 する希釈冷凍機よりも高い温度安定性を実現できる。



図 1.4: 「すざく」に搭載された半導体カロリ メータ (XRS) 用 ADR。中央の He insert の中 に ADR の中心部となる saltpill がある。

図 1.5: ADR が導入された固体 Ne デュワー

図 1.4 および図 1.5 は、「すざく」に搭載された半導体型マイクロカロリメータ (XRS) 用の ADR のデュワーである。個体ネオンを予冷用冷媒に使用した冷凍機で、宇宙空間では一回の断熱消磁冷凍 で動作温度 60 mK を 36 時間保持できると設計されていた。このように、衛星搭載用 X 線検出器を開 発するにあたって、宇宙空間にて極低温動作環境を作り出すのに今のところ ADR は不可欠である。 検出器の地上試験では希釈冷凍機が多く使用されているが、温度安定性と冷却の手軽さで ADR が 勝る。また ASTRO-E、「すざく」に搭載されていた半導体マイクロカロリメータはほとんど磁場に 影響されずに動作するが、TES型マイクロカロリメータは超伝導体と SQUID を使用しており、ADR の冷凍サイクルが作り出す磁場の影響が懸念される。ADR を用いて TES の開発を行なっている研究 チームは世界にいくつかあるが、磁場が TES にどのような影響を与えているか具体的に調べた例は あまり報告されていない。

1.4 本修士論文の目的

本論文では、TESを動作させるのに必要な、断熱消磁冷凍機の性能向上を目指している。特に冷 凍機内部への輻射による熱侵入を防ぐための多層断熱構造 (Multi-Layer Insulation: MLI)の熱設計 と製作、冷凍機の心臓部となる磁性体結晶カプセル (ソルトピル)の設計と製作、そして冷却試験に 基づいたそれらの評価を行なう。

まず第2章では断熱消磁冷凍機を確立するにあたっての基本的な理論、すなわち冷媒となる磁性体 の物理と冷凍機の一般理論を示し、要求されるデュワー性能などについて述べる。また第3章では今 回改善した多層断熱構造について、第4章ではソルトピルの設計と製作について述べる。そして第5 章では自作したソルトピルの冷却試験とその評価を行なう。最後に本論文のまとめと今後の課題につ いて第6章で述べる。

第2章 ADRの冷却原理と構造

本論文で製作した断熱消磁冷凍機—ADR(Adiabatic Demagnetization Refrigerator) は、Wisconsin 大学 X-ray group がロケット実験観測用に使用していた冷凍機を参考に、地上実験用に理化学研究所 で設計されたものである。

冷凍機は一般に、冷媒のエントロピーを操作して低温を作り出すが、必要とする冷凍能力と到達温 度によって使用するデバイスは異なる。ADR も例外ではなく、必要とする実験環境を得るために冷 媒や求める構造は大きく違ってくる。ここではまず ADR 全般に共通する極低温生成のための基本原 理を示す。

また冷凍機の中枢となる ADR 中心部の構造を第 2.3 章に、ADR 中心部を導入するデュワーの構造 を第 2.4 章に簡単に示す。

2.1 冷却原理

断熱消磁冷凍は冷媒として常磁性塩を用いて、磁場を与えることでエントロピーを下げ、断熱状態 にした後に磁場を取り去ることで冷却する冷却方法である。主に使用されている磁性体では100 mK、 ものによっては数 mK を作りだすことも可能で、1 mK 以下の生成には今のところ磁気冷凍に頼るし かない。

断熱消磁冷凍では希釈冷凍などのような循環運転がなく、冷媒はある量を極低温部のカプセルに 封入したかたちになるため、冷凍能力は希釈冷凍より劣る。しかし冷媒の温度制御は安定せず、ヒー ターを使用した温度制御となる希釈冷凍に対し、断熱消磁冷凍の場合は冷媒(固体)自身の温度を制御 することが可能なので、これを確立させれば他の冷凍機よりも格段に正確な温度制御が可能となる。

2.1.1 理想常磁性体の基本的性質

まずは冷媒に使用される磁性物質、とりわけ常磁性体の基本的性質を整理してみる。

磁性体の基礎

ここでは特殊なバンド模型を考える強磁性体は除き、局在スピンをもつ金属や化合物に限定して議論してみる。これは 3d 殻が不完全殻となり、不対電子をもつ 3d 族遷移金属元素、さらに 4f 殻に不対電子をもつ希土類元素が代表的である。

このような原子は、局在スピンによるスピン角運動量 S と軌道角運動量 L をもっている。よって 全角運動量 J は単純に J=S+L で表したいところだが、実磁性原子は多数個の不対電子をもっている ため、電子同士の相互作用によって J は異なってくる。この場合、各電子の軌道角運動量及びスピン 角運動量がそれぞれ別々に静電的に結合し、その上で磁気的相互作用を通して結合し Jをつくる (LS 結合)。このような Jをもつ原子の磁気モーメント μ は、ランデの g-factor g_i を用いて、

$$\mu = -g_i \mu_B \mathbf{J} \tag{2.1}$$

で与えられる。ここで μ_B はボーア磁子 $(9,27 \times 10^{-24} \text{ J/T})$ である。これは希土類ではよく一致する ものの 3d 族ではあわないものもある。

ここの局在スピンの磁気モーメント μ_i は磁場とのみ相互作用する (ゼーマン相互作用)。B = 0の場合は量子化の軸がないので (2J+1)の状態は縮退しているが、Bを加えることによって磁気量子数 m_j で想定される (2J+1) 個の準位に分裂する。スピン系はそれが局在している原子の格子系と熱交換を行なっており、その結果スピン系は ~ $k_{\rm B}T$ の熱エネルギーを持っている。ここで $k_{\rm B}$ はボルツマン定数である。低温になるとこれが小さくなり、 $g\mu_{\rm B}B_0 \gg ~ k_{\rm B}T$ を満たすときには、スピンは全てが基底状態を示すようになる。

常磁性体の磁気モーメント

熱平衡状態にあるスピン系の磁気モーメント M(T, B) は、個々の原子の磁気モーメント μ_i の熱的な平均量を $\langle \mu_i \rangle$ とすると、

$$M = N\langle \mu \rangle = Ng\mu_{\rm B}\langle {\rm J} \rangle \tag{2.2}$$

である。ここで N は原子数。理想常磁性体では外磁場がない場合 M = 0 だが、外磁場が加えられると誘起される磁気モーメントは、

$$M(T,B) = \frac{N \sum_{m_j=-J}^{J} (-g\mu_{\rm B}m_j \exp(-g\mu_{\rm B}m_j/k_{\rm B}T))}{\sum_{m_j=-J}^{J} (\exp(-g\mu_{\rm B}m_jB/k_{\rm B}T))}$$
(2.3)

この式 2.3は、

$$M(T,B) = Ng\mu_{\rm B} J \frac{\partial}{\partial x} \ln \sum_{m_j = -J}^{J} \left(\exp x \frac{-m_j}{J} \right)$$
(2.4)

と書き改めることができ、ここで x は $x = g\mu_{\rm B} JB/k_{\rm B} T$ 。式 2.4 は対数内の関数がさらに

$$\sum_{n_j=-J}^{J} \left(\exp x \frac{-m_j}{J} \right) = \sinh \left(\frac{2J+1}{2J} x \right) / \sinh \left(\frac{x}{2J} \right)$$
(2.5)

と改められる。よって磁気モーメント (磁化)の方程式は式 2.3 から式 2.5 より

$$M(T,B) = Ng\mu_{\rm B}J\left(\frac{2J+1}{2J}\coth\frac{2J+1}{2J}x - \frac{1}{2J}\coth\frac{x}{2J}\right)$$
(2.6)

2.1. 冷却原理

磁気モーメントと相互作用を行なうのは、先に示したように磁場であるが、これは注目するある 局在スピンとその周囲のスピンがそこに作り出す内部磁場bとの相互作用と考える事もできる。そし て各スピンにかかる内部磁場が外部磁場と同様に同一方向を向き、これによるゼーマンエネルギー $g\mu_{\rm B}b \gg k_{\rm B}T$ となる場合、例え外部磁場が存在しなくてもスピンが同一方向を向くようになる(強磁 性配列)。よって常磁性体は十分低温になると強磁性物質となる。

磁気エントロピー

次にスピン系の磁気エントロピーを導いてみる。磁化された状態はより高い秩序にあるのでエント ロピーは減少する。基底状態の全角運動量がJであるイオンひとつにおいて、エントロピーSは統計 力学より、

$$S = Nk_{\rm B}\ln(2J+1) \tag{2.7}$$

実際の結晶では完全に縮退するわけではなく、双極子と格子との相互作用や双極子間との相互作用のために、内部で準位の分裂が起こり、この分裂の平均幅を Eとすると、上式は $k_{\rm B}T \gg E$ において正しい。

一方、スピンが完全にそろった状態では、スピンは全て基底状態のみしかとれないので、 $S = Nk_{\rm B} \ln W$ において W = 1より、S=0となる。これは式 2.7 が高温、S = 0は低温での極限を表す。中間の領域では、熱力学的マックスウェル方程式より、磁気モーメントを用いて

$$S(T,B) = S_0 + \int_0^B \frac{\partial M}{\partial T} \delta B$$
(2.8)

ここで、式 2.6 で求めた *M*(*T*,*B*) のカッコ内は

$$-\left(\frac{2J+1}{2J}\right)^{2}\frac{x}{\sinh^{2}\frac{2J+1}{2J}x}\frac{1}{T} + \left(\frac{1}{2J}\right)^{2}\frac{x}{\sinh^{2}\frac{1}{2J}x}\frac{1}{T}$$
(2.9)

だから

$$S(T,B) = \int_0^B \frac{\partial M}{\partial T} \delta B = Nk_{\rm B} \left(-\frac{2J+1}{2J}x \coth\left(\frac{2J+1}{2J}x\right) + \frac{1}{2J}x \coth\left(\frac{1}{2J}x\right) + \ln\left(\frac{\sinh\left(\frac{2J+1}{2J}x\right)}{\sinh\left(\frac{1}{2J}x\right)}\right) \right)$$

(2.10)

これを高温、すなわち $x \ll 1$ に近似すると式 2.7 になる。

しかし実際の磁性体の磁化およびエントロピーの値は、正確にはこれらの式にはあてはまらない。 これは一つの局在スピンには外部磁場と同時に、磁化に伴い周囲のスピンが作り出す内部磁場 b がか かるからである。この内部磁気スピンが作り出す磁場が同一方向で平均値 b という値をもっていたと き、一つのスピンにかかる磁場の大きさは $B + b_{o}$ この磁場 b を、磁化 M に対して比例関係にある と考えれば、

$$M = M(T, B + AM)$$
 (A は b に対する M の比例係数) (2.11)

実際の磁気モーメントと平均内部磁場の関係は

$$b = AM = \frac{2K}{N_A g^2 \mu_B^2} M \tag{2.12}$$

ここで K はある局在スピンに注目した時の、近接スピンとの相互作用パラメータである。

よって右辺にも磁化 M のある方程式を解き直す必要がでてくる。これを分子場近似といい、A は 分子場係数と呼ばれる。これは近似計算を行なわない限り解析的には解く事はできず、数値計算に頼 らざるを得なくなる。これが常磁性体の磁化の理論値と実験値との間に数%の誤差を作り出す最大の 要因となっている。本来はこの分子場近似を用いた比熱計算がより正確だが、本論文の目的以上のも のになってしまうのでこれはふれず、近似計算で比熱の値をだすことにする。

2.1.2 比熱

磁気比熱

 $x = g\mu_B JB/k_B T$ 、 $x \ll 1$ の場合、式 2.6 を x で展開して 1 次の項だけをとると、

$$M(T,B) = \frac{CB}{\mu_0 T} \qquad C = \frac{N\mu_0 g^2 \mu_B^2 J(J+1)}{3k_B}$$
(2.13)

ここで $M/H \sim$ はキュリーの法則を差し、Cはキュリー定数である。同様に磁気エントロピーは $x \ll 1$ の極限で、 $T \sim \infty$ のときに式 2.7 と等しくなるので、

$$S(T,B) = Nk_{\rm B}\ln\left(2J+1\right) - \frac{CB^2}{2\mu_0 T^2}$$
(2.14)

これより、断熱的な変化に対する磁性体の磁気比熱は、

$$\Delta S(B,T_i) = \int_{T_i}^{T_i} \frac{C_{\rm M}}{T} \delta T$$
(2.15)

なので、

$$C_{\rm M} = T\delta S = \frac{CB^2}{T^2} \propto \frac{1}{T^2}$$

$$\tag{2.16}$$

低温の強磁性領域では、磁性体は熱容量が大きくなることがこれからわかる。この値はもちろん $x \ll 1$ の場合で、常磁性領域ではほぼ 0 である。

格子系および電子系の比熱

磁性体が低温でどれだけ大きな熱容量を持ち得るかを示すために、物質中の格子系、電子系の比熱 について考えてみる。

まず格子系について着目する、固体を構成する原子が格子を形成している場合には、原子はこれを 平衡点として熱振動—格子振動をおこなっている。単純にはこの格子振動より格子のエネルギーを割 りだし T で微分すればよいが、低温ではこれはあわず、アインシュタイン模型をまず導入する。これ によると格子一つにおける調和振動子のエネルギーは

$$E_n = (n + \frac{1}{2})h\nu \qquad n = 1, 2, 3, \dots (\mathbf{2}, \mathbf{2})$$
(2.17)

 $\frac{1}{2}h\nu$ は振動子が絶対零度で持つ零点エネルギーで熱的には関係ない。温度 *T* における振動子の励起状態占有確率はボルツマン分布則に従い、よって *n* 番目状態のエネルギー *nhv* のもつ存在確率は $\exp(-nh\nu/k_{\rm B}T)$ となり、1 粒子あたりの平均エネルギーは

$$\langle E \rangle = \frac{h\nu}{e^{h\nu/k_{\rm B}T} - 1} \tag{2.18}$$

これが N 個の系の場合、3N 倍すればよいので、格子比熱は

$$C_{\rm L} = \left(\frac{3N\partial\langle E\rangle}{\partial T}\right) = Nk_{\rm B}(h\nu/k_{\rm B}T)^2 \frac{e^{h\nu/k_{\rm B}T}}{(e^{h\nu/k_{\rm B}T} - 1)^2}$$
(2.19)

しかしこれでは完璧ではない。これは原子は種々の振動数、形態で振動をおこなっているからで、 振動数が $\nu \sim \nu + d\nu$ のものの数を $C(\nu)d\nu$ とおくと、系のエネルギーは

$$E_{\rm L} = \int \frac{h\nu C(\nu)d\nu}{e^{h\nu/k_{\rm B}T} - 1}$$
(2.20)

となる。これを解くには (ν)dv を解く必要があり、ここで Debye の比熱式がでてくる。Debye は格子 振動を有限な連続体として、その波数について近似計算を行なうことでこの方程式を扱った。計算は 省略するとしてこれによると物質の格子エネルギーは

$$E_{\rm L}(T) = 9Nk_{\rm B}T\left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3 \int_0^{\theta_D/T} \frac{x^3}{e^x - 1} \delta T$$
(2.21)

ここで $\theta_D = h\nu_D/k_B$ はデバイ温度と呼ばれる物質に固有な定数である。低温、すなわち $\theta_D/T \gg 1$ では、上の積分は

$$\int_{0}^{\theta_D/T} \frac{x^3}{e^x - 1} \delta T \sim \frac{\pi^4}{15}$$
(2.22)

よって

$$C_{\rm L}(T) = 234Nk_{\rm B} \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3 \propto T^3 \tag{2.23}$$

これは低温において、比熱が~T³という実験事実とよく一致する。

次に電子系の比熱に着目する。電子の比熱を考えるには電子のもつエネルギーとその分布について 考える必要があるが、電子のエネルギー状態密度はパウリの排他原理からくるフェルミーディラック 統計に従う。よってフェルミ分布関数を用いて電子比熱を計算すると

$$C_{\rm e}(T) = \frac{\pi^2 N}{2N_A} k_{\rm B} \frac{T}{T_F} = \gamma T \propto T \tag{2.24}$$

N_Aはアボガドロ数である。電子比熱はTに比例することを示している。

比熱の比較

ー般の物質のデバイ温度 θ_D は 200~300 K 程度で、これより

$$C_{\rm L}(T) \sim 10^{-5} T^3 \,\mathrm{J/mol}$$
 (2.25)

次に電子比熱は $\gamma \sim 10^{-3}$ J/K²·mol 程度。これに対して磁気比熱は、キュリー定数 C が

$$C = 1.25q^2 J(J+1) \tag{2.26}$$

なので、キュリー定数に磁場の 2 乗を掛けると、 CB^2 は大体 0.1 J·K/mol となる。よって g = 2、 J=5/2 の物質を 0.1 K 近傍の極低温にした場合、磁気比熱 $C_{\rm M} \sim 10$ J/K·mol を持ちうるのに対し、格子比熱 $C_{\rm L} \sim 10^{-8}$ J/K·mol、電子比熱 $C_{\rm e} \sim 10^{-4}$ J/K·mol なので、極低温では磁気比熱が圧倒的に大きいことがわかる。



図 2.1 には、代表的な冷媒・常磁性塩を1Kまであげるのに要する熱量が示されている。

図 2.1: 常磁性塩の、1 K まであげるのに要する熱量 (erg/g)((38) より)。a:CrK ミョウバン b:Fe(NH₄) ミョウバン c:Mn(NH₄)Tutton 塩

また表 2.1 に代表的な冷媒の比熱の山を示す。Shottky とは、結晶場分裂のためにおきる比熱の山である。

	Shottky	磁気変態	b	β	Mol
	比熱の山 (K)	比熱の山 (K)	$(J/mol \cdot K)$	$(J/mol \cdot K)$	wgt(g)
CrK ミョウバン	~ 0.08	~ 0.02	0.135	4.11×10^{-3}	499.4
$Fe(NH_4)_2$ ミョウバン	~ 0.08	~ 0.04	0.112	3.52×10^{-3}	482.2
$\mathrm{Mn}(\mathrm{SO}_4)2(\mathrm{NH}_4)_{26}\mathrm{H}_2\mathrm{O}$		0.12	0.128		391
$Ce_2 Mg_3(NO_3)_2 24H_2O$		~ 0.006	6.24×10^{-5}		714.8

表 2.1: 常磁性塩の比熱の山の特徴((38)より)

b:磁気比熱係数、 β :格子比熱係数

2.1.3 エントロピー制御

次に外磁場によって、磁性体のどの位のエントロピー制御が可能かを見積もってみる。磁性体に +分なエントロピー変化を起こさせるための条件は、外磁場によって磁気スピンが得たエネルギー $g\mu_{\rm B}B$ が熱エネルギー $k_{\rm B}T$ よりも十分に大きい必要がある。これは例えば g = 2の物質を使用した 場合、

$$g\mu_B B/k_{\rm B}T \sim 1.3 \left(\frac{B}{T}\right)$$
 (2.27)

を最低でも満たす必要があり、温度1Kでは1.3T程度の磁場が必要な計算になる。実際に1K程度の温度領域に1.3Tの磁場の生成は通常難しい。これは強磁場を作り出すのに通常ソレノイドコイルを使用するが、必要な電流が大きく配線も長くなり、発生するジュール熱はとても極低温を保てる量にはならない。よって最近では超伝導マグネットコイルを使用する。

断熱消磁冷却

T₁ K という状態で、等温で磁性体に磁化を行なうと、式 2.13 より、

$$\delta S(T_1, B_1) = S(T_1, 0) - S(T_1, B_1) = \frac{CB_1^2}{2\mu_0 T^2}$$
(2.28)

だけエントロピーが変化する。この時エントロピー変化に伴い、磁性体は $T\delta S$ の磁化熱を発生する。これは外磁場のおこなった仕事と考えられる。ここで次に磁場を $B_2(B_2 < B_1)$ へ断熱的に低下すると、エントロピーは変化しないので、

$$\frac{CB_1^2}{2\mu_0 T_1^2} = \frac{CB_2^2}{2\mu_0 T_2^2} \tag{2.29}$$

となり、 $T_2(T_2 < T_1)$ に変化、すなわち磁性体の温度が低下したことになる。

これが断熱消磁冷却という方法であり、磁性体の性質を考慮することで最低温度と冷凍能力を選択できる。現在、100 mK 以下の極低温を作り出せるのは希釈冷凍とこの断熱消磁冷却の2方法のみであり、また核断熱消磁は1 mK 以下の温度を作り出せる唯一の冷凍手段となっている。

磁性体の常磁性—強磁性領域への変化を利用しているので、常磁性領域である数Kまでは熱容量 は小さい。よって予冷までは比較的簡単に温度を下げることができる。これも冷媒として磁性体を取 り扱うにはとても有利な点といえる。

2.1.4 冷凍サイクル

ここでは実際に磁性体を冷媒として扱った時の、極低温生成のための熱サイクルを述べる。図 2.2 に冷却過程でのエントロピーと温度のダイヤグラムを示す。



図 2.2: 冷却課程でのエントロピーと温度の関係グラフ

図中の曲線は0~Tの場合のそれぞれの等磁場におけるエントロピーと温度の関係曲線で、赤の囲 いがカルノーサイクルとなる。

まず初期温度 T_H における低温状態を考える。このとき磁性体には磁場がなく、スピンはバラバラ の方向を向いている。ここで熱浴と熱平衡状態にして磁場を徐々にかけると、磁性体中の局在スピン が揃い、エントロピーが減少する。また磁場をかけるため、0 T から磁場のかけられた時の曲線へと 状態が移動する。しかし系は熱浴と接触しているため、磁性体の温度は変化しない。よってサイクル は1 2と等温変化となる。

定常状態にした後、今度は熱浴と断熱状態にし、少しずつ磁場を最大値 B_H からとりのぞいてい く。すると再び 0 T のときの曲線上へと状態が移動していくが、断熱状態にしてあるため、系のエ ントロピーは変化せずに温度のみが変化する。よってサイクルは 2 3 へ移動していく断熱消磁とな る。0 T における等磁場曲線上にのった時の温度 T_L が最低到達温度となる。

最終磁場を0Tではなく B_L などという有限な値にする事で、最低到達温度を T'_L などと調整することが出来る。

もし磁場がゼロもしくは小磁場 $B_{\rm L}$ においてはじめて系への熱流入があるとすれば、サイクルは 3 1、3/ 1 で完了する。 $T_{\rm L}$ は厳密には双極子系のスピン温度である。 磁気冷却は磁場の断熱的減少に伴うものであり、エントロピーは2と3の間で変化しない。よって 初期温度と最終温度には

$$\frac{B_{\rm H}}{T_{\rm H}} = \frac{B_{\rm L}}{T_{\rm L}} \tag{2.30}$$

が成り立つはずである。もちろん磁場が減少し、 $k_{\rm B}T \sim g\mu_0 B$ となると式 2.30 は成り立たなくなる。外部磁場がゼロでのエントロピーを最終的にゼロにするスピンの秩序化がおこる温度で最終温度が決まる。

低温になると局在スピンにかかる磁場は外部磁場だけでなく、内部の磁気スピンの磁化による平均 場 b の寄与もかかってくる。これより、式 2.30 は

$$\frac{(B_{\rm H}^2 + b^2)^{\frac{1}{2}}}{T_{\rm H}} = \frac{(B_{\rm L}^2 + b^2)^{\frac{1}{2}}}{T_{\rm L}}$$
(2.31)

と書き直す。 $B_{\rm H} \gg b$ より、 $(B_{\rm H}/T_{\rm H})$ を最大にすれば最終温度 $T_{\rm L}$ を最小にできる。もし最終磁場 $B_{\rm L}=0$ であれば、式 2.3 は

$$T_{\rm L} = \frac{b}{B_{\rm H}} T_{\rm H} \tag{2.32}$$

また、最終磁場から温度が上昇していく間に吸収できる熱量は

$$\delta Q = \int T dS \tag{2.33}$$

で、これは図のS = T曲線上の3 = 1あるいは $3' = 1 \ge S$ 軸で囲まれた領域の面積になり、最終磁場を有限にとどめておけば、温度上昇の段階でスピン系に大きな熱容量が残り、大きな冷凍能力が得られる。

2.1.5 温度制御

最終温度に達した後のソルトピルは、支持材料や輻射熱などにより徐々にその温度を上昇させ、最 終的には熱浴である液体ヘリウムの温度に達する。この上昇速度はソルトピルの比熱と流入熱との関 係による。

磁性体は後にも延べるが、磁化比熱よりかなりの流入熱に耐えることができる。しかし、実験上温度の安定性を保つことは冷凍機の第一条件であり、最低温度に達してから徐々に温度が変化していくのは多くの場合好ましくない。よって実際に実験を行う時には磁場を残して温度制御を行う。

図 2.3 に温度制御の概念を示す。 T'_L K を設定温度とした場合、断熱消磁後の温度は等磁場曲線上 に上昇していく。ここで外部磁場をわずかに下げて元の T'_L K に戻す。温度の上昇に合わせてこれを 繰り返す。この時の温度揺らぎは ΔT となる。

温度 T_0 における磁場 B_0 の状態があり、この断熱消磁での最低温度が T_L であったとする。最低温度とは断熱消磁の際に完全に磁場をなくしてしまった場合での、エントロピー変化がない最低到達温



図 2.3: 温度制御の原理

度である。この場合、単位温度当りの磁場 ΔB は単純計算で

$$\Delta B = \frac{B_0}{T_0 - T_L} (T/K)$$

になり、 ΔB だけ磁場をあげれば温度が 1 mK 上昇する計算になる。マイクロカロリメータなどを開発する時の冷凍機の性能としては温度揺らぎが rms=10 μ K 以下の安定性が望ましく、仮に最低温度 40 mK、持続したい温度が 60 mK で、60 mK 到達時の磁場が 100 mT であった場合、0.5 mT=5 gauss 程度の磁場制御が求められる。

2.2 冷凍機の構成

磁性体を利用した磁気冷凍を行なうには単純に、最低でも以下の構造材料を必要とする。これは先 に示した冷凍サイクルを実現させるための条件である。

- 1. 極低温 (~1 K) を作り出すデュワー
- 2. 強磁場生成用マグネットコイル
- 3. 断熱、恒温状態を作るための熱スイッチ(ヒートスイッチ)
- 4. 磁性体を充填したカプセル

2.2.1 磁性体の選択

カロリメータの動作温度は1K以下で、特に最近では熱的ノイズ対策のため、100 mK以下の状態 を作り出す必要がある。「すざく」衛星に搭載された半導体型マイクロカロリメータは動作温度60 mK で、次世代型の TES-ETF 型カロリメータも 100 mK 以下を目標としている。最低でもこの能力が求められる。

断熱消磁の際、理想的には磁性体は外部との熱のやりとりはないが、現実的には完璧な断熱は不可 能であり、外部磁場を落としている最中にもエントロピーの上昇がある。また最低温度到達後、この 熱流入によって磁性体は0Tのエントロピー曲線に沿って温度変化する(図 2.2 参照)。断熱消磁冷凍 で温度を一定に保つには磁場を有限にとどめ、温度上昇に合わせて磁場を徐々に減少させる手法をと る。よって磁性体の理論的な最低到達温度は、少なくとも動作温度以下にする必要がある。

ここで使用する磁性体の到達温度と冷凍能力—熱容量を見積もってみる。先に述べたように、実際 は分子場近似を用いたエントロピー計算が必要だが、これは誤差が大きく方程式も複雑になり、さら に冷却試験における断熱消磁の際の熱流入も考えられるので、近似式を用いて簡易計算のみとして おく。

断熱消磁の開始温度を2K、最大磁場を3Tとした場合、強磁性領域における自発磁化が作り出す 平均内部磁場を~0.1Tとした時の磁性体の到達温度は式 2.31より、

$$T_{\rm L} \sim 67 \text{ mK} \tag{2.34}$$

またこのときの比熱は式 2.16 より

$$C_{\rm M} \sim 2.81 g^2 J(J+1)$$
 (2.35)

比熱の典型的な値としては、大体 10 J/K·mol である。磁性体を冷媒とした時に注目するべきは、 冷媒として主要な能力をあらわす到達温度と熱容量の関係である。式 2.16 及び式 2.32 を比較してわ かるように、強磁性領域の比熱は平均内部磁場 b の 2 乗に比例するのに対し、最低温度は b が小さい ほど低くできる。これは確かに当然のことで、極低温に到達できるものほど熱容量が小さく温度上昇 が速い。これが最適な磁性体を選択する条件となる。しかし上に示したように、分子場近似で表した 比熱、エントロピーの計算値は複雑で、実測を利用する方が良いと思われる。

2.2.2 鉄ミョウバンとクロムカリウムミョウバンの特性

FAA(鉄ミョウバン)

これまで ADR では磁性体として鉄ミョウバン (FAA) を採用してきた。鉄ミョウバンは正確には硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水和物 [Fe2(SO4)3・(NH4)2SO4・24H2O](1 mol = 482.18 g) で、容易に再結晶化が可能な物質である。本論文で製作した ADR はカロリメータ開発用として、動作温度 60 mK、実験時間 10 時間を設定する。図 2.1 をみる限り、これは鉄ミョウバン (FAA) を使用するのが有利なことを示している。この物質の特性について簡単にみてみる。

比熱については、FAAの測定として Vilches,Wheatleyの data(51)があるので、これを図 2.4 に示す。FAA では 26 mK 程度の部分に比熱に山があることがわかる。これは磁気的相転移 (常磁性―強磁性領域)にあたる。これが断熱消磁冷凍の作り出せる最低温度と考えてよいだろう。

比熱から見積もられる温度変化は、例えば 60 mK で 1 μ W の流入熱がある場合、FAA を 1 mol 充 填した冷媒は 1 mK の温度上昇に 4000 s 以上かかる。実際は一定温度を作り出すために、磁場を減



図 2.4: FAA、CPA および代表的な磁性体の比熱。

少させながら冷却する。この時の能力は $T\delta S$ になるので、エントロピー変化を計算する必要がある。 簡易計算として式 2.10を使って、1 μ W の流入熱に対して 60 mK を持続出来る時間は、

time =
$$0.48(J/mol)/10^{-6}(W) = 133$$
 hour/mol (2.36)

理想的な条件ならば、0.1 mol、48.1 g で十分な性能を持てると思われる。

CPA(クロムカリウムミョウバン)

本論文ではクロムカリウムミョウバン (CPA) を採用した。CPA は chromic potassium alum の略 で、分子式は $[CrK(SO4)_2.12H_2O](1 \mod = 499.3836 g)$ である。磁性体として実質重要な役割をす るのは 3d 族イオンの一つである Cr^{3+} で、この基底状態は $4F_{3/2}$ だが、結晶になると軌道角運動量 が抑制されるため $4S_{3/2}$ になる。Lande factor、いわゆる g-因子は 1.97の等方で、磁気相転移 (強磁 性体になる温度) は約 10mK である。FAA と比べると若干比熱が小さくなるが、生成された結晶が 多少水和物の抜けたものになっても到達温度が十分低くできると予想される。結晶生成上問題となっ たのは結晶の成長速度が FAA に比べ遅いのと、非常にもろいため排液除去が難しい点である。

FAA 同様に、1 μ Wの流入熱に対して 50 mK を持続出来る時間は、

time =
$$0.36(J/mol)/10^{-6}(W) = 100 \text{ hour/mol}$$
 (2.37)

持続時間を10時間とすると、0.1 mol、50gが必要となる。

2.2.3 デュワー

本論文で冷却試験をおこなった ADR は、Wisconsin 大学の X 線天文学グループでロケット観測実 験用に使用されていた冷凍機を参考に、地上実験用に製作されたものである。よって一般の冷凍機よ りも比較的軽量、高強度でコンパクト性に優れたものになっている。

液体ヘリウムデュワー

最低到達温度や冷凍能力は使用する磁性体の他に、消磁開始温度、すなわち熱浴の温度と生成され る最大磁場にも大きく依存する。式 2.27 にあるように、エントロピー制御を十分行なうためには、こ れを満たした状態へ磁性体をまずもっていく必要がある。

また冷凍能力は磁性体の能力による部分が当然大きいが、極低温部への流入熱もこれに影響する。 通常状態で侵入してくる熱が小さいほど持続時間は有利になる。

1K 近傍を作り出す手段として、現在では機械式冷凍と液体ヘリウム冷凍の2種類が考えられる。 機械式冷凍は冷媒を循環運転することで冷却時間を飛躍的に増やすことができ、冷媒の消費も格段に 少ないのでコストダウンにもなる。最近では機械式冷凍で~1 K の極低温生成の実現も報告されてい る。難点としては冷却に長時間が必要なのと、冷凍機の製作費用が大幅に増加してしまう。よって本 ADR では液体ヘリウム冷凍式にした。 液体ヘリウムを熱浴として使用する場合には、これの持続時間も考える必要がある。液体ヘリウムの蒸発潜熱は 2620 J/ℓ より、1 時間に 1 ℓ 蒸発する場合の 300 K からの流入熱は

$$2620/3600 = 0.728 \text{ W}$$
 (2.38)

この値は 4.2 K-300 K への流入熱としてはとても小さい。例として、これだけの流入熱をもたらす 銅線の直径を見積もってみる。通常、熱伝導率 $k_c(T)$ は温度関数だが、ここでは単純のため全ての温 度領域で 4000 mW/K·cm と一定とする。すると、長さ 1 m の銅線の流入熱が 0.728 W になるときの 断面積を $S \text{ cm}^2$ とすると、

$$Q = \frac{S}{100} \times 4000 \times (300 - 4.2) = 728 \qquad S \sim 6.15 \times 10^{-2} \text{ cm}^2$$
(2.39)

よって直径 2.8 mm 程度の銅線があれば、この温度間を 1 m の距離にしても、ヘリウムは 1 時間で 1ℓなくなってしまう。実際の銅などの金属の熱伝導率は 10 K 近傍にピークをもつ山のような形にな り、上の計算は最低値を求めていると考えてよい。もう一つ、断熱を考える場合の重要な項目として 輻射熱がある。簡易計算として、冷凍機の代表的な表面積の大きさを 1 m² とした時の、4.2 K-300 K への輻射熱は

$$Q = 1(m) \times \sigma \times (300^4 - 4.2^4)(K) \sim 460 W$$
(2.40)

ここで σ は Stefan-Boltzmann constant で、 5.67×10^{-8} W/m·K⁴ である。よって全流入熱を 1 W 程 度まで下げるために、少なくとも輻射熱を 0.1%まで抑える必要がある。このように、デュワー 1 K 近傍を作り出す冷凍機には、徹底的なまでの断熱状態を作り出す必要がある。

4.2 Kの液体ヘリウムをさらに低温にするには、通常ヘリウムの減圧を試みる。この時の到達温度 は減圧度に忠実に反映される。しかし常にヘリウムの蒸発が起こっているため、絶えずガスの発生し ているタンク内の減圧には限界がある。また減圧によってさらに低温になるまでヘリウムが激しく蒸 発するため、液体ヘリウムの消費量が増加することも考慮する必要がある。

マグネットコイル

式 2.27 に示すように、磁性体のエントロピー制御には極低温での強磁場生成が必要である。磁性体に FAA を使用した場合、熱浴の温度を 2 K まで下げたときの必要な磁場は、FAA は g = 2 より 2.6 T となる。これは仮に bias を 10 A として、1 cm 当り 2000 turn、10 cm で 2 万 turn のコイルを 必要とする。

超伝導コイルは、最近では臨界電流の大きい合金型のものも多く市販され、高額ではあるものの強磁場生成自体は難しい技術ではない。問題は常温-低温間のコイル用配線で、ここは全ての配線を超伝導にはできないため、太くて抵抗の小さく臨界電流の大きいリード線を使用する必要がある。これは電気伝導率の大きいものほどよいことになるが、代わりに熱伝導率も大きいため流入熱が増加する。そのため配線の中間点にて熱流入をカットする熱リンクが必要である。

2.3. ADR の構造

2.3 ADRの構造

2.3.1 構造図

ADR の構造図を図 2.5 に示す。



図 2.5: ADR 中心部。

図 2.6: ADR 中心部の構造断面図。

ADR はマグネットコイルとヒートスイッチ、常磁性体を含むカプセル-saltpillの3つの部分からなっている。これに熱浴となる液体ヘリウムのタンクが設けられる。

- 1. A : ヒートスイッチの稼働部
- 2. B : 磁性体のカプセル—saltpill(中央細長い筒)
- 3. C : saltpill を支えるケブラー wire
- 4. D : 超伝導マグネットコイル
- 5. E : 補償コイル
- 6. F : detector table とのコネクタ

2.3.2 熱スイッチ―ヒートスイッチ

熱スイッチ―ヒートスイッチの役割として最も重要な一つは、磁性体を磁化する際に発生する磁化 熱を熱浴である液体ヘリウムへ逃すことである。1 molの FAA を 2 K にて 3 T まで磁化させた時に 発生する磁化熱は、式 2.28 より、

$$Q = T\delta S = 2(K) \times \frac{C \times 3(T)^2}{2\mu_0 \times 2(K)^2} \sim 196.7 \text{ J/mol}$$
(2.41)

よって 0.1 mol で ~20 J は発生する。これは 2 K にて 5000 mW/K·cm という純度の高い銅線を使用 して、1 cm²の断面積で熱接触させれば 0.1 K の温度差でもものの数秒で熱浴へ除去できる。しかし 一般に 1 K 近傍での極低温での熱リンクは固体の熱伝導率よりも境界熱接触抵抗が問題となってく る。これは接触媒体の間に発生する熱抵抗で、物質によって違いはあるものの、~100 mW/cm² 程度 が限界であろう。スイッチに無酸素銅など、高い熱伝導率をもつものを使用するのはもちろんだが、 熱接触抵抗は接触面積に比例するため、これを向上させることがネックの一つである。

ヒートスイッチにはいくつかの異なる方式があり、大きく分けて機械式、ヘリウムガス式、超伝導 体式の3種類がある。これらはヒートスイッチに求められる性能、すなわち極低温における熱平衡、 断熱を作り出す目的においてそれぞれで長所、短所がある。

まず機械式は断熱消磁冷凍技術の研究初期から用いられているもので、外部までつながるハンドル やレバーで極低温部の部品を稼働させ、熱浴と saltpill を固体熱接触させる。極低温においては物質 の熱伝導率は極端に落ちるが、無酸素銅やアルミ、金などの純金属は1Kで1000 mW/K·cm、0.1K でも100 mW/K·cm の熱伝導率を持ち得る。

機械式の場合注意するのは稼働部の接触部分の設計と常温—極低温までの部品設計である。真空極低温になったときは熱収縮などによって若干稼働部の構成がずれる。これが接触面積を低下させるおそれがある。また圧着接続の場合がおおいが、これはヒートスイッチの性能にそのままでるため、常温—極低温部の構成材料はできるだけ強固なものがよい。しかしこれも流入熱に壁があるため限界がある。また機械式の最も大きな弱点として、稼働時の熱発生がある。

ヘリウムガス式はこの稼働部をなくせる方式で、熱浴—磁性体間にヘリウムガスの入ったタンク部 を設けて、断熱にしたい時にはこのタンクをポンピングして真空にする。この場合恒温—断熱とのガ スギャップ比をどれだけ大きくできるかが鍵となる。また超伝導体スイッチは物質の常伝導、超伝導 状態間の大きな熱伝導率の差をスイッチ方式にしたもので、超伝導体の周囲にマグネットコイルをと りつけ、熱浴とつなげたい時にはコイルを作動して超伝導をやぶる。

本 ADR では上の中で機械式—メカニカルを採用している。ヘリウムガス方式だと断熱時にはポン ピングを常にする必要があり振動の除去が必要である。機械式は構造が多少複雑ではあるものの高真 空を作り出すのに比較的容易なためこれを用いた。超伝導体方式でもよいが、これにはコイルに大電 流を必要とするため今のところ使用していない。

300 Kのフタまでスイッチが伸びて、外部からスイッチの入切ができる。スイッチは B と直結して おり、スイッチを引っ張ると Bのアルミ合金のハサミが閉じる形になっていて、これがソルトピルか ら飛び出している銅部品を挟み込む形で恒温、断熱状態をつくりだしている。

2.3.3 ソルトピル

ソルトピルはマグネットコイル中央の空洞の中を縦に走らせていて。中に常磁性体の FAA が充填 されている。ソルトピルは C 及び一番下のマグネットアダプタ (He tank と ADR 中枢部との接続部 品)にある上下三つずつの、計六つの wire でつるされた形をしていて、これで熱流入を極力防いでい る。つるすための wire にはケプラーを採用している。可能なかぎり熱の流入をさげるために、断面 積を ~0.75 mmφ と細くして使用している。

極低温部のこの wire は断熱性、強度の両方が求められる。前に述べたように、100 mK 以下の実験温度の持続時間は熱浴—1~2 K から冷媒である磁性体への流入熱にも影響される。さてこのうち 輻射熱はとても小さく、磁性体の表面積を 0.1 m² とした時の 2 K から 100 mK への流入熱は、

$$Q = 0.1 \times \sigma (2^4 - 0.1^4) \sim 0.1 \ \mu W \tag{2.42}$$

のちに示すがこの程度まで支持材料の流入熱をさげるのはとても難しい。

さらにこの wire はソルトピルがずれないようテンションを張る必要がある。振動ノイズは detector の信号検出に支障をきたす他、熱収縮によってソルトピルが高温部にふれると断熱がやぶれてしまう。 これら温度変化によって中心からずれたりゆるんだりしないよう、wire はバネで支える方法をとって いる。またばね定数を変えることで強度を調整できる。

2.3.4 マグネットコイル

超伝導マグネットコイルは American Magnetics Inc 社製コイルを使用している。超伝導線は NbTi (T_c =9.4 K、上部臨界磁場 12 T)を使用しており、ソルトピルに磁場を作り出す。常温での抵抗値は 15.050 k Ω で、自己インダクタンス L は 36 H である。単位電流あたりの磁場は 0.513 T/A で、4 T を作り出すのに 7.82 A を必要とする。同時にこれが電流の限界値で、これ以上の電流をながさない ように電源装置にリミッターをとりつける必要がある。

本 ADR には補償コイル (バッキングコイル)を設けている。これは detector を取り付ける部分に 強い磁場がかかるのを防ぐもので、コイルの巻き方向は逆になっている。これによって detector にか かる磁場を 10 分の 1 から 20 分の 1 にすることができる。TES マイクロカロリメータは超伝導体を使 用していて、またその信号読みだし系には低インピーダンスの SQUID が使用される。この場合どち らも磁場の影響を大きく受け、特に断熱消磁に必要なほどの強磁場は悪影響を及ぼす可能性がある。 また ADR の温度制御の時には磁場変化をさせるため、detector 及び SQUID にはこの影響をベース ライン以下にする必要がある。

ADR は希釈冷凍機などと比べて簡単な冷却機構になっており、初期の調整がうまくいけば、冷却の際に作動させるのはヒートスイッチとマグネットコイルのみであり、この二つの作動がうまくいけば目標温度に十分到達できる。到達温度は先に述べた通り断熱消磁開始時の温度と最大磁場に大きく依存しており、デュワーも冷凍機の性能を決める一つである。次にこのデュワーの構造について述べる。

2.4 デュワー構造

ADR のデュワーの概要図を図 2.8 に示す。



図 2.7: ADR デュワー。外観。

ADR デュワーは全長約 56 cm の円筒型である。デュワー内部はガラスエポキシやアルミ合金筒、 接続部分であるリング、300 K の真空容器の部分でできていて、基本的に支持材料を上下に走らせた バウムクーヘン型をしている。

2.4.1 He tank

マグネットアダプタで ADR 中枢部を支えている、ドーナツ型のものが He tank で、ここに液体 4 ヘリウム (予冷の場合は液体窒素) が注入される。缶の容積は外径 230 mm, 内径 120 mm で、全長が 235 mm、7 ℓ 注入できる。He tank の下には He tank 延長筒が取り付けられている。ここは detector table への配線系および SQUID の組み込み部となる。この He tank 延長筒から常温下ふたには中央 部に直径 100 mm の丸型のホールがあり、detector から外部につづいている。これは X 線入射口の ためのもので、IR-UV Blocking filter を介すことで常温部からの X 線入射をさせることができる。

2.4.2 支持材料

熱伝導率の方程式より、固体の伝導熱を下げるには距離をおくのが効果的な手段のひとつで一般 に冷凍機は細長い形をとるが、本 ADR はコンパクト性を考えて、支持材料を上下に走らせるバウム クーヘン型を採用している。強度とその熱伝導率よりガラスエポキシを使用していて、ringを介して He tankを支えている。

2.4.3 液体ヘリウム注入口と radiation shield (アルミ合金)

本 ADR では、断熱消磁冷凍の冷却原理に重力を使用しないことを生かすため、デュワーを横にし た状態でも冷却が可能になるよう窒素予冷タンクを使わず、VCS— Vaper Cooling System を採用し ている。これは液体ヘリウムの蒸発ガスを予冷に使用するもので、He tank への流入熱を格段に下げ る能力をもつ。一般には He tank の周囲、または 300 K 間支持材料の途中に窒素タンクを設けて、固 体伝導熱および輻射熱をいったん 77 K に落とす構造をとるが、重量とコンパクト性を考えると蒸気 冷却の方がよい。

本 ADR の場合、液体ヘリウム注入口と He tank を結ぶタワー部分から 50K ring、150K ring と呼 ばれる支持材料 ring ヘアルミ合金の筒型熱リンクをつないで蒸気冷却を行なっている。これで支持 材料であるガラスエポキシの中間を冷却して流入熱をさげる。また 50K、150K ring のアルミ合金で He tank 全体を 2 重に覆うことで radiation shield にさせる。

蒸気冷却を行なうのに問題となるのは、タワー部分のどの位置に熱接触をさせるかである。これに はタワーの温度分布を知る必要があるが、自然対流熱伝達の方程式は条件によって変化するパラメー タが多く、現実的には実測に頼らざるを得なくなる。よって本論文では実際に冷却試験を行なって熱 接触をさせている。

第3章 新ADRデュワーの改善点

本研究室において、断熱消磁冷凍機—ADR (Adiabatic Demagnetization Refrigerator)は、2005 年度卒業の篠崎慶亮らにより製作が始められ、開発が進められてきた。これは Wisconsin 大学 X-ray group がロケット実験観測用に使用していた冷凍機を参考に、地上実験用に理化学研究所で設計され たものである。初代 ADR は 2005 年初めに実験中の事故により He タンクが破裂し、装置内部に大 きな損傷をおったため、外筒、マグネットコイル、高温超電導体以外のほぼ全てを作り直すことと なった。

本章では新しい ADR の製作にともない、初代 ADR デュワーから改善した MLI と配線について報告する。

3.1 MLI

Multi-Layer Insulation (MLI) は輻射による熱侵入を防ぐための多層断熱構造の事を指す。このような構造は低温実験を行うための冷却装置 (5)(4) や加速器、(1) 科学衛星に搭載される N₂、H₂、He タンク用の断熱材として一般的に使用されている (9),(7),(6),(3)。首都大 ADR は、小型可搬型冷凍 機のため、冷凍機内部に N₂ 予冷タンクを持たない設計となっている。この場合、He タンクへの輻射 熱の侵入を防ぐために、MLI の枚数の最適化を行うことは He の保持時間を決める上で非常に重要で ある。

低温実験のため冷凍機内部の MLI を最適化するために、低温側 layer は放射が主要な熱輸送源であ る高温側 layer よりも大きなスペースをあける。このタイプの MLI は variable density MLI (VD-MLI) と呼ばれ、質量と熱流入を抑えることができる。VD-MLI システムの間隔は加工されたネットスペー サーで作られた bumper strip を用いて調節する。Bumper strip の厚さはその枚数を変えることで調 節できる。

以上の観点から、首都大 ADR に必要な MLI の枚数の最適化と導入方法についてまとめる。なお、 ここでは以前の都立大 ADR の温度分布に基づいて冷凍機内部の温度分布を経験的に決めている。

3.1.1 Lockheed Model

MLIは一般に多数の radiation sheild からなっており、高温側と低温側の境界間に低い熱伝導率を 持つ材料を用いる。解析的モデルとして、"Lockheed model" がある (3)。また McIntosh により開発 された手法に基づいている、"layer-by-layer" モデル (19) もある。Layer-by-Layer モデルは必要とす るパラメータが多いためここでは Lockheed model での計算結果をまとめる。

Lockheed モデルでは、3つの熱輸送に関する項を考える。シールド間の熱放射、ガスの熱伝導、そしてスペーサーを通じた固体の熱伝導である。準経験的なこのモデルは温度分布の変化を近似的に計
A	7.30×10^{-8}
В	7.07×10^{-10}
$C(GN_2)$	1.46×10^4
C(GHe)	4.89×10^{4}
$m(GN_2)$	-0.48
m(GHe)	-0.74
n	2.63
P(x,T)	1.0×10^{-6} Torr

表 3.1: Lockheed model の各パラメータ

算するために利用され作られた。

spacerとして利用するポリエステルネットの熱伝導率を非線形な形で表した固体が担う単位時間あたりの熱輸送量は次のように書かれる。

$$q_{solid\ conduction} = \frac{A(N_l)^n T_m}{N_S} (T_H - T_C)$$
(3.1)

ここで用いた変数は、A: 経験的な係数、 N_l : layer density、 T_m : 高温側と低温側の境界の平均温度 $(T_m = (T_H + T_C)/2)$ 、 T_H : 高温側の温度 [K]、 T_C : 低温側の温度 [K]、 N_S : 熱制御フィルムの 枚数である。

自由分子状態のガスが担う単位時間あたりの全熱輸送量は、次のように書ける。

$$q_{gas \ conduction} = \beta \frac{(\gamma+1)(\gamma-1)}{R/8\pi MT} 0.5P \left(T_H - T_C\right)$$
(3.2)

ここで用いた変数は、P:ガス圧 [Pa]、T:真空容器外側の温度、通常は 300 K、M:気体の分子 量 [kg/mol]、 γ : C_p/C_v 、 β : 経験的に与えたパラメータである。

輻射による単位時間あたりの熱輸送量は次のように書かれる。

$$q_{radiation} = \frac{B\epsilon}{N_S} \left(T_H^{4.67} - T_C^{4.67} \right) \tag{3.3}$$

ここで用いた変数は、 ϵ :放射率、B:経験的に与えたパラメータである。

以上より、Lockheed モデルで書かれる単位時間あたりの全熱輸送量は次のようにか書かれる。

$$q_{total} = q_{solid \ conduction} + q_{radiation} + q_{gas \ conduction} \tag{3.4}$$

$$= \frac{A(N_l)^n}{N_S} T_m (T_H - T_C) + \frac{B\epsilon}{N_S} (T_H^{4.67} - T_C^{4.67}) + \frac{CP(x,T)}{N_S} (T_H^{m+1} - T_C^{m+1})$$
(3.5)

ここで、P(x,T):場所と温度の関数として与えたガス圧である。係数 $A, B, C \ge m, n, E \Rightarrow P$ は実際の断熱システムと内部ガスの種類から導かれる。 N_2 ガスと He ガスを考えた場合の熱輸送方程式の各パラメータは Keller et al. (1974)(3) によると表 3.1 のように書かれる。計算時には、簡単のため、ADR 内部圧力は一定値 $P(x,T) = 1.0 \times 10^{-6}$ Torr とした。He タンクに液体 He を入れた状態では、通常常温最外部の真空度が 1.0×10^{-6} Torr 程度を示す。



図 3.1: ADR 内部の各温度領域。黄色; 300-130 K、黄緑; 130-30 K、水色; 30-4 K、

温度領域	支持材料からの熱流入	配線からの熱流入	合計
$300-130~{\rm K}$	$327 \mathrm{~mW}$	$86.2 \mathrm{mW}$	$413.2~\mathrm{mW}$
$130-30~{\rm K}$	$372 \mathrm{~mW}$	$6.2 \mathrm{mW}$	$378.2~\mathrm{mW}$
$30-4.2~\mathrm{K}$	70 mW	0.1 mW	70.1 mW

表 3.2: 首都大 ADR の各温度領域への熱流入量

3.1.2 首都大 ADR の構造

首都大 ADR の温度領域で色分けした断面図を図 3.1 に示す。首都大 ADR は内部に二つのガラス エポキシ (G10)の円筒支持構造をもち、次のように温度領域を経験的に定義できる。

- **300 130** K 温度領域 300 K の SUS 外筒とガラスエポキシ (G10)(外側) の間の領域で、間隔にして 18.00mm になる。
- **130 30** K 温度領域 130 K のガラスエポキシ外側と 30 K のガラスエポキシ内側間を指す。間隔 にして 11.75 mm になる。
- **30 4.2 K** 温度領域 30 K ガラスエポキシ内側と He タンクの間を指す。間隔にして 9.25 mm となる。

配線からの値と合わせて各温度領域への単位時間当たりの流入熱量は表3.2のように篠崎修論でまと められている。

3.1.3 計算結果



図 3.2: 300 K-130 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果。赤: 固体熱伝導 による流入熱 (q_l_sol), 緑: N₂ガスが担う流入熱 (q_l_GN2), 青: He ガスが担う流入熱 (q_l_GHe), マ ゼンダ: 熱輻射が担う流入熱 (q_l_rad), 水色: N₂ガスを考慮したときの全熱流入量 (q_all_GN2), 黄 色: He ガスを考慮したときの全熱流入量 (q_all_GHe), 黒: 支持構造からの熱流入 (q_st)

この章では、Lockheed modelを用いた各温度領域での熱制御フィルムの枚数と流入熱との関係に ついて計算した結果を示す。各熱輸送量は単位面積あたりの値として求まる。以下で示す計算結果で は実際の首都大 ADR の場合を考えるため、各温度領域の表面積 (130 K: 0.332 m², 30 K: 0.295 m², 4.2 K: 0.178 m²)を掛けた値として求めている。



図 3.3: 130 K-30 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果。赤: 固体熱伝導に よる流入熱 (q-L-sol), 緑: N₂ガスが担う流入熱 (q-L-GN2), 青: He ガスが担う流入熱 (q-L-GHe), マゼ ンダ: 熱輻射が担う流入熱 (q-L-rad), 水色: N₂ガスを考慮したときの全熱流入量 (q-all-GN2), 黄色: He ガスを考慮したときの全熱流入量 (q-all-GHe), 黒: 支持構造からの熱流入 (q-st)



図 3.4: 30 K-4.2 K 温度領域における熱制御フィルムの枚数と熱流入の計算結果。赤: 固体熱伝導に よる流入熱 (q-L-sol), 緑: N₂ガスが担う流入熱 (q-L-GN2), 青: He ガスが担う流入熱 (q-L-GHe), マゼ ンダ: 熱輻射が担う流入熱 (q-L-rad), 水色: N₂ガスを考慮したときの全熱流入量 (q-all_GN2), 黄色: He ガスを考慮したときの全熱流入量 (q-all_GHe), 黒: 支持構造からの熱流入 (q-st)

300 K-130 K温度領域

この温度領域の間隔は 18.00mm ある。このため layer density を $N_S/1.8$ cm と置き流入熱を計算 した結果が図 3.2 である。この結果は流入熱が熱制御フィルムの枚数を変数とした下に凸な関数をと るため最適解が存在することを示している。したがって、熱制御フィルムの枚数は 36 枚程度が計算 上最も流入熱を小さくすることができる。このときの layer density は 19.72 layers/cm で、単位時間 あたりの全熱輸送量は 166.4 mW (501 mW/m²) である。このとき、支持材料からの熱流入と同程度 であると見積もられる (表 3.2)。

130 K - 30 K 温度領域

この温度領域の間隔は 11.75 mm ある。このため layer density を $N_S/1.175$ cm と置き流入熱を 計算した結果が図 3.3 である。この結果は流入熱が熱制御フィルムの枚数を変数とした下に凸な関数 をとるため最適解が存在することを示している。計算結果より熱制御フィルムの枚数は 7.5 枚程度が 計算上最も流入熱を小さくすることができる。このときの layer density は 6.8 layers/cm で単位時 間あたりの熱全熱輸送量は 20.7 mW (70 mW/m²) となる。ただし、この領域は実際には 130K Al radiation シールド、130K上下筒、G10 小で分けられた空間であるため、各空間に熱制御フィルムを 2 もしくは 3 枚置くことを考える。この温度領域では MLI を通した全熱流入は支持材料からの熱流 入量に比べ 10% 以下であり、主要な熱流入源は支持材料であることが見積もられる (3.2)。したがっ て、アルミ蒸着フィルムを 1 枚いれるだけで、十分支持材料からの熱流入に比べ無視できることが期 待できる。今回この領域には入れない。

30 K-4.2 K温度領域

この温度領域の間隔は 9.25 mm ある。このため layer density を $N_S/0.925$ cm と置き流入熱を計算した結果が図 3.4 である。この結果は流入熱が熱制御フィルムの枚数を変数とした下に凸な関数をとるため最適解が存在することを示している。計算結果は熱制御フィルムの枚数は 5 枚程度が計算上もっとも流入熱を小さくすることができる。このときの layer density は 5.4 layers/cm で単位時間あたりの全熱輸送量は 3.1 mW (17.4 mW/m²) である。この温度領域では MLI を通した全熱流入は支持材料からの熱流入量に比べ 5% 以下であり、主要な熱流入源は支持材料であることが見積もられる(3.2)。したがって、アルミ蒸着フィルムを 1 枚いれるだけで、十分支持材料からの熱流入に比べ無視できることが期待できる。今回この領域には入れない。

3.1.4 加工

MLIシステムの実際の製作は自作をするかメーカーに依頼するかの選択肢がある。自作をするとしても、日本のメーカーは MLI 製作に関するノウハウを蓄積しているため十分に情報を収集することが必要である。以下では、我々がこれまでに調べ購入した MLI の材料、縫製加工法、実装法に関する資料をもとに、実際の製作方法をまとめる。

項目	規格	検査結果
外観	欠点無きこと	欠点無し
巾	$1040\pm10~\mathrm{mm}$	$1040~\mathrm{mm}$
厚さ	180–220 $\mu\mathrm{m}$	$197~\mu{\rm m}$
長さ	$100^{+1}_{-0} {\rm m}$	100 m
重量	17.5 g/m ² 以下	17 g/m^2
メッシュ数	$75100~\mathrm{mesh/cm^2}$	80 mesh/cm^2

表 3.3: ポリエステルネット NK-20 検査成績

巾 (有効巾)	Hook	Loop	引っ張りせん断強さ	剥離強さ
m			N / cm ² (kgf/cm ²)	N / cm (gf/cm)
25	A86900–71	B27000-00	13.1 (1.34)	1.31(134)

表 3.4: クラレベルクロ 標準強度 (9.81 N = 1 kgf, 1 N = 0.102 kgf = 102 gf)

項目	規格	検査結果
外観	欠点無きこと	欠点無し
ф	$1000\pm2~\mathrm{mm}$	$1000~\mathrm{mm}$
厚さ	9 µm ±10% 以内	$9~\mu{ m m}$
長さ	100^{+1}_{-0} m	$100 \mathrm{~m}$
重量	14.0 g/m ² 以下	$12.6~{\rm g/m^2}$
面抵抗値 – 巻き内側	$1 \ \Omega/\mathrm{mm}^2$ 以内	$0.66~\Omega/\mathrm{mm}^2$
面抵抗値 – 巻き外側	$1 \ \Omega/\mathrm{mm}^2$ 以内	$0.75~\Omega/\mathrm{mm}^2$
膜密着性	剥離無きこと	剥離無し

表 3.5: 両面アルミ蒸着ポリエステルフィルム KF-9B 空気穴 3 $\phi \times 50$ pitch 検査成績

材料は株式会社カネカ(2)より以下の製品を購入した。

- 両面 Al 蒸着 PET 部品番号: KF-9B (1 m×100 m) 単価: 400 円/m 金額: 40,000 円 表 3.5 に検査成 績を載せる。
- ポリエステルネット 部品番号: KN-20 (1.04 m×100 m) 単価: 650 円/m 金額: 65,000 円 表 3.3 に検 査成績を載せる。

ポリエステル縫製糸 部品番号: #20 (2,000 巻) 単価: 1円/巻 金額: 2,000 円

活性炭テープ 部品番号: KG-24 単価:12,000 円/10 m

材料

温度領域	重ねるネットスペーサーの枚数	厚さ
300-130K	2 枚 (熱制御フィルム 23 枚)	約 11 mm
$130-30 \mathrm{K}$	6枚 (熱制御フィルム8枚)	約 11 mm
30-4.2K	10 枚 (熱制御フィルム 5 枚)	約11 mm

表 3.6: 最適な layer density を実現するために必要なネットスペーサーの枚数

- ベルクロ (フック) ポリエステル製 品番: A86900-71, 仕様: 25 mm × 25 m 価格: 6500 円 表 3.4 に 標準強度を示す。
- ベルクロ (ループ) ポリエステル製 品番: B27000-00, 仕様: 25 mm × 25 m 価格: 6500 円 表 3.4 に 標準強度を示す。

Hastings et al.(1)やKeller et al. (1974)(3)に書かれているLayer-by-Layer modelおよび、Lockheed modelのheat transfer equation はデュポン社製 Dacron という素材を insulation net として使用し熱 伝導率を決めている。これらの文献に忠実に材料を選択したい場合はカネカ(2)から購入できる。た だ、今回は使用したポリエステルネットも Dacron も素材はポリマーで大差ないと考えてカネカで標 準的に販売しているポリエステルネットを使用する。

layer densityの実現方法



図 3.5: 左: 300-130 K間、中: 130-30 K間、右: 30-4 K間の MLI 間隔測定時の写真

Lockheed modelによる熱設計の最適化の結果を実現するためには、いかにして各温度領域における layer density を実現するかが問題となる。そこで、我々は 5 cm 角の MLI と mesh をそれぞれ 20 枚交互に重ねてその厚さを測定した。"ふわり"とただ置いた状態ではその厚さは 8-9 mm で、layer density にして 22 layers/cm である。ノギスで少し押した状態で測った場合は 5 回の計測の平均で 3.6 mm で、layer density にして ~ 55.5 layers/cm である。マイクロメータで計測する場合には密な 状態となり、実際を反映していない状況だったため計測していない。

さらに、最適な layer density を実現するために必要なネットスペーサーの枚数について実測結果を 表 3.6 に示す。測定した厚みは図 3.5 のように重ねて定規で測った。5 cm 角の熱制御フィルムとネッ トスペーサーを交互に重ねて測定したものなので、実際は巻き具合によって厚みは変動する。







図 3.7: 切り出し作業の様子

図 3.6: 切り出し作業台

MLIの切り出しは、図 3.6 のように首都大 152 室 ADR 用実験台で行った。場所があれば、クリーンルームで切り出すことが推奨される。ほこりの付着をなるべく避けるのと、作業のしやすさを考え 実験台上に 1 m 幅のアクリルボードを敷いた。作業中は MLI へ皮脂の付着を防ぐため、必ず手袋を はめる。作業中の写真を図 3.7 に示す。切り出しの際には型紙を用意することでアルミ蒸着フィルム 一枚を切り出すために約5分の作業時間にすることができた。

縫製加工



図 3.8: 縫製方法—その1

図 3.9: 縫製方法—その2

縫製加工についてはメーカーによりその手法はまちまちである。住友重工では手作業である一方、 MLI 購入先のカネカでは工業用ミシンを用いる。また、MLI をクシャクシャにして MLI 同士の接触 面積を減らす場合と、今回のように insulation net を入れてしまう場合もある。

カネカでは各温度領域に 20 枚の熱制御フィルムと 21 枚の net を入れて縫製加工をする場合に、ミシン加工で各 9600 円程度で加工をしてもらえる。縫製ピッチはカネカでは希望があれば指定できる。

我々は layer density を実現するためにはミシンによる縫製加工は負荷が大きすぎると考え作業効率のよいミシンではなく、手縫いによる加工を行う。実際の縫製ピッチについて検討する。典型的な 縫製方向を図 3.8 と図 3.9 に示した。長方形の MLI blanket を円筒に巻き付ける場合、巻く際の力加 減によって layer density に影響がでることは防ぎたい。そのためには、図 3.8 のような縫製方法よ りもある程度密に縫製したほうが安定した layer density を実現できると考え、図 3.9 のような縫製 方法とする。間隔は加工作業を必要以上、繁雑にしないためにも 10~20 cm の間隔を考える。また、 斜め方法の縫製ヶ所には全て bumper strip を重ねる。bumper strip が交差する箇所があるが、layer density は縫製糸の引っ張り強度の程度により調整可能であるため問題ない。

端面の加工





図 3.10: 側面の MLI 端面の加工方法の概念

図 3.11: 側面の MLI と底面の MLI の端面の接触 方法の概念

縫製加工した MLI blanket を円筒に巻き付ける。その際、端面は図 3.10 に示すように段差切りを 行い、熱伝導が連続しない方法をとる (海苔巻き状の巻き方は避ける)。円筒面に取り付ける際には端 面にベルクロファスナー(マジックテープ)を取り付けて施工しやすくする。

底面側は上下ともに ADR の構造上、取り外しを行う場面があるため作業のしやすさを考え図 3.11 に示す通り、ベルクロファスナーを用いて MLI の固定を行い、側面と底面の MLI 同士は段差切りを して固定する方法をとる。

実際に製作した MLIの写真を図 3.12 に示す。

MLI 挿入場所

130 K-30 K と 30 K-4.2 K では入れてもあまり効果がないので、300 K-130 K 領域のみに入れることにする。300 K-130 K 領域はガラスエポキシの筒で二分されているので、外筒 (300 K)-ガラスエポ

キシ間に 23枚、ガラスエポキシ-130 Kシールド間に 13枚入れる。また、タワーにも 13枚入れる。





図 3.12: MLI 製作の写真。型をとり仮縫いしたら手で軽くくしゅくしゅっとまるめてしわをつけ MLI 同士の間隔を作る。側面、上、下、タワー内に巻いてできあがり。

He 保持時間

MLI 挿入前と挿入後で冷却試験を行ない、⁴He の保持時間を比較する。結果を表 3.7 と図 3.13 に 示す。ここで He タンクへの熱侵入を見積もる。まず ⁴He の潜熱は 2.6 J/cm³、He タンクの容量は 7 ℓ であるので、MLI がないときの熱侵入は

$$Q = \frac{2.6 \times 7000}{16 \times 3600} = 316 \text{ mW}$$
(3.6)

MLI があるときの熱侵入は同様に、94 mW と求まる。よって MLI を巻くことで He タンクへの熱 侵入を約 200 mW 防ぐことができた。

アウトガス対策

カネカではアウトガス対策として活性炭を MLI 中に巻き込むことを推奨している。我々が活性炭 をどのように使用できるかは引続き検討事項とする。簡単なアウトガス対策として、恒温槽 70-80 で約2時間ベーキングが考えられる。今回はまだ行なっていない。

	${}^{4}\mathrm{He}$ の保持時間	熱侵入
MLI 挿入前	16 時間	$316~\mathrm{mW}$
MLI 挿入後	54 時間	$94~\mathrm{mW}$

表 3.7: He保持時間とHeタンクへの熱侵入



図 3.13: MLI 挿入前後の He 保持時間。 横軸時間に対する He タンク下につけた 温度計の抵抗を表す。赤; MLI 挿入前、 黒; MLI 挿入後。

3.2 配線

ADRに導入する配線には、超伝導マグネットコイルの配線、温度計測系、信号計測系がある。これらの配線は熱流入の原因になりやすい。

3.2.1 超伝導マグネットコイル配線

マグネットの超伝導リード線より外に向けた 50 K-300 K 間は、通常の伝導線を使う事になるが、 この場合の熱伝導と発生するジュール熱、表面温度を考慮しなければならない。これまではマグネッ ト配線として銅線が用いられていたが、今回は熱伝導率が小さく、抵抗率が大きい真鍮線を用いた。 計算は篠崎修論 p51~ 参照。

断面積A、長さL、熱伝導率K(T)の伝導線を伝わる伝導熱は

$$W = \frac{A}{L} \int_{T_{\rm L}}^{T_{\rm H}} K(T) \delta T \quad (W)$$
(3.7)

同時にこの伝導線に発生するジュール熱は

$$J = RI^2 = \rho \frac{L}{A} I^2 \tag{3.8}$$

ここで ρ は伝導線の抵抗率 (Ω-m)、I は電流値 (A) である。上式で見るように、ジュール熱は配線 の長さに比例、断面積に反比例。これに反して伝導熱の熱量はその逆である。よって熱 (ジュール熱+ 伝導熱)を最小にするには、以下の方程式を解けばよい。

$$f = J + W = \rho \frac{L}{A} I^2 + \frac{A}{L} K(T) (T_{\rm H} - T_{\rm L})$$
(3.9)

ここで、 $x = \frac{L}{A}$ とおくと、他は定数なので $\rho I^2 = C_1$ 、 $K(T)(T_{\rm H} - T_{\rm L}) = C_2$ とおいて、

 $f(x) = C_1 x + C_2 x^{-1}$

$$\dot{f(x)} = C_1 - C_2 x^{-2} \tag{3.10}$$

これより $x = \sqrt{\frac{C_2}{C_1}}$ のとき f(x) は極小値をとる。 $x \ge 0$ より、これが f(x) の最小値となる。この とき、

$$J = C_1 * \sqrt{\frac{C_2}{C_1}} = \sqrt{C_1 C_2} \quad W = C_2 * \sqrt{\frac{C_1}{C_2}} = \sqrt{C_1 C_2}$$

と、J = Wとなるので、よってJ = Wとなる断面積、長さを考えれば熱は最小となる。このときの断面積 Aと長さ Lの関係式は、

$$\frac{L}{A} = \sqrt{\frac{C_1}{C_2}} = \sqrt{\frac{\rho I^2}{K(T)(T_H - T_L)}}$$
(3.11)

ここで配線の表面温度という問題がでてくる。電流を流したことによる配線表面からの放射熱 J_r は単位長さ当り $J_r = \sigma ST_L^4$ (σ はステファン-ボルツマン定数で 5.67 × 10⁻⁸ W/m²/K⁴、S は単位長 さ当りの表面積、 T_1 は配線表面の温度) で表せる。仮にこれが発生するジュール熱と同等だとすると、 表面温度 T_l は単位長さ当りの表面積を πd (d: 配線の直径) と表して、

$$xJ_r = J = \sigma ST_L^4 = \rho \frac{L}{A} I^2$$
$$T_L = \left(\frac{4\rho I^2}{\sigma \pi^2 d^3}\right)^{\frac{1}{4}}$$
(3.12)

ADR 一号機の配線に使用した銅と、今回使用する真鍮の特性は表 3.8 の通りである。

物質	熱伝導率 K(W/K・m)	平均熱伝導率 300-77 K(W/K・m)	電気抵抗率 $ ho(\Omega \cdot m)$	$\rho \cdot \mathrm{K}(\mathrm{V}^2/\mathrm{K})$
真鍮	120 (300 K)	81 (300-77 K)	$7.2 \times 10^{-8} (300 \text{ K})$	8.64×10^{-6}
	65 (80 K)		$4.9 \times 10^{-8} \ (80 \ {\rm K})$	$3.19{\times}10^{-6}$
銅	420 (300 K)	410 (300 - 77 K)	$1.551 \times 10^{-8} (300 \text{ K})$	6.51×10^{-6}
	590 (80 K)		$0.2 \times 10^{-8} \ (80 \ {\rm K})$	1.18×10^{-6}

表 3.8: 真鍮と銅の熱伝導率と電気抵抗率

式 3.11 と式 3.12 から、最適な配線の長さと直径を決める。J + W を最小にする配線の長さと直径 の関係を図 3.14 に、配線の表面温度と直径の関係を図 3.15 に示す。マグネットの作動時間は、6 A で 1 時間、0.1 A で 5~20 時間とすると、表面温度の方程式では I=6 A、熱量の方程式では I=0.1A で計算するのが好ましい。図 3.15 より、表面温度 400 K 以下に抑えるには真鍮の直径は 0.8 mm 以 上、銅が 0.6 mm 以上必要となる。しかし図 3.14 を見てわかるように、d が大きいほど J+W を最小 にするには長さが必要になる。ここで現実的な長さ L=50~100 cm として、真鍮、銅について表 3.9 のように熱量と表面温度を求めてみる。表 3.9 の真鍮の値が実際に使用した直径と長さである。

物質	直径	長さ	電気抵抗 (理論値、実測値)	J + W (0.1 A)	J + W (6 A)	表面温度
真鍮	$1 \mathrm{mm}$	0.60 m	$0.055 \ \Omega$ $1.06 \ \Omega$	22 mW	$1348~\mathrm{mW}$	330 K
銅	$0.6 \mathrm{mm}$	0.80 m	0.044 Ω, ———	$37 \mathrm{~mW}$	$1617~\mathrm{mW}$	$370~{\rm K}$

表 3.9: 実際の真鍮線に照らし合わせた理論値



図 3.14: *J* + *W* を最小にする配線の長さ *L* と直 径 *d* の関係。黒:真鍮、赤:銅、*I*=10 A と *I*=6 A のとき



図 3.15: 配線の表面温度と直径の関係。黒:真鍮、 赤:銅、*I*=6 A と *I*=0.1 A のとき

第4章 ソルトピル – 磁性塩結晶カプセルの検討と 作成

ADR で最も重要な常磁性体のカプセル―ソルトピルは、その冷凍機の性能を左右する心臓部である。使用する磁性体結晶の選択によって冷却能力、最低到達温度が決定される。これはカロリメータの動作温度によって、使用する結晶の種類が異なることを意味する。またこれによって100 mK 以下における必要な外部電流や detector の動作環境が変化する可能性がある。

以前冷却試験に使用したソルトピルは東芝研究所で製作されたものだが、動作環境の最適化を考え た場合、導入している冷媒をのせ代えることが可能な状態が望ましい。これより、本研究室独自でソ ルトピルの製作技術を会得することはカロリメータ開発に十分な武器の一つとなる。しかしソルトピ ルの製作は一般にとても困難で、まず結晶として代表的に用いられているミョウバンは融点がとても 低く (FAA の場合 40°C)、大気にそのまま放置しておくと水がぬけた硫酸鉄になってしまう。また硫 酸化物のため、取り扱いに十分注意しなければならない。

本章ではソルトピルに用いられる材料とソルトピルの作成法、性能評価、今後の開発に必要な検討 事項について述べる。なお、ソルトピル開発の点ではすざく/XRSに搭載された ADR 用のソルトピ ルと比較しながら必要なソルトピルの性能について検討する。

4.1 熱設計の最適化

ここでは Bromiley (1999) (21) の手法に基づき、cold stage との温度勾配、保持時間損失からワイ ヤーの本数と filling factor の最適値を求める。そのために、ソルトピルの熱伝達に関わるワイヤーの 熱抵抗、磁性体の熱抵抗、そして境界抵抗を考える。

cold stage と常磁性体の間の熱接触は、磁気冷凍による冷却温度を左右する。熱接触が不十分だと 温度勾配が二つの材料間に生じる。磁性体のエントロピー曲線を考えるとき、消磁過程ではこうした 熱流入が磁性塩のエントロピーを増加させ最低到達温度と保持時間を制限する。また、温度勾配はソ ルトピルに長い熱的な時定数をもたせる。能動的磁場制御を使用している場所では、磁場変化は cold stage の温度に反映されるのに時間がかかるため、温度のすばやい変化を難しくする。能動的磁場制 御は ADR の温度制御法ではもっとも効率的な方法であるから、結局ソルトピルの時定数を短くする ことが理想的である。

低温で用いられる常磁性塩の多くは熱伝導度が小さく、例えば CPA では 1×10⁻⁵ W cm⁻¹K⁻¹ で ある。ソルトピルへの熱流入は首都大 ADR の場合 0.1 K で 0.6–0.8 mW 程度 (2004 年度卒研) と実 測されており、温度勾配が出来ているかもしれない。長さが短く、幅が広いソルトピルでは、温度勾 配を小さくすることができるかもしれないが、これはマグネット設計の段階で決まる。このような温 度勾配が生じるのを防ぐため、熱伝達を担う目的でソルトピル中に熱浴を含めることが慣例となって いる。これにはしばしば、cold stage に半田付けされた 100-200 本のワイヤーが用いられる。このワ イヤーは高い熱伝導度を持つ必要があり、金線や HCOF copper が用いられる。銅線の場合は、通常 は塩との化学反応を避けるために金メッキをする。一部の水和物塩、特に CMN、は反応性が高いた め、銅線は短期間で溶けてしまうことが知られている。塩は直接ワイヤー上に析出するかもしくは粉 状のものをソルトピルに要れて圧縮する方法もある。

4.1.1 原理



図 4.1: 磁性体モデルと定義した各変数の概念図

ソルトピル容器にいれるワイヤー本数を考える。このワイヤーは容器の長さと同じであり、互いに 並行に等間隔で結晶間に並んでいる状態を考える。最適化を考えるときに次のような変数を定義する。

1 ソルトピル容器と同じ長さ

 \mathbf{r}_w ワイヤーの半径

 \mathbf{r}_s 磁性塩の半径

磁性体モデルを図 4.1 に示す。ワイヤーの熱伝導率は磁性体の熱伝導率よりもずっと大きいため、支 配的な熱流入はワイヤーに沿った方向のパスと磁性体円環の動系方向のパスとなる。

熱境界抵抗は磁性塩とワイヤーとの境界で温度の不連続面をつくり、0.1 K より下の温度では重要と なってくる。この効果は液体 He 温度で Kapiza(1941)(17) により初めて示されたことから Kapiza 抵抗 と呼ばれることも多い(18)。この境界抵抗は T⁻³ に比例する。Suomi, Anderson and Holmstrom(1968) (16) は CPA において 0.1 K 付近での境界抵抗について調べ CPA とワニスで接合された銅との間の 熱接触抵抗は次の式で書かれることを示した。

$$R_b = \frac{\Delta T}{P} = \frac{30}{AT^3} \left[K^4 cm^2 W^{-1} \right]$$
(4.1)

ここで、 ΔT は境界間の温度勾配であり、Pは境界を横切る熱エネルギーである。Aはその面積、Tはその温度である。Little(1959)(20)は CPA と金の間の熱境界抵抗を次の式で示した。

$$R_b = \frac{\Delta T}{P} = \frac{17}{AT^3} \left[K^4 cm^2 W^{-1} \right]$$
(4.2)

金とその他の水和物の間の値も同じような値と考えられる。

4.1.2 ワイヤーの熱抵抗値



図 4.2: ソルトピルワイヤーの熱収支の概念図

まず、図 4.2 に示したような長さ *l* の一本のソルトピルワイヤーの熱伝導度を考える。そして、ワ イヤーの温かい側からの距離 *x* のところに要素 *dx* を考える。ワイヤーは径が細いので、動径方向の 温度変動は考えなくてよい。要素端の温度は温度勾配 *dT*/*dx* と長さの掛け算分だけ異なる。単位時間当 たり流入熱 *Q*'₁ がワイヤーに沿って侵入してくる。また単位時間当たり *Q*'₂ の熱がワイヤーに沿って 出ていく。*Q'out* の熱が磁性塩に流れ出ていく。この関係は次の式で表される。

$$Q_1' = Q_2' + Q_{out}' \tag{4.3}$$

熱伝導度は次の式で書ける。

$$Q' = -k_w A_w \frac{dT}{dx} \tag{4.4}$$

ここで k_w はワイヤーの熱伝導率であり A_w は断面積である。したがって、

$$Q_1' = -k_w A_w \frac{dT}{dx} \tag{4.5}$$

$$Q_2' = -k_w A_w \frac{d}{dx} \left(T + \frac{dT}{dx} \delta x \right) = -k_w A_w \frac{dT}{dx} - k_w A_w \frac{d^2 T}{dx^2} \delta x \tag{4.6}$$

磁性体へ出ていく熱は境界抵抗を用いて次のように表される。

$$Q'_{OUT} = \frac{\Delta T}{R_b} = (T - T_s) \frac{A_B T_S^3}{17}$$
(4.7)

ここで、Tはワイヤーの温度、 T_s は境界での磁性塩の温度、 A_B は境界の面積である。二つの面積は それぞれ次のように書ける。

$$A_w = \pi r_w^2 \tag{4.8}$$

$$A_B = 2\pi r_w \delta x \tag{4.9}$$

ここで r_w はワイヤーの半径である。これらを使うと、

$$-k_w A_w \frac{dT}{dx} = -k_w A_w \frac{dT}{dx} - k_w A_w \frac{d^2T}{dx^2} \delta x + (T - T_s) \frac{2\pi r_w \delta x T_S^3}{17}$$
(4.10)

とかける。したがって、

$$k_w A_w \frac{d^2 T}{dx^2} = (T - T_s) \frac{2\pi r_w \delta x T_S^3}{17}$$
(4.11)

これがワイヤーの温度を支配する微分方程式である。残念ながらこれは線形な形ではなく、非離散 解が存在する。近似的な離散解はソルトピル設計の目的として有用である。そこで近似解を求めるた めに仮定を立てる。目的はソルトピル容器の内部での温度勾配とワイヤーの本数と容積を関係づける ことである。そして、温度勾配を最小にする容積を決める。

低温での時間消費を説明するため、ソルトピルの熱設計の視点から断熱消磁冷凍のもっとも重要な 側面は能動的な磁場制御(励消磁過程)にかける時間である。熱平衡に到達するまでには短い時間が あり、ここで熱侵入が一定であると仮定するとピル内部の温度分布は一定である。これらの過程では 温度勾配が増加し、それは定常状態に到達するまで続く。定常状態に到達するのにかかる時間はソル トピルの熱化の時定数に関係し、能動的な磁場制御に要する時間よりもずっと短いことはすでに指摘 した。

もし、 Q'_{LEAK} が cold stage からワイヤーへの流入熱とすると、

$$Q'_{LEAK}\frac{dl}{l} = Q'_{OUT} \tag{4.12}$$

そして、式 4.7 を使い、微分方程式 4.11 は

$$\frac{d^2T}{dx^2} = \frac{Q'_{LEAK}}{k_w A_w l} \tag{4.13}$$

のように書かれる。 ワイヤーの熱伝導度は一定と仮定する。温度変動はソルトピルの設計上小さい と考えられるため。そしてこの式は解くことができる。

$$\frac{dT}{dx} = \frac{Q'_{LEAK}}{k_w A_w l} x + \alpha \tag{4.14}$$

$$T = \frac{Q'_{LEAK}}{k_w A_w l} x^2 + \alpha x + \beta \tag{4.15}$$

 α と β は積分定数である。これらは適切な境界条件から求めることができる。x = 0 のとき、ワイヤーの温度は cold stage T_{cs} と同じ温度である。x = 1 のとき、全ての熱はこの地点でワイヤーのそとに捨てられるため、dT/dx = 0 である。そのため、運ばれる熱と温度勾配がない。これらは、

$$x = 0: \beta = T_{CS} \tag{4.16}$$

$$x = 1: \alpha = -\frac{Q'_{LEAK}}{k_w A_w} \tag{4.17}$$

これらの式を式 4.15 に代入すると、cold stage からの距離の関数としてワイヤーの温度の関数が得られる。

$$R_{WIRE} = \frac{T(x) - T_{CS}}{Q'_{LEAK}} = \frac{l^2}{2k_w \pi r_w^2 l} - \frac{l}{k_w \pi r_w^2}$$
(4.18)

これを 2 階微分することで、式 4.13 が求まり、それは x = 0, x = 1 での境界条件を満たす。さらに、 x は 1 よりも小さく、 $x^2/2l$ は x よりも小さい。したがって初めの 2 項は常に負の値となる。T は常 に T_{CS} よりも小さくその値は物理的に正しい。

4.1.3 磁性体の熱抵抗値

ワイヤーに沿って距離 x における長さ dx の磁性体の円盤を考えることで、磁性体の動径方向に対 する温度分布を与え、微分方程式を導く。円盤は、図 4.2 に描かれるような、厚さ dr の円環要素の集 まりとして考える。

Sprackling(1991)は円筒を通じた熱輸送を支配する方程式を次のように与えた。

$$Q' = -k_S 2\pi r dx \frac{dT}{dr} \tag{4.19}$$

ここで、Tは半径 r での要素の温度、k_sは磁性体の熱伝導率である。磁性体の熱伝導率は温度や磁場の変動で変化しないことを仮定している。長さ dl と厚さ dr の要素体積が r 方向に沿って増える限り、等方的な熱輸送の仮定が使える。そのような要素の体積は次式、

$$dV = 2\pi r dx \tag{4.20}$$

で与えられ、考える磁性体の体積は

$$V = (\pi r_S^2 - \pi r_w^2) dx$$
 (4.21)

とかける。したがって、要素体積への熱侵入は

$$dQ' = Q'_{out} \frac{2\pi r dr}{\pi r_S^2 - \pi r_w^2}$$
(4.22)

と与えられる。ここで、 Q'_{OUT} はワイヤーから円盤への流入熱である。半径rの要素を通じて流入する熱 Q'_R は半径rと r_s の間の全ての要素に流入する熱と等しい。そのため、

$$Q'_{R} = \int_{r}^{r_{S}} Q'_{out} \frac{2\pi r dr}{\pi r_{S}^{2} - \pi r_{w}^{2}} = Q'_{out} \left(\frac{r_{S}^{2} - r^{2}}{r_{S}^{2} - r_{w}^{2}}\right)$$
(4.23)

という関係が成り立つ。これに式 4.19 を代入して

$$Q_{out}'\left(\frac{r_{S}^{2} - r^{2}}{r_{S}^{2} - r_{w}^{2}}\right) = -k_{S}2\pi r dx \frac{dT}{dr}$$
(4.24)

が与えられる。そして、

$$\frac{2r_S^2 \ln\left(\frac{r}{r_w}\right) - r^2 + r_w^2}{2\left(r_S^2 - r_w^2\right)} = -\frac{2\pi dx k_S}{Q'_{OUT}} \left(T_r - T_S\right)$$
(4.25)

ここで、 T_r は半径 r での要素の温度である。この式はワイヤーにおける解の導出と同様の方法で調べることができる。とくに、 $r_S \le r \le r_w$ のため、左辺は正でなくてはならない。また、ワイヤーの外から磁性体への熱流入を考えるとき、 T_r は T_S よりも低い。

4.1.4 境界での熱抵抗値

考えるべき最後の部分は境界である。これは不連続な温度差のふるまいをもたらす。式 (4.25) は式 (4.12) を使って書き直し、

$$(T - T_S) = \frac{17Q'_{LEAK}}{2\pi r_w l T_S^3}$$
(4.26)

を導く。ここで、T は cold stage から距離 x にあるワイヤーの温度であり、 T_S は x での境界の温度 である。この式は $T - T_S$ についてとかれるが、その解は複雑であるため求めるのは難しい。しかし、 磁性体とワイヤーの熱伝導度は温度によらないとしており、もし境界についても同様の仮定をしたと しても正確さは失われない。 T_S^3 の項は熱伝導度の温度依存性を示しているものであるが、これは領 域温度 T_R^3 として一定値に置き換えることができる。

これまで導いた 3 式, 式 (4.15), 式 (4.25), 式 (4.26) は一つの磁性体円筒の温度分布を与える。それ らは 4 つの温度について変数を持つ。

 T_{CS} : cold stage の温度

T(x) ': wire の温度

 $T_S(x)$: 境界での磁性体の温度

 $T_r(r,x)$:磁性体の温度

これらは3変数に整理でき、位置(r, x)での磁性体の円環要素と cold stage 間の温度勾配を与える。

$$T_r(x,r) = T_{CS} + Q'_{LEAK} \frac{x^2}{2k_w \pi r_w^2 l} - Q'_{LEAK} \frac{x}{k_w \pi r_w^2} - Q'_{LEAK} \frac{17}{2\pi r_w l T_R^3} - \frac{Q'_{LEAK}}{2\pi l k_s} \left(\frac{r_S^2 - r_s^2}{r_S^2 - r_w^2}\right) 4.27$$

4.1.5 熱抵抗のまとめ

ソルトピルワイヤーの熱設計の最適化は磁性体円筒の熱抵抗を用いて考えることができる。この場 合、熱抵抗は次のように定義される。

$$R_{COMPONENT} = \frac{\Delta T}{Q'_{LEAK}} \tag{4.28}$$

ここで ΔT は系に取り込んだ各成分間に生じる温度勾配である。ワイヤーの熱抵抗は次のようにかける。

$$R_{WIRE} = \frac{x^2}{2k_w \pi r_w^2 l} - \frac{x}{k_w \pi r_w^2}$$
(4.29)

境界抵抗は次のように書かれる。

$$R_{BOUNDARY} = \frac{17}{2\pi l T_R^3} \tag{4.30}$$

磁性体の熱抵抗は次のように書かれる。

$$R_{SALT} = \frac{1}{2\pi l k_S} \left(\frac{r_S^2 - r^2}{r_S^2 - r_w^2} \right)$$
(4.31)

厳密に考えるため、熱抵抗は全磁性体円筒で平均化するべきである。関数 f(x) の x = a から x = b までの平均値は次のように定義される。

$$\overline{f(x)} = \frac{1}{b-a} \int_{a}^{b} f(x) dx \tag{4.32}$$

x = 0からx = 1と $r = r_w$ から $r = r_s$ までの熱抵抗を積分した結果は、

$$\overline{R_{SALT}} = \frac{6r_s^3 \ln\left(\frac{r_s}{r_w} - 1\right) + 6r_s^2 r_w - r_s^3 + r_w^3 + r_w^2 \left(3r_s - 1\right)}{12k_s \pi l \left(r_s^2 - r_w^2\right) \left(r_s - r_w\right)}$$
(4.33)

$$\overline{R_{BOUNDARY}} = \frac{17}{2\pi r_w l T_R^3} \tag{4.34}$$

$$\overline{R_{WIRE}} = \frac{l}{3k_w \pi r_w^2} \tag{4.35}$$

今の議論で最も重要な変数は r_S , r_w , l とワイヤーの本数 n である。これらは互いに独立ではなく、二つの半径 r_S , r_w は filling factor p を使って関係づけられる。

$$V_{TOT} = n l \pi r_S^2 \tag{4.36}$$

$$V_{COPPER} = nl\pi r_w^2 = pnl\pi r_S^2 \tag{4.37}$$

したがって、 $r_S \ge r_w$ の関係は次のようにかける。

$$r_w^2 = p r_S^2 \tag{4.38}$$

ここで、 V_{TOT} は容器の全体積、 V_{COPPER} は容器中の銅の全体積。また、lはマグネットのボアサイズできまる。したがって、残った2つの変数 $n \ge p$ について最適値を調べる。

熱抵抗の式をみると、系に温度差をつくる原因は流入熱 Q'_{LEAK} と各構造の熱抵抗であることが分かる。Q'_{LEAK} は一本のワイヤーを通して侵入してくる単位時間当たりのエネルギーであり、ソルト ピルへの全流入熱をワイヤーの本数で割ることで与えられる。したがって、観測される実際の温度差 に関わる物理量は熱抵抗ではなく、ワイヤーの本数で割った熱抵抗である。

4.2 数値計算

4.2.1 熱抵抗を考慮した RRR の選択

RRR に依存する形の熱伝導率は、WF 則と RRR の関係式より次のように書かれる。

$$=\frac{Ln}{\rho \cdot rrr/RRR} \times T = \frac{24.5 \times 10^{-9}}{1.55 \times 10^{-6}/RRR} \times T = \frac{RRR}{63.3}T$$
(4.39)

ここで、ρは常温での電気伝導率、rrr は常温での銅の体積抵抗率である。

4.2.2 熱抵抗

\mathbf{r}_s	radius of salt silinder	$0.125~\mathrm{cm}$
\mathbf{r}_w	radius of a wire	$0.005~{\rm cm}$
1	length of a wire	$11.0 \mathrm{~cm}$
V_{tot}	total volume of a pill	45.7 cm^3
k_s	thermal conductivity of CPA	$1.0 \times 10^{-5} \ (\frac{T_R}{0.1 \ K})^3 \ [W/K/cm]$
T_R	regime temperature	0.1 K
RRR	residual resistance ratio	1000 (8N HCOF copper)

表 4.1: 計算に用いた各パラメータ





熱抵抗の式はグラフ化する際に変数を n,p として次のようにそれぞれ書き直した。

$$R_{SALT}(n,p) = \frac{-3\ln(p) + (6\sqrt{p} - 7) + (\sqrt{p} + 3 - \sqrt{nl\pi/V_{tot}} * p)}{12nk_s\pi l (1-p) (1-\sqrt{p})}$$
(4.40)

58

$$R_{BOUNDARY}(n,p) = \frac{17}{2\pi l^{3/2} \cdot p^{1/4} \sqrt{r_s n} T_R^3}$$
(4.41)

$$R_{WIRE}(p, RRR) = \frac{l}{3k_w (RRR) \pi p r_s^2}$$
(4.42)

ここで、ワイヤーの熱伝導率 k_w はワイヤーの RRR に依存する形をとる。上記の式で与えたその他の値は首都大 ADR のソルトピル設計に基づいて表 4.1 に固定している。結果として、図 4.3 にそれぞれの熱抵抗値とワイヤー本数の関係を示した。熱抵抗はワイヤーが支配的であることが分かる。ただし、この値はワイヤーの RRR,磁性体円筒の半径の取りかたで大きく異なってくる。

4.2.3 温度勾配



図 4.4: cold stage との温度勾配 $n_1 = 10, n_2 = 100, n_3 = 160, n_4 = 300, n_5 = 415, RRR = 1000 と している。$

cold stage との間の温度勾配について filling factor – pを関数として熱抵抗値から調べることができる。このとき、各成分の温度勾配は次のように書き表される。

$$dT_{SALT}(n,p) = Q'_{LEAK} \frac{R_{SALT}(n,p)}{2}$$

$$\tag{4.43}$$

$$dT_{BOUNDARY}(n,p) = Q'_{LEAK} \frac{R_{BOUNDARY}(n,p)}{2}$$
(4.44)

$$dT_{WIRE}(p, RRR) = Q'_{LEAK} \frac{R_{WIRE}(p, RRR)}{2}$$
(4.45)

$$dT_{TOT}(n, p, RRR) = dT_{SALT}(n, p) + dT_{BOUNDARY}(n, p) + dT_{WIRE}(p, RRR)$$
(4.46)

59

ここで、流入熱 $Q'_{LEAK}=0.8 \ \mu W$ とした。また、熱抵抗を1/2としているのは、実際の首都大ADR に使用しているソルトピルは両端をケブラーワイヤーで吊っているためである。

温度勾配と filling factor – pの関係についての計算結果は図 4.4 に示される。この結果によれば、 filling factor の値が大きくなるほど、ソルトピルの低温側と cold stage 間の温度勾配は小さくなる。 この結果は物理的にも矛盾したものではない。

ワイヤーの本数については 100 本以上で温度勾配に違いはほとんどないことが分かる。特に、今回 は r_s =0.005 cm, r_w =0.125 cm とした場合を考えるとこの時の filling factor – p=0.0016 となる。こ の時の温度勾配は約 30 mK 程度である。

4.2.4 時間損失



図 4.5: CPA ソルトピルのエントロピー曲線 $B_E = 0.01 \text{ T}, B_D = 3.0 \text{ T}, B_{M1} = 0.1 \text{ T}, B_{M2} = 1.0 \text{ T}$

ADR の保持時間はエントロピー変化を考え次のように書き表される。

$$t_H = \frac{mT_f \left(S_E - S_D\right)}{Q'_{TOT}}$$
(4.47)

ここで m は容器内の磁性体のモル数、 T_f は制御温度、 Q'_{TOT} はソルトピルへの全流入熱、 $S_E - S_D$ は等温制御中のエントロピー変化量である。CPA のエントロピー曲線は図 4.5 に示した。ある温度で 制御するときには外部磁場を下げながら、エントロピーを減少させて温度を保つ必要がある。この式 より、保持時間損失は二要素の和として書くことができる。

$$t_{VOLUME} = \frac{pV_{TOT}\rho T_R (S_E - S_D)}{Q'_{TOT}}$$
(4.48)

$$t_{TEMP} = \frac{mT_R \left[S \left(T_R \right) - S \left(T_R - \Delta T \right) \right]}{Q'_{TOT}}$$
(4.49)



図 4.6:保持時間損失と filling factor の相関。 $n_1 = 10, n_2 = 100, n_3 = 160, n_4 = 300, n_5 = 415,$ RRR= 1000 としている。

式 (4.48) は体積欠損による保持時間損失で、式 (4.49) は cold stage と磁性体温度の平均温度差が 原因の保持時間欠損である。ここで用いている ΔT は磁性体、境界、ワイヤーと cold stage 間の温度 差を足し合わせた値を用いる。

密度 ρ は磁性体のモル密度を使っている。式 (4.49) 中のエントロピー変化量で S_D は常磁性体のエントロピーの式を用いて次のように書かれる。

$$\frac{S}{R} = \alpha \coth \alpha - (2J+1) \alpha \coth (2J+1) \alpha + \ln \left[\frac{\sinh (2J+1) \alpha}{\sinh \alpha}\right]$$
(4.50)

ここで、gは gaunt factor、 μ_B はボーア磁子、Jは全角運動量量子数である。 $\alpha = g\mu_B H/k_B T$ とおいた。

 S_E は外部磁場が無いときの CPA のエントロピーの値である。正確に計算を行うためにはゼロ磁 場での CPA のエントロピーの値を実測するべきであるが、今回は式 (4.50) を用いている。

これらの式の足し合わせた保持時間損失の計算結果を示したものが図 4.6 に示されている。この 結果によれば、ワイヤー本数 100 本以上では保持時間損失の傾向に違いはほとんどみられず、filling factor によりその最小値が決まる。グラフの極小値は *p*=0.006 程度であることがわかる。

4.3 高純度線材の残留抵抗率

ソルトピルの内部構造材である高純度銅線の残留抵抗率 (RRR) を測定する。ソルトピル内部にお いて、高純度線材を使用することで磁性体結晶と cold stage 間熱伝導度を補い、ソルトピル内部を等 温に保ち、温度変化の時定数を短くすることが可能になる。したがって今後、10 mK まで最低到達 温度が到達可能なソルトピルを実現するためには構造設計時に適切な材料の選択を行う事が非常に重 要な鍵を握る。 ASTRO-EのXRS1に使用されたソルトピルの構造材選択時にもRRRを上げる事を試みており、 アニーリングを行い残留抵抗を実測している。高純度線材の熱伝導率の測定は過去にKe et al.(12) により、7Nの銅について4.2-90Kについて調べられている。その結果、金属の熱伝導率は温度と RRRの関数として与えられることが実験的に調べられた。このことは、WF則(18)と矛盾しない。

以下では、これまでの自作ソルトピル研究で使用してきた金線と本研究で新たに購入した高純度銅 線について抵抗値測定を行い、残留抵抗率(以下 RRR)、熱伝導率について測定結果をまとめる。

4.3.1 RRR

不純物や格子欠陥の数は数100 以下ではほとんど変化しないので、不純物による電気抵抗値は温度変化しない。絶対零度付近の電気抵抗はほとんど不純物、格子欠陥によるものであり、これを残留抵抗とよぶ。残留抵抗率 RRR は次式で表される。

$RRR = \frac{室温での抵抗値}{4.2 \text{ K での残留抵抗値}}$ (4.51)

RRR は超高純度金属の目安として扱われる。金属が良伝導体であるのは、結晶中に自由電子が存 在するからである。欠陥もなく完全な規則性を示す結晶中を電子が走るときにはどの方向であろうと 全く抵抗を受けない。したがって、高純度のアニール(焼きなましのこと)された金属の電気抵抗は 絶対零度付近では限りなく零に近い。電気抵抗が生じるのは、結晶の規則性(周期性)が破れたとこ ろで電子が散乱されることによる。格子欠陥は電子の散乱中心となるので、不純物が多い金属や強く 加工した金属は抵抗値が大きくなるが、結晶の周期性を乱す最大の原因は原子の熱振動である。不純 物や格子欠陥を考えない場合、絶対零度付近では、結晶は完全な周期性を保っているが、温度を上げ ると各原子は熱振動を起こす。ある瞬間の結晶の原子の位置は本来の格子点からずれている。ずれの 方向はランダムで、結晶の規則性はいたるところで破れている。また、ずれの大きさは温度とともに 増加する。従って、電気抵抗も温度とともに増加する。

測定試料

測定試料は 4N 金線 (ϕ 0.2) と、4N 銅線 (ϕ 0.2)、8N 銅線 (ϕ 0.1) で行なった。詳細をを表 4.2 にまとめる。

Au	メーカー	品名	純度	測定値	Lot No.
	田中貴金属工業	AU 線	4N	ϕ 0.200±0.03 mm	G5111610
Cu	メーカー	品番	純度	線径 × 長さ	単価
	TARA LABS	Prism KLARA-PS-8N	8N	φ 0.1×10 m(23 本撚り線)	1,400円/m
	TARA LABS	Prism OMINI2-8N	8N	$\phi \ 1 imes 10 \ \mathrm{m}(3$ 本撚り線)	4,200円/m

表 4.2: 測定に用いた金線と銅線

測定結果

 ϕ 0.2 mm 4N Au wire の残留抵抗の測定を行った結果をまとめる。測定したのは、長さ 195 mm の Au wire で IC ソケットに半田付けしたものでアニール処理はしていない。LR-700 で 4 端子測定し た結果を表 4.3 に示す。これより、田中貴金属で購入した 4N 金線の RRR は 133~135 と求まる (表 4.5)。

また、4N 銅線 (ϕ 0.2 mm) と 8N 銅線 (ϕ 0.1 mm) の残留抵抗の測定を同様に行った結果をまとめる。 測定したのは、長さ 20 cm、15 cm の 4N 銅線と、長さ 1 m の 8N 銅線。LR-700 で 4 端子測定し た結果を表 4.4 に示す。これより、4N 銅線の RRR は 49~62、8N 銅線の RRR は 67~101 と求まる (表 4.5)。

温度	$R[\mathrm{m}\Omega]$	電気抵抗率 $[n\Omega \cdot cm]$	測定レンジ等	コメント
$300 \mathrm{K}$	136.5 ± 0.2	2.20×10^{3}	200 mΩ, 20 $\mu \mathrm{V},$ 10 sec	$\sim\!\!6.5~\mathrm{m}\Omega$ が半田部分
$4.2~{ m K}$	1.010	16.3	200 mΩ, 20 $\mu \mathrm{V},$ 10 sec	
$4.2~\mathrm{K}$	1.02772	16.6	$2~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$	

測定試料	温度	$R[\mathrm{m}\Omega]$	電気抵抗率 $[n\Omega \cdot cm]$	測定レンジ等
4N 銅線 (20 cm)	300 K	110.763	1.74×10^{3}	200 mΩ, 20 μ V, 10 sec
	$4.2~{ m K}$	2.2582	35.5	200 mΩ, 20 $\mu \mathrm{V},$ 10 sec
4N 銅線 (15 cm)	300 K	86.871	1.82×10^{3}	200 mΩ, 20 $\mu \mathrm{V},$ 10 sec
	$4.2~\mathrm{K}$	1.408	29.5	200 mΩ, 20 $\mu {\rm V},$ 10 sec
8N 銅線 1 m (1)	300 K	918.57	0.72×10^{3}	$2~\Omega,~20~\mu\mathrm{V},~10~\mathrm{sec}$
	$4.2~\mathrm{K}$	13.6511	10.7	$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
8N 銅線 1 m (2)	300 K	877.71	0.69×10^{3}	$2~\Omega,~20~\mu\mathrm{V},~10~\mathrm{sec}$
	$4.2~{ m K}$	8.6860	6.82	$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
8N 銅線 1 m (3)	300 K	875.76	0.69×10^{3}	$2~\Omega,~20~\mu\mathrm{V},~10~\mathrm{sec}$
	$4.2~{ m K}$	10.1379	7.96	$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
8N 銅線 1 m (4)	300 K	881.42	0.69×10^{3}	$2~\Omega,~20~\mu\mathrm{V},~10~\mathrm{sec}$
	$4.2~\mathrm{K}$	12.6765	9.96	$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
はんだ+ソケット (1)	300 K	4.7438		$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
	4.2 K	468.21×10^{-3}		$2~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
はんだ+ソケット (2)	300 K	4.4878		$20~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$
	4.2 K	78.42×10^{-3}		$2~\mathrm{m}\Omega,20~\mu\mathrm{V},10~\mathrm{sec}$

表 4.3: 各温度での金線の抵抗値測定結果

表 4.4: 各温度での銅線の抵抗値測定結果

試料	RRR
4N 金線	$133 \sim 135$
4N 銅線	$49 \sim 62$
8N 銅線	$67 \sim 101$

表 4.5: 金線と銅線の RRR

4.3.2 XRS ソルトピルに使用されている金線

 $XRS2 @ NASA でも残留抵抗を計算しており"5 <math>\mu\Omega$ "未満を目標としていることが報告書に書かれている。太さは 0.2–0.3 mm で長さまでは不明。XRS2 における RRR は

と報告しており、本研究で用いている金線のRRRとの差異の原因は金線張りをしてから焼きなまし を行っているためと考えられる。

金線はその径が大きい方が RRR が大きいことが知られている。理由としては、太い方が表面の凹 凸や酸化膜の影響が小さいので純粋に純度と言えるものが見えてきたと考えるのが妥当であろう。(あ くまでも品質が同じならば)逆に言うと、線の表面の凹凸や自然酸化膜の影響のせいで導通部分の正 味の断面積が 1/3 や 1/4 になったと考えれば、線の表面から肉厚 5 µm ぐらいの領域で凹凸や酸化 膜の影響が無視できないということになる。または、単純に製造過程でアニールしたときに表面に不 純物がたまることも考えられる。今後は強度だけではなくて表面にできやすい不純物量を考慮するべ きだろう。

4.4 支持ワイヤー

ソルトピルを吊すワイヤーとしてケブラーワイヤーを用いた。ソルトピルをヒートスイッチと切り 離した際、このケブラーワイヤーからの熱流入はソルトピルの到達温度や保持時間を制限する原因と なる。ここでは熱流入と強度の観点からケブラーワイヤーの径を決める。

4.4.1 KEVLAR について

KEVLAR はデュポン社によって開発されたパラ系全芳香族ポリアミド繊維である。高い強度・弾性率と非常に良好な耐熱特性を合わせ持つ合成繊維である。タイヤ、ロープ、防弾チョッキなど、炭素繊維とともに代表的な高機能素材となっている。糸の特性として主に次のようなことがあげられる。

- ナイロン、ポリエステルの約2倍の引張強度
- 高い弾性率 (ヤング率)
- 低い伸度

4.4. 支持ワイヤー

- 良好な寸法安定性
- 高い耐熱性・耐寒性・耐薬品性

(購入先: カナガワ株式会社 < 東レデュポン http://www.td-net.co.jp/kevlar/technology.html)

4.4.2 ケブラーの熱伝導

断熱消磁中、2 K から 50 mK の間にケブラーを伝わる熱伝導を求める。ケブラーを伝わる熱伝導 は以下の式で表せる。

$$Q = N \cdot \frac{A}{L} \int_{T_1}^{T_2} K(T) \cdot dT \tag{4.53}$$

N: ケブラーワイヤーの本数、A: ケブラーワイヤーの断面積、L: ケブラーワイヤーの長さ、K: ケブラーの熱伝導率 $K = 48 \cdot T \ [\mu W/(cm \cdot K)]$ (参照: Barbera M. 『A Single Stage Adiabatic Demagnetization Refrigerator for Testing X-ray Microcalorimeters』 p379)、T1 = 0.05 K、T2 = 2 K。

N = 6本、L = 5 cm、としてケブラーワイヤーの直径と熱伝導の関係を図 4.7 に表す。ケブラー ワイヤーの直径は細いもので 0.25 mm、0.31 mm、0.35 mm、0.43 mm、0.50 mm がある。0.25 mm のケブラーワイヤーで約 50 nW の熱伝導があることになる。



図 4.7: ケブラーワイヤーの直径と熱伝導の関係。

図 4.8: ケブラーの直径と引張強度の関係。

4.4.3 強度

ソルトピルと cold stage を吊すのに十分なケブラーワイヤーの強度を調べる。KEVLAR の引張強度は $3000 [Mpa = MN/m^2]$ であり、引張強度は以下の式で示せる。

引張強度:
$$F = 3000 \times 10^6 \cdot \pi r^2$$
 [N] (4.54)

ここで πr^2 : ケブラーワイヤーの断面積。1 kgf = 9.8 N の関係より、ケブラーワイヤーの直径と 引張強力の関係を図 4.8 に表す。

ソルトピル、cold stage の重さはそれぞれ約 200 g、 約 50 g なので直径 0.25 mm のケブラーワ イヤーで十分吊すことができる。

4.5 容器構造

前章の熱設計の最適化から、実際のソルトピル容器の構造を図 4.9 に示す。SUS304 の筒は厚さ 0.2 mm と極力薄くし、熱伝導のよい無酸素銅 (OFC) でふたとロッドを作る。内部には銅の網を両 サイドにして、8N 銅線を 180 本張る。また溶液注入口として OFC パイプをつける。接合部分は筒と ふたのみ電子ビーム溶接で行ない、他は銀ろうづけをする。これまで研究室で使用したことのない電 子ビーム溶接については次に詳細を示す。



図 4.9: ソルトピル容器の構造図

4.5.1 電子ビーム溶接

ソルトピル容器の構造を検討した結果、SUS304 は熱容量が大きく、冷却能力の妨げになるため最 小にすることが望ましい。従来、ソルトピル容器には 0.5 mm 厚のステンレス円筒を使用していた が、首都大工作室で 0.2 mm 厚にまで薄くすることが可能である。SUS304 円筒とふたの溶接方法と 構造について検討を行なう。電子ビーム溶接は、小さな溶解面積で溶接が可能であり、また真空中で 溶接を行なうため容器の酸化を防げるという利点があるため、ソルトピル容器の溶接に適している。 加工は株式会社エス・エフ・シーテクノセンターに依頼した。

66



図 4.10: 左:電子ビームの溶け込みの深さ: 熱エネルギの集中性がいいのでレーザーや TIG よりビー ド幅 (接合部)が狭く、深い溶け込みの溶接ができる。右:ビード幅の比較: 同じワークの溶接をビー ト幅で比較すると、電子ビームのビード幅は、アーク大気中溶接に比べて 1/10~1/20 になる。(図 http://www2.odn.ne.jp/ aah27750/denshibeem.htm 参照)

リーク試験

電子ビーム溶接の密封を確認するため、容器のリーク試験を行なった。試験は物理共用リークディ テクターによるリーク試験と、ターボポンプによる真空度のチェックを行なった。結果は常温、液体 窒素じゃぼづけ共にリークがなく、電子ビーム溶接での加工が可能であることが確認できた。

試験に用いた容器の写真を図 4.11、試験結果を表 4.6 に示す。

また、Cu+SUS は溶接が非常に難しい溶融比率 7:3 (Cu:SUS)以上、5:5 等になるとクラックが発生し密封できない。ここでは、ステンレスを非常に薄くしたいので、加工可能な Cu ふたの厚みの調整が必要となった。Cu+Cu の溶接の方が簡単なので、今後考えている Cu 円筒容器での溶接も可能である。

リークディテクター	$He \blacksquare [Torr \times l/s]$	真空度 [Torr]
常温	6.0×10^{-9}	2×10^{-3}
常温 He かけ	4.8×10^{-9}	1.8×10^{-3}
液体窒素じゃぼづけ Heかけ	3.7×10^{-9}	$1.6{\times}10^{-3}$
ターボポンプ		
常温		$1.2{\times}10^{-5}$

表 4.6: リークディテクターとターボポンプによる測定結果

4.5.2 飽和溶解度曲線

ソルトピルの磁性体として CPA 結晶を育てるため、CPA の温度に対する飽和溶解度を調べ、結 晶作りに使う溶液の濃度、再結晶法の析出温度等を検討する必要がある。これまで調べられている情





図 4.11: 電子ビーム溶接した容器。リーク試験の様子。

報としては、表 4.7 に示すように 30 以上のデータがない。そこで 40 までの溶解度を測定し、結 晶作りの参考資料を作製する。

温度()	-0.1	25	30
100 g の水に溶け CPA の質量 [住友重工資料] (g)	11.4	25.0	34.9
100 g の水に溶け CPA の質量 [文献値] (g)		24.4	

表 4.7: 100 g の水に溶ける CPA の量

方法

0~40 まで 5 ごとの飽和溶解度を測定する。

- 純水 50 g に CPA 原料を小量ずつ加える。(飽和が近くなったら 0.1 g ずつ)
- 温度は恒温槽で調整し、飽和溶液になるまでスターラーで溶かす。
- 飽和溶液になったら温度を上げて、同じことを繰り返す。
- 恒温槽の中は蒸発しやすいので溶液には蓋をし、サランラップ、アルミホイルをかぶせる。

測定結果

測定は約1ヵ月に及び、その間に水が蒸発していた。50gの水のうち最終的に約10gが蒸発したので、これを考慮して溶解度を見積もる必要がある。各温度での蒸発量を表4.9に示す。

100 g の水に溶ける CPA の溶解度曲線を作成するため、表 4.8、表 4.9 から水 100 g に溶ける CPA の質量を見積もる。

温度()	0	5	10	15	20	25	30	35	40
溶けた CPA 質量 (g)	4.4	5.2	6.4	7.6	9.7	11.9	18.7	27.4	37.1

表 4.8: 50 g の水に溶けた CPA の質量の測定値

	0	5	10	15	20	25	30	35	40
各温度での蒸発量	0.041	0.094	0.239	0.241	0.461	0.541	3.851	2.384	2.166
実際の水の質量	49.959	49.865	49.626	49.385	48.924	48.383	44.532	42.148	39.982

表 4.9: 水の蒸発量

4.5.3 循環式結晶析出法

これまで CPA 結晶の析出は、40 に温めた飽和溶液を恒温槽で 0 まで 1 /1h の速度で冷却す るという再結晶法で行なってきた。この1サイクルで約2gが成長するが、ソルトピルーつには CPA 結晶約 50gが必要なため、この速度では結晶成長が困難である。また、溶液中の排液が結晶を溶か したり、結晶の中に排液を閉じ込めてしまう恐れもある。そのため本研究では、溶液を循環させるこ とで、結晶析出面に常に新鮮な溶液を送り、排液を吸い取るシステムを構築した。これにより、従来 は成長速度が実質的に約 0.04g/h であったものを約 0.5g/h へ 10 倍以上改善させた。また薄まった 溶液を一日に一回交換することで、24 時間ほぼ ノンストップで結晶析出が可能となった。これによ り磁性体力プセル内の結晶成長が約5日で行なえるようになった。

循環方法

● CPA 飽和溶液を作成

| CPA 原料: 純水 = 11 g: 20 g の割合を電子測りで測りビーカにとる。恒温槽 (40)) に入れ



図 4.12: 100gの水に対する CPA の溶解度曲線。赤:測定値、緑:住友重工資料、青:文献値。

69

温度()	0	5	10	15	20	25	30	35	40
CPA の質量 (g)	8.807	10.428	12.896	15.389	19.827	24.595	41.992	65.009	92.792

表 4.10: 100g の水に溶ける CPA の質量

スターラーでかき混ぜて溶かす (CPA10 g 溶かすのに約 2h かかる)。恒温槽中は乾燥しやすいのでビーカーにはラップ、アルミホイルで蓋をする。

溶液循環ポンプ作動の確認

溶液循環ポンプは詰まりやすいので、温かい純水をポンプに流し流入流出が正常か確かめる。 詰まっていたり流れが悪いときはポンプヘッドを分解してホースをセットし直す。

循環系の設置

恒温槽(40)内に飽和溶液ビーカーを入れ、溶液循環ポンプの溶液ホース(飽和溶液が流れる ホース)と排液ホース(排液が流れるホース)をセット。恒温槽外(室温20)に溶液循環ポン プとソルトピル容器をセット。ソルトピルカプセルには排液ホースと溶液ホースの先にステン レスパイプを付けたものをセット。ここで、温度降下を防ぐため恒温槽より常温側にでている ホースの長さは短くする。

冷却水の設置

ソルトピル容器は等温化をはかるため Al 熱浴に入れ、その周りを冷却水循環装置により冷却 水を循環させる。水温は 5~15 で調節する。

熱電対の設置

保冷剤の交換

溶液温度や結晶析出温度を調べるため、熱電対を 5本セットする。腐食を防ぐため熱電対には カプトンテープを巻く。熱電対の取り付け箇所は、(1) ソルトピル下の銅ロッド。(2)(3)2本の ステンレスパイプの先端付近にテープで固定。(4)(5) 溶液ビーカ内の 2本のホースの下。

- モニターの作動
 温度モニターの電源を入れ、Linux 上でモニターさせる。
- 溶液循環ポンプの作動
 回転レベルは1~2。ポンプは詰まりやすいので、作動後しばらくは循環が正常か確認する。
- ステンレスパイプの移動
 結晶は容器の下から上に作っていくので、結晶成長に合わせてステンレスパイプを 1~2 mm ず つ上げていく。

結晶を効率よく析出させるため、保冷材で溶液を冷やす必要がある。保冷材は解ける前に新し いものと交換する。

4.6. 結晶評価

・ 飽和溶液の交換

結晶析出に CPA が使われるので、溶液の濃度はだんだん下がる。溶液濃度が薄いと析出量が 減少するのでたまに新しい飽和溶液を追加、または交換する。

片付け

循環を止める時は結晶がホース内で詰まらない用に、溶液循環ポンプに温かい純水を流し掃除 する。

実験セットアップ



図 4.13: (左) 循環式結晶析出法の配置図。(右) 各部分の温度変化。青: 恒温槽、緑: 溶液注入パイプ、 赤: 溶液排出パイプ、水色: 冷却水。

4.6 結晶評価

4.6.1 磁化測定

ここでは rf-SQUID を用いた磁化測定により、自作した CPA 結晶、FAA 結晶の質の評価を行なう。 結晶は空気中に放置すると変色し、粉状になり劣化する。そこで原料、劣化結晶、再結晶法で作った 結晶などを比較する。また、溶液の濃度を薄くすると結晶成長時に水を含みやすく良い結晶ができる という話しもあるので、溶液濃度を 100%、75%、50%、25%と変えて作った結晶でも比較する。測 定サンプルを表 4.11 に示す。

測定方法

- 再結晶法で作った結晶、劣化した結晶、原料についてサンプルを用意する。
- 結晶は空気中に放置すると劣化するため、stycast1266 で結晶を密封する。





図 4.14: 恒温槽外の溶液循環ポンプと冷却水循環装置と AL 熱浴に入ったソルトピル容器 (左)、恒温 槽内の溶液ビーカー (右)
4.6. 結晶評価

- 密封の確認のため真空引きをする。
- 接着ヶ所が低温に絶えられるか確認するため、液体窒素にじゃぼづけする。
- 物理共通実験室の rf-SQUID 装置で測定。

原料高純度化学研究所で購入している原料劣化結晶結晶を空気中に放置し、粉末状になったもの100%結晶飽和溶液を用いて再結晶法で成長させたもの75%溶液濃度75%の溶液を用いて再結晶法で成長させたもの50%溶液濃度50%の溶液を用いて再結晶法で成長させたもの25%溶液濃度25%の溶液を用いて再結晶法で成長させたもの

表 4.11: 測定サンプル

図 4.15: rf-SQUID 装置 (左)、ストローに stycast1266 で接着した CPA 結晶 (右)

測定結果 (CPA)

1 mol あたりに規格化した、原料、劣化結晶、100%結晶の測定結果を図 4.16(左図) に示す。磁性体に磁場をかけていくと磁化が増加して、いずれ飽和する。ここでは 7 Tかけるとほぼ飽和しているので、理論モデルの 7 T での磁化に規格化すると図 4.16(右図)のようになる。劣化結晶だけが外れて、他はほぼ理論モデルと一致する。これより、劣化結晶以外では、原料を含め同様の結晶が成長していると考えられる。

また、濃度を変えた溶液で作った結晶での測定結果を同様に図 4.17 に示す。25%の溶液は結晶が析 出しなかったのでサンプル無し。理論モデルの 7 T での磁化に規格化した結果 (右図) は、全てがほ ぼ理論モデルと一致する。これより、溶液の濃度の違いによる結晶の違いは見られない。



図 4.16: (左図)1 mol あたりに規格化した、外部磁場に対する磁化の測定結果 (点) と理論モデル (線)。 黒: 理論モデル、水色: 原料、黄色: 劣化結晶、紫、黄緑、ピンク、赤: 100%結晶。それぞれのデータ点 に合うように理論式の全角運動量 J を変えた、黒: J=1.5(理論モデル)、水色: J=1.38、黄色:J=0.72、 紫:J=1.62、黄緑:J=1.7、ピンク:J=1.22。(右図) 理論モデルの 7 T での磁化に規格化した結果。



図 4.17: (左図) 溶液濃度を変えて作った結晶で、1 mol あたりに規格化した、外部磁場に対する磁 化の測定結果 (点) と理論モデル (線)。黒: 理論モデル、ピンク、赤: 100%結晶、青、深水色、水色: 75%結晶、橙、黄色、黄緑、オレンジ: 50%結晶。それぞれのデータ点に合うように理論式の全角運 動量 J を変えた、黒: J=1.5(理論モデル)、ピンク:J=1.22、赤:J=1.59 、青:J=0.87、深水色:J=0.81、 水色:J= 0.75、橙:J=1.34、黄色:J=1.27、黄緑:J=1.14、オレンジ:J=1.16。(右図) 理論モデルの 7 T での磁化に規格化した結果。

測定結果 (FAA)

FAA 結晶でも CPA 同様に測定を行ない、結果を図 4.18、4.19 に示す。劣化結晶との違いが見られず、FAA 結晶の場合、磁化測定で結晶の質を評価するのは難しい。

FAA は stycast1266 で接着するときにすでに黄色く変色してしまう。FAA 結晶の劣化は、うす紫色から黄色に変色し粉状になるので、stycast1266 に触れることで結晶が劣化している恐れがある。



図 4.18: (左図)1 mol あたりに規格化した、外部磁場に対する磁化の測定結果 (点) と理論モデル (線)。 黒:理論モデル、水色:原料、黄色:劣化結晶、赤、黄緑、ピンク、青:100%結晶。それぞれのデータ点 に合うように理論式の全角運動量 J を変えた、黒:J=2.5(理論モデル)、水色:J=2.27、黄色:J=1.68、 0.6、赤:J=0.95、黄緑:J=0.92、ピンク:J=2.31、青:J=1.38。(右図) 理論モデルの7Tでの磁化に規 格化した結果。

4.6.2 密度測定

ここでは CPA 結晶の密度を実測し、文献値 1.83 g/cm³ と比較することで自作した結晶の質を確認する。CPA 結晶の質量と体積を測定することで、密度を見積もる。2 つの方法で測定した結果を表 4.12、表 4.13 に示す。

測定1

- ビーカ1に CPA 結晶を析出させる (循環式;70 時間で 36g 析出した)。
- ・ 飽和溶液を作り、ビ カー1より大きいビーカー2(ビーカー1が十分入る大きさ) に適当なメ モリまで溶液を入れる。
- 結晶のたまったビーカ1を飽和溶液の入ったビーカー2に沈める。



図 4.19: (左図) 溶液濃度を変えて作った結晶で、1 mol あたりに規格化した、外部磁場に対する磁化の測定結果(点)と理論モデル(線)。黒:理論モデル、青、水色: 75%結晶、黄色、黄緑: 50%結晶、赤、 ピンク: 25%結晶。それぞれのデータ点に合うように理論式の全角運動量 J を変えた、黒: J=2.5(理 論モデル)、青:J=1.69、水色:J=1.15、黄色:J=1.24、黄緑:J=1.44、赤:J=1.51、ピンク:J=0.62。(右 図) 理論モデルの7 T での磁化に規格化した結果。

- ビーカー2の最初のメモリから増えた分だけメスシリンダーに取り体積を測る。ここでわかる 体積は結晶+ビーカー1
- また、結晶を取り除いたビーカ1も同様に沈め、ビーカ1だけの体積を測る。
- 結晶+ビーカー1の体積からビーカ1の体積を引き、結晶の体積を求める。

CPA 質量	$36.030~{\rm g}$
CPA+ビーカー体積	$38 \ {\rm cm}^3$
ビーカー体積	$16 \ {\rm cm}^3$
CPA 体積	$22 \ {\rm cm}^3$
密度	$1.638~{\rm g/cm^3}$

表 4.12: CPA 密度測定 1

測定 2

- 結晶を析出させたビーカー (測定1で作ったもの)の中に飽和溶液を適当なメモリまで入れ、結 晶+溶液の体積を測る。
- 入れた溶液をメスシリンダーに移し、ビーカーに入れた溶液の体積を測る。

4.6. 結晶評価

• 結晶+溶液の体積から溶液の体積を引いて結晶の体積を求める。

CPA 質量	$35.918~{\rm g}$
CPA+溶液の体積	40 cm^3
溶液体積	$17.2 \ \mathrm{cm}^3$
CPA 体積	$22.8~{\rm cm}^3$
密度	$1.575~{\rm g/cm^3}$

表 4.13: CPA 密度測定 2

第5章 CPAソルトピル冷却試験

本研究で製作した CPA ソルトピルを用いて、Wisconsin 大、首都大、ISAS 宇宙研の 3 種類の ADR で冷却試験を行なった。ここではそれぞれの冷却試験の結果をまとめ、最低到達温度を制限している 要因について考察する。それぞれの結果を表 5.1 に、消磁中の磁場と温度の関係を図 5.1 に示す。

	Wisconsin大	首都大	宇宙研
消磁開始温度	2.1 K	$2.5~{\rm K}$	1.86 K
最大磁場	4.3 T	$1.36~{ m K}$	$2.5~{\rm K}$
到達温度	$64 \mathrm{~mK}$	$250~\mathrm{mK}$	$120~{\rm mK}$
理論値 (内部磁場 0.1 T)	$50 \mathrm{~mK}$	$184 \mathrm{~mK}$	$75 \mathrm{~mK}$

表 5.1: 冷却試験結果



図 5.1: 消磁中の磁場と温度の関係。温度と磁場には T/B=一定の関係があり、開始温度と開始磁場 がそれぞれ異なるので到達温度が異なる。首都大の結果は磁場を記録できなかったため開始温度と開 始磁場、到達温度から直線を引いた。他は実測結果。

到達温度を制限している要因としては、以下のようなものが考えられる。

- 流入熱 (ケブラーワイヤー、配線、輻射、温度計のジュール熱)
- 磁場分布の不均一性
- 容器に使われている SUS、Cu による冷却能力の損失
- ソルトピル内部の温度勾配
- Eddy current(渦電流)による加熱

• CPA 結晶の内部磁場の不定性

5.1 Wisconsin 大 ADR 冷却試験--試作ソルトピル

まずソルトピル試作機を用い Wisconsin 大の Janis ADR で冷却試験を行なった (2007年3月)。循 環式で成長させた CPA 結晶を用いた結晶評価のための試験で、容器構造については最適化の途中段 階となっている。ここで使用したソルトピルの容器構造は以下に示す。

5.1.1 ソルトピル容器構造

試作のため後に述べる首都大、宇宙研で用いるソルトピルとは構造が異なる。ソルトピル内部は熱 伝導をよくするため、穴のあいたエポキシ板に銅線 (ϕ 0.1 mm 80 本, ϕ 0.2 mm 80 本) をはる。銅線の 片側と銅ふたとを圧着させる。非腐食容器の SUS304 の円筒 (厚さ 0.5 mm, ϕ 25 mm, 長さ 100 mm) と OFC(無酸素銅) のふたサイズをネジ止めしたあと、エポキシ接着で密封する (図 5.2)。



図 5.2: (上) ソルトピル内部に張る銅線。(中)stycast で密封したソルトピル。(下左) 容器内に結晶を ためた様子。(下中) ふたまでの空洞を CPA 原料とアピエゾンを混ぜたもので詰めた様子。(下右) イ ンジウムをかませてふたを閉める。

5.1.2 冷却試験結果

消磁開始温度 2.1 K、磁場 4.3 T(電流 8.88 A) で最低到達温度 64 mK となった (図 5.4)。初期磁 場 B_H 、内部磁場 B_L 、初期温度 T_H 、到達温度 T_L には T/B=T'/B'の関係があるので、内部磁場を 0.1 T とすると理論的に到達温度が 50 mK となるはずである。以下で到達温度を制限している要因に ついて考察する。





図 5.3: Wisconsin 大実験で使用した ADR とマグネットコイルの写真。

消磁開始温度	2.1 K
消磁開始磁場	4.3 T
断熱消磁時間	$1800~{\rm s}$
到達温度	$64 \mathrm{mK}$
CPA 結晶量	$45 \mathrm{~g}$
Cu の量	$182 \mathrm{~g}$
SUS の量	$28 \mathrm{~g}$

表 5.2: 開始条件とそれぞれの重量

5.1.3 磁場分布の不均一性

ソルトピル中に充填した結晶の中で、磁場がかからずにエントロピーが下げられていないものは、 断熱消磁のさいに余計な熱容量として働いてしまう。つまり極低温において、磁場が十分にかけられ



図 5.4: (左上) 断熱消磁前後の温度の時間変化。(左下) 断熱消磁前後の磁場の時間変化。(右) 最低到 達温度。(Wisconsin 大)

ていなかった結晶のエントロピーをとるために、磁場のかかっていた結晶が仕事をする必要がある。 Wisconsin 大 ADR に導入したソルトピルの磁場分布を図 5.5 に示す。磁場分布の計算には磁場計 算ソフト (FEMM)を使用した。



図 5.5: (左) ソルトピルとコイルの位置関係。(中)FEMM で計算した磁場分布。(右)FEMM で計算 した結果を、横軸磁場に対する縦軸コイル位置 (0 がコイルの中心) で表した図。ソルトピルの両端が 青線。

この磁場分布から平均磁場を計算すると、3.76 Tとなる。平均磁場でT/B=T'/B'の関係を用いて到達温度を見積もると、内部磁場を $0.06\sim0.1 \text{ T}$ とすると到達温度は $34\sim56 \text{ mK}$ となる。これは最大磁場4.2 Tでの見積もりに比べて到達温度が $4\sim6 \text{ mK}$ 上昇する。

5.1.4 SUS と Cu による熱損失

ソルトピル容器には SUS304 と Cuが使われている。この容器自身が CPA 同様に冷えるために必要な熱量分だけ、エントロピーは上昇する。ここでは SUS304 と Cuの熱量を計算する。Wisconsin 大で使用したソルトピルの各物質量で計算した温度に対する熱容量を図 5.6 に示す。

Cuの比熱は 2-6 Kで次のように表せる。

$$C_{pCu}(T) = \frac{0.009}{1.833} T^{1.833} \, [\text{mJ/g} \cdot \text{K}]$$
(5.1)

また一般的には、電子比熱 (第1項)と格子比熱 (第2項)と磁気比熱 (第3項)を考えて以下のように も表せる (M. D. Daybell et al. (1968))。

$$C_{pCu}(T) = \gamma T + \beta T^3 + 3ad(H-d)\frac{1}{4T^{3/2}}$$
(5.2)

ここで 電子比熱係数 $\gamma = 0.695 \text{ mJ/mol} \cdot \text{K}^2$ 、格子比熱係数 $\beta = \frac{12\pi^4 N k_B}{5\theta_D^3} = 0.04775 \text{ mJ/mol} \cdot \text{K}^4$ (アボガドロ数 $N = 6.022136 \times 10^{23} \text{ /mol}$ 、ボルツマン定数 $1.380658 \times 10^{-23} \text{ J/K}$ 、Cu のデバイ温 度 $\theta_D = 334 \text{ K}$)、 $a = 0.23 \times 10^{-8} \text{ emu K}^{-1/2}/\text{g} \cdot \text{ppm}$ 、d = 300 Oe。4N 銅は不純物の Fe が 2 ppm (ppm = 10^{-6})以下と少ないので、第 3 項の磁気比熱は無視できる。Cu のモル質量 63.546 g/mol を 使って以下のように書き換えられる。

$$C_{pCu}(T) \sim 0.695T + 0.0478T^3 \, [mJ/mol \cdot K] \sim 1.09 \times 10^{-2} \cdot T + 7.51 \times 10^{-4} \cdot T^3 \, [mJ/g \cdot K]$$
(5.3)

SUS304 の1 K 以下での比熱は以下のように表せる (C.Hagmann et al. (1995))。

$$C_{vSUS}(T) = 465T + 0.56T^{-2} \ [\mu J/g \cdot K] \qquad (1 \ K \ U \ F)$$
 (5.4)

また1 K-4 K での比熱は以下のように表せる。

$$C_{vSUS}(T) = 0.464T^{0.006} \, [\text{mJ/g} \cdot \text{K}] \qquad (1 - 4 \, K)$$
(5.5)

これより、SUS304 と Cu を 2 K から 64 mK まで冷やすのに必要な熱量は、以下のように求まり、Cu に比べて SUS の熱量が大きいことがわかる。温度上昇に見積もると ~4 mK となる。

$$Q_{Cu} = 4.12 \sim 4.51 \; [\text{mJ}]$$
 (5.6)

$$Q_{SUS} = 19.72 \text{ [mJ]}$$
 (5.7)

Eddy current による加熱

断熱消磁中の磁束変化はソルトピル中の金属に誘導起電力を作り、これによるジュール発熱が起きる。磁束変化時に断面積 A、体積 V、電気抵抗率 ρ の銅に発生するジュール熱は

$$Q = \frac{\pi r^4 l}{8\rho} \cdot \frac{B^2}{t} \times 10^{-16} \sim 2.65 \text{ mJ}$$
(5.8)



図 5.6: CPA(45 g)、SUS(28 g)、Cu(182 g)の温度に対する熱容量。赤点: Vilches,WheatleyのCPA のデータ、赤線:CPAの理論値、緑: SUS(50 mK-1 K)、青: SUS(1 K-4 K)、ピンク: Cu(2 K-6 K)、 水色: Cu(一般に)

ここで B=25000~37500 Gauss、t=800 s。銅の電気抵抗率は実測値 $\rho_{Cu} = 0.036 \ \mu\Omega \cdot \text{cm} (4.2 \text{ K})$ を用いた。銅ふたは円柱 (半径 1.25 cm、高さ 0.4 cm)。SUS の Eddy current は Cu に比べて無視できるほど小さい (~ 0.0009 \ \muW) ので、Cu だけ考えればよい。SUS の電気抵抗率は $\rho_{SUS} = 49.3 \ \mu\Omega \cdot \text{cm} (4.2 \text{ K})$ で、円筒 (直径 25 mm、高さ 8 cm) として計算した。

温度上昇は、ジュール熱を熱容量~0.2 J/K で割って 13 mK となる。

ソルトピルへの熱流入の実測値とその見積もり

ソルトピルへの熱流入は220mK で測定した温度上昇率を使い以下のように求まる。

$$Q = (C_{SUS} + C_{Cu} + C_{CPA})dT/dt = 250 \text{ nW}$$
(5.9)

図 5.6 より、220 mK での比熱は、C_{SUS} = 0.003 J/K、C_{Cu} =0.0004 J/K、C_{CPA} = 0.13 J/K。 図 5.7 より、220 mK での温度上昇率は、dT/dt = 1.9 µK/s。

温度上昇は消磁時間とソルトピルの熱容量 ~0.2 J/K より、1 mK となる。 この熱流入の実測値に含まれる熱流入の要因として、以下のものがあげられる。

- ケブラーワイヤーからの熱流入
- 温度計とヒーターのワイヤーからの熱流入
- 温度計のジュール熱
- 輻射による熱流入

これらの値を見積もり、実測値と比較する。



図 5.7: 熱流入による温度上昇

まず、ケブラーワイヤーからの熱流入は、式 4.4.2 より求められる。ここで使用したケブラーの断面積 σ は不明なので ϕ = 0.25 mm と仮定して求める。K = 48 $T \mu$ W/cmK、N=24 本、l =5 cm を使い、

$$Q = N \int_{0.064K}^{2K} K \frac{\sigma}{l} dT = 226 \text{ [nW]}$$
(5.10)

温度計とヒーターのワイヤーからの熱流入については、温度計 3 個 (2 端子)、ヒーター 4 個 (4 端子)の配線としてマンガニン線 L=30 cm、N=20 本を入れており、その伝導熱を計算する。マンガニンの熱伝導率は K(T) = 0.94T^{1.2} (1-4 K)、 $\phi = 0.02$ mm より

$$Q = \frac{NA}{L} \int_{0.064K}^{2K} K(T) dT = 4 \text{ [nW]}$$
(5.11)

温度計のジュール熱については、 $R = 200 \text{ k}\Omega$ 、 $V = 300 \mu \text{V}$ より

$$Q = \frac{V^2}{R} = 0.014 \; [\text{nW}] \tag{5.12}$$

輻射による熱流入は、ステファン-ボルツマン定数 $\sigma = 5.67051 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$ 、表面積 A、二 つの面の平均の放射率 $\varepsilon \sim 0.01$ として、以下のように求まる。 $T_H = 2 \text{ K}, T_L = 0.046 \text{ K}$ とする。

$$Q = \sigma A \varepsilon (T_H^4 - T_L^4) = 0.066 \text{ [nW]}$$
(5.13)

以上より、ケブラーワイヤーからの熱流入が支配的であることがわかる。ケブラーの径として仮定 した $\phi = 0.25 \text{ mm}$ は、首都大で使用しているケブラーの径なので現実的な値である。 $\phi = 0.26 \text{ mm}$ にするとケプラーワイヤーからの熱流入は 250 nW となり、実測した熱流入 250 nW を説明できる。 5.1.5 ソルトピル内部の温度勾配

ソルトピルに熱流入があると、ソルトピル内部に温度勾配ができる。これは、流入熱P、熱伝導率G、温度勾配 ΔT として、以下の式で表される。

$$P = G\Delta T \tag{5.14}$$

ソルトピル上下に温度計とヒーターをつけ、ヒーターをたいたときの温度上昇から G を求めると G = 0.83 mW/Kとなる。ヒーターをたいたときの温度変化のプロットを図に示す。流入熱は $P = 0.25 \mu \text{W}$ なので、0.3 mKの温度勾配があることになる。



図 5.8: ヒーターをたいたときの温度変化 (Wisconsin 大)

5.2 首都大 ADR 冷却試験

Wisconsin 大での冷却試験結果から、最低到達温度を制限する要因の一つとして SUS による熱損 失が大きく効くことがわかり、ソルトピル容器に使う SUS を Wisconsin 大のものに比べ約 1/3 に減 らした。

5.2.1 ソルトピル容器構造

ここで使用したソルトピル容器は図 4.9 で示した物で、SUS を 0.2 mm 厚に削り、ふたと外筒を電 子ビーム溶接したものである。ソルトピルの写真を図 5.9 に示す。

5.2.2 冷却試験結果

消磁開始温度 2.3 K、最大磁場 1.36 T で最低到達温度 250 mK となった (図 5.11)。首都大の ADR、 マグネットコイルの写真を図 5.10 に示す。



図 5.9: 首都大で使用したソルトピル

この条件での理論的な最低到達温度は内部磁場 0.1 Tとすると 184 mK となる。以下で到達温度を 制限している要因を考察する。



図 5.10: 首都大 ADR、マグネットコイル

消磁開始温度	$2.3~\mathrm{K}$
消磁開始磁場	$1.36 \mathrm{~T}$
断熱消磁時間	$1200~{\rm s}$
到達温度 (0 T)	$250 \mathrm{~mK}$
CPA 結晶量	$53~{ m g}$
Cu の量	66 g
SUS の量	$10 \mathrm{~g}$

表 5.3: 開始条件とそれぞれの重量



図 5.11: (左) 断熱消磁前後の温度の時間変化。磁場変化は電流を手作業で操作したためデータなし。 (右) 最低到達温度。(首都大)

5.2.3 磁場分布の不均一性

首都大 ADR に導入したソルトピルの磁場分布を図 5.12 に示す。磁場分布の計算には FEMM を使用した。首都大マグネットコイルは detector table および SQUID 導入部分に強磁場がかからないよう、下部にバッキングコイルが巻いてある。そのため下部で磁場が小さくなり、磁場分布の不均一性が大きい。



図 5.12: (左) ソルトピルとコイルの位置関係。(左)FEMM で計算した磁場分布。(右)FEMM で計算 した結果を、横軸磁場に対する縦軸コイル位置 (0 がコイルの中心) で表した図。ソルトピルの両端が 青線。

この磁場分布から平均磁場を計算すると、1.13 Tとなる。平均磁場でT/B=T'/B'の関係を用いて到達温度を見積もると、内部磁場を $0.06\sim0.1 \text{ T}$ とすると到達温度は $133\sim221 \text{ mK}$ となる。これ

は最大磁場 1.36 T での見積もりに比べて到達温度が 23~37 mK 上昇する。

5.2.4 SUS と Cu による熱損失

首都大で使用したソルトピルの各物質量で計算した温度に対する熱容量を図 5.13 に示す。



図 5.13: CPA(53 g)、SUS(10 g)、Cu(64 g) の温度に対する熱容量。赤点: Vilches,Wheatley の CPA のデータ、赤線:CPA の理論値、緑: SUS(50 mK-1 K)、青: SUS(1 K-4 K)、ピンク: Cu(2 K-6 K)、 水色: Cu(一般に)

これより、SUS304 と Cu を 2.3 K から 250 mK まで冷やすのに必要な熱量は以下のように求ま り、Wisconsin のときに比べて SUS の熱量が約 1/3 に減ったことがわかる。温度上昇は ~1 mK と なる。

$$Q_{Cu} = 2.21 \sim 2.22 \,\,[\text{mJ}] \tag{5.15}$$

$$Q_{SUS} = 6.2 \text{ [mJ]}$$
 (5.16)

5.2.5 eddy current

Eddy current により発生するジュール熱は以下のように求まる。

$$Q = \frac{\pi r^4 l}{8\rho} \cdot \frac{B^2}{t} \times 10^{-16} \sim 0.078 \text{ mJ}$$
 (5.17)

ここで $B = 5000 \sim 7000$ Gauss、t = 1000 s。他の値は Wisconsin 大で求めたときと同じ。温度上 昇は、ジュール熱を熱容量 ~ 0.15 J/K で割って 0.5 mK となる。 5.2.6 ソルトピルへの熱流入の実測値とその見積もり

ソルトピルへの熱流入は 255 mK で測定した温度上昇率を使い以下のように求まる。

$$Q = (C_{SUS} + C_{Cu} + C_{CPA})dT/dt = 2112 \text{ nW}$$
(5.18)

ここで 255 mK での比熱は、図 5.13 より *C_{SUS}* = 0.001 J/K、*C_{Cu}* =0.0002 J/K、*C_{CPA}* = 0.12 J/K。 255 mK での温度上昇率は、図 5.14 より、*dT/dt* = 17.6 µ K/s。温度上昇は消磁時間とソルトピル の熱容量 ~0.15 J/K より、16 mK となる。



図 5.14: 熱流入による温度上昇

この熱流入の実測値に含まれる熱流入の要因として考えられる、ケブラーワイヤーからの熱流入、 配線からの熱流入、温度計のジュール熱、輻射による熱流入の値を見積もり、実測値と比較する。

ケブラーからの熱流入

ここで用いたケブラーは、 $\phi = 0.25 \text{ mm}$ 、N = 6本、l = 6 cm(3本)、3 cm(3本)より、熱流入は以下のように求まる。

$$Q = N \int_{0.25K}^{2.3K} K \frac{\sigma}{l} dT = 100 \text{ [nW]}$$
(5.19)

配線からの熱流入

温度計とヒーターのワイヤーからの熱流入を求める。温度計 2 個 (4 端子)、ヒーター 2 個 (2 端子) の配線としてマンガニン線を用いており、 $\phi = 0.127$ mm、L = 40 cm を N = 6本、L = 10 cm を N = 6本より以下のように求まる。

$$Q = \frac{NA}{L} \int_{0.250K}^{2.3K} K(T) dT = 184 \text{ [nW]}$$
(5.20)

温度計のジュール熱

については、 $R \sim 5 \text{ k}\Omega$ 、 $V = 100 \mu \text{V}$ より

$$Q = \frac{V^2}{R} = 4 \; [pW]$$
 (5.21)

輻射による熱流入

輻射による熱流入は、T_H=2.5 K、T_L=0.25 K とする。

$$Q = \sigma A \varepsilon (T_H^4 - T_L^4) = 0.16 \text{ [nW]}$$
(5.22)

ここではケブラーと配線からの流入熱が効いていて他が無視できるが、これでは実測した熱流入 を説明できない。そこで高温からの輻射を考えてみる。 $T_H = 26$ K からの輻射があるとするとQ = 2000 [nW] となり実測値に合う。本実験では、50 K からの輻射をさけるため He タンク温度 (ここで は 2.3K) のシールドとして MLI を 2 枚張っている。この MLI 自体が 2.3 K にならずに高温であった ため、輻射による熱流入が大きかった可能性がある。

5.2.7 ソルトピル内部の温度勾配

ソルトピル上下の温度計により測定した熱伝導率は $G = 0.5 \sim 0.83 \text{ mW/K}$ となり、ソルトピル内部の温度勾配 $2.4 \sim 4 \text{ mK}$ と求まる。



図 5.15: ヒーターをたいたときの温度変化 (首都大)。ヒーターを1分と3分たいたとき。

5.3 宇宙研 ADR 冷却試験

試験には首都大で用いたソルトピルと同様のものを用いた。宇宙研の ADR、マグネットコイルと、 使用した CPA ソルトピルの写真を図 5.16 に示す。

90



図 5.16: 宇宙研の ADR、マグネットコイル、ソルトピル

5.3.1 冷却試験結果

消磁開始温度 1.86 K、最大磁場 2.5 T で最低到達温度 120 mK となった。

この条件での理論的な最低到達温度は内部磁場 0.1 T とすると 74 mK となる。以下で到達温度を 制限している要因を考察する。

消磁開始温度	$1.86~{ m K}$
消磁開始磁場	$2.5 \mathrm{T}$
断熱消磁時間	$1200~{\rm s}$
到達温度 (0 T)	$120 \mathrm{~mK}$
結晶量	$53~{ m g}$
Cu の量	$120~{\rm g}$
SUS の量	$10 {\rm g}$

表 5.4: 開始条件とそれぞれの重量



図 5.17: (左上) 断熱消磁前後の温度の時間変化。(左下) 断熱消磁前後の磁場の時間変化。(右) 最低到 達温度。(宇宙研)

5.3.2 磁場分布の不均一性

宇宙研 ADR に導入したソルトピルの磁場分布を図 5.18 に示す。

この磁場分布から平均磁場を計算すると、2.09 T となる。平均磁場で T/B = T'/B' の関係を用いて到達温度を見積もると、内部磁場を $0.06\sim0.1$ T とすると到達温度は $53\sim89$ mK となる。これは最大磁場 2.09 T での見積もりに比べて到達温度が $9\sim15$ mK 上昇する。



図 5.18: (左) ソルトピルとコイルの位置関係。(左)FEMM で計算した磁場分布。(右)FEMM で計算 した結果を、横軸磁場に対する縦軸コイル位置 (0 がコイルの中心) で表した図。ソルトピルの両端が 青線。

5.3.3 SUS と Cu による熱損失

宇宙研で使用したソルトピルの各物質量で計算した温度に対する熱容量を図 5.13 に示す。宇宙研 ADR はソルトピルとヒートスイッチをつなぐジグが銅で 60 g ほどあるので首都大のものより銅の熱 容量が多くなる。CPA、SUS については首都大の熱容量と同じである。



図 5.19: CPA(53 g)、SUS(10 g)、Cu(46 g)の温度に対する比熱。赤点: Vilches,WheatleyのCPA のデータ、赤線:CPAの理論値、緑: SUS(50 mK-1 K)、青: SUS(1 K-4 K)、ピンク: Cu(2 K-6 K)、 水色: Cu(一般に)

これより、SUS304 と Cu を 1.86 K から 120 mK まで冷やすのに必要な熱量は以下のように求まる。温度上昇は ~1.5 mK となる。

$$Q_{Cu} = 2.2 \sim 2.5 \; [\text{mJ}]$$
 (5.23)

$$Q_{SUS} = 6.3 \, [\text{mJ}]$$
 (5.24)

eddy current

Eddy current により発生するジュール熱は以下のように求まる。

$$Q = \frac{\pi r^4 l}{8\rho} \cdot \frac{B^2}{t} \times 10^{-16} \sim 0.68 \text{ mJ}$$
(5.25)

ここで $B = 12000 \sim 16000$ Gauss、t = 600 s。他の値は Wisconsin 大で求めたときと同じ。温度上 昇は、ジュール熱を熱容量 ~ 0.2 J/K で割って 0.34 mK となる。

5.3.4 ソルトピルへの熱流入の実測値とその見積もり

ソルトピルへの熱流入は 120 mK で測定した温度上昇率を使い以下のように求まる。

$$Q = (C_{SUS} + C_{Cu} + C_{CPA})dT/dt = 1.5 \ \mu W$$
(5.26)

ここで 120 mK での比熱は、図 5.19 より $C_{SUS} = 0.001 \text{ J/K}$ 、 $C_{Cu} = 0.0002 \text{ J/K}$ 、 $C_{CPA} = 0.21 \text{ J/K}$ 。 120 mK での温度上昇率は、図 5.20 より、 $dT/dt = 7 \mu \text{ K/s}$ 。温度上昇は消磁時間とソルトピルの熱 容量 ~0.2 J/K より、6 mK となる。



図 5.20: 熱流入による温度上昇

この熱流入の実測値に含まれる熱流入の要因として考えられる、ケブラーワイヤーからの熱流入、 配線からの熱流入、温度計のジュール熱、輻射による熱流入の値を見積もり、実測値と比較する。

ケブラーからの熱流入

ここで用いたケブラーは、 $\phi = 0.43 \text{ mm}$ 、N = 6 本、l = 7 mmより、熱流入は以下のように求まる。

$$Q = N \int_{0.25K}^{2.3K} K \frac{\sigma}{l} dT = 1 \ [\mu W]$$
(5.27)

配線からの熱流入

温度計とヒーターのワイヤーからの熱流入を求める。温度計 2 個 (2端子)、ヒーター 2 個 (2端子) の配線として NbTi 線 CuNi 皮被膜を用いており、 $\phi \sim 0.07 \text{ mm}$ 、L = 5 cmをN = 8本より以下のように求まる。

$$Q = \frac{NA}{L} \int_{0.120K}^{1.86K} K(T) dT = 127 \text{ [nW]}$$
(5.28)

輻射による熱流入

輻射による熱流入は、 $T_H = 2 \text{ K}, T_L = 0.12 \text{ K}$ とする。

$$Q = \sigma A \varepsilon (T_H^4 - T_L^4) = 16 \text{ [pW]}$$
(5.29)

これよりケブラーによる流入熱が支配的であることがわかる。ただ実測値と比べるとこの見積もり では足りない。ここでも高温からの輻射が影響しているとすると、 $T_H=17~{
m K}$ からの輻射を考えれば $Q = 400~{
m nW}$ となり説明がつく。

5.3.5 ソルトピル内部の温度勾配

ソルトピル上下の温度計により測定した熱伝導率は G = 0.48 mW/K となり、ソルトピル内部の 温度勾配 3 mK と求まる。



図 5.21: ヒーターをたいたときの温度変化 (宇宙研)

5.4 到達温度を制限している要因のまとめ

到達温度を制限している要因による温度上昇を表 5.5 にまとめる。ここで考えた損失 (各要因によるソルトピルの温度上昇) と内部磁場 0.1 Tを仮定した理想値との和は、実際の到達温度とほぼ一致した。よって以上のような要因を考慮すれば、実測値を説明することができる。

	Wisconsin \bigstar [mK]	首都大 [mK]	宇宙研 [mK]
熱流入	1	16	6
磁場の不均一性	$4 \sim 6$	$23 \sim 37$	$9 \sim 15$
SUS、Cu による冷却能力の損失	4	1	~ 1.5
ソルトピル内部の温度勾配	0.3	$2.4 \sim 4$	3
Eddy current による加熱	13	0.4	~ 0.3
損失合計	$22 \sim 24$	$43 \sim 59$	$20 \sim 26$
理想値 (内部磁場 0.1 T)	50	184	75
理想值+損失	$72 \sim 74$	$227 \sim 243$	$95 \sim 101$
実測の到達温度	63	250	120

表 5.5: 到達温度を制限している要因のまとめ

第6章 まとめと今後の課題

多層断熱構造 (MLI)

MLIの熱設計を行ない、それに基づいて 9 μ m 厚のアルミ蒸着マイラーフィルム 36 枚からなる MLI を作製した。段差切りをして取り外しが簡単な設計にすることで、ADR 内を開け閉めする際の手間 が省けた。挿入場所は、熱侵入の支配的な 130-300 mK 領域で、実験の結果、MLI 挿入前と挿入後 で、液体 He 保持時間を 18 時間から 54 時間にまで延長することに成功した。これは He タンクへの 熱侵入を 280 mW から 95 mW まで減少させたことになる。

CPAソルトピル

自作の CPA ソルトピル作製のため、磁化、溶解度、密度などの特性を調べ、結晶成長の循環シス テムを構築した。これにより、これまで3週間の析出期間を要したものが、約5日でソルトピル内の 結晶を成長させることができるようになった。

また、ソルトピル容器構造の熱設計の最適化を行なった。ソルトピルの熱伝導を良くするため、容 器内部に 160本の高純度 (8N) 銅線を張り、容器のステンレス壁を 0.2 mm 厚として熱容量を極力減 らした。ステンレスは熱容量が 100 mK 以下で上昇するため、50 mK 以下を目指す CPA ソルトピル にとってこの熱損失は大きいので、全て銅を用いた容器を製作中である。

ソルトピル冷却試験と到達温度を制限している要因の解明

製作した CPA ソルトピルの冷却試験は、Wisconsin 大、首都大、JAXA 宇宙研の 3 種類の ADR で行ない、異なる冷却環境での結果を得ることができた。最低到達温度の理論値に比べ測定値はいず れも高くなった。この要因として、支持ワイヤー (ケブラー繊維) や配線や輻射による流入熱、磁場 分布の不均一性、容器に使われている銅やステンレスによる熱損失、eddy current による加熱、ソル トピル内部の温度勾配、CPA 結晶の内部磁場の不定性などが考えられる。これらの要因により、到 達温度をほぼ説明することができた。

今後の課題

本 ADR は首都大 ADR1 号機の破裂事故から、新しく改良を進めながら製作をしてきたが、まだ立 ち上げ時期で本来想定していた最大磁場 2.8 T、消磁開始温度 2 K が達成されていない。これはマグ ネットコイルと He タンクの接触や、配線圧着部分の抵抗が原因と考えられる。まずはこの冷却効率 を改善する必要がある。 今回ソルトピルの製作システムを構築したことで、TES型X線カロリメータの導入に向けて、ソルトピルと cold stage 一体型の構造で熱伝導をよくすれば、より最適な TES の動作環境をつくりだせる。

また、従来製作をしていた FAA ソルトピルについても製作を進めているので、CPA と FAA のソ ルトピルで特性を比較したい。 本論文で使用したソルトピル容器の図面を A.1、 A.2、 A.3、 A.4、 A.5、に示す。





図 A.1: SUS304 円筒容器





図 A.2: OFC 蓋





図 A.3: 真鍮つっかけ





図 A.4: OFC ロッド





図 A.5: 溶液注入用パイプ、ソルトピルを吊るジグ



図 A.6: ソルトピルに温度計やヒーターをつけるジグ

付 録 B ADR 冷却マニュアル

B.1 作業前の心得

冷却作業は液体窒素、液体ヘリウムを使用するため、1つの不注意が重大な事故を招く恐れがあるので十分注意して作業内容をあらかじめ理解した上で作業を行なうこと。SQUID等の静電気に弱いものがあるので、こまめにチェックする。

B.2 真空引き前のチェック項目

- ADR が割れない台にあるか。
- ADR で真空洩れの可能性がある場所 (特にタワーのネジ閉め、インジウム)。
- ゴミが入らないようにタワーにはカバー (アルミホイル)をしておく。
- 温度計測計、信号計測計の導通、GND が絶縁していることを確認。

B.3 dewarの真空引き(4時間以上)

dewar 外部とヘリウムタンクを断熱するため。真空度が悪いと断熱消磁をしてもソルトピルが十分 に冷えない。真空引きはゆっくりやらないと 0.1 µm の X 線入射窓が破れるので注意する。図 B.1 を 参照。



図 B.1: dewar の真空引き

1. SQUID の抵抗チェック。

- B.4. ヘリウムタンクへの液体窒素の転送
 - 2. 真空ポンプのコンセントをさす。
 - 3. dewar の真空引き穴に L 字フランジをつなぎ、さらに真空ポンプをつなぐ。
 - 4. ADR バルブ、真空ポンプバルブが閉まっていることを確認し、真空ポンプバルブを全開にする。
 - 5. 真空ポンプを START して、すぐに ADR バルブをほんの少し開け、真空ポンプの黒針が黒文字 で 20 Torr を保つように少しずつ開けて最後は全開にする (20 Torr を越えると早く引きすぎ)。
 - dewar 内部の温度と真空度を記録する。真空度:ターボポンプが動き出し ACC NORMAL に なったら電離真空計の POWER をつけて、FIL を押し黒文字の真空度を計り、すぐに電離真空 計を順に FIL、POWER を押して切る (真空度が悪い時につけるとフィラメントが焼き切れる ので注意)。CH1~9:PC 上で Logger の MONITOR をクリック Digital Monitor で CH で表 示。CHA、B:Cryocon62 で表示。
 - 7. 真空度が 1×10^{-4} Torr になるまで引く。(1~2 時間で引けなければ真空もれの可能性がある。 真空度が悪い原因:O-ring 部分、タワー上下の In 部分。対策:ポンピングを中止して直す。)
 - 8. ヘリウムタンクに液体ヘリウムを入れるまで dewar の真空引きは続ける。

B.4 ヘリウムタンクへの液体窒素の転送

室温で液体ヘリウムをタンクに入れるとすぐ蒸発してしまうので、まずは液体窒素を入れ液体窒素 温度 77 Kまでタンクと salt pillを冷やす。注入の際には蒸発ガスによって注入口に霜や水滴がつき、 dewar の表面を劣化させるので拭き取る。

- 1. SQUID の抵抗チェック
- 2. 変換フランジ、T字フランジをタワーにつなぎ、液体窒素注入パイプを入れる。
- サイフォンのゴム線を窒素注入パイプにつなぎ、サイフォンを素早く液体窒素タンクにしっか り押し込み、サイフォンの短いシリコンチューブをクリップで止める。
- 4. サイフォンの風船を押して液体窒素を流し込む。(転送所要時間約15分)
- 5. T字フランジから液体窒素が飛び出してきたらクリップを外して注入を止める。
- 6. dewar 内部の温度と真空度を記録する (真空度は 1×10^{-6} Torr 台になるはず)。
- 7. heat スイッチを上に回して ON にし、salt pillを熱浴と接触させ冷やす (液体窒素温度 77K まで 冷えるのに 6 時間以上かかる。目安は CRyo・con62 の抵抗表示が 1050 Ω くらいになったら)。



図 B.2: 液体窒素の転送



図 B.3: 液体窒素の追い出し
B.5. ヘリウムタンクからの液体窒素の追い出し

B.5 ヘリウムタンクからの液体窒素の追い出し

液体ヘリウム注入の際、内部に窒素などの氷が生成されないよう液体窒素を乾燥窒素で追い出し真 空引きをする。dewar内で氷が成長して液体ヘリウムの注入口をふさいでしまうとタンクを破壊する 危険がある。

- 1. SQUID の抵抗チェック。
- 2. タワーにつないだサイフォンのシリコンチューブを取り外す。
- 3. 長めのシリコンチューブをタワーにつなぎ、もう片側を液体窒素タンクに入れる。
- 4. 乾燥窒素管を T字フランジの横穴につなぐ。
- 5. 乾燥窒素管のバルブをほんの少し開け、ヘリウムタンク内に窒素を送り込む。
- 内部の液体窒素が押し出されてくるので、シリコンチューブが外れない様に冷えて固まるまで 手袋で押さえ固定させる。
- 7. 温度記録。
- 8. 液体窒素の追い出し完了は、シリコンチューブが溶け始めることで確認し、乾燥窒素管のバル プを締める。
- 9. シリコンチューブを外して、T字フランジを外す。

B.6 ヘリウムタンクの真空引き



図 B.4: ヘリウムタンクの真空引き。バックにいるのはマッカモンさん。

1. ロータリーポンプを電源にしっかりつなぐ。コンセントの根本が取れ易いので扱いに注意する。

2. 排気ダクトをかぶせる。

3. ピラニゲージをタワーにつなぐ。ピラニゲージの大バルブは全開にする。小バルブは閉じておく。

- 4. ロータリーポンプのベローズをピラニゲージにつなぐ。
- 5. ピラニゲージの大バルブを閉めてポンピング用ブレーカーを ON にする。
- 6. 針が動くまで小バルブを少しずつ開ける。小バルブは2、3分おきに0~40は1/8回転、~60 は1/4回転、~最後まで1~2回転で開けてゆく。
- 7. 小バルブを全開にする。
- 8. 大バルブを 1/4 回転してゆっくり開けてゆく。(ネジが '固いのでピラニゲージが歪まないよう に押さえながら。)
- 9. 大バルブを全開にして5分たったら小バルブを閉め、大バルブを閉める。
- 10. ポンピング用ブレーカーを OFF にする。
- 11. ベローズを取り外す。
- 12. ロータリーポンプを片付けて、ヘリウムガスを用意する。

B.7 気体ヘリウムによる置換

液体ヘリウムを入れるため、タンク内を大気圧にするのに気体ヘリウムを入れる。圧力が大気圧よ り低いと、タワーの口が開いた時に外気が装置内に入って氷を作ってしまうので注意する。

- 1. ヘリウムガスタンクのシリコンチューブにニプルをつけて、タワーに繋ぐ。
- 2. ヘリウムガスタンクのバルブをほんの少し開けて針がゆっくり動くのを確認する。
- 3.1気圧をちょっと越えたところでバルブを閉め、ヘリウムガス注入を止める。
- 4. タワーからピラニゲージを取り外し、フランジ (タワーの上についている金属管)を取り外し、 アルミホイルをかぶせておく。

B.8 ヘリウムタンクへの液体ヘリウムの転送

液体ヘリウムを入れて salt pillが 4.2 K になるまで冷やす。液体ヘリウム注入の際、タワーにトランスファーチューブが当たると真空もれの原因になるので、ストレスがかからないように慎重に注意しながら作業する。

- 1. 液体ヘリウムを用意しトランスファーチューブで転送する。
- 液体ヘリウムがタワーから吹き出してきたらいっぱいになったのでチューブを取り除き注入を 止める。
- 3. 液体ヘリウムの使用量を記録。

B.9. 等温磁化

- 4. 温度記録。
- 5. PC で温度変化のパネル (DAQ32) を表示する。
- 6. 液体ヘリウムが蒸発するので1時間後くらい、目安として CHA、B~1050 くらいになったら、
 2回目1時間の液体ヘリウムを入れる。

7. 温度記録。

- 8. 冷えるまで8時間以上放置。dewarの内部を引いていた真空ポンプは外してよい。
- Lead Line が 150 k Ω 以上になるまで待つ。この間に測定装置回りを整理しておくと後でノイズ落としが楽になる。

B.9 等温磁化

ST 図でいう等温過程。磁場をかけ磁性塩の電子スピンをそろえることでエントロピーが下がる。

- 1. 液体 He 温度でのノイズスペクトルを取得。周波数を記録。
- 2. 液体ヘリウム3回目を注入。
- 3. 入れ終わったら、タワーにバッフルを挿入する。
- 4. 温度記録。
- 5. タワーにピラニゲージを付け、真空ポンプにゴム管をつなぎそれらをつなげる (ゴム管は真空ポ ンプの振動が装置に伝わらないようにするため)。
- 6. 真空ポンプの電源を ON にし、小バルブを少しずつ開ける。大バルブは等温磁化中に超電導コ イルに電流を流した際の発熱時、温度を下げるために開ける。

図 B.4 を参照

- 1. SQUIDの抵抗チェック。流が3Aになるくらいで開ける。
- 2. KENWOOD をつなぎ、PC 自動制御の設定をする。
- 3. 設定によるが dvoltage~0.25mV で 2 時間くらいで 5.5A に達する。
- 4. 等温磁化中に detector stage の温度が上昇する原因は、HS が締まっていないか、急激な電流変 化によるジュール発熱にある。前者は HS を締める、後者は一時的に dvoltage を 0 とする。

B.10 断熱消磁

- S-T図における等エントロピー過程にあたる。B/T = -定のためBを下げるとTも下がる。
- 1. HS を反時計回りに回し off にする。これで salt pill は断熱される。
- 2. 温度記録。
- 3. PC で断熱消磁開始。
- 4.1時間放置。
- 5. さらに温度を下げるため、KENWOODの電源を切る。

謝辞

この研究室に入学して2年間、断熱消磁冷機を中心とした実験と、すざく衛星の観測データを用いた銀河群 HCG 62の解析という、大きな2つの分野の研究をさせていただきました。

大橋先生には実験でも解析でも、他にもたくさん、お世話になりました。実験では作業を教えてい ただいて一緒にやったりすることもあり楽しかったです。296室にふらっと巡回に来ては、いろいろ 面倒をみていただきました。石崎先生にも実験でも解析でも、他にもたくさん、お世話になりまし た。解析の方法を教えてくださる時は、のろのろしかできない私の作業が終わるのを隣で待っていて くださって、ご迷惑をおかけしていました。学会などの前はいつも最後まで面倒をみてくださいまし た。石田先生は、ゼミや打ち合せなどでは手厳しくてつらいこともありましたが、そのぶん成長でき たように思います。怒ってないときは笑顔で面白く話しかけてくださるので、救われます。江副先生 にも、296室に来て短い間でしたがお世話になりました。部屋をいつも綺麗にしてくださり私も見習 わなければいけないです。

佐藤さんには解析の仕方を手取り足取り教えていただきました。覚えの悪い私に何度も同じことを 説明してくださって、とても優しく面倒をみてくださいました。篠崎さんには ADR のことをいろい ろ教えていただき、またこの修論の実験では大変お世話になりました。年末年始、修論のために実験 をしてくださり、おかげ様で書くことができました。星野さんとは ADR 作りを一緒にやったり、何 かというといろいろ教えていただいて、年中お世話になりました。事あるごとに面倒をみてくださり、 次から次へと来る山を乗り越えることができました。大島さんにはなかなか合う機会も少なかったで すが、メールでもてんこ盛り情報を教えていただいたり、実験について細かなアドバイスをいただき した。倉林さん、窪田さんにも入学して分からないことだらけでいろいろ教えていただきました。倉 林さんには自転車をいただきましたが、二度盗まれてついに行方不明になってしまいました、ごめん なさい。星野さんの自転車は盗まれないのに、倉林さんのばかり狙われます。

鈴木くんと大澤くんとは、たまに研究室に来たときはいろいろ話せて楽しかったです。ゼミの準備 などでも助けてもらいました。三人とも就職だったので就活についても人生についてもいろいろ相談 にのってもらって、おかげ様でやっと内定をもらえました。赤松くん、白田くん、林くんには、学年 は私の方が上なのに逆にお世話になっていました。M2も頑張ってください。新井くん、安保くん、 今もどこかで頑張っているでしょう。石川さん、笹平くん、中村くん、横田くんは卒研生の机ができ て頻繁に来てくれるので、部屋がにぎやかで楽しかったです。2年でようやくちょっとだけ教えられ ることもあるようになって、少しだけでも役に立てていれば嬉しいです。工作室のみなさまには、ソ ルトピル作りで無理な設計をお願いしても協力してくださり、お世話になりました。おかげ様で自作 のソルトピルが完成しました。秘書の川上さん、高嶋さん、物理事務室のみなさまにも、お世話にな りました。

HCG 62では力のない私に論文を出させていただき、申し訳ない気持ちでいっぱいですが、投稿のためにたくさんの方々に力をかしていただいたことを心から感謝します。

ここでは言い尽くせない程、多くの人たちに支えられ、とても厳しくつらく、でもちょっとした成 功があると楽しいと思えることもあり、今思えばとても充実した2年間を過ごすことができました。 さまざまな経験をさせていただきまして、本当にありがとうございました。

参考文献

- L.J. Hastings, A. Hedayat and T.M. Brown, "Analytical Modeling and Test Correlation of Variable Density Multilayer Insulation for Cryogenic Storage", "NASA Technical Memorandom", "TM-2004-213175", "2004"
- [2] 株式会社 カネカ、"宇宙開発用汎用熱制御フィルム、ネット、極低温用 SI カタログ"
- [3] C.W. Keller, G.R. Cunnington and A.P Glassford, "Final Report Thermal Performance of Multilayer Insulations", "NASA Technical Reoprt", "CR-134477", "1974"
- [4] D.Camacho, S. Chevassus, G. Ferlin, M. Pangallo, C. Policella, J.M. Rieubland, L. Simon and G. Vandoni", "Heat Flow Measurements on LHC components", "LHC Project Report", "329", "1999"
- [5] Schweickart, "Thermodynamic performance predictions for the low temperature micro-gravity physics facility", "Cryogenics", "44", "537", "2004"
- [6] D.W. Plachta, R.J. Christie, J.M. Jurns, P. Kittel, "Passive ZBO storage of liquid hydrogen and liquid exygen applied to space science mission concepts", "Cryogenics", "46", "89", "2006"
- [7] Richard H. Knoll, Robert J. Stochl and Rafael Sanabria, "A Review of Candidate Multilayer Insulation Systems for Potential Use on Wet-Lanunched LH₂ Tankage for the Space Exploration Initiative Lunar Missions", "NASA Technical Memorandum", "NASA TM-104493", "1991"
- [8] Fesmire J., Augustynowicz S., Darve C., "Performance characterization of perforated multilayer insulation blankets"
- [9] Irving E. Sumner, "thermal Performance of Gaseous-Helium-Purged Tank-Mounted Multilayer Insulation System During Ground-Hold and Space-Hold Thermal Cycling and Exposure to Water Vapor", "NASA Technical Paper", "1114", "1987"
- [10] C.Hagmann, D.J.Benford and P.L. Richards, "Paramagnetic salt pill design for magnetic refrigerators used in space applications", "Cryogenics", "34", "3", "213", "1994"
- [11] C.Hagmann and P.L. Richards, "Two-stage magnetic refrigerator for astronimical applications with reservoir temperatures above 4K", "Cryogenics", "34", "3", "221", "1994"
- [12] Gang Ke, H.Makuuchi, T. Hashimoto and N. Yamamoto, "Measurement of Thermal Conductivity of Ultrapure Copper at Low Temperatures", "Jpn.J.Appl.Phys.", "34", "1468–1469", "1994"
- [13] Warren E. Henry, "Spin Paramagnetism of Cr^{+++} , Fe^{+++} , and Gd^{+++} at Liquid Helium Temperatures and in Strong Magnetic Fields", "Phys.Rev.", "88", "3", "559", "1952"

- [14] C.Hagmann and P.L. Richards, "Adiabatic demagnetization refrigerators for small laboratory experiments and space astronomy", "Cryogenics", "35", "5", "303", "1995"
- [15], I.D.Hepburn, A.Smith, W.Duncan and N.Kerley, "A Possible Cryogen Free Adiabatic Demagnetization Refrigerator For Space", 30th ESLAB Symposium "Submillimetre and Far-Infrared Space Instrumentation", 1996, September, 311
- [16] M.Suomi, A.C.Anderson, and B.Holmstrom, "", "Physica", "38", "67", "1968"
- [17] P.L.Kapitza, "", "J.Phys.(U.S.S.R.)", "4", "181", "1941"
- [18] F.Pobell "Solid Matter at Low Temperatures", "Matter and Methods at Low Temperatures", "Springer", "3", "1995"
- [19] G.E. McIntosh, "Layer by Layer MLI Calculation Using a Separated Mode Equation", "Advances in Cryogenic Engineering", "Plenum Press, New York", "39B", "1683", "1994"
- [20] "W.A. Little", "", "Can. J. Phys.", "37", "334", "1959"
- [21] Paul Alan Bromiley, "Development of an Adiabatic Demagnetisation Refrigerator for use in Space", "Mullard Space Science Laboratory University College London", "1999"
- [22] K.Shonzaki, "断熱消磁冷凍機を用いた極低温 X 線検出器動作環境の構築", "Tokyo Metropolitan University", "2002"
- [23] K.D.Irwin, "PHONON-MEDIATED PARTICLE DETECTION USING SUPERCONDUCT-ING TRANSITION-EDGE SENSORS", *Ph.D.thesis, Stanford University*, (1995)
- [24] K.D.Irwin, "An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection", *Appl.Phys.Lett.*66, 1998 (1995)
- [25] K.D.Irwin, G.C.Hilton, D.A.Wollman, and John M Martinis, "X-ray detection using a superconducting transition-edge sensor microcalorimeter with electrothermal feedback", *Appl.Phys.Lett.*69, 1945 (1996)
- [26] K.D.Irwin, G.C.Hilton, D.A.Wollman, and John M Martinis, "Thermal-response time of superconducting transition-edge microcalorimeters", J.Appl.Phys.83, 3978 (1998)
- [27] A.T.Lee, P.L.Richards, S.W.Nam, B.Carera, and K.D.Irwin, "A superconducting bolometer with strong electrothermal feedback", *Appl. Phys. Lett.***69**, 1801 (1996)
- [28] S.H.Moseley and J.C.Mather, "Thermal detectors as x-ray spectrometer", J.Appl.Phys.56, 1257 (1984)
- [29] 影井 智宏, Ti-Au 薄膜を用いたマイクロカロリメータによる X 線検出, 東京都立大学, (2001)
- [30] 藤本 弦, SQUID を用いた X 線マイクロカロリメータの信号検出システムの開発, 東京都立大 学, (2000)
- [31] 大島 泰, TES X 線マイクロカロリメータと SQUID アンプ読み出し系, 東京大学, (2000)

116

- [32] 木村 逸郎・阪井 英次 訳 (Glenn F. Knoll), 「放射線計測ハンドブック」, 日刊工業新聞社, (1991)
- [33] 橋本 巍洲、「磁気冷凍と磁性材料の応用」、工業調査会、(1987)
- [34] 黒沢達美,「基礎物理学選書9 物性論」, 裳華房, (1970)
- [35] 石井 力・木村 忠正 訳 (H.Ibach, H.Lüth),「固体物理学 新世紀物質科学への基礎」,シュプリ ンガー・フェアラーク東京, (1998)
- [36] 恒藤 敏彦, 「超伝導·超流動」, 岩波書店, (2001)
- [37] 権藤 靖夫,「薄膜」,共立出版,(1992)
- [38] 田沼静一,「低温」,共立出版, (1988)
- [39] 岡村 廸夫,「解析ノイズメカニズム」, CQ 出版社, (1987)
- [40] 鈴木 雅臣,「新・低周波/高周波回路設計マニュアル」, CQ 出版社, (1988)
- [41] 鈴木 雅臣,「 定本 トランジスタ回路の設計」, CQ 出版社, (1991)
- [42] 鈴木 雅臣,「定本 続 トランジスタ回路の設計」, CQ 出版社, (1992)
- [43] 小林 俊一,「物性測定の進歩 II SQUID, SOR, 電子分光–」, 丸善, (1996)
- [44] 国立天文台 編,「理科年表」, 丸善, (2001)
- [45] SES データセンター, 「科学衛星 ASTRO-E 中間報告書」, 宇宙科学研究所, (1998)
- [46] X線マイクロカロリメータ開発グループのページ, http://www.astro.isas.ac.jp/~tes/
- [47] McCammon, D. et al. 2002, apj, 576, 188
- [48] Friedrich, S. et al. 2001, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 467, 1117
- [49] Wollman, D. A., Irwin, K. D., Hilton, G. C., & Martinis, J. M. 1997, American Physical Society, Annual March Meeting, March 17-21, 1997, abstract #C20.05, 2005
- [50] Astro-E SWG Washington 2/5/97 RLK
- [51] Vilches, O. E. & Wheatley, J. C. 1966, Physical Review, vol. 148, Issue 2, pp. 509-516, 148, 509
- [52] Wheatley, J. C. & Griffing, D. F. & Estle, T. L. 1956, Rev. Sci. Instrum. vol. 27, (1956) pp. 1070,
- [53] Hart Jr, H. R. & Wheatley, J. C. 1958, Bull. Inst. Intern. Froid, Annexe Suppl. 1958-1, 311 (1958)
- [54] Fagaly, R. L. & Bohn, R. G. 1977, Review of Scientific Instruments, Volume 48, Issue 11, November 1977, pp.1502-1504, 48, 1502
- [55] http://lheawww.gsfc.nasa.gov/docs/xray/astroe/ae/photos/aeph-fmdewar.html

- [56] Morooka, T. & Tanaka, K. & Chinone, K. 2002, IEEE. trans. appl. superconductivity. vol 12. no3. sep. 2002
- [57] Mendoza, E. Les Phénomenes Cryomagnetiques 27 (Collège de France, Paris, 1948)
- [58] Kurti, N. & Robinson, F. N. H. & Simon, F. & Spohr, D. A. Nature 178 (1956) 450
- [59] Anderson, A. C. & Salinger, G. L. & Wheatley, J. C. Rev. Sci. Instrum. 32 (1961) 1110
- [60] Connolly, J. I. & Roach, W. R. & Sarwinski, R. J. Rev. Sci. Instrum. 36 (1965) 1370
- [61] Miedema, A. R. & Potsma, H. & van der Lugt, N. J. & Steenland, M. J. Physica 25 (1959) 509