修士論文

断熱消磁冷凍機を用いた精密 X 線分光システムの開発

東京都立大学 理学研究科 物理学専攻 修士課程

宇宙物理実験研究室

指導教官 大橋 隆哉

星野 晶夫

2005年1月10日

概 要

本論文の目的

本論文では、実験室における高精度 X 線分光観測システムの構築を目的としてそのために必要不可 欠な冷凍機の性能向上を行い、X 線発生装置からの X 線スペクトルを取得することで冷凍機の X 線 入射窓の透過率の実測を行う。

現在のX線天文の分野においては、ブラッグ反射を利用した回折格子を用いた検出器は検出効率 が低く、広がった光源の観測に適していないため、非分散型X線検出器を用いた高エネルギーX線 分光観測は強く必要とされている。そのうち、単一光子による微小な温度上昇を精度よく測定できる マイクロカロリメータは、分散型検出器と同程度のエネルギー分解能を実現することができる最も有 望な検出器の一つである。現在、日本のX線天文衛星「すざく」(Astro-E2)がXRS検出システム を搭載して、宇宙空間でエネルギー校正線源を用いてエネルギー分解能7 eVを記録している。この ような、高精度分光観測が可能な可搬型高精度分光システムは産業用、または分析化学、プラズマ実 験等の実験室での応用も期待されている。

しかし、この種のカロリメータの全ては ~ 100 mK を切る程の極めて極低温で、エネルギー分解 精度 $\Delta E/E$ よりも優れた温度安定性が不可欠である。例えば、「すざく」 XRS は 60 mK の制御温 度を実現し、10 秒から 10 分の time scale で温度安定度が rms. で 10 μ K を切る。

断熱消磁冷凍機 (ADR) が冷媒は全て固体でほとんど無重力の状態でも動作可能なため、宇宙空間 における唯一の理想的な冷却装置となる。一方で、希釈冷凍機は普通地上実験に使用されているが、 ADR は地上実験においても相対的に小型可搬にすることが可能である。ADR は磁気冷却の原理を利 用しており、常磁性塩中の電子スピンが、一度強磁場中でその配位を揃えられた後、微小磁場で乱雑 な方向を向くことでエントロピーが操作され冷却される。ADR の最大の利点は磁性塩を取り囲む超 伝導コイルの電流を制御することで極めて優れた温度安定度を実現可能な点である。一方で、磁気ス ピンが完全に乱された時には、改めてスピンを揃えるために一旦極低温での温度制御を中止せざるを 得ない。この再冷却のサイクルは磁性塩への熱流入と、保持温度、磁性塩の大きさに依存してくる。

ADRの冷却性能の向上

我々が開発を続けてきた都立大 ADR は特筆すべき点として、小型で可搬、横置き可能、高い温度 安定性などといった特徴があるが、これを生かして X 線発生装置や核融合試験装置などからの外部 X 線源に接続してのカロリメータ実証試験等に用いられる。これは他の冷凍機にはその物理的サイズ や重量、構造と言った観点から相当困難な冷却試験であり、今後都立大 ADR を用いた地上における 高精度 X 線分光観測は発展的に継続される見込みである。

地上における高精度 X 線分光観測を実現するための現実的な課題が上げられる。まず、TES カロ リメータが動作するための極低温環境を実現すること。ここで、極低温とは 100 mK 以下で、ノイズ レベルを下げるためには数十 mK 程度までできる限り低いことが望まれる。このため、我々は本編に おいて CrK ミョウバン結晶を用いた磁性体結晶の冷媒作成について検討し作成を試みている。 また ADR が極低温で安定して長時間極低温を維持する必要がある。そのために、私は磁性体の物性を考慮に入れた改良型温度制御モデルを考案し、100 mK における制御時間を約 30% 延ばすことに成功した。また、制御中の温度安定度も約 2 倍に改善された。

さらに、液体ヘリウム注入口部分を改良することにより、本冷凍機の蒸気冷却の性能を引出し、液体ヘリウム保持時間をこれまで ADR が縦置きで 24 時間であったものを、最大 42 時間にまで延長することに成功した。

以上の冷却性能についての改善によって、長期間の冷却サイクルに現実的に対処できる状態に向上 した。

TES カロリメータの動作環境の整備

TES カロリメータの動作環境については TES バイアスをかけたときのシャント抵抗値が変化する という問題があった。これは ADR 固有の問題であり、構造上の制約からシャント抵抗を配置するシャ ント基板が液体へリウム底面の 1.7 K 部分に置かれていることに起因する。我々はシャント抵抗を熱 浴と明示的に熱リンクをとることでシャント抵抗の変動を抑えることに成功した。また、磁場環境が SQUID 読みだし系に与える影響を極力避けるため、Nb シールドを強化した。これにより、SQUID における磁場のトラップを防ぎ、駆動装置 #2 において ϕ -V を最大 1.7V から 2.45V にまで向上する ことに成功した。しかし、同時に ϕ -V の増大が高周波発振をもたらした。

地上における高精度 X 線分光観測

我々はこれまでに開発をした断熱消磁冷凍機に TES カロリメータ SII-14b, SII-110, SII-139 を搭載し高精度 X 線分光観測を試み、SII-14b を用いた Manson X 線発生装置からの X 線スペクトル取 得に成功し酸素輝線 (524eV) でエネルギー分解能 8eV での観測に成功している。

さらに、都立大ADRを産総研にある逆磁場ピンチプラズマ装置 TPE-RX に接続して TES カロリ メータを用いた X 線検出に世界で初めて成功したので概要を報告する。

なお、本論文で一貫して扱われている段熱消磁冷凍機はもともとロケット実験用に開発されたシス テムを基礎として理研の三原建弘氏によって再設計されたものを都立大宇宙実験研究室において篠崎 慶亮を中心に開発を進めてきたものである。 目 次

第1章	始めに	15
1.1	X 線分光による宇宙の進化の解明	15
1.2	次世代の X 線分光器に要求される性能	16
	1.2.1 宇宙 X 線分光学	17
	1.2.2 回折格子	18
	1.2.3 X 線マイクロカロリメータ	18
1.3	カロリメータの動作環境―極低温システム	20
	1.3.1 超伝導体型—TES 型カロリメータの動作原理	20
	1.3.2 極低温冷凍機	21
1.4	本修士論文の目的....................................	23
箆2音	ADB の冷却原理と構造	21
אים ב 1 21	公知原理	2- 94
2.1	 7 4 かか 2 · · · · · · · · · · · · · · · · ·	24 94
		21 97
	2.1.2 に χ · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	21
	2.1.5 エノーロC 前岸・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	31
		32
? ?		02 33
2.2	9.9.1 磁性体の選択	34
		35
	$2.2.2 \text{FAR}(\text{W} = 3.777) \text{ where } \dots $	25
<u> </u>	2.2.5 アユク · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	38
2.0	29.1 構造図	38
	2.5.1 備には	30
		<i>1</i> 0
	2.5.5 Satphi	40
2.4	2.3.4 マノネットコイル・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	40
2.4	クユノ 1冊定	41 /1
	2.4.1 IIC VALIK	41
	2.4.2 又汀1/1/11 · · · · · · · · · · · · · · · · ·	42
	$2.4.0$ (文件 ヽワフム たくし rautation Sineld(アルミロ \pm) · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	42

第3章	ソルトピル – 磁性塩結晶カプセルの検討と作成	43
3.1	材料の選択	43
	3.1.1 冷媒としての常磁性塩結晶	43
	3.1.2 金線	50
3.2	saltpill 3号機の製作	54
	3.2.1 構造上の理論的難点と今回の saltpill 3 号機構造	54
3.3	結晶の種類と製作方法について	55
3.4	試験結果....................................	55
	3.4.1 比熱測定	57
3.5	X 線発生装置を用いたレントゲン撮影実験	57
3.6	構成部品の比熱や CPA 結晶構造について	60
3.7	考察	61
3.8	CPA 結晶の作成法についての検討	62
3.9	CPA 結晶の X 線粉末回折実験	62
	3.9.1 目的	62
	3.9.2 原理	63
	3.9.3 測定した試料	63
	3.9.4 測定環境、条件設定	63
	3.9.5 測定結果	64
	3.9.6 考察	64
	3.9.7 得られた測定結果の比較	64
	3.9.8 今後の課題	66
3.10	都立大 (TMU) と Wisconsin 大 (UW, XRS 用)の saltpill について比較	67
3.11	Discussion	69
	3.11.1 金線の配置方法	70
第4章		72
4.1	目C 発熱による 小 正 (1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)(1)<td>73</td>	73
	4.1.1 目己 无熟	73
		74
	4.1.3 線形関数を用いたモテルフィッティンクより求める方法	74
4.2		75
	4.2.1 Nb11 配線からの熱流入についての考察	76
		76
	4.2.3 アンブノイズの寄与	77
	4.2.4 感度と分解精度	78

第5章	温度制御法の改善	82
5.1	はじめに....................................	82
5.2	温度制御と磁性体の理論	83
	5.2.1 PID モデル	83
	5.2.2 磁性体の理論	85
	5.2.3 温度制御と流入熱の関係	86
5.3	温度制御実験	86
	5.3.1 Setup	86
	5.3.2 結果	87
5.4	考察	89
5.5	保持時間測定	90
	5.5.1 improved PID による電流保持時間の伸びの真偽	91
	5.5.2 温度安定性	91
	5.5.3 cooling capacity \ldots	91
箪6音	蒸気冷却システム	94
√ 5 0 ∓ 6 1	基本原理	94
6.2	<u> </u>	94
6.3	VCSの設計	95
0.0	6.3.1 基本原理	95
	6.3.2 要求性能とモデル計算	97
	$6.3.3 \forall \Box - \vec{x} \dots \dots$	98
	6.3.4 銅パイプ	99
	6.3.5 その他 — 真空シール方法など	100
6.4	導入試験	100
	6.4.1 真空度 — 05 年 09 月 09 日 ~	100
	6.4.2 05 年 10 月 01 日 — 横置き試験	100
	6.4.3 05 年 10 月 21 日 — 縦置き試験	101
	6.4.4 横置きで減圧無しの場合	102
6.5	考察	103
	6.5.1 低温部分の温度分布の比較	103
	6.5.2 50K ring および 150K ring の温度分布	104
	6.5.3 層流における自然対硫熱伝達	105
笛卢辛		107
		-U1
	$(.0.4 \Delta$ 緑 X 1 7 ロ J ロ J ク フ ク 切 開 D	100
	10.5 カロックニアの10次回なハンクニタ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	100
	- いいせ エカルオーカ 孵化のぶり 手引体成介 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	тОЯ

7.1	電熱フィードバック
7.2	測定に使用したカロリメータ111
	7.2.1 カロリメータの基本的特性とその測定方法
	7.2.2 量子効率
	7.2.3 パルス波形解析
7.3	シャント基板の改良
7.4	発熱によるシャント抵抗値の変化122
	7.4.1 bias-scanning と ETF 測定
	7.4.2 測定結果
	7.4.3 実際のシャント抵抗の値
7.5	シャント基板の改良
7.6	シャント抵抗の製作と選択
7.7	基板導入後の評価
7.8	考察
7.9	まとめ
第8章	X 線入射窓の付着物対策 129
8.1	研究目的
8.2	X 線入射窓の材質選択
8.3	実験
	8.3.1 Manson X 線発生装置 MODEL 3B
8.4	使用方法
8.5	ターゲット 交換方法
8.6	filament 交換
	8.6.1 X線スペクトル
8.7	結果
8.8	更なる X 線透過率向上のために
第9章	今後の課題 141
9.1	線カロリメータを用いた X 線構造解析実験
	9.1.1 研究目的
9.2	実験室での電荷交換過程に基づく X 線放射の観測
9.3	他の研究グループの動向と独自性
-	9.3.1 都立大としての独自性
9.4	地上実験の目的
9.5	実験装置と測定環境 — TMU-ECRIS
	9.5.1 Ion Beam Transport System

図目次

1.1	温度 $kT=\!\!2\mathrm{keV}$ の光学的に薄いプラズマから放射される $6.7\mathrm{keV}$ の鉄輝線を、エネ	
	ルギー分解能が $120~{ m eV}$ 、 $10~{ m eV}$ 、 $2~{ m eV}$ 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)	17
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	19
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。..................	20
1.4	ASTRO-E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。	22
1.5	ADR が導入された個体 Ne デュワー	22
2.1	常磁性塩の、1 K まであげるのに要する熱量 (erg/g)((?)より)。a:CrK ミョウバン	
	b:Fe(NH ₄) ミョウバン c:Mn(NH ₄)Tutton 塩	29
2.2	冷却課程でのエントロピーと温度の関係グラフ........................	31
2.3	温度制御の原理....................................	33
2.4	FAA 及び代表的な磁性体の比熱。	36
2.5	ADR 中心部。	38
2.6	ADR 中心部の構造断面図。	38
2.7	ADR デュワー。外観。	41
2.8	ADR デュワーの構造図。	41
3.1	FAA のエントロピーの温度依存性 (上)と磁化の温度依存性 (下) 水色:0.022T, 青:0.088T,	
	紫:0.105T, 赤:2.82T, 橙:6.0T	45
3.2	FAA の比熱の温度依存性水色:0.022T, 青:0.088T, 紫:0.105T, 赤:2.82T, 橙:6.0T	45
3.3	$ ext{CPA}$ のエントロピーの温度依存性 $(extsf{L})$ と磁化の温度依存性 $(extsf{T})$ 水色 $: 0.01 ext{T}, extsf{a}: 0.024 ext{T},$	
	紫:0.1T, 赤:2.82T, 橙:6.0 T	47
3.4	CPA の比熱の温度依存性水色:0.01T, 青:0.024T, 紫:0.1T, 赤:2.82T, 橙:6.0 T	47
3.5	GGG のエントロピーの温度依存性 (上) と磁化の温度依存性 (下) 水色: $0.4\mathrm{T},$ 青: $0.67\mathrm{T},$	
	紫:1.0T, 橙:6.00T	49
3.6	GGG の比熱の温度依存性水色:0.4T, 青:0.67T, 紫:1.0T, 橙:6.00T	49
3.7	saltpillの基本構造図。熱伝導性を高めるため金線を張っている。	54

3.8	saltpill3号機の基本構造図。全長が変わらないまま、ふたにツバをつけた形をしてい	
	రి	54
3.9	完成した saltpill 3 号機 (手前の銀色) と saltpill 1 号機 (奥の金色)。	55
3.10	冷凍機にセットした satpill 3 号機。図は detector table 側。	55
3.11	等温磁化および断熱消磁時の温度およびマグネット電流曲線。	55
3.12	等温磁化および断熱消磁時の磁場と温度の関係図。	55
3.13	saltpill 3 号機の各構成部品の予測 X 線透過率。ステンレスを Fe とし、それぞれ CPA	
	20 mm 厚、Fe 2 mm 厚、Au 0.1 mm 厚と想定。	58
3.14	理化学研究所の X 線発生装置、EXM101 の外観。	58
3.15	EXM101 の X 線出射窓。カプトンテープで保護。	58
3.16	EXM101の様子。奥の黒い箱が EXM101 で、手前に satpillを置き、その裏に X 線写	
	真フィルムを置く。図は散乱成分を気にして浮かしたところ。	59
3.17	EXM101 側からみた様子。図は拡大写真が撮りたいため距離をおいた。	59
3.18	レントゲン撮影実験で得られた saltpill 3 号機の内部写真。detecto table 側を拡大。	
	Type 52 使用。	59
3.19	拡大せずに撮影したもの。Type 52 使用。淵が少しぼやけている。	59
3.20	Type 51HC を使用したもの。解像度がよい。	60
3.21	金線を束にして銅リンクに半田つけするところ。	61
3.22	saltpill 3 号機の再結晶方法と同じ方法で作製した CPA 結晶。六方晶体になっている。	61
3.23	作製した FAA 結晶。再結晶方法は Wisconsin 大と同様。 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	61
3.24	2004 年度に作成した CPA 結晶	63
3.25	2005 年度に作成した結晶	63
3.26	粉末にした CPA 結晶	64
3.27	CPA 結晶 (2005 年度作成) を X 線回折したときの生データ	65
3.28	CPA 結晶 (2004 年度作成) を X 線回折したときの生データ	65
3.29	アピエゾン N +ラップを X 線回折したときの生データ	65
3.30	アピエゾン N + スライドガラスを X 線回折したときの生データ	65
3.31	2005 年度と 2004 年度の CPA 結晶から得られたデータを単純に比較したもの。	66
3.32	2005 年度と 2004 年度の CPA 結晶から得られたデータをアピエゾン N +ラップのデー	
	タで規格化したもの。	66
3.33	図 3.31 の 10~40 度を拡大したもの。	66
3.34	図 3.32 の 10~40 度を拡大したもの。	66
3.35	金線の熱伝導度。赤:Wisconsin 青:都立大	68
4.1	detector stage \mathcal{O} setup	72
4.2	発熱と測定温度との関係	75
4.3	LakeShore 社の各温度計での熱抵抗	76

4.4	0.05 K – 40 K で計算されるジョンソンノイズ. 赤:ROX102A, 黒:ROX202A	77
4.5	各温度、出力電圧での読みだしノイズ。白:0.1K, 赤:4.2K, 緑: 4.2K, 青:0.1K 電圧制御,	
	シアン:0.1K 電流制御, マゼンダ: 77K, オレンジ: 300K, 黄緑:300K	77
4.6	050908-ch-A100uV 300K	79
4.7	050907-ch-A333uV 300K	79
4.8	050903 ch-A:出力電圧:100uv 熱浴温度:77K	79
4.9	050905 ch-A 出力電圧:333uV 熱浴温度:77K	79
4.10	050830 ch-A 出力電圧:100uV 熱浴温度:4.2K	79
4.11	050830 ch-A 出力電圧:333uV 熱浴温度:4.2K	79
4.12	050901 ch-A 出力電圧: 100uV 熱浴温度:0.1K	79
4.13	050830 ch-A 出力電圧:100uV 熱浴温度: 0.1K	79
4.14	050831 ch-A 出力電圧:100uV 熱浴温度:0.1K	79
4.15	050831 ch-A 出力電圧:333uV 熱浴温度:0.1K	79
4.16	LakeShore 社 RuO_2 温度計 $ROX-102A(1k\Omega@300K)$ と $ROX-202A(2k\Omega@300K)$ の分	
	解精度の温度依存性。(赤)ROX-102A (緑)ROX-202A	80
۳ 1		
5.1	A physical variance in temperature—entropy plane when a temperature is controlled	
	in the magnetic cooling system. The solid lines represent the entropy behavior with	
	the constant magnetic fields. We can keep the temperature at $T_{\rm L}$ K by decreasing the	
	external magnetic field on step by step. In simplicity, the temperature fluctuation is	0.0
50		83
5.2	Block diagram of the experiment. The temperature of the cold part is measured by	
	the AC resistance bridge (100 μ V constant), and the magnet current is operated by	~ ~
	using the source meter with the resolution 5 μ A.	86
5.3		
	テルで温度制御したもの (b) standard PID セテルで温度制御したもの (c) 両方のセテ	
	ルにおけるマグネット電流の時間変動の様子を示したもの。黒線:improved PID モデ	
	ルでの制御。灰色線: standard PID モデルでの制御時 (d) 両方のモデルにおける温度	
	分布を示したヒストグラム。improved PID (黒) において、100 mK からの温度のず	
	れは 0.3 μ K で r.m.s は 11.00 μ K. standard PID (灰色) において、100 mK からの温	
	度のずれは 25.1 μ K で r.m.s は 16.3 μ K	88
5.4	温度制御を 100 mK で行った時のマグネット電流の時間変化。(黄) standard PID モデル	
	で電圧制御をした場合 (青) standard PID モデルで電流制御をした場合 (赤) improved	
	PID モデルで電流制御をした場合 (茶) improved PID モデルで 80 mK で電流制御し	
	た場合 (黒) improved PID モデルで 85 mK で電流制御した場合	90
5.5	制御温度と温度揺らぎの関係................................	91
5.6	制御温度と Resolution の関係	91

5.7	都立大ソルトピルの 80 mK で温度制御時の電流変化
5.8	Wisconsin 大学で作製されたソルトピルの温度制御時の電流変化
6.1	タワープロトタイプ (今まで使っていたタワーの外観図)
6.2	新しく導入したタワーの外観図 94
6.3	ADR の VCS の概念図。LHe tank より上にのびるのがタワー、下にのびるのがガラ
	スエポキシの支持材料を表す。内側にいくほど温度が低い。記述された温度は篠崎修
	論時の測定温度。
6.4	都立大 ADR の構成図。タワー部分の熱アンカーの取り方に注意。
6.5	05年10月01日冷却試験の様子。縦置き。
6.6	05年10月01日冷却試験の様子。横置き。
6.7	04年11月14日の横置き試験の温度変化。タワープロトタイプ使用。左上から:ヒー
	トスイッチ (HS) および LHe tank 上部温度、中段はそれら温度計の抵抗、下は LHe
	ank 底面の温度計の抵抗。右上から : High Tc 低温部の温度、中段はその温度計の抵
	抗、下は再び LHe tank 底面の温度計の抵抗。
6.8	05年09月29日の横置き試験の温度変化。新型タワー使用。表示は図 6.7と同じ。102
6.9	05年08月16日の縦置き試験の温度変化。タワープロトタイプ使用。表示は図 6.7と
	同じ。
6.10	05年10月23日の縦置き試験の温度変化。新型タワー使用。表示は図 6.7と同じ。103
6.11	横置き (左) および縦置き時 (右) の ADR 低温部の温度変化。上から:ヒートスイッチ
	(HS) 温度、中段が LHe tank 上部の温度、下段は High Tc 低温部の温度。それぞれ長
	時間の data が新型タワー使用時。
7.1	カロリメータの構造のモデル
7.2	TES カロリメータ回路図
7.3	SII-110
7.4	SII-139
7.5	SII-110のRT 測定結果
7.6	SII-139のRT 測定結果
7.7	SII-110の電流応答特性113
7.8	SI-139の電流応答特性
7.9	SII-110 のジュール発熱と TES 抵抗値の関係
7.10	SII-110の熱伝導度と TES 抵抗値の関係
7.11	SII-139 のジュール発熱と TES 抵抗値の関係
7.12	SII-139 の熱伝導度と TES 抵抗値の関係
7.13	SII-110の臨界電流の温度依存性116
7.14	SII-139の臨界電流の温度依存性116
715	SII 110 のパルフリイトの 坩拮値 応 方 州 116

7.16	SII-139 のパルスハイトの抵抗値依存性116
7.17	SII-110 のノイズレベルの抵抗値依存性
7.18	SII-139 のノイズレベルの抵抗値依存性117
7.19	SII-110の量子効率。赤:TESの量子効率、シアン実線:Alシールドのみの量子効率,シ
	アン点線:TESの透過率を考慮した Al シールドの量子効率 水色実線:SII139の Nb シー
	ルドの量子効率、 水色点線: TESの量子効率を考慮した Nb シールドの量子効率 119
7.20	動作点における平均パルスの比較 (Mn-K $_{\alpha}$).赤:SII-139,黒:SII-110
7.21	SII-110 で取得した 55Fe 線源の X 線スペクトル
7.22	SII-139 で取得した 55Fe 線源の X 線スペクトル
7.23	$ ext{SII-139}$ における $ ext{Mn-K}_{lpha}(m{ au})$ と $ ext{PHA}=0.45 ext{V}$ 輝線 (青)の平均パルス波形を重ねた。下
	図はそれぞれの平均波形を割算したもの。
7.24	旧シャント基板の配線図
7.25	旧シャント基板の写真
7.26	$bias$ -scanning 結果。左図は 90 mK での測定結果で右図は $145 mK$ での測定結果 $\dots 124$
7.27	ETF 測定結果。左図は TES 回路に流れる電流値に対する SQUID 電流の応答関係を
	プロットしたもの。右図は TES のバイアス電流に対する TES カロリメータの抵抗値
	の関係。
7.28	新シャント基板の配線図
7.29	新シャント基板の写真
7.30	ADR の実験ステージ側に導入した新シャント基板の写真
7.31	シャント抵抗。3個作製したうち、抵抗値の小さな一番左のシャント抵抗を使用 126
7.32	新シャント基板導入前後の biasscaning.110mK(超伝導状態) での測定結果 127
7.33	新シャント基板導入前後の biasscaning.150mK(常伝導状態) での測定結果 127
7.34	新シャント基板導入前後の SII-110 の電流応答特性測定結果
7.35	新シャント基板導入前後の SII-110 のバイアス電圧と抵抗値の関係
8.1	冷凍機内部のX線入射窓の断面図。Aperture coneはSETUPIには取り付けていない。131
8.2	計算される X 線透過率; 灰色実線: Setup I, 4 Toray-Lumirrer filters: $C_8H_{10}O_6$
	$(2.16 \ \mu m)$ + Al (148 nm); 黒実線: Setup II, 4 Parylene-N filters: C ₈ H ₈ (0.4 μm) +
	Al (280 nm) 2枚の Ni メッシュを含む (86% each); 黒点線: Setup of the Suzaku XRS,
	5 Polymide-filters: $C_{22}H_{10}N_2O_5~(0.45~\mu m)$ + Al (380 nm) 1 枚の Ni メッシュを含む
	(82%)
8.3	軟 X 線発生装置、Manson X-ray Generator
8.4	Mansonの接続使用例。ADRとManson133
8.5	HVの安全カバーをはずしたところ。ANODEにはホコリがつかないよう注意。 134
8.6	発生装置本体を真上からみたところ。ターゲットは中央だがここからは見えない。X
	線は写真の左ななめ上と右ななめ上に出射される。

- 8.7 Al ターゲット。円筒型の頭から X 線出射する。ただしこの形である必要はない。 . . . 135
- 8.9 filamentが取り付けられた部分の拡大図。図 8.8の上側端子が filament lead conector(銅の棒状の部品) につながっている。filament 自体は filament retainer ring(Al かなにかでできたリング上の固定金具)で固定。
- 8.11 Manson X 線発生装置において Al を一次ターゲットに用いたときの X 線スペクトル の時間変化の様子。Al 輝線は初期に比べて急速に強度が弱くなっていることがわかる。137
- 8.13 図 8.2 に SETUP II によるパリレン-N フィルターの取り得る X 線透過率の範囲を灰 色の領域で塗りつぶしてある。これは各元素の吸収端の深さから計算して求めた。 . . 139
- 9.1 太陽風と彗星の相互作用のイメージ。バウショックと磁気バリアとテイルが示されて いる。X線放射が伴う、太陽風イオンと彗星の中性水分子間の衝突電離示されている。 太陽は図の左に位置する。.....142

- 9.7
 The floor design of CORONA facility
 146

 9.8
 MSTR code で計算されたイオンビームの特徴
 146

表目次

2.1	常磁性塩の比熱の山の特徴((?)より)	30
3.1	FAA の化学的組成	45
3.2	CPA の化学的組成	48
3.3	GGG の化学的組成	49
3.4	各温度での金線の抵抗値測定結果...................................	52
3.5	図 3.11,3.12 中の各実験 data	56
3.6	測定した各試料のパラメータ....................................	64
3.7	CPA の回折角 (文献値) と面指数と測定結果のピーク角度の比較。モデルパターンの	
	()内は面指数が (220)のときの強度を 100 としたときの相対強度。2005、2004CPA の	
	() 内は BG で規格化したときのデータを $ ext{con+gaussian}$ でフィットしたときのノーマリ	
	ゼーション。	67
3.8	都立大と Wisconsin 大のソルトピルの構造比較	69
3.9	都立大と Wisconsin 大のソルトピルで使用している金線..............	69
4 1		74
4.1	cn-B - RuOX 抵抗温度計 先熟の計算	(4 74
4.2		74
4.3	RuOx 抵抗温度計 (RX-202A-AA-M) の推奨電圧	74
4.4	0.1K 1) 近 じ の 銅 の 熱谷 重 を 氷 め る に め の 谷 八 フ メー タ · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	75
4.5		77
4.6	CryoCom62 読みたしノイス	78
5.1	Setup parameters of the ADR in the experiments.	87
5.2	The PID parameters for the experiment	88
5.3	Parameters in calculating the predicted value of \mathcal{A}	89
5.4	保持時間測定結果....................................	90
5.5	都立大と Wisconsin 大のソルトピルの冷却能力の比較	92
6.1	各実験方法における LHe 保持時間の試験結果 (2005 年 10 月 23 日現在)	106
7.1	各素子の各パラメータ	111
7.2	各実験日ごとのシャント抵抗値と寄生抵抗、ETF 測定から見積もられる TES の抵抗値	125
7.3	新シャント抵抗の抵抗値測定結果	126

1	4
Т	4

7.4	旧シャント抵抗の抵抗値測定結果
8.1	パリレンの主要な物理化学的性質130
8.2	東レ・ルミラーとポリミドの主要な物理化学的性質
8.3	SETUP I に用いたフィルムセットアップ
8.4	SETUP II に用いたフィルムセットアップ130
8.5	各セットアップでの各ターゲットの予測出力値。数値は K 殻特性 X 線のみ。emission
	電流は約 1 mA。
8.6	thickness of blocking filters
9.1	CT 過程における emission line の例

第1章 始めに

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150億年前にビッグバン (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1億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 らにより 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 線を Giaccomi 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 は数線を越える 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、ASCA、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線分光学が可能な時代へと突入した。

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K α 線について考えてみる。ヘリウム様に電離された鉄のK α 線のエネルギーは6.7 keV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??は、温度kT=2 keVの光学的に薄いプラズマから放射される6.7 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)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った。 すなわち、 Radiation は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幾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、非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??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??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。

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 Ka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

18



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??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、現在 ASTRO-E2 を製作中 である。

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 4.5 eV (FWHM)のエネルギー分解能が報告されている (Irwin et al. 2000)。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。既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 0.1~10keV ないし 20keV 程度だが、仮に 100keV 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(第??章に関連)。

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、100mK 以下という極低温で動作させる必要がある。現在この100mK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。

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 100mK 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個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。また冷媒に個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 及び 1.5 は、日本の 5 番目の X 線天文衛星 ASTRO-E 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 60mK 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。

¹α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 <u>dlog R</u> で表す。すなわち温度計の感度である。

 $^{^{2}}$ ADR : Adiabatic Demagnetization Refrigerator \mathfrak{O} 略



図 1.4: ASTRO-E 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 が導入された個体 Ne デュワー

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 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

本論文の目的は断熱消磁冷凍機を製作して、高いエネルギー分解能を実現できるマイクロカロリ メータのための動作環境を構築することである。信号読み出しシステムには SQUID 磁束計を使用し、 冷凍機の作りだす磁場によるカロリメータ、SQUID への影響を調べる。さらに X 線入射窓を整備し、 外部からの X 線照射による X 線検出システムの構築を目指す。

まず第2章では断熱消磁冷凍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。第3章では、ADRに 使用する常磁性体の検討と CPA ソルトピルの導入と評価について述べる。第4章では実験ステージ 上の温度計のノイズ環境について検討し、第5章では改良型温度制御法の原理について記し、実際の 温度制御結果とその評価を行う。第7章では ADR に導入するカロリメータの基本原理を記し、実際 に使用した素子を紹介する。第8章でカロリメーターを用いた X 線スペクトルの取得を行い、ADR に導入した X 線入射窓への付着物について議論する。最後に本論文のまとめと現状、今後の課題に ついて第9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100mK、 ものによっては数 mK を作りだすことも可能で、1mK 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」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、

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

で与えられる。ここで μ_B はボーア磁子である。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。低温になるとこれが小さくなり、 $g\mu_{\rm B}B_0 >> ~ k_{\rm B}T$ 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 < μ_i > とすると、

$$M = N < \mu >= Ng\mu_{\rm B} < J > \tag{2.2}$$

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、

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

この式 2.3は、

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

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、

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

ここで *k*_B はボルツマン定数である。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*_B*T* ≫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

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

26

(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。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

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

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出す事にする。

2.1.2 比熱

磁気比熱

x≪1の場合、式 2.6を x で展開して 1 次の項だけをとると、

$$M(T,B) = \frac{CB}{\mu_0 T} \qquad C = \frac{N\mu_0 g^2 \mu_{\rm B}^2 J(J+1)}{3k_{\rm B}}$$
(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、

$$C_{\rm M} = T\delta S = \frac{CB^2}{T^2} \propto \frac{1}{T^2}$$
(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うるかを示すために、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

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

 $(1/2)h\nu$ 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

$$\langle E \rangle = \frac{h\nu}{e^{h\nu/k_{\rm B}T} - 1}$$
 (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 $\theta_D = h\nu_D/k_{\rm B}$ 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 $\sim T^3$ 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乗の積、 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。

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く比熱の山である。

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

	Shottky	磁気変態	b	β	Mol
	比熱の山 (K)	比熱の山 (K)	(J/mol-K)	(J/mol-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
$Mn(SO_4)2(NH_4)_{26}H_2O$		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((?)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。磁性体に十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られたエネルギー $g\mu_{\rm B}B$ 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

*T*₁ 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さげることができる。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。また磁場をかける為、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。0T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 31、 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 と 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。



図 2.3: 温度制御の原理

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 $\text{rms}=10\mu\text{K}$ 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、100mK以下の状態 を作り出す必要がある。Astro-E2に搭載される半導体型マイクロカロリメータは動作温度60mKで、 次世代型のTES-ETF型カロリメータも100mK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 2 K、最大磁場を 3 T 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 ~1000 Gauss 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、分子場近似であらわ 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 FAA(鉄ミョウバン)の特性

本 ADR では磁性体として鉄ミョウバン (FAA) を採用した。鉄ミョウバンは正確には硫酸アンモニ ウム鉄 (III)・12 水 [Fe2(SO4)3・(NH4)2SO4・24H2O] 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 時間を設定した。 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(?)があるので、これを図 2.4 に示す。FAA では 26mK 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 少させながら冷却する。この時の能力は T δ 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 60mK を持続出来る時間は、

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

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~1K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。


FIG. 3. The specific heats of CrK alum, FeNH₄ alum and Mn- $(NH_4)_2$ Tutton salt as a function of the absolute temperature.

図 2.4: FAA 及び代表的な磁性体の比熱。

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 300K からの流入熱は

$$2620/3600 = 0.728 \text{ W}$$
 (2.37)

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、

$$Q = \frac{S}{100} \times 4000 \times (300 - 4.2) = 728 \qquad S \sim 6.15 \times 10^{-2} \text{ cm}^2$$
(2.38)

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 1 ℓ 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

$$Q = 1(m) \times \sigma \times (300^4 - 4.2^4)(K) \sim 460 W$$
(2.39)

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。

4.2K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

2.3.1 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 : deector 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 まで磁化させた時の 発生する磁化熱は、式 2.28 より、

$$Q = T\delta S = 2(K) \times \frac{C \times 3(T)^2}{2\mu_0 \times 2(K)^2} \sim 196.7 \text{ J/mol}$$
(2.40)

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 (第 ??章を参照)。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 の熱伝導率を用うる。

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、熱浴とリンクをさせ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。

300K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。300K までの細かい設定については第??章に述べる。

2.3.3 saltpill

saltpill 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、

$$Q = 0.1 \times \sigma (2^4 - 0.1^4) \sim 0.1 \ \mu W \tag{2.41}$$

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 saltpill 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 saltpill 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、saltpill に磁場を作り出す。常温での抵抗値は 15.050 kΩ 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。デュワー内部は図2.5 に見るようにガラスエポキ 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ー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、7ℓ注入出来る。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ーム 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一旦 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。 ADR で最も重要な常磁性体のカプセル—saltpill 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 100mK 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。

本論文で冷却試験に使用した saltill 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 saltpill 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 saltpill 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。

3.1 材料の選択

3.1.1 冷媒としての常磁性塩結晶

磁気系を構成する磁気イオンのスピンは一般の外磁場のほかに、結晶内の電場およびスピン間の相 互作用に拘束される。内部のさまざまな作用は、磁場の無いときに完全に縮退しているスピンのエネ ルギー準位に分裂を起こす。分裂の大きさを ΔE_l とすれば、この影響は $\Delta E_l/k_B$ 程度の温度で現れ 始める。一方、 $\Delta E_l << k_B T$ の温度領域では、スピン準位は事実上縮退しているとみなしてよいので 常磁性的特性を示す。

断熱消磁による低温生成能は磁気系のエントロピー*S*によって定まっていると考えてよい。常磁 性領域では、スピン量子数を*J*とすれば、(2J+1)個の準位が縮退していることに伴って、磁気系は 1 mol あたり、S = Rln(2J+1)のエントロピーを持つ。ここで、*R*は気体定数*R* = 8.314*J/K/mol* である。このエントロピーは等温的に磁場を加えることによって大幅に減らすことができる。*T_i*K で 等温磁化に伴うエントロピーの変化を $\Delta S(H,T_i) = S(0,T_i) - S(H,T_i)$ とすれば、断熱的に磁場を取 り除く過程においてはエントロピーは変化しないので、

$$\Delta S(H,T_i) = \int_{T_f}^{T_i} \frac{C_M}{T} dT$$
(3.1)

とかける。ここで、 $C_M = -T (\partial S/\partial T)_{H=0}$ はゼロ磁場における磁気系の比熱で、式 (3.1.1) にした がって最低到達温度 T_f を定める。常磁性領域での磁化 M とエントロピー S、磁気比熱 C_M は次のよ うに示される。

$$M = Ng\mu_B \left[\frac{2J+1}{2}\coth\left(\frac{2J+1}{2}\alpha\right) - \frac{1}{2}\coth\frac{\alpha}{2}\right]$$
(3.2)

$$\frac{S}{R} = \alpha \coth \alpha - (2J+1) \alpha \coth (2J+1) \alpha + \ln \left[\frac{\sinh (2J+1) \alpha}{\sinh \alpha}\right]$$
(3.3)

$$C_M = R\alpha^2 \left[+ \frac{(2J+1)^2}{\sinh^2((2J+1)\alpha)} - \frac{1}{\sinh^2\alpha} \right]$$
(3.4)

ここで、*M* は磁化、*g* は gaunt factor、 μ_B はボーア磁子である。 $\alpha = g\mu_B H/k_B T$ とおいた。以下で示した各結晶でのエントロピー、磁化、比熱の値の計算は上式を用いている。

この節では断熱消磁冷却に用いられる磁性体結晶について検討する。以下では、各結晶を用いた場合の理論的な冷却能力を計算しているが、次の点について不確定な部分が含まれていることに注意す べきである。

- S-T 関係に使用している関数
- 実質の結晶量
- saltpill 3 号機に対する高温部からの流入熱
- 断熱消磁時の流入熱 (エントロピーの変化)
- saltpill 3 号機の、結晶以外の部品の各温度での熱容量

実質の結晶量とは saltpill 3 号機内部にて磁気冷凍に実質有効な磁性対体の量で、ミョウバンを使用 しているためこの中の水和物が抜けて磁気モーメント同士の典型的な距離が縮まり内部磁化が大きく なる可能性がある。また CPA は結晶がもろいため、熱伝導が著しく劣化して全体が等温にならず、 せっかく saltpill が冷えても detector table を冷やせなくなる可能性がある。またいままでの saltpill と違い、saltpill 3 号機は廃液の取り出し方法が難しく、重量から見積もられる結晶量の中には廃液も 含まれると思われ、実際の結晶量が少ないだけでなくこの廃液が徐々に結晶を破壊している可能性も ある。その他、結晶劣化の要因となるものは考えるときりがない。

saltpill 3 号機は構造が saltpill 1 号機と異なり、よって流入熱が変化していると考えられる。また 現実には完璧な断熱状態は無理なので、多少は断熱消磁時もエントロピーが上昇していると考えら れ、結晶量が少ないとこのエントロピー上昇が著しく到達温度が稼げないかもしれない。また saltpill 3 号機は今までのものよりも結晶以外の金属部分が多くなっているため、断熱消磁時に結晶が奪わな ければならない熱量が大きすぎて冷えない可能性もある。

FAA — Feric Ammonium Alum

鉄ミョウバンは、表 3.1 にその物質的特徴を示したが、分子式が [Fe(NH4)(SO4)₂.12H₂O] の水和物 で、結晶製作方法は比較的簡単なものの酸性が強いため取扱いには大変注意が必要な磁性体である。 強磁性相転移温度は 26mK、つまり理論的な断熱消磁の最低到達温度は約 30mK となる。現在の都 立大 ADR で使用しているソルトピルでは一号機 65mK 以下の到達温度を実現できない (平成 18 年 2 月 17 日現在) 原因は saltpill の結晶にある可能性が高いと考えられており、2,3 号機の製作に踏み





図 3.1: FAA のエントロピーの温度依存性(上)と 磁化の温度依存性(下)水色:0.022T,青:0.088T, 紫:0.105T,赤:2.82T,橙:6.0T

図 3.2: FAA の比熱の温度依存性水色:0.022T, 青:0.088T, 紫:0.105T, 赤:2.82T, 橙:6.0T

結晶名	Feric Ammonium Alum
化学式	$Fe(NH4)(SO4)_2.12H_2O$
融点	39 ~ 41 °C
密度	$1.71 \mathrm{~g/cm^3}$
分子量	482.18 g/mol
全角運動量量子数 J	5/2
gaunt factor	2

表 3.1: FAA の化学的組成

切った一番のきっかけはここにある。ただし結晶の製作方法は Wisconsin 大で十分確立されていて、 1,2号機でも同様の方法で製作されていること、2号機の冷却性能が結晶もれを起こしていたにも関 わらず1号機に近い値を出していること、1号機の冷却性能に経年変化がほとんどみられないことか ら、結晶状態のみを原因とするにはいささか疑問が残る。

分子場近似を用いた冷却能力の理論的限界

図??と図??にFAAの比熱、エントロピー、自由エネルギー、磁化の温度依存性についてそれぞれ等磁場曲線示した。

実験的には外部磁場がゼロの状態でショットキー比熱の山が26 mK にあることが Vilches,& Wheatley らにより測定されている。従って、図 3.2 では比熱の山を26 mK 付近にくる点を選ぶ。その点では 内部磁場が220 Gauss 程度である。外部磁場を0.105 T かけて80 mK で温度制御をする場合の冷却 能力を計算すると図 3.1 の黒色の斜線部に相当し、

$$T(K)\Delta S(J/K - mol) \times n(mol) = 0.08 \times 9.5 \times \frac{89.8}{482.2} = 0.142 \text{ J}$$
 (3.5)

と求まる。ADR 極低温部のセットアップから見積もられる典型的な He tank – saltpill 間の流入熱は 0.6-0.8µW で、温度計やカロリメータの発熱を無視すると保持時間は

$$\frac{0.142}{0.6 \sim 0.8 \times 10^{-6}} = 177500.0 \sim 236667 \sim 49.3 \sim 65 \text{hour}$$
(3.6)

以上のような計算から、理想的状態で冷却し、温度制御をすることができれば2日以上もの間80mK を維持することも可能であることが分かる。

実測に基づいた冷却能力の計算

図 3.1 に saltpill 1 号機の、実際の断熱消磁試験から見積もった S-T 関係図を示す。今の断熱消磁時の ADR の性能は最大磁場 2.82T(5.5A)、消磁開始温度 2.2K で、このセットアップでの到達温度が約 66mK なことから、saltpill 1 号機の FAA 結晶内部磁場は 880Gauss 程度と見積もられる。この結果を用いて S-T 関係図から、例として 80 mK の保持時間を計算した。ただし、分子場近似の影響で実測の S-T 曲線はずれる。しかし実測に合わせるためには数値計算を必要とするので細かい議論は省く。80 mK を保つ時に結晶が得る熱量は T Δ S(図 3.1 の濃橙色斜線部分)で、saltpill の他の部品、例えば SUS の外筒などの熱容量を無視するとこれは

$$T(K)\Delta S(J/K - mol) \times n(mol) = 0.08 \times 1.0 \times \frac{89.8}{482.2} = 0.0149 \text{ J}$$
 (3.7)

と求まる。これより、現状での80mKでの温度制御の限界時間を見積もると、

$$\frac{0.0149}{0.6 \sim 0.8 \times 10^{-6}} = 18625 \sim 24833 \sim 5.2 \sim 6.8 \text{hour}$$
(3.8)

となる。第5章で求めている温度制御時のパラメータから見積もられる制御時間は22.3ksec(6.2時間) である。この制御時間のずれはエントロピー変化の見積もりの粗さと分子場近似の実測値からのずれ 等を考慮すると、許容できる範囲で制御時間は見積もられていると言える。 磁化の温度依存性について 図??の下図には磁化の温度依存性を示してある。この図では磁化の最大値をとるようになる温度 が2.82 Tでの等磁場曲線では1 K 以下である。現状の実験条件では2.5 K で2.82 T の外部磁場をか けているが、この磁場強度では等温磁化の際に磁化が飽和することができない。逆に十分に磁化が飽 和するような磁場強度もこの図から明らかになり、その磁場は6T 程度となる。なお、さらに強い磁 場をかけても磁化曲線の右へのシフト幅は小さくなっていく。

比熱の温度依存性について

図 3.4の上図に CPA の比熱の温度依存性,*CT* 関係の図を示した。FAA を 100 mK で温度制御を行 う場合、内部磁化が最小のときは温度制御による磁場変化にしたがって、比熱も非常に小さい値にな る。しかし、現状では FAA は内部磁化として 880 Gauss 程度をつねにもつので、この場合は 100 mK で温度制御を行っても比熱はまったく変化しない。さらに言えば、紫と赤の線上で 100 mK で温度制 御を行うことは比熱の山のほとんどピークにいることになるので非常に有利な条件であることがわ かる。



CPA – Chromium Potassium sulfate Alum



図 3.3: CPA のエントロピーの温度依存性(上) と磁化の温度依存性(下)水色:0.01T,青:0.024T, 紫:0.1T,赤:2.82T,橙:6.0 T

図 3.4: CPA の比熱の温度依存性水色:0.01T, 青:0.024T, 紫:0.1T, 赤:2.82T, 橙:6.0 T

CPA は chromic potassium alum の略で、分子式は $[CrK(SO4)_2.12H_2O]$ 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 と軌道核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た。結晶生成 上問題となったのは結晶の成長速度が FAA に比べ著しくおそいのと、非常にもろいため排液除去が 難しい点である。

結晶名	$\label{eq:chromium} Chromium (III) \ {\rm potassium \ sulfate \ dodecahydrate}$
化学式	$\rm CrK_8SO_2 \cdot 12H_2O$
融点	$89^{\circ}C$
密度	$1.83 \mathrm{~g/cm^3}$
分子量	499.3836 g/mol
全角運動量量子数 J	3/2
gaunt factor	1.97

表 3.2: CPA の化学的組成

分子場近似を用いた冷却能力の理論的限界の計算

実験的には外部磁場がゼロの状態でショットキー比熱の山が 10 mK にあることが知られている。 従って、図 3.4 では比熱の山を 10 mK 付近にくる点を選ぶ。その点では内部磁場が 120 Gauss 程度で ある。外部磁場を 0.105 T かけて 50 mK で温度制御をする場合の冷却能力を計算すると図 3.3 の黒 色の斜線部に相当し、これにより結晶を 50 g と考えた場合の 50 mK を保持するのに使われる熱量、 冷却能力は、

$$T(K)\Delta S(J/K - mol) \times n(mol) = 0.05 \times 9.6 \times \frac{50}{499.386} = 0.0481 \text{ J}$$
 (3.9)

と求まる。ADR 極低温部のセットアップから見積もられる典型的な He tank – saltpill 間の流入熱は 0.6-0.8µW で、温度計やカロリメータの発熱を無視すると保持時間は

$$\frac{0.0481}{0.6 \sim 0.8 \times 10^{-6}} = 60125 \sim 80166 \sim 16.7 \sim 22.3 \text{hour}$$
(3.10)

と計算される。

磁化の温度依存性について

CPAの磁化の最大値も FAA と比較すると小さくなっている。しかし、だから磁化が飽和するのに 必要な外部磁場が小さくできるわけではないことが図 3.3 からわかる。まだ 2.82T では十分に磁化 していない状態であり、やはり十分に磁化させるためには 6T 程度は必要である。

比熱の温度依存性について

図 3.4 の上図に CPA の比熱の温度依存性,*CT* 関係の図を示した。この図より、例えば 100 mK で 温度制御を行う場合、磁場が次第に小さくなるにつれて、比熱も急激に小さくなっていることが示さ れる。このために温度制御時の電流値がとても小さいときには、急激に制御電流が小さくなっていく ことが理解される。より低温で温度制御を行った場合、比較的比熱がおおきく、さらに磁場を弱くし たときにも比熱の変化が小さいことがわかる。このため、より低温で温度制御を行うことは比熱の側 面からも非常に有利であると言える。

GGG – Gallium Gadolinium Garnet

GGGは15K以下で多く使用されているガーネット系磁性体である。従来から使用されている水和 物系の磁性材料 (FAA, CPA等)は反強磁性転移温度が~0.03 Kと低くエントロピー変化も十分に得





図 3.5: GGG のエントロピーの温度依存性 (上) と磁化の温度依存性 (下) 水色:0.4T, 青:0.67T, 紫:1.0T, 橙:6.00T

図 3.6: GGG の比熱の温度依存性水色:0.4T, 青:0.67T, 紫:1.0T, 橙:6.00T

結晶名	Gallium Gadolinium Garnet
化学式	$\mathrm{Gd}_3\mathrm{Ga}_5\mathrm{O}_1\mathrm{2}$
面方位	$(111) \pm 0.5^{\circ}$
成長方法	[111]
育成方法	Czochralski (ただし単結晶)
結晶構造	cubic, a= 12.376 Å
融点	$1800^{\circ}\mathrm{C}$
密度	$7.093~{ m g/cm^3}$
硬度	8 モース硬度
屈折率	1.95
分子量	2499
全角運動量量子数	7/2
gaunt factor	2

表 3.3: GGG の化学的組成

られるが化学的安定性に乏しく結晶成長が難しいのに対し、がーネット系磁性体は安定性、熱伝導性 に優れ、高品位単結晶の育成が可能である。

GGG の特徴として磁気的側面では (1) J=7/2 と大きい。(2) 相転移点が $T_N=0.8$ Kと低いことが あげられる。また、熱的な面からは (3) 格子エントロピー S_L が 15 K 以下で無視できること、(4) 熱 伝導性が優れている (4.2 K で~1W/cmK 以上) こと等があげられる。以上のようなミクロな物性の 他に (5) 工業的に大きな完全結晶が得られること、(6) 化学的安定性, および (7) 加工性に優れている こと,(8) 熱履歴に比較的強いなどの特徴がある。

しかし、ゼロ磁場比熱のピークが 0.85 K に存在するため、断熱消磁によって得られる最低到達温 度が 0.5 K 以下を切ることが難しく、1 K 以下の ADR には不向きとされてきた。 分子場近似を用いた冷却能力の理論的限界の計算

実験的には外部磁場がゼロの状態で比熱の山が 0.85 K にあることが知られている。従って、図 3.6 では比熱の山を 0.85 K 付近にくる点を選ぶ。その点では内部磁場が 0.4 T 程度である。磁場を 1.0 T かけて 0.5 K で温度制御をする場合の冷却能力を計算すると図 ??の黒色の斜線部に相当し、GGG が 50 g である場合の 0.5 K での冷却能右力は

$$T(K)\Delta S(J/K - mol) \times n(mol) = 0.5 \times 2.5 \times \frac{50}{2499} = 0.0250 \text{ J}$$
 (3.11)

と求まる。ADR 極低温部のセットアップから見積もられる典型的な He tank – saltpill 間の流入熱は 0.6-0.8µW で、温度計やカロリメータの発熱を無視すると保持時間は

$$\frac{0.0250}{0.6 \sim 0.8 \times 10^{-6}} = 31250 \sim 41667 \sim 8.7 \sim 11.6 \text{hour}$$
(3.12)

実用上、GGGで実現可能な到達温度ではカロリメータの動作には適さないので多段式冷凍機の高 温部分に用いられる。

3.1.2 金線

ソルトピルにおける金線はミョウバンの多結晶の熱伝導度を補い、ソルトピルをすばやく熱平衡に するために用いられる。その目的のためには金線の純度、ヒートスイッチとの接続方法、張り方など が重要な要素になってきており、都立大で製作してきたソルトピルが抱えてきた技術的な限界の部分 でもある。

今後、十分な冷却性能をもつソルトピルを作成するためにはこの部分の改善が構造面での非常に重要な鍵を握っていると考えてよい。以下では、本研究で用いられている金線の RRR、熱伝導度等を 検討する。

RRR(残留抵抗率)

不純物や格子欠陥の数は数百度 C 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 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。

Wiedemann-Franz 則

Wiedemann-Franz 則は電子を気体として取扱えることを意味する関係で、次のように導出される。 電気伝導度 σ として

$$\sigma = \frac{ne^2\tau}{m} \tag{3.14}$$

また、熱伝導率 κ として、

$$\kappa = \frac{1}{3}cvl \tag{3.15}$$

を用い、フェルミ気体である電子の比熱に対して、

$$c_e = \frac{1}{2}\pi^2 nk_B \cdot \frac{k_B T}{\epsilon_F} \tag{3.16}$$

$$\epsilon_F = \frac{1}{2}mv_F^2 \tag{3.17}$$

から、

$$\kappa = \frac{\pi^2}{3} \cdot \frac{nk_B^2 T}{mv_F^2} \cdot v_F \cdot l = \frac{\pi^2 nk_B^2 T\tau}{3m}$$
(3.18)

として表すと、

$$\frac{\kappa}{\sigma} = \frac{\pi^2 n k_B^2 T \tau / 3m}{n e^2 \tau / m} = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e}\right)^2 T \equiv LT \tag{3.19}$$

となる。Lは物質によらない定数でローレンツ数と呼ばれる。

しかしながら、低温 (T $\ll \theta$) においては、L の値は減少する。 θ はデバイ温度である。純粋な銅の 場合、15K 近傍では L の値は上式の値よりも一桁ほど小さい。その理由は、 κ を決定する衝突の過程 と σ を決定する衝突の過程とが違うことによる。熱的な緩和時間 τ_{th} と電気的な緩和時間 τ_{el} が異なる場合、

$$L = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e}\right)^2 \frac{\tau_{th}}{\tau_{el}} \tag{3.20}$$

となる。ここで、緩和時間 τ は平均自由行程 l および速度 v の間に $l=\tau v$ の関係にある。

測定と結果

我々の CPA 結晶作製用に用いている 200um 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 195mm 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 端子測定した結果は以下である。XRS2 では、RRR がこの 1.7-1.8 倍ぐら いだが、我々の Au wire も真空中でアニール (@400)することを検討すべきである。

温度	R(m)	m /cm	測定レンジ等		コメント	
$300 \mathrm{K}$	136.5 ± 0.2	6.7	$200 \mathrm{m}$	$,20\mathrm{uV},10\mathrm{sec}$	$\sim 6.5 \mathrm{m}$	が半田部分
$4.2 \mathrm{K}$	1.010	0.52	$200 \mathrm{m}$	$,20\mathrm{uV},10\mathrm{sec}$		
4.2K	1.02772	0.53	$2\mathrm{m}$,20uV,10sec		

表 3.4: 各温度での金線の抵抗値測定結果

XRS2 @ NASA でも残留抵抗を計算しており"5u "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 0.2-0.3mm で長さまでは不明だが、都立大と 1.5 倍も変わらないだろう。XRS2 における RRR は

$$RRR = { 常温抵抗値 \over 超伝導転移直前の抵抗値} ~ 220 - 240$$
 (3.21)

と報告しており、都立大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 を行っていることによると考えられる。

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 5um 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。

熱伝導度

ソルトピル支持材である SUS304 と金線、FAA 結晶、CPA 結晶の熱伝導度を見積もった。

3.1. 材料の選択

Wiedemann-Franz 則によれば、電子の熱伝導度 G は電気抵抗 R、温度 T との間で

$$G = \frac{L_n T}{R} \tag{3.22}$$

の関係にある。saltpill に用いられる Au wire はヒートスイッチ側から detector stage 側まで 10cm で、Wiedemann-Franz 則から熱伝導度を計算すると、10cm の Au wire が 160 本として 0.1K では、

$$G_{Au} = \frac{Ln}{75 \times 10^{-3} \Omega} \times 0.1K \times 160 \, \mathbf{a} \sim 6uW/K \tag{3.23}$$

ここで、ローレンツ数はLn = 24.5 nW/ /K² である。

CrK ミョウバンの熱伝導度 G_{CPA} は Kurti ら、Bijl(1.4 – 3.9 K), Garrett (0.16 – 0.29 K) によっ て測定され、次のように書ける。

$$G_{CPA} = 5.3T^3 \times 10^{-2} [W/cm \cdot K] (0.16 - 0.29K) = 5.3 \times 10^{-5} = 53\mu W/cm \cdot K$$
(3.24)

フォノンによる熱伝導度の式は次のように書ける。

$$G = \frac{1}{3}cvL \tag{3.25}$$

ただし、cは比熱、vとLはそれぞれ媒体の速度と平均自由行程である。熱は金属中ではフォノンと電子、非金属ではフォノンによって運ばれる。

格子比熱が $C_L \sim 10^{-5} T^3 [J/cm^3/K]$ 、フォノン速度を v ~ $10^5 [cm/s]$ よりフォノンの平均自由行程 1は、熱伝導率の公式より l ~ 2mm と出る。従って、数 mm 程度の厚さの単結晶では、塩の温度は常 に一様と見なしうる。この程度の温度では平均自由行程 l は結晶の大きさで決るので塩を粉末化する と、結晶粒の大きさにより熱伝導度は数分の l から 1/50 に劣化するので注意する必要がある。

SUS304の極低温での熱伝導度は

$$G(T = 0.1K)_{SUS} = 2.8 \times 0.1 \ K^{0.741} = 508.3 mW/cm \cdot K$$
(3.26)

現在の saltpill は 25mm である。結晶の熱伝導度の方が断面積で考えると大きくなり、ただし複数の結晶間で熱伝導は圧倒的に小さいので、これを金線で補う形の設計方針になる。次に、1mm 厚の結晶の熱伝導を金線が補うとすると、まず 1mm 厚の結晶の熱伝導度が,

$$G_{CPA} = 2.6 \ W/K@100mK/1mm, 0.33 \ W/K@50mK/1mm, 0.02 \ W/K@20mK/1mm$$
(3.27)

であるのに対して、金線 1mm の熱伝導度は、Wiedemann-Franz 則によれば、

$$G_{Au1mm}0.6mW/K@100mK, 0.3mW/K@50mK, 0.12mW/K@20mK$$
 (3.28)

となり、金線の熱伝導度がボトルネックになることがわかる。したがって、金線は加工にこだわでき るだけ母結晶を少なくしてまたは、1つあたりの結晶を大きくするのが理想的である。特にこのよう な結晶サイズを考慮した冷却実験が Vilches and Wheatley(1966) らにより行われている。

3.2 saltpill 3号機の製作

3.2.1 構造上の理論的難点と今回の saltpill 3 号機構造



図 3.7: saltpillの基本構造図。熱伝導性を高めるため金線を張っている。

図 3.7 にこれまでの saltpill の構造を示す。基本的な構造は Wisconsin 大学で製作されているロケット実験用 saltpill と同様である。中に再結晶化される冷媒結晶は極低温にてほぼ等温状態にしなけれ ばならないため、結晶内部には磁場に平行な方向に 160 本の金線を張り、これを熱スイッチ側 (以下 HS 側) と detector table 側 (以下 dete 側) に飛び出す構造になっている。ここを常温大気圧から真空 極低温まで耐えられるようにするのが難しい。組み立て上、両側のフタと側面の外筒との接続方法も 問題となる。

東芝研究所では、張った金線を HS 側および dete 側の熱リンク用銅部品に半田付けし、半田を硫酸から守るためここをスタイキャストで保護した。その後外筒とふたとを溶接して密封した。スタイキャクトと溶接部分は 10mm 程度しか離れておらず、SUS の溶接には 2500 度程度まで温度があがる。それに対してスタイキャストは耐高温性の優れた物でも 180 度までしか耐えられないため、5,6台製作しながらスタイキャストの塗装方法と溶接方法を最適化する必要があった。

自作した saltpill 2 号機は溶接ではなく、接続には全てスタイキャストで行うという方式をとった。 この場合溶接によるスタイキャストの劣化はないものの、スタイキャストに耐外圧性、耐極低温性が どこまであるかが課題となった。結果として 2 号機は最低到達温度 150mK、実験から計算される内 部磁化は 920-960 Gauss であり、1 号機とほぼ変わらない冷却性能があったが、スタイキャストで接 着していた部分が熱サイクルに耐えられず、冷却中に結晶もれを起こしていた。



図 3.8: saltpill 3 号機の基本構造図。全長が変わらないまま、ふたにツバをつけた形をしている。

よって3号機の目標としては、結晶の製作方法ではなく熱サイクルに耐えられるカプセル構造が第 一目標となった。これより3号機の構造は図3.8のような構造を採用した。溶接を可能とするため、

3.3. 結晶の種類と製作方法について

ふたにツバをつけ外筒とこれを溶接することで、確実な密封性が得られると同時に距離を保つのでふたの温度が低く保てる。ただし全長を変えることはできないため、容積は減って部品重量が増えることになる。

3.3 結晶の種類と製作方法について

3.4 試験結果



図 3.9: 完成した saltpill 3 号機 (手前の銀色) と saltpill 1 号機 (奥の金色)。



図 3.10: 冷凍機にセットした satpill 3 号機。図 は detector table 側。





図 3.12: 等温磁化および断熱消磁時の磁場と温 度の関係図。

図 3.11: 等温磁化および断熱消磁時の温度およびマグネット電流曲線。

ひにち (色)	構成	消磁開始温度	最大磁場	到達温度	内部磁場	消磁時間
041221(赤)	CPA-dete no3	2.41K	2.82T	$224 \mathrm{mK}$	2621Gauss	40min
050104(黒)	FAA-dete no3	2.25K	$2.82\mathrm{T}$	$66.4\mathrm{mK}$	832Gauss	66min
050206(緑)	FAA-dete no4	$2.65 \mathrm{K}$	2.82T	$77.8\mathrm{mK}$	828Gauss	45min
041103(青)	FAA-dete no4	2.60K	2.82T	84mK	912Gauss	10min

表 3.5: 図 3.11,3.12 中の各実験 data

完成した saltpill 3 号機は全重量 214.14 g、CPA の充填量は 58.30 gとなった。カプセル内部の容積 は 35.59 cm³ と見積もられ、これより最大充填可能量は 65.13 gとなるので、よって充填率 89.5%と 計算される。問題は非結晶状態にある CPA 量で、CPA 結晶はもろいため結晶作製の際、スポイトを 使って排液除去を行なった。このため取り切れなかった排液がカプセルに多く残っている可能性があ る。完成後に溶液注入口は短く切ったあと封じ切りしたのだが、それでもこの部分が detector table にぶつかってしまうためパイプをおり曲げた。完成時および ADR 導入時の saltpill を図 3.9,3.10 に 示す。

冷却試験は 2004 年 12 月 21 日に行なった。ケブラーワイヤで支える部分に多少変更が生じている が、基本的なセットアップは saltpill 1 号機と同様である。ただし万が一結晶が大量に漏れた場合に 備えて、detector table は最外殻に酸に強い Nb を使用している table 3 号機を使用した。温度計は 普段使用している RX-102A(RuO 温度計)をマウント。この冷却試験結果を図 3.11, 3.12 の赤、また 表 3.5 に示す¹。結果として今回の saltpill 3 号機の 1 回目の冷却では最低到達温度が 224 mK とまっ たく奮わなかった。冷却効率を示す内部磁化も約 2620 Gauss と過去最悪に近い値となってしまった。

図 3.11 は断熱消磁時の温度(上) および超伝導マグネット電流(下)の時間変化をおったもので、こ れをみるかぎり冷却サイクルはほぼ正常な動きを示している。また図 3.12 は横軸にマグネット磁場強 度、縦軸に温度をとって冷却時の両者の相関をとったもので、最大磁場からほぼ直線に斜めに走る部 分が断熱消磁時の動きとなる。赤線が saltpill 3 号機のものだがほぼ直線関係になっていることより、 断熱消磁課程でなんらかの突発的な発熱や低効率化させる外力(例えば振動など)が発生したとは考え にくい。また最低温度に達した後十分長い時間その温度を保っていたため、余計な流入熱があったと は考えられない。試しに FAA をのせた saltpill 1 号機の種々の冷却試験を同じ図上にのせてみた。各 試験結果は同じセットアップの detector table 3 号機を使用した場合(050104 黒)、ヒートスイッチの 調子が悪く、さらに断熱消磁中に電流上昇させてしまった場合(050206 緑)、人為ミスによって最短 時間で断熱消磁を試みるはめになった場合(041104 青)をのせている。後の2 data は detector table 4 号機を使用していることに注意。これらをみてみると、例えば青および緑は開始温度が高くてもそ の分大きな傾きで 100mK 以下になっており、緑に至っては途中発熱していても最低温度の部分では 元の直線上にほぼちゃんと戻って青に追いついている。結論からいえばどんな乱暴な消磁を行なって も、1,2 割は効率が悪くなるとはいえ saltpill が正常であれば冷えるはずである。冷却サイクルに問題

¹dete no3 は旧式で最外殻に Nb を使用した detector table 3 号機のこと、dete no4 は μ -metal を最外殻 にした最新の detector table 4 号機。

があった可能性はとても低い。

saltpill 重量は冷却試験後に 213.59 gと測定され 0.5 gほど減っていた。封じ切り部分に結晶の漏れた後があり、封じ切り部分にまだ若干の改良が必要と思われる。

3.4.1 比熱測定

結晶状態および外部からの熱流入量を概算するため、断熱消磁後に簡単な比熱測定をおこなった。 方法は温度計をW(W)だけ発熱させ、この時の温度上昇の大きさを測定する。通常時の流入熱P(J/s)として、その温度での saltpill の比熱をC(J/K)とすれば、Wと温度変化、発熱時間より連立方程式を 作って C と P が分かる。これの測定誤差はとても大きいが大体の値は確認できる。3回行なっての実験 結果より見積もると saltpill 3 号機全体で 0.37~0.55 J/K、CPA のみに直すと 0.3~0.48 J/K となり、 CPA の文献予測値 0.11~0.14 J/K よりも 3~4 倍ある値となった。ちなみに流入熱 P は 0.58~0.87 μ W と計算され、ほぼ ADR の設計値なのでこの点からも高温部に触れている可能性はないと思われる。

3.5 X線発生装置を用いたレントゲン撮影実験

最低到達温度が奮わなかった理由のひとつに充填量が問題となっている可能性が捨て切れなかったため、そこで理研にある硬X線発生装置を用いての、saltpillのレントゲン撮影を試みた。

理化学研究所に最近導入された X 線発生装置 EXM101 は高電圧 100kV、emission 電流 0.83mA で 空冷式のコンパクトな装置である²。スポットサイズは 0.1 mm と小さく、W target 使用。これで発生 させた X 線を光源とし、saltpill をはさんでレントゲンフィルムを置くことで saltpill の非破壊検査が 可能である。実際、測定前に 100keV まで saltpill 各部品の X 線透過率を計算してみると図 3.13 のよ うになった。物質の存在量は、ステンレスを全て鉄と考え、CPA 20 mm 厚 (化学式より Cr 528 μ m、 K 3260 μ m、S 2220 μ m と計算)、Fe 2 mm 厚、Au 0.1 mm 厚を想定した。これより Fe が全般的に X 線強度を下げることになり、これを有意に透過しだす 50 keV の X 線で、Au 及び CPA による強度変 化の様子をみることになる。また Au の吸収が 80 keV 付近で顕著にあるので、80 keV 以上の X 線が Au と CPA を画像中で識別するネックとなる。ただし CPA の溶液と結晶はさすがに分離しては識別 できないと予想される。

実験の様子を図 3.14~3.17に示す。X 線フィルムはポラロイド式の Type 52(高感度) および 51HC(高 解像度)を使用した。セットアップでは発生装置 — フィルム間を 50~65 cm で行ない、基本的には saltpill — フィルム間が約 3 cm と近い場合と、発生装置 — フィルム間を 30 cm 程度と短くするこ とで拡大写真を取れる場合の 2 パターンで行なった。また途中から、コンプトン散乱した成分による 影響をなくすために浮かしたりした。実験中はもちろん室内立ち入り禁止。照射時間は Type 52 の 時で 120~150 s、Type 51HC の時で 600~660 s。HV はいずれも 100 keV MAX にセット。emission 電流は自動で最大出力に最適化されるようになっており、この時は 500µA。

²「X線発生装置 EXM101の試用」理研・宇宙放射線研究室・三原さん著を参照



図 3.13: saltpill 3 号機の各構成部品の予測 X 線透過率。ステンレスを Fe とし、それぞれ CPA 20 mm 厚、Fe 2 mm 厚、Au 0.1 mm 厚と想定。





図 3.14: 理化学研究所の X 線発生装置、EXM101 の外観。

図 3.15: EXM101 の X 線出射窓。カプトンテー プで保護。

撮影は計 10 枚行なったが、このうちの代表的なものを図 3.18 ~3.20 に示す³。いずれも detector table 側を撮影したもので溶液注入用パイプが端に見える。図 3.18 では銅リンクへ金線が束になって 接続され、その手前から張り板によってカプセルの円筒全体に広げられて筒内を平行にはしっている 様子がよく分かる。張り板のように見えるのは張り棒 (アクリル)を固定する M2.6 ナット (SUS) で ある。金線は完成後も熱リンクとして問題ない様子で、銅リンクも酸による大きな影響を受けている

³けっこうがんばったんですがスキャニングの限界であまり細かい部分はみえません。もっときれいな絵は jpeg file でどうぞ。



EXM101 の様子。奥の黒い箱が ⊠ 3.16: EXM101 で、手前に satpill を置き、その裏に X 線写真フィルムを置く。図は散乱成分を気にして 真が撮りたいため距離をおいた。 浮かしたところ。



図 3.17: EXM101 側からみた様子。図は拡大写



図 3.18: レントゲン撮影実験で得られた saltpill 3 号機の内部写真。detecto table 側を拡大。Type 52 使用。



図 3.19: 拡大せずに撮影したもの。Type 52 使用。淵が少しぼやけている。



図 3.20: Type 51HC を使用したもの。解像度がよい。

ようではない。さて銅リンクの周辺部だけ薄くなっており、この周辺は結晶が少ない可能性が高い。 これは図 3.20 をみるとさらに顕著で、銅リンク周辺まで再結晶化させようとするとパイプ注入口部 分まで溶液を十分いれる必要があるため結晶がないのはもっともらしい。図 3.20 は高解像度の Type 51HC で撮影してみたものだが、これだとさらに銅リンク周辺の隙間が顕著になっている。ただし筒 の下側も白く見えるが、これは散乱成分の影響と思われる。さらにヒートスイッチ側にも隙間は確認 されたが、こちらは銅リンク側ではなく張り板側に広がって白い部分がある。これは CPA 溶液注入 時はヒートスイッチ側は下になるが、結晶が張り板の真下を完全に埋めるまで育つ前に、先に育った 結晶が張り板より下を閉ざしてしまうのではないかと思われる。ただし溶液さえあれば透過率は一緒 なので、何か別の物質になっている可能性もある。

結論としては、やはり張り板および銅リンク周辺にわずかな隙間がみられる。ただし実験結果を十 分説明する程の隙間ではない。またこのような実験をすることで saltpill 完成後の内部構造を確認す ることが可能であることを示せた。最後に金線構造の様子を図 3.21 に示す。

3.6 構成部品の比熱や CPA 結晶構造について

今回の saltpill 3 号機では溶接方式にするため金属の体積が増え CPA 結晶容積が減少している。具体的な値としては、SUS の断面積が 1 号機の倍の 15 %に達し、体積も約 23 %増加して 13.4 cm³ になっている。これより比熱は大きく見積もって 0.05 J/K となる。銅など他の部品は無視できるとしても今回の CPA 結晶の比熱理論値は 0.11~0.14 J/K より、構成部品の比熱は決して無視できる値ではない。

実験後に結晶状態を確認すると、同じ生成方法でできた結晶が六方晶体があることが分かった。これを図 3.22 に示す。参考のため FAA 結晶を図 3.23 に示したが、FAA の方はちゃんと八面体になっている。六方晶体になるには 12 水和物ではなく 6 水和物になる必要があり、常磁性体として磁気スピン間距離を決める水和物の量が単純に半分になっていることになる。磁気比熱は内部磁場の 2 乗に比例するため、比熱測定結果 (3.4.1 章) が 3~4 倍になっているのはこれに合う。



図 3.21: 金線を束にして銅リンクに半田つけするところ。



図 3.22: saltpill 3 号機の再結晶方法と同じ方法 図 3.23: 作製した で作製した CPA 結晶。六方晶体になっている。 consin 大と同様。

図 3.23: 作製した FAA 結晶。再結晶方法は Wisconsin 大と同様。

3.7 考察

saltpill の条件としては以下の 5 つが求められる。

- 耐極低温性
- 耐外圧性
- 耐強酸性

- 熱伝導性
- 外部から結晶溶液を注入して内部で再結晶化できる

結論からすると saltpill 3 号機は、上のうち再結晶化した結晶状態に問題があると思われる。すな わちカプセルとしての密封性は十分クリアしており、3.4 章で示したように封じ切り部に若干の改良 が必要なものの大きな変更はいらないだろう。問題はなぜ六方晶体が作製されたかで、水和物数は再 結晶化時に飽和溶液を作る時の温度に依存するはずだが、作製時の温度および放置時の温度、また放 置時温度の時間変化速度をいろいろ変えても全て六方晶体になった。高純度化学研究所からは 12 水 和物のものを購入しているため、蒸留水で過飽和溶液を作る方式に問題がある可能性はあるが、はっ きりしたことは分からない。

また saltpill 3 号機は密封性を高めるため CPA 結晶量を減らし構成部品重量を増加させている。特 に SUS 量が saltpill 全体の比熱の中で大きな割合になっているので、断熱消磁に少なからず悪影響を 与えているはずである。上記では結晶が六方晶体であったことから、磁性体の内部磁場が約2倍に なっているとすれば比熱の実験値が3~4倍であったことが説明できるとしたが、理想的な CPA 結晶 の内部磁化は100~200 Gauss とあり、冷却試験結果の2620 Gauss を到底説明できない。この理由の ひとつに比熱である可能性がある。

3.8 CPA 結晶の作成法についての検討

これまでに行ってきた実験結果を検討すると、結晶構造の変化により6水和物の CPA 結晶が作ら れていることが疑われる。そこで、結晶作成法の検討を行いより厳重な温度管理条件での結晶作成を 行った。これまでの結晶作成法は 32^{circ}C に温めた純水に CPA 原料結晶を溶かし漏斗で漉した飽和 溶液をソルトピルに注入し、冷蔵庫で保管していた。

再結晶法での結晶析出時には温度管理が重要で、なるべく緩やかな温度変化のもとで析出した結晶 のみが 12 水和物となることができることが確認できた。

3.9 CPA 結晶の X 線粉末回折実験

2005年10月28日から11月1日にかけて、都立大共通実験室のX線粉末回折装置(X-ray powder Diffract meter:XRD)を用いて、再結晶法により析出した昨年度と今年度のCPA(Chromium(III)Potassium Alum:硫酸クロムカリウム)結晶の結晶解析を行った。昨年度作った結晶と今年度作った結晶には大 きな違いは見られなかったが、水和物を扱うため測定方法にまだ確立していないところがあり今後ま だ改善の余地がある。また、ラウエ実験を含めて他の検証方法も考えていきたい。

3.9.1 目的

断熱消磁冷凍機に使用するソルトピルとして CPA 結晶を作成しているがこれまでに行った冷却実 験では予想される温度領域まで冷却することができなかった。この原因として結晶が正確に 12 水和 物ではなく6水和物が混入しているためソルトピル内の磁性塩結晶の結晶構造が変化したために十分 に下がらなかったと疑われる。そこで、温度管理を行い正確な12水和物の作成を目指している。再 結晶法で析出させた八面体の CPA 結晶が12水和物かどうか調べ、昨年度作成した六方晶体の CPA 結晶との構造の違いを調べるためにX線回折実験を行った。

3.9.2 原理

面間隔 dをもった格子面に角度 θ で X 線 (波長 λ) で入射し反射する場合、格子面の第一層で反射 した X 線と第二層で反射した X 線の間には $2d \sin \theta$ だけの行路差が生じ、この行路差が波長の整数倍 $(n\lambda)$ に等しい時、反射 X 線は互いに干渉して、強度が強くなる。すなわち、 $2d \sin \theta = n\lambda$ で表され るプラッグ条件の式を満たす時に回折現象が起きる。これを利用して XRD では、試量を中心とした 円周に沿って計数管を回転させると、回折 X 線強度が計数管の角度 2θ の関数として記録される。こ れから、格子間隔 d がプラッグの条件式から求まることとなる。

3.9.3 測定した試料

測定した試料は、昨年度作成した結晶 (図 3.24) と今年度作成した結晶 (図 3.25) である。今年度の 結晶の作成方法は、CPA 粉末 (高純度化学研究所社製)を室温で水に溶かして、恒温層内で 23~15 ° Cまで 1 時間に 0.5 °C のペースで 36 時間かけてゆっくり冷やした。X 線回折実験を行うため試料を 粉末 (図 3.26) にして、ガラス製のスライドガラスの上にアピエゾン N を塗って CPA 粉末を乗せ、乾 燥を防ぐためラップをかぶせてテープで留めた。



図 3.24: 2004 年度に作成した CPA 結晶



図 3.25: 2005 年度に作成した結晶

3.9.4 測定環境、条件設定

都立大共通実験室のX線粉末回折装置 (X-ray powder Diffract meter :XRD) を用いて測定を行った。 測定方法は FT 法、スキャン軸は 2θ/θ、ステップは 2θ、一点の計測時間は 2sec、測定範囲は 5~ 90deg、ステップ幅は 0.1deg で行った。X 線は 40kV、100mA をかけて発生させ、Cu K_α(1.54 [Å])



図 3.26: 粉末にした CPA 結晶

だけがモノクロメーターによって出て来る。発散スリット及び散乱スリットは 1.0deg、受光スリットは 0.60mm に設定した。

今回測定した各試料のパラメータを表 3.6 にまとめる。

測定	試料	接着方法	
#1	CPA 結晶 (2005 年度作成)	アピエゾン N + ラップ	
#2	CPA 結晶 (2004 年度作成)	アピエゾン N + ラップ	
#3	なし	アピエゾン N + ラップ	
#4	なし	アピエゾン N	

表 3.6: 測定した各試料のパラメータ

3.9.5 測定結果

以下に測定で得られた生データを示す。図の横軸が回転角度 θ 、縦軸がカウント数になっている。 ー見したところあまり大きな構造の違いは見られないが、ラインの強度比に違いが多少見られる。ま た同時に接着剤や乾燥防止のために付けたラップの影響はあるもののそれらバックグラウンドの影響 は特徴的な角度に出て来るのでその部分は無視して考えることができる。

3.9.6 考察

得られた測定結果の比較を行い文献値との比較も行っていく。

3.9.7 得られた測定結果の比較

まず最初に、2005 年度と 2004 年度の CPA 結晶から得られたデータを重ねて比較してみたものが図 3.31 で、アピエゾン N + ラップのみのデータでそれぞれのデータを規格化したものが図 3.32 である。



図 3.27: CPA 結晶 (2005年度作成)を X 線回折し 図 3.28: CPA 結晶 (2004年度作成)を X 線回折し たときの生データ たときの生データ



図 3.29: アピエゾン N + ラップを X 線回折した 図 3.30: アピエゾン N + スライドガラスを X 線 ときの生データ 回折したときの生データ

生データの結果に見られるように 10~40 度の間に主な構造が集中しているのでその部分を拡大し て比較してみる。生データを拡大したものが図 3.33 で、規格化したものを拡大したものが図 3.34 で ある。

各ラインの角度はほぼ等しく結晶構造の違いはあまり見られないが 2005 年度と 2004 年度のライン の強度比に差があることがわかる。(回折角に違いがほぼ見られないので、ほぼ同じもの?)

文献値との比較

得られた測定結果と文献値を比較してみる。文献値として"Powder diffraction file"(JCPDS-International Centre for Diffraction Data)を用いる。測定結果と文献値との比較を表 3.7 にまとめる。文献値と測定





図 3.33: 図 3.31 の 10~40 度を拡大したもの。

図 3.34: 図 3.32 の 10~40 度を拡大したもの。

第3章 ソルトピル – 磁性塩結晶カプセルの検討と作成

結果を比較したところ、見えているものと見えていないものがあった。測定結果の値は con+gaussian でフィットしたときの値であり、また、()内の数字はそのときのノーマリゼーションの値である。見 えているラインはほぼ一緒で強度の差は多少あるものの明らかに結晶構造の違いとは考えにくい。両 者とも 12 水和物と 6 水和物との混合物と考えるのが妥当である。

3.9.8 今後の課題

今回の一連の実験中で、CPA 結晶を粉末状にした際に水和物が変質してしまうのではないかという問題が生じた。ラップをするということで今回は対応したがまだそれでは十分ではないのかもしれないので今後対処法を考える必要があるであろう。また、結晶の元となる CPA 粉末 (高純度化学研究所社製)のX線解析を行い、文献値や今回の測定結果と比較することも考えたい。

1.5×10⁴

104

5000

モデルパターン (20)	面指数	d [Å]	2005CPA	2004CPA
12 水和物				
20.9 (100)	220	4.312	20.66(3.16)	20.69(4.74)
28.2 (45)	321	3.257	なし	なし
22.3(40)	221	4.060	なし	なし
16.4(30)	210	5.45	不明 (BG の中)	不明 (BG の中)
24.8(30)	311	3.670	なし	なし
30.3~(25)	400	3.046	30.18(0.75)	30.23(1.16)
12.6(20)	111	7.0	12.62(0.96)	12.71(1.43)
33.4(20)	331	2.796	33.19(2.03)	なし
34.4(18)	420	2.725	34.38(0.88)	34.52(4.80)
6 水和物				
25.0		3.64	なし	なし
21.3		4.24	なし	なし
22.0		4.11	21.86(1.99)	21.93(1.89)

表 3.7: CPA の回折角 (文献値) と面指数と測定結果のピーク角度の比較。モデルパターンの () 内は 面指数が (220) のときの強度を 100 としたときの相対強度。2005、2004CPA の () 内は BG で規格化 したときのデータを con+gaussian でフィットしたときのノーマリゼーション。

今年度の CPA 結晶自体は本来の 12 水和物である正八面体をしているので、ラウエ実験をすること を検討したい。Dan によるとアルキメデス法で密度を評価しているとの話もあり試してみる価値もあ るだろう。

3.10 都立大 (TMU) と Wisconsin 大 (UW, XRS 用)の saltpill について比較

宇宙用断熱消磁冷凍機の開発では、世界的にみて Wisconsin 大学がカロリメータメータを用いたロ ケット実験やすざく / XRS 向けのソルトピル作成など技術面で優れた蓄積をしている。そのため、 都立大で開発を行うソルトピルについて構造と性能面について Wisconsin 大学製と比較することが今 後の開発において重要な基礎情報となる。

図 3.10 で示したように都立大ソルトピルのほうが Wisconsin 大ソルトピルと比較した場合、容量 が約 12% 程度しかない。

金線の固定方法 都立大では銅に半田付けをしている。一方ですざく / XRS では金めっきした銅に銀 ろう付け。200 本まとめが 8 組。4 組が FEA、4 組が HS へ。一時的な固定は、剣山みたいなも のに金線を巻きつけている。fill 側は透明な stycast で固定してからトリミングしている。



図 3.35: 金線の熱伝導度。赤:Wisconsin 青:都立大

	都立大	Wisconsin 大
容量 [cm ³]	51	417
大きさ	内径 23mm 高さ 135 mm	内径 65 mm 高さ 130mm(5.12inch)
構造	HSとstageは逆側	HSと stage は同じ側
張り板	2mm 厚、ガラスエポキシ	SUS

表 3.8: 都立大と Wisconsin 大のソルトピルの構造比較

	都立大			Wisconsin 大
純度	4N			5N
RR	RR= 1.0 m for 0.2 mm t 10 cm			_
RRR	130			220-240
長さ [mm]	100			~ 100
本数	160本			1600本

表 3.9: 都立大と Wisconsin 大のソルトピルで使用している金線

- ハウジング 都立大では SUS304 0.5 mm 厚の外径 25 mm の容器を使用している。一方、すざく / XRS では SUS の容器に銅のストライプを入れ熱伝導度を高める工夫をし、0.003inch(=76um) copper stripes), その上から全面に金滅金をほどこしている。
- eddy current heating 到達温度が消磁速度に大きくは依存しないようなので無視できるだろう。 電流制御時と電圧制御時の違いがどうなっているかで確認できるだろう。

3.11 Discussion

さらに、金線が熱伝導を補うという場合、electron-phonon 間の熱伝導がネックになってくると思われる。低温における金属内の electron-phonon 間の熱伝導度は、

$$G_{e-p} = 5V\Sigma T^4 (V: \mathbf{\Phi} \mathbf{\bar{f}}, \quad \sim 2e9W/m^3/K^5)$$
(3.29)

と書ける。ただし、体積は金属全体ではなく、金属内の electron や phononの平均自由行程で制限される。金の中の phononの平均自由行程は 50mK で~100nm なので、phonon は結晶から入ってきた ものが担うということにして、また、electron は 1mm 程度走れるので、 200umの金線の 1本の場 合は、

$$G_{e-p} = 2uW/K@50mK, \ 50nW/K@20mK \tag{3.30}$$

とになり、これがネックになり得る。これを克服するためには金線は既に長いので、金線を太くする 以外にない。金線がある程度太い一つの理由がここにあるのかもしれない。 ちなみに磁性塩の場合は磁気比熱 C_M が格子比熱 C_L より圧倒的に大きく、断熱消磁で温度がコント ロールされて先に冷えるのは C_M である。すると1K以下の $CM >> C_L$ の時は時定数は $C_L/(C_L+C_M)$ で決まるので、結晶内の格子系は瞬時に磁気系の温度と一緒になる。

こういうときに使うのが Korringa relation と呼ばれる関係で、温度 T での格子系や電子系と磁気系が緩和する時間を t とすると tT = K という関係にあるというものである。K は物質による定数。

極低温では electron-phononの coupling が弱くその影響が無視できない。このときの熱伝導度は

$$G_{e-p}(T) = 5\Omega\Sigma T^4 \tag{3.31}$$

$$\Sigma \sim 29 \mathrm{Wm}^{-3} \mathrm{K}^{-5}$$
 (3.32)

(?) (~ 0.29 Wm⁻³K⁻⁵ という話も)で表され、極低温では電子同士の衝突が非常に稀であるため に、局所的な発熱に対して電子がエネルギーを持ち去ってフォノンに与えることのできるスケールは、 発熱中心から電子が非弾性散乱によってフォノンを生成するスケールである diffusion length l_d まで である。温度 50 mK では、 l_d は ~ 1 mm のオーダーであるのでこれよりも面積を大きくしても余り 効果がない。従って、面積を大きくするよりは厚さを厚くする方が効果が大きい。もう一つの無視で きない効果は物質の境界面における Kapitza resistance である。ただし、薄膜の場合は以下に述べる ように、低温では短波長フォノンの数が少なくなっており、薄膜のフォノン分布はもはや基板と区別 できなくなっているため Kapitza resistance の影響は小さい。

薄膜のフォノン分布を独立に定義できるためには、薄膜の膜厚 d_{film} と同じ程度かそれ以上に短い 波長 ($\lambda d_{film}/2$)の波束が存在しなければならない。これからフォノンの温度 (エネルギー)には下限 が存在し、 $kT\hbar v_s/\lambda = \hbar v_s/2d_{film}$ である。典型的な音速を $v_s \approx 53 \text{ ms}^{-1}$ 、 $d_{film} = 100 \text{ nm}$ とすると T0.2である。つまり、動作温度 50 mK、膜厚 $d_{film} = 100 \text{ nm}$ では基板との間の Kapitza resistance の影響が小さいことがわかる。

Kapitza抵抗は界面においてフォノンが屈折や散乱されるのが原因なので、単純に境界が見えない 状況になれば無視できる。つまり、波長が相手の膜厚のスケールに比べて無視できれば良い。

もし Au wire 以外の熱伝導が効くのであれば Au wire の寄与は小さいので、Au wire はいらない ということになってしまう。しかし、XRS その他を信じる限りは熱伝導を担うのは Au wire である と言えるはずである。すると熱容量が問題になっている可能性がある。

3.11.1 金線の配置方法

XRS2 用 saltpill の場合、Au wire 1400 本を大きく 2 固まりに分け、片方を XRS2 及び detector stage に、もう片方を Gas gap HS 及び SUS の外筒、Kevlar wire、JFET からの配線系といった熱流 入源に熱リンクを取る。こうすることで外からの熱は結晶の FAA に直接落ちて、XRS を効率良く冷 やせる。結晶の平均自由行程を計算して 2 固まりの各 Au wire の距離を微妙に遠ざけている。こうう することで XRS の Duty cycle を広げ、かつ saltpill 全体に必要な Au wire の本数を減らし、軽量化 (1 割もちがう) に成功している。

3.11. Discussion

Gas Gap Heat Switch の場合、Mechanical と違って断熱時でも熱流入があるので (XRS2 の場合 3uW)、これによる XRS2 の温度上昇を防ぐ必要がある。


カロリメータの極低温での温度を精度良く測定するためには様々な条件を整える必要がある。測定 における不定性は定量的に見積もられる。この不定性とは、測定量それ自身が含むものと全ての測定 誤差の見積もりから求められる。

我々の測定系における誤差を求める第一段階は、温度計の温度校正である。温度校正は抵抗温度計 ならば、その各温度での抵抗測定によって決まり、ダイオード温度計なら、その各温度での電圧測定 で決まる。その他の考慮すべき不定性については、以下のように列挙できる。

構造的原因による不定性 これは温度計組み込み以前に生じる設計時の構造的原因による。測定した い試料の近くに温度計を設置できるかどうかという問題である。もし、温度計が測定したい試料 から遠くに置かれると、試料の熱伝導との兼ね合いから温度計との温度差ができることになる。



図 4.1: detector stage の setup 組み込み方法と環境が原因による不定性

これは組み込み時に生じる不定性である。もし、温度計配線が適切に熱浴に接していないと、 導線が温度計に熱を運ぶことになる。これは温度計での測定に影響を与える。他に考えられる こととしては、熱的放射、磁場による影響などがある。

配線を通じた熱流入は温度計と現実の試料温度間に温度差をつくる。サーマルアンカーを配線 に接続し温度計と配線を同じ温度にする。常温と極低温の間で数箇所にわたって各温度でサー マルアンカーを配線につなげることで、配線を通した温度計への熱流入を最小にできる。

ADR における温度計の配置は図 4.1 のようになっている。実験ステージ上に温度計は 2 個取り 付けられており、右側が ch-A, 左側が ch-B と呼んでいる。実験ステージ自体は無酸素銅で作ら れ、真鍮ネジで固定されている。 測定法と測定装置による不定性 温度測定の手段の選択は測定データの質を決める重要な要素となる。 ここで温度測定の手段としては二種類考えられ、二端子法と四端子法がある。また、出力電流、 測定装置の読みだしノイズ、また測定精度はすべて測定に影響を与えるので十分に検討する必 要がある。さらに、接地法、RF ノイズ、熱起電力も測定にノイズを与えるので十分に対策を 取る必要がある。

本章では、以上の基本的条件については最低限、考慮した上で、温度計の自己発熱、熱雑音、測定 装置のアンプノイズの寄与について議論する。

4.1 自己発熱による不定性

4.1.1 自己発熱

温度計による発熱は、それが示す温度自体を周囲の環境より上昇させる。温度計の発熱はほとんどの温度計で測定する必要がある。また、温度測定時の不定性は自己発熱と出力信号測定による不定性 とが均衡している必要がある。

10K以下で使用される抵抗温度計は温度が下がる程抵抗値が上昇するので、定電圧出力が必要となる。定電圧での抵抗値測定をすることにより、温度計によるジュール発熱は温度が下がるほど小さくなることが以下の式より分かる。

$$P_d = \frac{V_{ex}^2}{R_{sensor}} \tag{4.1}$$

表4.2から次の式を用いて自己発熱による温度上昇への寄与を求めることができる。

$$\Delta T_{sh} = \frac{P_d}{G} \tag{4.2}$$

ここで、温度計の熱伝導度は次の式を各出力電圧での値を用いて、二元連立方程式を立てることより 求まる。

$$\frac{V_{ex}^2}{R} = G\left(T_1 - T_0\right) \tag{4.3}$$

出力電圧を 33μ V, 100μ V と 333μ V のときの自己発熱による温度計の温度上昇への寄与について計算 をする。熱伝導度は 2.61–3.67 nW/K であることが計算できるので、この値を用いて式 (4.2) を各出 力電圧で求めると 33μ V のとき、 $11-15 \mu$ K、 100μ V のとき、 $104-140 \mu$ K、さらに 333μ V のとき、 1.17-1.21 mK の温度上昇を起こしていると考えられる。

したがって、自己発熱が温度計の表示に与える寄与をなるべく小さくするためには CryoCon62 に おいて、33µV, もしくは 100 µV の出力電圧を選ぶことが妥当である。

また、実験ステージ ch-A の RuOx 抵抗温度計についても同様の検討を行なった。用いたパラメー タは表 4.2 に示す。ch-A に用いている RuOx 温度計の熱伝導度は計算から、6.875 nW/K と求まり、 これより自己発熱がもたらす温度計の温度上昇に対する寄与は、出力電圧 100μV のときに 78μK、 333 μV のときに 878 μK であることが分かった。 LakeShore 社の"THERMAL CYCLE TESTING NOTE" には自己発熱を可能な限り最小にするための推奨出力電圧が表 4.5 のように記載されている。温度計を壊さないようにするため、1 V または 100mA を超える出力で使用してはならない。

4.1.2 応答速度

温度計の応答速度を次式より見積もることもできる。

$$\tau = \frac{C}{G} \tag{4.4}$$

我々は表4.4のパラメータを用いて熱容量Cを求めた。0.1K付近での無酸素銅の熱伝導度は8.41 nJ/K であることから、時定数を計算すると ch-B の温度計では約3秒程度、ch-A の温度計では約1秒の応 答速度をもっていると考えられる。

温度 [mK]	出力電圧 $[\mu V]$	温度計抵抗 $[\Omega]$	自己発熱 [pW]
80.70	33	26127.0	0.0416
80.83	100	26127.0	0.382
81.9	333	25695.4	4.31

表 4.1: ch-B – RuOx 抵抗温度計発熱の計算

温度 [mK]	出力電圧 $[\mu V]$	温度計抵抗 $[\Omega]$	自己発熱 $[pW]$
82.91	100	18516.0	0.54
83.71	333	18339.3	6.04

表 4.2: ch-A – RuOx 抵抗温度計発熱の計算

Above 1K	13 mV
0.1 to 1K	0.1 mV
Below 0.1K	$0.03 \mathrm{mV}$

表 4.3: RuOx 抵抗温度計 (RX-202A-AA-M)の推奨電圧

4.1.3 線形関数を用いたモデルフィッティングより求める方法

測定温度と自己発熱の関係について図 4.2 のように T=T₀+R_t· P_d の関係を持つ線形関数を用いた モデルフィッティングから熱伝導度の逆数である熱抵抗 R_t(Thermal Resistance) を見積もることがで

0.1K 付近での銅の比熱 – c	$5.0 \times 10^{-5} \text{ J/mol} \cdot \text{K}$
銅の密度 – $ ho$	$8.93~{ m g/cm^3}$
RuOx 温度計の体積 – V	$1.19~\times 10^{-3} \mathrm{cm}^3$
	$63.546~\mathrm{g/mol}$

表 4.4: 0.1K 付近での銅の熱容量を求めるための各パラメータ

きる。実際に見積もられた熱抵抗値は 0.277 mK/pW となり、これは熱伝導度に直すと 3.61 nW/K に相当する。この熱伝導度を用いて出力電圧 100μ V のとき温度上昇は 105μ K となる。このときの応 答の時定数は約 2.3 秒と求まる。また、出力電圧 33μ V の時は温度上昇は 11μ K、出力 333μ V のとき は、1.19 mK の温度上昇と求まる。これらの値は式 (4.3) の連立方程式から見積もった値と一致する。



図 4.2: 発熱と測定温度との関係

4.2 温度計の熱伝導度

我々が求めた 80mK での熱伝導度 2.6 – 3.67 nW/K という値は図 4.3 に示される RuOx 温度計の 熱抵抗から求まる、80 mK での熱伝導度 10 nW/K@80mK と近い値を示すことからも、この熱伝導 度が現実的な値であると考えてよい。我々の使っている温度計の熱伝導の悪さは真鍮ネジでの実験ス テージとの固定の仕方とそれによる温度計と熱浴との熱リンクが十分でないことに起因すると思わ れる。 NbTi線の熱伝導度は Pobell "Matter and Methods at Low Temperatures" 2nd Edition Table3.2(http://www-x.phys.metro-u.ac.jp/õshima/data/thermalcond.html) より、

$$\kappa = (0.15 \sim 0.27)T^2 \tag{4.5}$$

で求めることができる。これを用いて 80 mK での NbTi 線の熱伝導度は 9.6×10⁻⁴-1.73×10⁻³ mW/cm·K であることがわかる。この熱伝導度は上に示した温度計自体の熱伝導度よりも 3 桁高いので、十分に NbTi 配線の熱浴との熱接触を取らないと温度計が発熱する可能性がある。

4.2.1 NbTi 配線からの熱流入についての考察

常温部から 0.1K への温度計の NbTi 配線からの熱流入を考える。この場合の熱流入量は次のよう に配線抵抗を常温の時の値を採用することで、各温度でのジョンソンノイズの積分値の平均量の上限 を見積もる事ができる。

$$\frac{\int_{0.1\ K}^{100\ K}\sqrt{4kTR}dT}{100\ K-0.1\ K} = 1.8[nV/\sqrt{Hz}] \tag{4.6}$$

この値は 0.1K での RuOx 温度計のジョンソンノイズよりも 10 倍高い値であるので、配線からの 熱流入を 0.1 K の実験ステージの手前で十分に落す必要があることがわかった。ただし、この値は測 定装置の読みだしノイズに比べ小さいため、実際の温度揺らぎには現れていない。



図 4.3: LakeShore 社の各温度計での熱抵抗

4.2.2 ジョンソンノイズ

熱エネルギーは物質中の荷電粒子に、電気的ノイズを増やすようなランダムな運動をさせる。この ときのノイズパワーは次の式で書ける。

$$P_n = 4kRT\Delta f_n \ [V^2/Hz] \tag{4.7}$$

ここで"k"はボルツマン定数で Δf_n はノイズの周波数帯である。

これらの温度上昇のジョンソンノイズの寄与を検討してみる。ジョンソンノイズは式 (4.7) で計算 されるので

$$\Delta P_n = 4k \left(T \frac{dR}{dT} + R \right) \Delta T \tag{4.8}$$

を用いて、80 mK から出力電圧 333 μ V にした場合、温度計温度が 1mK 上昇したときのジョンソン ノイズのノイズパワーの増加量は 4.38×10^{-11} V/ \sqrt{Hz} と見積もられる。80mK でのジョンソンノイ ズは 3.5×10^{-10} V/ \sqrt{Hz} なので、温度上昇へのジョンソンノイズの寄与は 0.12 となり、十分最適化 されたセットアップにおける温度計自己発熱は温度揺らぎに決定的な影響を与えないと考えてよい。

温度	ノイズパワー $[{ m V}/\sqrt{Hz}]$
$300 \mathrm{K}$	1.79×10^{-8}
$77~{ m K}$	9.12×10^{-9}
$4.2~{\rm K}$	2.14×10^{-9}
$0.1~{\rm K}$	$3.33{ imes}10^{-10}$

表 4.5: 各温度で計算されるジョンソンノイズの大きさ





図 4.5: 各温度、出力電圧での読みだしノイズ。
 図 4.4: 0.05 K - 40 K で計算されるジョンソン 白:0.1K, 赤:4.2K, 緑: 4.2K, 青:0.1K 電圧制御, シ
 ノイズ.赤:ROX102A, 黒:ROX202A
 アン:0.1K 電流制御, マゼンダ: 77K, オレンジ: 300K, 黄緑:300K

4.2.3 アンプノイズの寄与

CryoCom62は ADR-実験ステージ上に置く *RuO*2半導体温度計の抵抗値を四端子法で測定する極低温用抵抗測定装置である。温度計測系が持つ読み出しノイズは極低温での温度測定時の不定性を与える。

測定は ADR-detector-stage の ch-A に 19400 金属皮膜抵抗を、ch-B に RuO2 温度計抵抗をつけ て、300K, 77K, 4.2K, 0.1K で温度一定になった状態で ch-A の読みだし ノイズを測定した。CryoCom の中で 8s 毎に平均を取り、excitation voltage を 333uv と 100uv で測定した。ch-A の温度揺らぎの 測定結果は表 4.6 に示される。

出力電圧の違いによる各周波数でのノイズへの寄与を調べるため、各データについて温度とその 時の抵抗値の時間変化を周波数展開した結果を図 4.5 に示す。各温度での抵抗ノイズレベルは 300K, 77K, 4.2K においてホワイトノイズの強度が excitation voltage100 μ V の方が 333 μ V でのものよりも 一桁高くなっていることが確認できた。この結果から、ジョンソンノイズの抵抗値の rms に対する寄 与は温度が低くなるほど、小さくなる一般的傾向を確認した。300K、77K でのノイズスペクトルは ジョンソンノイズを見ていることを示唆し、4.2K, 0.1K でのノイズスペクトルは温度が下がってい てもその傾向に変化がみられないこと、一般に測定装置のアンプノイズが数 nV/ \sqrt{Hz} であることか ら、この温度領域で見ているノイズはアンプノイズであると考えられる。

DATE	V_{ex} [μV]	設定温度 [K]	$T_{avg}^{readout} \pm rms [mK]$	$R_{avg}^{readout} \pm rms [$]	寄与[]	$\mathbf{S}_{D}^{readout}$
050908	100	300	$99.9835 \pm 3.93 \times 10^{-3}$	19404.5 ± 1.0508	1.229	1.375
050907	333	300	$100.007 \pm 1.47 \times 10^{-3}$	19398.3 ± 0.4059	0.369	1.422
050903	100	77	$99.4248 \pm 4.53 \times 10^{-3}$	19554.7 ± 1.2250	0.630	1.373
050905	333	77	99.4239 ± 2.20×10^{-3}	19554.8 ± 0.5830	0.189	1.347
050830	100	4.2	$98.3756 \pm 4.07 \times 10^{-3}$	19841.2 ± 1.1517	0.150	1.398
050830	333	4.2	$98.3895 \pm 2.04 \times 10^{-3}$	19838.5 ± 0.3580	0.045	0.868
050901	100	0.1	$97.452 \pm 4.20 \times 10^{-3}$	20101.0 ± 1.2196	0.0236	1.406
050830	100	0.1	$97.4658 \pm 4.77 \times 10^{-3}$	20097.1 ± 1.3513	0.02366	1.372
050831	100	0.1	97.4566 ± 4.27×10^{-3}	20100.3 ± 1.0920	0.02367	1.236
050831	333	0.1	$97.4573 \pm 4.75 \times 10^{-3}$	20099.4 ± 1.3473	0.00711	1.372

表 4.6: CryoCom62 読みだし ノイズ

4.2.4 感度と分解精度

今後、さらに温度安定性を向上させるためには、分解精度を考慮した温度計の選択が重要になって くる。この節では、はじめに感度と分解精度について議論してから LakeShore 社社の RuO₂ 抵抗温 度計の分解精度について検討する。

感度は様々な方法で表現されるが、典型的には信号感度を用いて与えられる。これは温度変化に対 する測定された物理量の変化で表される。すなわち、 Ω/K であるとか、V/Kで表される。これらの 感度は温度にかなり影響され、ダイオード温度計では 2mV/K-180mV/Kの範囲をとる。抵抗温度計 では一般に $1m\Omega/K-1M\Omega/K$ をとる。このように温度計の種類と温度に強く依存している。

4.2. 温度計の熱伝導度



 ☑ 4.6:
 050908-ch ☑ 4.7:
 050907-ch

 A100uV 300K
 A333uV 300K

図 4.8: 050903 ch-A: 図 4.9: 050905 ch-A 出力電圧:100uv 熱浴温 出力電圧:333uV 熱浴温 度:77K 度:77K



図 4.10: 050830 ch-A 図 4.11: 050830 ch-A 出力電圧:100uV 熱浴温 出力電圧:333uV 熱浴温 度:4.2K 度:4.2K



図 4.12: 050901 ch-A 出 図 4.13: 050830 ch-A 出 図 4.14: 050831 ch-A 図 4.15: 050831 ch-A 力電圧: 100uV 熱浴温 力電圧:100uV 熱浴温度: 出力電圧:100uV 熱浴温 出力電圧:333uV 熱浴温 度:0.1K 度:0.1K 度:0.1K

ダイオード温度計における感度 (dV/dT) は、測定する抵抗値によって大きく変化するので、電圧 値で規格化された値を感度 S_T として用いる。

$$S_T = \frac{1}{V} \frac{dV}{dT} \tag{4.9}$$

異なるダイオード温度計の感度を比較するとき、無次元量としての感度で次のように与えられる。

$$S_D = \left(\frac{T}{V}\right) \cdot \left(\frac{dV}{dT}\right) = \frac{d\left(lnV\right)}{d\left(lnT\right)}$$

$$(4.10)$$

抵抗温度計における感度 (dR/dT) は、測定する抵抗値によって大きく変化するので、抵抗値で規格 化された値を感度 S_T として用いる。

$$S_T = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \tag{4.11}$$

異なる抵抗温度計の感度を比較するとき、無次元量としての感度で次のように与えられる。

$$S_D = \left(\frac{T}{R}\right) \cdot \left(\frac{dR}{dT}\right) = \frac{d\left(lnR\right)}{d\left(lnT\right)}$$
(4.12)

温度の分解精度は温度の違いをどこまで細かく区別できるかを示す量である。これは温度測定系と 温度計の選び方で決められる。温度計の感度と測定装置の分解精度 (ΔR)の組合せで、次のように与 えられる。

$$\Delta T = \frac{\Delta R}{dR/dT} \tag{4.13}$$

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{(\Delta R/R)}{S_D} \tag{4.14}$$

測定装置の表示精度と温度分解精度を混同してはならない。実際の温度分解精度は測定装置の表示 限界とは違う。



図 4.16: LakeShore 社 RuO₂ 温度計 ROX-102A(1kΩ@300K) と ROX-202A(2kΩ@300K)の分解精度の温度依存性。(赤)ROX-102A (緑)ROX-202A

図 4.16 に現在、都立大 ADR の実験ステージに組み込んでいる温度計 (Lakeshore 社製 RuO₂ 抵抗 温度計 ROX-102A)の温度分解精度の温度依存性をしめした。ROX-102A は常温で 1kΩ をもつ温度計 であるが、上位スペックである Lakeshore 社製 ROX-202A(常温で 2kΩ)のものと比較すると 100 mK 以上では ROX-102A の分解精度が ROX-202A を上回り、100 mK 以下では ROX-202A の分解精度が 上回ることが示される。したがって、測定する温度領域によって最適な温度計を使用できるようにす るため、今後は上記の 2 種類の温度計をそれぞれ組み込んでおくことが望ましい。

第5章 温度制御法の改善

本章では断熱消磁冷凍機のためのより安定した改良型温度制御方法を報告する。detector stage 上の 温度は ADR では超伝導コイルに流す電流を PID モデルを用いた温度制御をしてきた。しかし、設定 温度と実際に測定される温度の間の誤差がこれまで 30µK 程度生じていた。時間と共にコイルに流す 電流が小さくなるに連れて、この誤差は大きくなっていく傾向にあった。

本研究では、この現象が簡単な磁性体の物性理論に基づいて説明ができることに気付き、PIDモデ ルに新たなパラメータを加えることで、温度制御を改善することができた。この改善によって、温度 安定度は 100 mK で 0.12 Hz 未満の周波数帯での rms.を 100µK に保つことができた。また、温度制御 時間も 30% の伸びがあったことを報告する。この新温度制御モデルは相対的に小さな ADR でのとて も微小なコイル電流であっても安定して制御でき、なおかつその制御時間も予測できるようになった ことが新しい点である。

5.1 はじめに

非分散型 X 線検出器を用いた高エネルギー X 線分光観測は X 線天文の分野では強く必要とされて いる。なぜなら、ブラッグ反射を利用した回折格子を用いた検出器は次第に検出効率が落ち、広がっ た光源の観測に適していない。単一光子による微小な温度上昇を精度よく測定できるマイクロカロリ メータは、分散型検出器と同程度のエネルギー分解能を実現することができる最も有望な検出器の一 つである。マイクロカロリメータを用いた世界で初めての成果はロケット実験の形で報告されている (1)。現在、日本の X 線天文衛星すざく (Astro-E2) が XRS 検出システムを搭載して、宇宙空間でエ ネルギー校正線源を用いてエネルギー分解能 7 eV を記録している。この XRS システムは 6 keV に おいて $E/\Delta E \sim 1000$ を実現している (2)。可搬型高精度分光システムは産業用、または分析化学、 プラズマ実験等の実験室での応用も期待される。近年の TES 型マイクロカロリメータ (3) とマグネ ティックカロリメータ (MMC) (4) に於ける特筆すべき進歩はこの潮流を加速させている。

しかし、この種のカロリメータの全ては ~ 100 mK を切る程の極めて極低温で、エネルギー分解 精度 $\Delta E/E$ よりも優れた温度安定性を常に実現していることが不可欠である。例えば、Suzaku XRS は 60 mK の制御温度を実現し、10 秒から 10 分の time scale で温度安定度が rms. で 10 μ K を切る。

宇宙空間では、断熱消磁冷凍機 (ADR) は唯一の理想的な冷却装置となる。なぜなら、冷媒は全て 固体でほとんど無重力の状態でも動作可能だからである。一方で、希釈冷凍機は普通地上実験に使用 されているが、ADR は地上実験においても相対的に小型可搬にすることが可能である。ADR は磁気 冷却の原理を利用している。常磁性塩中の電子スピンが、一度強磁場中でその配位を揃えられた後、 微小磁場で乱雑な方向を向くことでエントロピーが操作され冷却される (5)。磁性塩を取り囲む超伝 導コイルの電流を制御することで極めて優れた温度安定度を実現可能な点が ADR の最大の利点であ る。一方で、磁気スピンが完全に乱された時には、改めてスピンを揃えるために一旦極低温での温度 制御を中止せざるを得ない。この再冷却のサイクルは磁性塩への熱流入と、保持温度、磁性塩の大き さに依存してくる。

本研究で用いられる ADR は地上実験のための可搬型断熱消磁冷凍機に分類される。これはもとも とロケット実験用に開発されたシステムを基礎として理研の三原氏によって再設計されたものを都立 大宇宙実験研究室において篠崎を中心に開発を進めてきたものである。この ADR は小型可搬が特徴 である一方で、ある一定温度で温度制御を試みたときの冷却サイクルの限界に悩まされてきた。この 冷凍機のソルトピル中の磁性塩の熱容量は小型 ADR では物理的な問題から小さくなるので、この困 難は長時間一定温度を保持しようとする時にどうしても直面する問題である。特に、本研究では設定 温度と実際の測定温度の差に気付いていた。これは都立大 ADR で PID モデルを用いた温度制御を 行ったときに、時間が経つにつれて増加していく。この問題は PID モデルの原理を特に ADR に適用 したときに生じ、とくに我々が扱っているような小型冷凍機では温度を安定に制御するという点では 致命的な問題となる。本研究では改良型 PID モデルを用いて、PID モデルに磁性体の物性を考慮に 入れた補正項を導入することでこの問題を解決し、都立大 ADR を用いてその温度制御結果を示すこ とができた。この章では改良型温度制御モデルの概要について説明し、都立大 ADR を用いた実験結 果を示す。

5.2 温度制御と磁性体の理論

5.2.1 PID モデル



 \boxtimes 5.1: A physical variance in temperature—entropy plane when a temperature is controlled in the magnetic cooling system. The solid lines represent the entropy behavior with the constant magnetic fields. We can keep the temperature at $T_{\rm L}$ K by decreasing the external magnetic field on step by step. In simplicity, the temperature fluctuation is ΔT .

熱浴と発熱させるための抵抗ヒーターを載せた冷却ステージのある通常の冷凍機において、冷却ス テージの温度, *T* は標準の PID モデルを利用することで、ヒーターの発熱, w(t) [W] で制御される。 この場合、冷却ステージ上での発熱 – $w_{\rm L}(t)$ と冷却ステージへの熱の流出量 – $w_{\rm out}(t)$ は w(t), で熱 平衡に達し、次の式のようにかける。

$$\overline{w(t)} + \overline{w_{\rm L}(t)} = \overline{w_{\rm out}(t)},\tag{5.1}$$

ここで、 $\overline{w(t)}$ はw(t)の平均を意味する。 $w_{L}(t)$ は僅かな揺らぎの状態でほとんど一定と考えてよく、 $w_{out}(t)$ は熱伝導度と冷却ステージと熱浴の間の温度差で決まる。標準的 PID モデルではw(t)は次の式で決定される。

$$w(t) = \frac{\mathcal{I}}{\Delta t} \int_{t-\Delta t}^{t} w(t') \, \mathrm{d}t' - \mathcal{P} \left\{ T(t) - T_{\mathrm{aim}} \right\} - \mathcal{D} \frac{dT}{dt}(t)$$
(5.2)

ここで、 T_{aim} は設定温度、 $\mathcal{P}, \mathcal{I}, \mathcal{D}, \Delta t$ は負ではない定数である。 $\mathcal{I} \simeq 1$ の第一項は温度が $T = T_{\text{aim}}$ でのヒーターの発熱で、第二、第三項は測定される温度の差分と微分量に比例する量を示している。

一方で、ADR においては、冷却ステージは冷媒となる磁性塩と強く接続されているため、冷却ス テージの温度 T はほとんど磁性塩の温度と熱平衡状態にある。超伝導コイルに流れる電流 *i*(*t*) を変 化させることでソルトピルへの熱流入 *w*_a(*t*) を制御することができる。抵抗ヒーターは温めることし かできないが、ADR ではこの電流値を増減させることで、昇温も冷却も可能である。

超昇温と冷却の両方を行うことが可能である。

図 5.1 は ADR における温度制御方法の例を示している。実線は定磁場中でのエントロピーと温度の関係を示している。磁場は上の線の方がより弱くなっていて、ある一定磁場中では、温度は熱流入 w_{in}(t)によりゆっくり上昇する。温度の差が無視できなくなるある時点で、磁場 B はマグネット電流 i,を下げることで小さくし、ADR の等磁場曲線の上の段へと移動する。このステップは断熱過程 において短い時間間隔でおこる。十分な時間この過程を繰り返すことで ADR ソルトピルの温度はと ても正確に制御されることになる。理想的には我々はマグネット電流 i,がゼロになるまで温度制御す ることが可能である。

ADR の温度を安定させるため、熱平衡の式は次のようにかける。

$$\overline{w_{\rm a}(t)} = \overline{w_{\rm in}(t)},\tag{5.3}$$

ここで、 $w_a(t)$ は B, T, そして他の ADR に必要な物理定数からなる関数で、他のパラメータにつ いては次の節で記述している。ADR に対して PID モデルを適用させるときのもっとも簡単な方法は 式 (5.2) 中の w(t) を i(t) と置き換える方法である。w(t) と i(t) の間には温度上昇 / 下降に対応する 変数の増加または減少に類似性がある。ただし、i(t) は長い時間スケールで次第にゼロになる点が異 なる。この効果を説明するため、式 (5.2) 中にもう一つの項を次のように加える。

$$i(t) = \frac{\mathcal{I}}{\Delta t} \int_{t-\Delta t}^{t} i(t') \,\mathrm{d}t' - \mathcal{P} \left\{ T(t) - T_{\mathrm{aim}} \right\} - \mathcal{D} \,\frac{dT}{dt}(t) + F(t).$$
(5.4)

この $F(t) \neq 0$ を加えた温度制御モデルの式を improved PID モデルと呼ぶことにする。そして F(t) = 0での制御方法を standard PID モデルと呼ぶことにする。 $\mathcal{I} = 1$ のときには第一項が $\frac{i(t) + i(t - \Delta t)}{2}$ にほぼ等しいと考え F(t) は次のように書くことができる。

$$F(t) \simeq \frac{i(t) - i(t - \Delta t)}{2} \simeq \left(\frac{\Delta t}{2}\right) \frac{di}{dt}(t), \tag{5.5}$$

ここで第二項と第三項は無視できると考えている。i(t)は次第に減少するので、F(t)は常に負の関数である。この変数は常に実際の電流i(t)の設定の揺らぎに比べて小さいので、i(t)の微分量として各時間でF(t)を決めることは現実的ではない。F(t)の関数形を特定するため、磁性体の理論が必要となってくる。

5.2.2 磁性体の理論

この節では、我々は局所的な磁性体中の局在スピンの物理的特徴について扱い、熱流入-w_{in}とソルトピルでの熱の吸収量 w_aが平衡状態にある条件での式を導く。

典型的には、3d-グループの遷移物質、または外殻に非共有電子対を持つ希土類は ADR の磁性体物質として用いられる。局在スピンの全角運動量量子数 J はスピン角運動量量子数 S と 軌道角運動量量子数 L の和として表される (LS-cpupling)。温度 T, で磁場 B を加えた場合、N 個の系での磁化M(T, B) は Brillouin 関数として、

$$M(T,B) = Ng\mu_{\rm B}J\left(\frac{2J+1}{2J}\coth\left(\frac{2J+1}{2J}x\right) - \frac{1}{2J}\coth\left(\frac{x}{2J}\right)\right),\tag{5.6}$$

ここで、 $x \equiv g\mu_{\rm B}BJ/k_{\rm B}T, g$ はランデの因子、 $\mu_{\rm B}$ はボーア磁子、 $k_{\rm B}$ はボルツマン定数である。そして、磁気エントロピーS(T,B)は、

$$S(T,B) = Nk_{\rm B}\ln(2J+1) + \int_0^B \left(\frac{\partial M}{\partial T}\right)_{B'} {\rm d}B'.$$
(5.7)

と書ける。実際には、Bはスピンにかかる磁場で、内部磁場、bと外部磁場 B_0 の和として次のように書かれる。

$$B = \sqrt{b^2 + B_0^2}.$$
 (5.8)

. 熱エネルギーが支配的で *x* ≪1 という条件のときには、

$$M(T,B) = \frac{CB}{\mu_0 T}, \qquad C = \frac{N\mu_0 g^2 \mu_{\rm B}^2 J \left(J+1\right)}{3k_B}.$$
(5.9)

式 (5.9)の前の式はキュリーの法則として知られ、Cはキュリー定数である。結局、式 (5.7)のエントロピーは次のように示される。

$$S(B,T) = Nk_B \ln (2J+1) - \frac{CB^2}{2\mu_0 T^2}.$$
(5.10)

この関係は $x \ll 1$ の条件で成り立つことに注意しなくてはいけない。これは熱的なエネルギー $k_{\rm B}T$, が磁気的なエネルギー $g\mu_{\rm B}BJ$ よりもずっと大きい温度領域であることを確認しておく。

5.2.3 温度制御と流入熱の関係

簡単のため、熱流入、 w_{in} 、は定数であると仮定する。時間 δt における w_{in} による熱エネルギーは $w_{in}\delta t$ とかける。このエネルギー流入はソルトピルへ入る熱と平衡状態にあり、 $w_{a} = T\delta S$ とかける。 ここで、 $B_{0} = c_{1} i$ で、式 (5.8)、式 (5.10) を使うことで、我々は、

$$w_{\rm in}\delta t = w_{\rm a}\delta t = T\delta S = -\frac{c_1^2 C}{\mu_0 T} \, i \, \delta i, \qquad (5.11)$$

を導出する。ここで、内部磁場, b, は打ち消す。したがって、

$$\frac{di}{dt}(t) = -\frac{\mu_0 w_{\rm in} T}{c_1^2 C} \frac{1}{i(t)} = -\frac{\mathcal{A}^2}{2} \frac{1}{i(t)},\tag{5.12}$$

ここで、 $\mathcal{A} \equiv \sqrt{2\mu_0 w_{\text{in}} T/(c_1^2 C)}$ である。式 (5.4) と (5.5),(5.12) を用いて improved PID モデルは 次式のように書くことができる。

$$i(t) = \frac{\mathcal{I}}{\Delta t} \int_{t-\Delta t}^{t} i(t') \,\mathrm{d}t' - \mathcal{P} \left\{ T(t) - T_{\mathrm{aim}} \right\} - \mathcal{D} \,\frac{dT}{dt}(t) - \frac{\mathcal{A}^2 \,\Delta t}{4 \,i(t)}. \tag{5.13}$$

5.3 温度制御実験

5.3.1 Setup



 \boxtimes 5.2: Block diagram of the experiment. The temperature of the cold part is measured by the AC resistance bridge (100 μ V constant), and the magnet current is operated by using the source meter with the resolution 5 μ A.

本研究では都立大 ADR で improved PID モデルを用いた温度制御方法を用いて極低温での温度制 御が理論通りに行われるかを確認するための実験をおこなった。実験セットアップと冷凍機のパラメー 夕は図 5.2 と表 5.1 に示した。実験中は ADR の detector stage を超伝導マグネットの電流を式 (5.13)

5.3. 温度制御実験

5.1: Setup parameters of the ADR in the experiments.

aimed temperature to maintain 100 mK
heat inflow at 100 mK $\ldots \ldots \ldots$
paramagnetic material FAA (0.187 mol)
heat capacity at 100 mK 3.3 J $\mathrm{K^{-1}\ mol^{-1}}$
heat sink temperature (pumped liquid $^4\mathrm{He})$ 1.7 K

で制御することで一定温度を保った。温度は RuO_2 温度計で計測した。温度計の抵抗は4端子抵抗ブ リッジを通して Cryo-con Model 62を用いて計測した。Cryo-con Model 62の内部で決めることがで きるフィルター時定数は8秒とした。温度計の自己発熱は第??章で求めたように1 pW より小さく、 これは熱流入 (表 5.1) よりも十分に小さい。したがって、温度計と detector stageの間の温度差は無 視できる程小さいと考えている。

実験 stage とソルトピルの間の熱化時間は 1 秒未満だが、温度制御—その時間での温度を読み、計算 し、新たなマグネット電流値を出力する作業は 1 秒ごとに行われる。新たなマグネット電流値 $i(t+\Delta t)$ を計算するために、式 (5.13) 中での温度 T(t) と温度の微分量 $\frac{dT}{dt}(t)$, そしてマグネット電流値 i(t)が必要である。これらの変数は実際にはノイズによる影響を受けるので、それぞれ 60 秒と 15 秒、15 秒での読み込み値の平均を使って計算している。

超伝導マグネットは 1.7 K に減圧された液体ヘリウムタンクに熱リンクをとっており、電流値が i = 5.44 A のときに最大磁場は 2.82 T である。実験 stage での磁場を打ち消すために超伝導マグネットにはバッキングコイルが付いている。さらに、実験 stage は磁場の侵入を防ぐためクライオパーム で覆われている。RuO₂ 温度計は磁場の影響を受けにくいとされるが、実験 stage 上での磁場は温度 制御中に 1 Gauss 程度となっている。

冷媒には 89.8 gの FAA (ferric ammonium alum;Fe (NH₄) (SO₄)₂ · 12H₂O) を用いた。他の物質の 熱容量は極低温では FAA にくらベ小さい。ソルトピルは 6 本のケブラーワイヤーで吊されている。 減圧された液体 ⁴ ヘリウムの持ち時間は 24 時間程度でこれは 100 mK の温度制御時間に比べ十分に 長く、極低温部への熱流入は一定値 (0.6–0.8 μ W at 100 mK) と考えられる。FAA 結晶は僅かに潮解 しており、我々の FAA 結晶は完璧な物よりも大きな内部磁場がある。

5.3.2 結果

standard PID モデルと improved PID モデルでの温度制御結果は図 5.3 に示される。これらの 実験で用いたパラメータは表 5.2 にまとめられている。ここでマグネット電流値 i(t) にオフセット、 $i_{off} = 2.5 \text{ mA}, を考慮し、 \frac{A^2 \Delta t}{4 i(t)}$ が発散することを防いでいる。この項は $i(t) \rightarrow 0$ のとき、無限大と なる。~ 10 ks 程度経つとマグネット電流値は 30 mA を切る。この時間帯に二つの制御モデルの違い



図 5.3: 温度制御を 100 mK で行い、設定温度からのずれを示した結果。(a) improved PID モデルで 温度制御したもの (b) standard PID モデルで温度制御したもの (c) 両方のモデルにおけるマグネッ ト電流の時間変動の様子を示したもの。黒線:improved PID モデルでの制御。灰色線: standard PID モデルでの制御時 (d) 両方のモデルにおける温度分布を示したヒストグラム。improved PID (黒) に おいて、100 mK からの温度のずれは 0.3 μ K で r.m.s は 11.00 μ K. standard PID (灰色) において、 100 mK からの温度のずれは 25.1 μ K で r.m.s は 16.3 μ K.

表 5.2: The PID parameters for the experiment.

\mathcal{P}	=	$114 \; [mA \; K^{-1}]$
\mathcal{I}	=	1.0
\mathcal{D}	=	$5500 \; [mA \; K^{-1} \; sec]$
\mathcal{A}	=	$0.544 \; [\text{mA sec}^{-1/2}]$
$i_{\rm off}$	=	$2.5 \ [mA]$
Δt	=	$1.0 [\mathrm{sec}]$

が顕著に見えてくることになる。improved PID モデル (図 ??(a)) では 100 mK での温度制御を保っ ているが、standard PID モデルでの温度制御 (Fig. 5.3(b)) では、温度上昇が見られるようになる。 improved PID モデルでの平均温度は設定温度 $T_{aim} = 100$ mK と一致しているが、standard PID モデ ルでの平均温度は 20 μ K 程度だけ有意に温度のずれがみられる (図 5.3(d))。さらに、improved PID モデルでのマグネット電流は standard PID モデルでの電流よりもゆっくりとゼロへと減少すること が見て取れる (図 5.3(c))。2000–4000 sec という、より短い時間スケールでの温度分散は improved

表 5.3: Parameters in calculating the predicted value of A

Curie's constant for FAA $(g = 2, J = 5/2)$	$C = 43.8\mu_0 \; [\text{J K T}^{-2} \; \text{mol}^{-1}]$
aimed temperature	$T = 100 [mK]$
heat inflow	$w_{\rm in} = 0.6-0.8 \; [\mu {\rm W}]$
external magnetic field per unit current	$c_1 = 0.518 \ [T \ A^{-1}]$
predicted value	$\mathcal{A} = 0.234 0.270 \text{ [mA sec}^{-1/2]}$

PID モデルで rms = $9.37 \pm 0.14 \ \mu$ K、一方、standard PID モデルでは rms = $9.94 \pm 0.15 \ \mu$ K であ る。短い時間スケールでの温度揺らぎはほとんどおなじである。これらの結果は 10 μ K rms の精度 で一定温度に保つ期間を 30% 程度延ばすことができることを意味している。improved PID モデルは 30 mA 以下 (≤ 150 Gauss) での電流値の領域で標準的な温度制御方法よりも制御時間を延ばすこと ができる。この電流範囲は FAA の内部磁場と同程度の磁場領域である。

5.4 考察

式 (5.12)を解くことで、マグネット電流の時間依存性は次式のように導かれる。

$$i(t) = \tilde{i}(t) + i_{\text{off}} = \mathcal{A}\sqrt{t_0 - t}, \qquad (5.14)$$

ここで、 t_0 は積分定数であり、 $\tilde{i}(t)$ は電流制御装置で決められる実際の設定電流である。我々は図. 5.3(c)のようなマグネット電流にモデルを合わせることで表 5.2 中の $A \ge t_0$ 、 i_{off} を決めた。

 i_{off} は、磁性塩中の内部磁場, b,が低電流状態において考慮されていることを意味する。これらは式 (5.9)において $x \ll 1$ の仮定があることに注意する必要がある。我々の FAA ソルトピルにおける 理論値を用いることで A の値をを計算することができる。

$$\mathcal{A} = \frac{\sqrt{2 \cdot \mu_0 w_{in} T}}{c_1^2 C} = 0.234 - 0.270 \ [mA \ s^{-1/2}] \tag{5.15}$$

これは実験結果に近い値となる。実験値と計算値の値の差異はおそらく用いた物理量の不定性や磁性 理論の近似、FAA磁性塩の磁気ヒステリシスなどの要因が考えられる。

また、我々は実験中に現在時刻からの温度制御時間を式. (5.14) で t = 0 とすることで予測することができる。

$$t_0 = \left(\frac{\tilde{i}(0) + i_{\text{off}}}{\mathcal{A}}\right)^2 \tag{5.16}$$

この手法は実際の実験中には極めて便利なものである。

5.5 保持時間測定



図 5.4: 温度制御を 100 mK で行った時のマグネット電流の時間変化。(黄) standard PID モデルで電 圧制御をした場合 (青) standard PID モデルで電流制御をした場合 (赤) improved PID モデルで電 流制御をした場合 (茶) improved PID モデルで 80 mK で電流制御した場合 (黒) improved PID モデ ルで 85 mK で電流制御した場合

分類	制御法	年月日	保持時間 (sec)	平均温度 [mK]
sPID	電流	040319	15145	100
sPID	電流	050421	15587	100
sPID	電圧	050831-2	19068	100
iPID	電流	050901	17929	100
iPID	電流	050514	17543	100
iPID	電流	050430	17180	100
iPID	電流	060103	17727	100
iPID	電流	051231	19515	80
iPID	電流	060102	13511	85

表 5.4: 保持時間測定結果

各温度制御法における温度制御時間について検討する。図 5.4 にこれまで測定した 100 mK での

温度制御時の電流値を示した。この時の温度制御時間は表 ??にまとめてある。サンプル数が十分で はないが、improved PID モデルでの温度制御時間の平均値は 17594 sec(=4,9 時間) で分散値は 275 秒と計算から求まる。このように、100 mK での温度制御は都立大 ADR においてよい再現性がある と言える。

また、standard PID モデルにおける電流制御での温度制御時間の平均値は 15366 秒 (=4.3 時間) で、分散は 221 秒とサンプル数が少ないものの再現性はみられる。

standard PID モデルで電圧制御で温度制御を行った。この場合、温度制御時間は 19068 秒と大幅 に延長することがわかった。この原因としては、渦電流の発熱は電流の二乗で効くため、電圧を制御 することで発熱を大幅に抑えることができたと考えられる。

5.5.1 improved PID による電流保持時間の伸びの真偽

improved PID モデルを用いた制御を行うことで保持時間が伸びた原因として考えられることは、 温度揺らぎが小さくなったために急激な電流変化をおさえることができ、その結果として salt pill へ の熱流入を抑えることになったためだと考えられる。



5.5.2 温度安定性





図 5.5 と図 5.6 で温度安定性についても調べる事ができた。図 5.5 より、温度制御時の温度揺らぎは 概ね 6μ K から 10μ K で制御できていると言える。特に 100μ K での揺らぎは $\bar{\sigma}=8\pm1\mu$ K で制御されて いる。これ以上温度揺らぎが小さくならないのは、前章で調べたように極低温部の温度をモニターし ている、CryoCon 62 の読みだし ノイズが 4.2 K 以下で 4.5 μ K 程度見えてきているためだと言える。

5.5.3 cooling capacity

この節では熱流入とエントロピー変化の関係を示した、式 (5.11)を用いて実際我々が使用している都立大 ADR 用ソルトピルー号機の冷却能力について、Wisconsin 大学で作製されたソルトピルの 冷却性能と比較検討を行う。



図 5.7: 都立大ソルトピルの 80 mK で温度制御



図 5.8: Wisconsin 大学で作製されたソルトピル

の温度制御時の電流変化

時の電流変化

	都立大	Wisconsin大
最大電 流 [A]	5.5	27.8
最大磁場 [T]	2.82	4.0
分子量 [mol]	0.187	1.91
流入熱 $[\mu W]$	0.6 - 0.8	3.62
冷却サイクル [時間]	6.2	35.5
制御温度 [mK]	80	63.5
冷却能力 [mJ/mol]	~ 83.8	~ 83.0

表 5.5: 都立大と Wisconsin 大のソルトピルの冷却能力の比較

ソルトピルの冷却性能を比較するときに、ある温度でソルトピルに外部磁場をかけた状態で与えられる熱量を冷却能力 (heat capacity) として普通示される。都立大、Wisconsin 大学で所有するソルト ピルのパラメメータを表 5.5.3 に示す。都立大でのソルトピルの流入熱は 0.6–0.8µW で 80 mK での 温度制御時間は 6.2 時間 (図 5.7) なので冷却能力は 1 mol あたり、

$$w_{in}t = \frac{0.8 \times 10^{-6} [W] \times 22386 [sec]}{0.187 \ mol} = 71.8 \sim 95.8 [mJ/mol]$$
(5.17)

と与えられる。一方、Wisconsin 大学でのソルトピルの流入熱は 3.62 µW で 65 mK での保持時間は 35.5 時間である。ただし、この保持時間は最大磁場がマグネット電流が 400 mA, 外部磁場に換算す ると 0.0576 Tesra の時点からである。都立大での保持時間の値はマグネット電流が 50 mA, 外部磁場 に換算して 0.0259 Tesra であるから、おおよそ都立大の条件とあう外部磁場の時点からの保持時間 に図 5.8 を参考にスケールすると

$$\frac{4.0 \ [T]}{27.8 \ [A]} \times 0.18 \ [mA] = 0.0259 \ [T] \tag{5.18}$$

である。したがって、おおよそ 180 mA からの保持時間を 18 時間と考える。この値を用いて、 Wisconsin 大ソルトピルの冷却能力を計算すると

$$w_{in}t = \frac{3.62 \times 10^{-6} [W] \times 64800 \ [sec] \times 65 \ [mK]}{1.92 \ [mol] \times 80 \ [mK]} = 99.3 [mJ/mol]$$
(5.19)

と計算される。したがって、1 mol 当たりの冷却能力は都立大と Wisconsin 大のソルトピルで大差 ない。これは、都立大ソルトピルへの1 mol 当たりの熱流入量 0.6~0.8 µW は相対的に Wisconsin 大ソルトピルに対する熱流入量と比較して決して小さくない量であることを示していることを示唆す る。これは都立大ソルトピルー号機が製作からすでに4年近く経ているにも関らず性能劣化がないと も考えられるかもしれない。

ちなみに、温度制御の章で導出した流入熱とエントロピー変化の関係式から導出される冷却能力の 計算値は都立大ソルトピルで183mJ/mol, Wisconsin大学ソルトピルにおける計算値は183.6mJ/mol とそれぞれ、実測値のほぼ2倍の値でお互い一致する結果となる。この原因としては磁性体の理論に おける近似が考えられるが、はっきりとした原因は現在調査中である。 都立大 ADR で新たに設計した液体ヘリウム注入口(設計上タワーと俗に呼んでいる)の導入および 冷却試験について報告する。これは都立大 ADR の保持時間および冷却性能の向上を計るため、この デュワーの特徴のひとつである蒸気冷却(Vapor Cooling System — VCS)の構造に注目し、これの効率 を決定しているタワー構造を再設計している。この新タワーにより、横置き減圧断熱消磁時の保持時 間は 27 時間、縦置き減圧断熱消磁では 39.5 時間となった(2005 年 10 月 23 日現在)。ただしデュワー 内部の温度分布にはまだ不利な部分が多くみられるため、まだ向上の余地があると思われる。図 6.1 および 6.2 は今まで使用していたタワーおよび新しく導入したタワーの外観図である。





図 6.2: 新しく導入したタワーの外観図

図 6.1: タワープロトタイプ (今まで使ってい たタワーの外観図)

6.1 基本原理

6.2 都立大 ADR の性能

2005 年 08 月までの都立大 ADR の主な性能を以下に示す。この時まで使用していたのは 2001 年 08 月に導入した全体が SUS のタワーで、実験として真空断熱のみを目的とした構造にしていたため、

以下ではタワープロトタイプと呼ぶ。

- LHe 保持時間 (横置き)4.5 hours、>19 h(減圧のみ)、>14 h(断熱消磁)
- 100mK 保持時間12 時間

LHe tank は容積 7.1ℓで、減圧し 1.7 K にするとタンク内の 40 %を失い、実質ヘリウム保持時間は 4.3ℓでまかなわれる。同様に横置き時の容積は 6.3ℓ、実質ヘリウム保持時間は 3.8ℓで行なわれる。こ れより計算すると、LHe tankへの流入熱は LHe の蒸発潜熱と保持時間より縦置きで約 130–157 mW、 横置きで 138 – 200 mW と導出される。誤差があるのは保持時間が断熱消磁を行なうかによって異な るためで、超伝導マグネットおよびその配線系のジュール発熱が無視できないほど発生していること を意味する。

篠崎修論によるとタワープロトタイプ内部の温度分布を予測し、これと LHe の単位時間の消費量 よりエンタルピー差を計算すると、まったく異なる温度分布 (タワーの 150 K ring 接続部では、測定 値で 140 – 150 K、対して He ガス温度は計算値で 22 K) が導出され、VCS の効率がよくないことを 示唆している (くわしくは篠崎修論参照)。

さて都立大 ADR は特筆すべき点としてコンパクト性、比較的容易に運搬可能、低エネルギー X 線 に対しても高い透過率を実現した X 線入射窓、横おき可能、高い温度安定性などといった特徴がある が、これを生かして X 線発生装置や核融合試験装置など、外部 X 線源に接続してのカロリメータ実証 試験をおこなうのに使用されることが多い。これは他の冷凍機には不可能な冷却試験であり、今後も 都立大 ADR を用いたこの種の試験は数多く行なわれていくのだろうが、現実問題としてこれには長 時間の連続運転が要求される事が多い。なるほど TES 型マイクロカロリメータは他検出器に比べて 10 倍以上のエネルギー分解能を誇るが、スペクトル解析の現場では同時に十分な統計も必要となり、 例えば半導体検出器よりも 25-100 倍検出面積の小さい TES カロリメータではそれだけ photon 数を 手にいれるための連続運転が必要となり、でなければその分光性能が生かされなくなってしまう。近 い将来を考えると高い安定性をもった長時間の連続運転能力と多ピクセル化は必要不可欠となるだろ う。よって、都立大 ADR のデュワー性能、特に保持時間を大きく左右する VCS の性能向上を計るこ とは必須条件である。

6.3 VCSの設計

6.3.1 基本原理

通常1K以下を目指す極低温冷凍機では断熱を作り出す方法として真空断熱、支持材料断熱、輻射断熱があるが(気泡断熱というのもある)、このうち支持材料断熱と輻射断熱を行なう方法としては

デュワー内に液体窒素タンクを設け、LHe tank のまわりを 77 Kの radiation shield で覆い、さらに 支持材料の途中も液体窒素温度で冷却するのが一般的な方法である。もちろん大きさに制限がなけれ ばこれは必要ないが、都立大 ADR のコンパクト性を考えるとできるだけ LHe tank を大きくしつつ 小さなデュワーにしたいため、都立大 ADR では液体窒素を使用せずに VCS を導入して積極的にデュ ワー内を冷却するようにしている。

VCS は簡単にいえば、蒸発 He ガスの大きな熱容量を利用して radiation shield や LHe tank の支 持材料を予冷するシステムで、蒸発 He ガスの通り道から熱アンカーをとることでデュワー内を最適 な温度分布にする。あるヒステリシスによって急激な熱流入があった場合、蒸発ガスが増加するので VCS が促進され断熱性能があがる。逆に熱流入が下がった場合は蒸発ガスが少なくなるので VCS が 抑制され熱流入は元に戻る。よって VCS は原理的に feed back 機能があり制御安定性を持つことが 分かる。

VCS は気体と固体との熱のやりとりなので一般には自然対流熱伝達の方程式で表される。直径 $D \operatorname{cm}$ 、温度 T_{H} の管内を温度 T_{L} のガスが通る時の単位長さ当りに奪われる熱 q_1 は、

$$q_1 = \pi D\alpha (T_{\rm H} - T_{\rm L}) \tag{6.1}$$

ここで α は熱伝達率 (mW/cm^2-K) である。熱伝達率はヌッセルト数などの無次元数で表され、気体の熱伝導率や体膨張率、密度、粘性係数によって決まり、これは温度によって値が大きく異なる。 また実際には固体の表面状態に大きく影響する。



図 6.3: ADR の VCS の概念図。LHe tank より 上にのびるのがタワー、下にのびるのがガラスエ ポキシの支持材料を表す。内側にいくほど温度が 低い。記述された温度は篠崎修論時の測定温度。



図 6.4: 都立大 ADR の構成図。タワー部分の熱 アンカーの取り方に注意。

都立大 ADR の VCS の概念図および構造を図 6.3、 6.4 に示す。都立大 ADR では LHe 注入口がひ

とつしかないため蒸発ガスの通り道もひとつしかない。当然 VCS の熱アンカーもこの注入口に設け ることになるが、具体的には注入口の途中に銅パイプを取り付け、これを radiation shield につなげ てこれを冷却する。またこの radiation shield を、LHe tank を支えるガラスエポキシにつなげること でこれも冷却する。これを2重に設けている。熱輻射およびガラスエポキシからの熱流入はLHe 注 入口の熱アンカーより蒸発ガスに逃げることになり、LHe tank への流入熱は低温側の銅パイプが決 めることになる。よって都立大 ADR の断熱性能は VCS が大きく左右する。また LHe 注入口の銅パ イプ以外の部分はフレキシブルベローズにすることでデュワー構造の熱収縮に対応できつつ高い断熱 性を持たせている。

LHeの保持時間目標値を決めれば、使用されている支持材料の流入熱や輻射熱は計算可能なので必要な温度分布が決まり、そのために要求される VCS の性能が決まる。しかし上記のとおり VCS の熱伝達率は予測が難しく、また実際のデュワー内は超伝導マグネットや各計測系配線など熱流入の無視できない金属材料があり、温度や熱流入分布のモデル計算は簡単ではない。

6.3.2 要求性能とモデル計算

産業技術総合研究所の核融合プラズマ実験ではその統計的目標のために一週間以上の連続運転が要求され、ただし上記 (§6.2) に示したとおり横置きでは 14 時間で LHe がなくなってしまうため、1日2回の LHe 再転送を必要としていた。これでは実験の効率が大変悪く人間にも体力的な負担が大きい。1日1回の再転送で済ますには少なくとも LHe 保持時間が 24 時間以上、設計目標としては保持時間を現在の3倍程度まで長くすることを考えなければならない。

§ 6.2 に示したとおり、横置きの流入熱計算値は 138 – 200 mW となっているが、3 倍の保持時間と なると単純には 46 mW 程度まで抑える必要がある。これはもちろん正確な導出値ではないが、例え ば横置きで断熱消磁をした場合で LHe 保持時間は 14 時間、ない場合で 20 時間であることを考える と 3 倍の 42 時間を保持するのに

$$728(\text{mW} \cdot \text{hour}/\ell) * 3.8(\ell) * 14/20/36(\text{hours}) = 54 \text{ mW}$$
(6.2)

と導出され、それほど離れた値ではない。目標は46~54 mWとなる。

モデル計算は各支持材料の熱伝導率と各部品間の輻射熱を考えながら、デュワー内の注目すべき部 分での thermal flux の方程式を作り、内部の温度分布を考えた時にこれは連立方程式となるのでこれ を解けば良い。連立方程式上の温度分布は現実的な制限があるので一見数値計算で計算可能に感じる が、じつはほぼ全ての物質の熱伝導率はベキ関数で、これの多項式はこれ用の計算プログラムを考え る必要がある。といっても最終的には熱伝達率の不確定性がネックとなるので、本研究では各部品の 温度分布が最低でも得られる値を考え、その場合に要求される VCS の効率などが無理のない値を取 るように考慮した。

具体的にデュワー内の注目する部分としては 150K および 50K ring、タワーの高温側および低温側 銅パイプで、これより LHe tankの総熱流入量を導出する。例えば 150K ring については (150 K-300 K 間の支持材料流入熱と輻射熱の和 = 50 K-150 K 間の支持材料熱と 150 K radiation shield の流入熱) が成り立つように方程式を作る。この部分の問題としては超伝導マグネットの配線からの流入熱で、 150 K-300 K 間の支持材料流入熱と輻射熱の和が約 680 mW に対しマグネット用 FEP 導線の流入熱 は 150 K-300 K で 110 mW、50 K-150 K で最大 180 mW にも達する。超伝導マグネットの NbTi 線 と常温までの FEP 導線間にある High Tc—高温超伝導体は転移温度 100 K 程度、実際の動作時の温 度は 70 K 程度と考えられ、100 K としても熱流入は数 mW にしかならない。よって FEP 導線の流 入熱はそのほとんどが 50 K および 150 K ring に流れると思われ、VCS の効率はこれを含めて議論 する必要がある。

最終的な温度分布は、モデル計算値は 150 K ring で 115 K、50 K ring は 25 K と導出された。タ ワーの高温側および低温側銅パイプもほぼ同じ 116 K, 26 K となるが、この時の VCS の効率はそれ ぞれ 30-70 K 間、2-20 K 間の蒸発ガスの比熱で十分カバーできる。LHe tank の流入熱は 30 mW、断 熱消磁時で 57 mW となり、目標に近い値が実現できる。もちろん計算通りの VCS 効率が得られな ければならない。

6.3.3 ベローズ

タワーは常温 300 K から 2 K の LHe tank をつなぐ金属部品なので、当然これからの流入熱は十分 に小さくする必要があり、VCS 用の銅パイプ部分を引いた約 15 cm 程度の長さで 300 度の温度差を 支えることになる。またデュワー内部は冷却されれば熱収縮によって部品間距離が異なり、タワーの 構造物はこれにも対応可能で無ければならない。これらの点においてフレキシブルベローズは大変適 していて、その名の通り熱収縮による変化に十分耐えられ、またベローズ部分の薄い肉厚は高い断熱 性能を考える上で大きな武器となる。VCS の機能を持つ銅パイプは 2 つあるので、ベローズは 3 箇 所に必要になる。

しかし同時にベローズを使用する事は多くの問題をかかえることになり、現実問題として、(1)タ ワー全長を現実的な値にした場合、ベローズの端管(両端の筒)は短い方が良い、(2)コストを考え、 ベローズをできるだけ既製品にする、(3)銅パイプと端管の接続方法、(4)断面積をできるだけ小さ いベローズにする、(5)ほどよいバネ定数、(6)50K、150K Al radiation shield との接続部の規格が 決まっているため外径が制限、(7)LHeトランスファーチューブの外径 9.5 mm ϕ より、ガスの通り道 を考えて内径は約16 mm ϕ (実績より)以上に制限、などが条件となる。タワーの役割としては断熱性 能と VCS の性能より、ベローズの端管は短いほど良い。ただし銅パイプとの接続方法によってはベ ローズ部分が溶けてしまうためある程度の長さが必要となる。また内径と外径を制限すると候補とな る既製品は大きく減る。その中で肉厚が薄いベローズとなると数少ない。

結果として、端管部分は両端ともに長さ8 mm 用意し、銅パイプと3 mm 重ねて銀ロウ付けという手法をとった。半田付けでは300 K の温度差には耐えられず、通常の TIG 溶接ではベローズが溶けてしまい、ビーム溶接では高額になってしまう。また高温、中温部のベローズを富士精工 (OP26)、低温部を入江工研の成形ベローズ (PF16) でそれぞれ構成した。それぞれの肉厚は0.1、0.15 mm ϕ 、長さ43、50 mm である。バネ定数に関しては参考データがないため正確な上限値はないが、タワー

プロトタイプで使用していた大阪ラセン管工業の成形ベローズ (ORV-16C-PB) で 3.14 N/mm、対して富士精工のものが 2.9 N/mm、入江工研のものが 15.2 N/mm である。LHe tank 接続部に最も負担のかけやすい入江工研ベローズのバネ定数が比較的高めなので注意が必要である。これで構成した場合の流入熱の見積り値は

高温部 ~ 250 mW (300 - 115 K) 中温部 ~ 60 mW (115 - 25 K)

低温部 ~ 2.5 mW (25 - 2 K) (6.3)

LHe tankの目標流入熱に比べ、ベローズからの流入熱は5%以下に抑えられる。ただし高温部、中 温部に関してはそれぞれの部分での Thermal Flux に対して 30-36%、17-23%の寄与となる。

6.3.4 銅パイプ

タワーの銅パイプは VCS の効率を左右する最も重要な部分のひとつだが、必要な面積は熱伝達率の正確な計算ができないため、参考資料を元に概算するしかない。

参考資料として最も重要な情報を与えてくれるのは、Wisconsin 大学で行なわれたロケット実験用 ADRのVCS 設計実験で (D. Steffensrud et al. Rev.Sci.Instrum. 62(1), January 1991)、SUS パイ プで支えた LHe tanKのデュワーを用意し、パイプの途中 2 箇所に銅パイプを接続してここをヒー ターで発熱させる。蒸発した He ガスは全てこの SUS パイプを通る。LHe 蒸発量は 4.4×10^{-3} g/s (92 mW)、輻射熱は十分無視できる。SUS パイプは外径 9.5 mm ϕ 、肉厚 0.25 mm、また銅パイプは 厚さ 3 mm のものをパイプにしっかりと固定している。銅パイプの長さは高温側が 7 cm、低温側が 5 cm より、VCS の熱リンク部分となるパイプ面積は高温側が 20.9 cm²、低温側が 14.9 cm² となる。

ヒーターによる発熱は高温側で 2.3 W、低温側で 0.47 W、これによる温度分布は、高温側銅パイ プにて ~137 K、低温側にて ~25 K となった。この時の常温から高温側銅パイプ、低温側銅パイプ、 LHe tank までのそれぞれの部分の SUS パイプの流入熱は 662、117、4.7 mW となり、これより単純 計算で熱伝達率を計算すると

高温側:
$$3.0 \text{ W} = 20.9\pi \times \alpha_{\text{H}}(137 - 25)$$
 $\alpha_{\text{H}} \sim 0.408 \text{ mW K}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (6.4)

低温側: 0.6 W = 14.9 $\pi \times \alpha_L(25 - 4.2)$ $\alpha_L \sim 0.616 \text{ mW K}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ (6.5)

熱伝達率は温度の関数なので、式 6.5 はもちろん正確ではないが、都立大 ADR に上記を適用しよ うと考えた場合、高温側銅パイプは VCS が 800 mW、低温側は 350 mW も働けばよいという計算結 果がでている。流入熱目標値が約半分より蒸発ガスの発生量も約半分と考えられるので、これより両 側とも上記程度の管壁面積があれば十分ということになる。ただし使用する銅パイプの内径は高温側 で 17 mm ϕ 、低温側で 16 mm ϕ もあり、管壁に作用することなくデュワー外へ出ていくものをどれだ けなくすかがネックとなる。結局、管壁面積は高温側で 32 cm²、低温側で 30 cm² となった。 6.3.5 その他 — 真空シール方法など

タワーと LHe tank 接続部、及びデュワー上フタにある 300 K シリンダーとの接続には、極低温に も耐えられるようにインジウムを使用した方式で真空シールする。また特に LH tank 接続部に関し ては、できるだけインジウムシール部分が押し付けられるよう、低温側銅パイプ—50 K Al radiation shield 接続部と LHe tank 接続部の x 長さを 3–5 mm 長めにする。

6.4 導入試験

6.4.1 真空度 — 05年09月09日 ~





図 6.5: 05 年 10 月 01 日冷却試験の様子。縦置き。 図 6.6: 05 年 10 月 01 日冷却試験の様子。横置き。

導入は 05 年 09 月 09 日より行なった。最初はもちろん真空試験だが、LHe tank 接続部および 300K シリンダー接続部分の両端よりリークがあった。その後の調べで LHe tank 接続部はインジウムシー ル取り付け時のナット締めで接続の逆方向にテンションをかけていたために剥がれたのではないか と思われる。He tank 接続部の低温側ベローズは以前より約5倍のバネ定数なので、タワーを斜めに したりしてもインジウムに均等な力がかからなくなる。また 300K シリンダー接続部は使用している SUS ring の厚さが薄すぎるためにインジウムがちゃんとつぶれていないことが分かった。銀ロウ部 分は問題ないようである。また上記の改善すれば最終的には LHe 注入後の熱収縮にも問題はないこ とを確認した。

6.4.2 05年10月01日 — 横置き試験

LHeの保持時間は縦置きか横置きか、減圧するかしないか、断熱消磁をするか否かによって違う。 この中で最も必要な情報は横置き減圧断熱消磁での保持時間なので、この日は横置きでの冷却試験を 中心に行なった。冷却試験の様子を図 6.5、6.6 に示す。また実験時のデュワー内温度の時間変化を 図 6.7、6.8 に示す。 タワープロトタイプを使用した時の典型的な横置き試験時の温度変化は図 6.7 だが、これと比べ ると明らかに図 6.8 では LHe 保持時間が 16 時間から 27 時間と改善されていることが分かる。また LHe tank の周辺温度は向上しており (LHe tan 底面が 1.75 \rightarrow 1.67 K、ヒートスイッチ (HS) で 2.3 \rightarrow 2.15 – 2.2 K、LHe tank 上部で 2.25 \rightarrow 2.1 K)、タワー — LHe tank 間の断熱性能は改善されて いる。ただし問題なのは High Tc の低温部で、ここは新型タワーに交換後ぎゃくに悪化しており (6 \rightarrow 7 – 7.7 K)、VCS の性能に問題があることを示している。元々High Tc の流入熱は 50 K および 150 K radiation shield の温度に大きく依存しており、この部分の温度が高温になってしまうのは断熱 消磁を考えても不利である。ちなみにこの日はクエンチ寸前になったので正しい消磁方法ではなかっ たが、それでも 80 mK 以下まで冷却できた。



図 6.7: 04 年 11 月 14 日の横置き試験の温度変化。タワープロトタイプ使用。左上から:ヒートスイッチ (HS) および LHe tank 上部温度、中段はそれら温度計の抵抗、下は LHe tank 底面の温度計の抵抗。右上から:High Tc 低温部の温度、中段はその温度計の抵抗、下は再び LHe tank 底面の温度計の抵抗。

6.4.3 05年10月21日 — 縦置き試験

次に 2005 年 1023 日に行なった新型タワーを用いての縦置き減圧断熱消磁の冷却試験結果を図 6.10 に示す。タワープロトタイプ使用時の典型的な温度分布は図 6.9 だが、こちらでも LHe tan 底面が $1.75 \rightarrow 1.69$ K、ヒートスイッチ (HS) で $2.25 \rightarrow 2.2$ K、LHe tank 上部で $2.35 \rightarrow 2.15$ K と向上の傾 向が見え、保持時間は 39.5 時間となった。この日は到達温度が 67 mK と比較的良好な断熱消磁結果 となった。ただし、やはり High Tc の低温部は新型タワー導入により悪化の傾向が見えている。



図 6.8: 05 年 09 月 29 日の横置き試験の温度変化。新型タワー使用。表示は図 6.7 と同じ。



図 6.9: 05 年 08 月 16 日の縦置き試験の温度変化。タワープロトタイプ使用。表示は図 6.7 と同じ。

6.4.4 横置きで減圧無しの場合

新型タワー使用時での横置き、減圧無しの場合の冷却試験も行なったが、こちらは保持時間が4-5時間とタワープロトタイプ使用時とほぼ同じ結果となった。横置きの状態ではやはり減圧が必須条件らしい。

原因としては、縦置きでは He ガスがタワーの注入口から自然と外へ出て行くのに対し、横置きで はガスが LHe tankの上部で留まりながら温まるからと思われる。流れが鈍くなり留まったガスは圧 力が上がるため、気体の熱伝導率は 100 kPa → 数 Pa で 1e5 倍ほども違うのでそれ自体が大きな熱



図 6.10: 05 年 10 月 23 日の縦置き試験の温度変化。新型タワー使用。表示は図 6.7 と同じ。

流入を起こし、また減圧時と違い超流動にならない LHe は tank の壁面を上らないため tank 上部を 冷やさない。さらにガスが温まってから通るのではタワー部分での蒸気冷却の効率が一気にさがる。 これらが全て重なると feed forward となるため、あっというまに液体ヘリウムを蒸発させてしまうと 考えられる。これより、タワーから LHe tank への流入熱および蒸気冷却を向上させてもさほど関係 ないため、新型タワーにしてもほぼ変わらない結果になるのはうなずける。

6.5 考察

6.5.1 低温部分の温度分布の比較

予想通り新型タワー導入によって、ADR 極低温部の温度分布およびその温度変化が大きく変わった。図 6.11 は横置き、縦置き時の ADR 極低温部の温度変化をタワープロトタイプの時と新型タワー 使用時で比較したもので、長時間の data がそれぞれ新型タワー使用時のものである。デュワーの内部 温度は日によって 10 %程度の誤差があるため、縦置きか横置きかによる温度分布の違いはほとんど 問題ではないと思われる。注目すべきは温度の時間変化で、新型タワー導入後時間変動がみられる。 タワープロトタイプ使用時はほとんど測定されていなかった傾向で、断熱性能が上がり蒸発速度が下 がったことによって、LHe の減少にともなう LHe tank 内も含めた蒸気冷却の減少が初めて見えるよ うになったと思われる。あるいは High Te 低温部の温度が劣化しているため、ここからの流入熱が 影響しているのかもしれない。いずれにしろ蒸気冷却が影響している現象と思われる。ただし時間変 動といっても最大 5 %程度の温度変化で、saltpill に対する支持材料流入熱は同じく 5%程度の変化と 考えられる。輻射熱は saltpill に入る流入熱の 1%未満なので問題はないが、こちらは $\propto T^4$ なため約 20 %の時間変化が予想され、X 線入射窓からのカロリメータに対する Gain 変動をもたらす可能性が あり注意が必要である。



図 6.11: 横置き (左) および縦置き時 (右) の ADR 低温部の温度変化。上から: ヒートスイッチ (HS) 温度、中段が LHe tank 上部の温度、下段は High Tc 低温部の温度。それぞれ長時間の data が新型 タワー使用時。

6.5.2 50K ring および 150K ring の温度分布

2005年10月の試験より、新型タワー導入後の縦置き減圧時の150Kringの温度は170K→150K、 50Kringは40K以下と測定された。これは以前の温度分布と比べると決して有利な値ではなく、 50Kringについてはタワープロトタイプ使用時とほぼ変わらない値を示している。これは、プロト タイプ使用時では、50Kringに接続されるradiation shieldがタワーの低温側ベローズのさらに低温 側に接続されており、LHe tankにほぼ直結した形になっていたことが原因と考えられる。これは蒸 気冷却というよりも tankの熱伝導で冷却されていたことになり、より低温にはなるものの tankの熱 流入を考えると大変不利である。新型タワー導入によってようやく本来の形になったといえる。

またモデル計算との違いが生じている原因としては、蒸気冷却の効率が予測よりも低いか、モデ ル計算以上に大きな熱流入があるかの二つがある。新型タワーは銅パイプ部分の内径が16 mm ϕ で、 蒸発ガスの中には銅パイプと作用せずに通りすぎてしまうものが一部いる可能性があり、減圧時に挿 入するバッフルの構造を今後考える必要があるかもしれない。また流入熱の不確定要素としては輻射 熱、超伝導マグネット配線の流入熱経路があるが、ガス温度や High Tc 高温部の温度変化を調べるこ とで原因がわかると思われる。

上記のとおり蒸気冷却の性能はまだまだなことがわかったが、逆に言えばまだ保持時間および温度 分布の向上が予測でき、今後が期待される。最後に保持時間についてまとめたものを表 6.1 に示す。

6.5. 考察

6.5.3 層流における自然対硫熱伝達

流体の運動はレイノルズ数 *Re* の値によって大きく 2 つに分けられ、2000 以下を層硫、2000 以上 は乱硫となる。層流の場合の、パイプ内を通る気体の熱伝達率 α はレイノルズ数 *Re* とプラントル数 *Pr* を用いて

$$\alpha = 0.664 R e^{1/2} P r^{1/3} \frac{k(T)}{L} \tag{6.6}$$

k(T)は流体の熱伝導率 (W/cm-K)、Lは代表的長さで、自然対流熱伝達では管の内径 (cm) となる。Re, Prはそれぞれ

$$Re = \frac{vL}{\nu}, \qquad Pr = \frac{C_{\rm p}\mu}{k(T)} \tag{6.7}$$

Re, Prは無次元数である。vは流速 (cm/s)、 ν は動粘性係数 (cm²/s)、 C_p が定圧比熱 (J/K-g)、 μ が粘性係数 (g/s-cm) である。次元に十分注意すること。粘性係数は粘性率と重力加速度 g の積で導かれ、動粘性係数は粘性係数を密度 $\rho(g/cm^3)$ で割ったものである。熱伝達率は $h = Nu \frac{k(T)}{L}$ とも表され、Nuはヌッセルト数と呼ばれる無次元数である。よって Nuは Re, Pr で表現される。

上記のうち温度依存性があるのは粘性係数と熱伝導率で、また気体の体積が温度変化することを考えれば流速も温度の関数となる。まず管内の He ガス流速は、物質の 1 mol あたりの体積より He では 22.4 $\ell/4g$ 、管の断面積が 2.011 cm² より 2.735 * 10^3x cm/s となる (x が蒸発量、g/s)。田沼静一著「低温」より減圧 LHe の到達温度 1.7 K の時の圧力 8 mmHg より、タンク内は大気圧の 1/100 程度と考えられる。さらに温度によって変わる。

100 Kの時の典型的な値を考え、 $C_{\rm p} = 5.23$ (J/K-g)、 $\mu = 5 \times 10^{-5}$ (g/s-cm)、k(T) = 0.8(mW/cm-K)、D = 1.6 cm、 $\rho = 0.001$ (g/cm³) $\nu = 0.05$ (cm²/s)、 $v \sim 220$ (cm/s) とするとヌッセルト数は Nu = 38.4 となる (ただし Re = 7040 なので乱流)。また 10 K の場合は Nu = 23.3 となる。対して Astro-EIIの XRS2 用 Dewar の蒸気冷却計算には Nu = 3.66 が使用されている。

また乱流の場合、熱伝達率は

$$\alpha = 0.0365 Re^{0.8} Pr \frac{k(T)}{L}$$
(6.8)

より、10 KでNu = 8.38、100 KでNu = 14.3 となる。少なくとも第 6.3.4 章の値や XRS2 用 Dewar に使用された値と比べても不利な様子はない。

実際の ADR のセットアップではバッフルがあるためガスの運動はもっと複雑になる。また減圧ポ ンピングしているため強制対流熱伝達も考慮する必要がある。ただしこの時、熱伝達率 α を決めてい る種々のパラメータに注目すれば、現状でコントロールできるのは流速 v と代表的長さ L に代入する 値であり、流速が管内の通過可能断面積に依存し、さらに L や式 6.1 を見れば、熱伝達率は管の内径 に大きく依存していることが分かる。

	LHe 注入のみ	LHe 減圧	断熱消磁	保持時間	保持時間
		有無	有無	(プロトタイプ)	(新型タワー)
縦置き	○(2 杯目)			15 hours	36 hours
	0			40 hours	
		0		24 hours	
		0	0	$20{\sim}22$ hours	39.5 hours
横置き	0			4.5 hours	$4 \sim 5$ hours
		0		>19 hours	
		0	0	>14 hours	27 hours

表 6.1: 各実験方法における LHe 保持時間の試験結果 (2005 年 10 月 23 日現在)

第**7**章 X線カロリメータの原理

本章では、一般的なマイクロカロリメータに共通する構造や原理について述べ、都立大 ADR 固有 のカロリメータ回路が抱える問題点と対策を示し、実際に ADR で使用した TES カロリメータ素子 である SII-110 と SII-139 について書く。

7.0.4 X線マイクロカロリメータの構造

X線マイクロカロリメータは、図 7.1 で示すような吸収体、ピクセル、温度計、サーマルリンク、 熱浴から成る。吸収体に入射した X線光子は光電効果等によって吸収されその大部分が熱に変わる。 この微小な温度変化 ΔT を入射エネルギーを E、熱容量を C として、

$$\Delta T = E/C \tag{7.1}$$

を検出するために吸収体を十分熱化する必要があり、吸収体と温度計の間は適度に熱伝導を悪くした サーマルリンクによってつながれている。吸収体で生じた熱はサーマルリンクを通して熱浴に逃げて 行き再び定常状態に戻る。

吸収体

X線光子は光電効果によって吸収体に吸収されるため、検出効率を高くするためには吸収体の原子 番号を大きくし、十分な面積と厚さを持たせなければならない。しかし、素子が大きくなると熱容量 が大きくなってしまいエネルギー分解能が悪くなってしまう。このように、X線吸収体として用いる 物質はX線吸収効率、熱容量、X線の熱化の効率の条件を同時にクリアしなければならない。そこ で、以下に物質の種類に応じた特徴を挙げる。

1. 絶縁体と半導体

絶縁体や半導体はバンドギャップの不純物準位に電子が捕捉されて準安定な状態を作ってしま い、熱化が不完全であったり安定しにくい。

2. 常伝導金属

純粋な常伝導金属は熱化が非常に速いが、電子比熱が大きいため検出器のサイズが限られる。

3. 準金属

ビスマス、水銀テルルなどの準金属は熱化が比較的速いがデバイ温度が低く格子比熱が大きい。


図 7.1: カロリメータの構造のモデル

4. 超伝導体

超伝導体は超伝導遷移温度よりも十分低温では電子比熱が小さいため、原子番号が大きく、デ バイ温度が高い超伝導体を用いれば、比熱を抑えつつ高い検出効率を達成できる。しかし、超 伝導遷移温度よりも十分な低温では準粒子の再結合の影響で熱化が非常に遅くなる。

7.0.5 カロリメータの代表的なパラメータ

カロリメータについて理解する上での重要なパラメータについて述べておく。

熱容量 C

比熱はカロリメータのエネルギー分解能および時定数を決める重要なパラメータである。低温における金属の比熱 *c* は、フォノンに起因する格子比熱 *c* と伝導電子に起因する電子比熱 *c* の二つの要素からなっており、

$$c = c_l + c_e \tag{7.2}$$

と書ける。

• 格子比熱 cl

格子比熱はデバイ温度 θ_D よりも十分低温 $(T \ll \theta_D)$ において

$$c_{l} \approx \frac{12\pi^{4}}{5} N_{A} k_{B} \left(\frac{T}{\theta_{D}}\right)^{3}$$

= 1.94 × 10³ [J/K/mol] $\left(\frac{T}{\theta_{D}}\right)^{3}$ (7.3)

と表され、温度の3乗に比例する (デバイの3乗則)。ただし、 N_A はアボガドロ数、 k_B はボル ツマン定数である。超伝導物質では、超伝導遷移温度を T_c として、 $T < 0.1T_c$ で格子比熱は支 配的である。

• 電子比熱

電子比熱にはフェルミ準位近傍の電子のみが寄与でき、物質が常伝導状態か超伝導状態かによって異なる。

常伝導状態

$$c_e = \gamma T \tag{7.4}$$

超伝導状態 $T < 0.1T_c$ では、

$$c_e = \gamma \left(aT_c \exp\left(\frac{-bT_c}{T}\right) \right)$$
(7.5)

超伝導転移は二次相転移であり秩序状態から無秩序状態へ移行するので、電子比熱 $c_e = T\left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)$ は $T = T_c$ において不連続な飛びを示す。(比熱異常)この飛びは常伝導状態の比熱の 1.43 倍に相当する。(?)

以上に於いて、 γ はフェルミ面における電子の状態密度の尺度である Sommerfeld 定数、 T_c は 超伝導体の遷移温度で共に物質に依存するパラメータである。a、b は物質に依らない定数で $a \approx 8.5, b \approx 1.44$ である。

熱容量 C は比熱 c、密度 ρ 、原子量 M、体積 V を用いて

$$C = c\rho V/M \tag{7.6}$$

と書ける。

7.0.6 エネルギー分解能の熱力学的な限界

エネルギー分解能の熱力学的な限界について、まずは例として、フォノンがキャリアである場合に ついて述べる。

フォノン一個の平均エネルギーは k_BT であるので温度 T、熱容量 Cの素子の熱力学的なゆらぎは

$$\sqrt{N} = \sqrt{\frac{CT}{k_B T}} = \sqrt{\frac{C}{k_B}}$$
(7.7)

と求まる。これに対して入射 X 線によってフォノン数は n 増加しそのゆらぎは $\sqrt{N+n}$ になる。典型的な値として、E = 6 keV、C = 1 pJ/K、T = 0.1 K を考えるとゆらぎの増加の割合は

$$(\sqrt{N+n} - \sqrt{N})/\sqrt{N} \sim \frac{1}{2}\sqrt{\frac{n}{N}} = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{E}{CT}} \sim 0.1$$
 (7.8)

である。従って、入射 X 線によるゆらぎの影響は小さく、素子の熱力学的なゆらぎが支配的である。 つまり、エネルギー分解能は素子の熱力学的なゆらぎで決まる。

以上をふまえて改めて熱力学のみに基づいて系に固有なカロリメータのエネルギー分解能を求める。素子のエネルギーは分配関数 Z、 $\beta = 1/k_BT$ とすると $\bar{E} = -\partial \ln Z/\partial \beta$ から熱容量は、

$$C = \partial \bar{E} / \partial T \tag{7.9}$$

$$= -\frac{\partial^2 \ln Z}{\partial \beta^2} \frac{\partial \beta}{\partial T} = -\frac{\partial^2 \ln Z}{\partial \beta^2} \frac{1}{k_B T^2}$$
(7.10)

であるから、素子のエネルギーのゆらぎは

$$\left\langle \Delta E^2 \right\rangle = \partial^2 \ln Z / \partial \beta^2 \tag{7.11}$$

$$= k_B T^2 C (7.12)$$

になる。これから系の熱力学的なゆらぎによるエネルギー分解能 (FWHM) は、

$$\Delta E_{\rm FWHM} = 2.35 \sqrt{k_B T^2 C} \tag{7.13}$$

の程度である。式 (7.13)から明らかなように、エネルギー分解能は入射光子のエネルギーに第一近似 では依存しない。一般には、抵抗温度計を用いたカロリメータでは、温度計の感度 α などに依存する 係数 ξ を用いて、

$$\Delta E = 2.35\xi \sqrt{k_B T^2 C} \tag{7.14}$$

となる。いずれにせよ、高いエネルギー分解能を実現するには素子の熱力学的なゆらぎを抑えるため に極低温で動作させる必要がある。

7.1 電熱フィードバック

TES カロリメータは電熱フィードバック機構を用いて、X線が素子に入射した時に X線パルスの 立ち下がり時定数を短くすることで高カウントレートを実現している。

この機構は図 7.2 に示すような簡単なアナログ回路で理解される。TES カロリメータは超伝導遷移 端を利用するため動作温度 0.1K 程度で抵抗値は数十 mΩ を保つ。このとき X 線が入射すると TES カロリメータは発熱により温度上昇を起こし、その結果として抵抗値が数 mK だけ上昇する。この時 に並列回路に置いたシャント抵抗側の抵抗値が相対的にカロリメータの抵抗値に比べて小さくなる時 間に限って、流れる電流の多くがシャント抵抗側に行くことになる。これにより TES カロリメータ はシャント回路が無い場合よりも素早く自己発熱を抑えることができる。



図 7.2: TES カロリメータ回路図

現状での ADR のセットアップでは 0.1 K にシャント抵抗を配置している都立大希釈冷凍機と異な り、構造上の制限から液体ヘリウム底面にシャント基板を設置している。この構造では高バイアスに おいてシャント抵抗値が変化することが分かっている。その他にも考察に示すようにノイズレベルで も悪い影響を与えていることが考えられる。

7.2 測定に使用したカロリメータ

素子名	SII-110	SII139
サイズ	$0.5~\mathrm{mm}{\times}0.5~\mathrm{mm}$	$0.5~\mathrm{mm}{\times}0.5~mm$
Ti/Au	$40~\mathrm{nm}$ / $70~\mathrm{nm}$	$40~\mathrm{nm}$ / $70~\mathrm{nm}$
吸収体サイズ	$0.3 \mathrm{~mm} \times 0.3 \mathrm{~mm}$	$0.3 \mathrm{~mm} \times 0.3 \mathrm{~mm}$
吸収体厚さ	500 nm	500 nm
Membrene	Al: 100 nm	Nb: 250 nm
配線	Nb 350 nm	Nb350 nm

この節では、カロリメータの基本的特性とその評価方法、実際に測定を行った素子の特徴とそれらの特性について記す。

表 7.1: 各素子の各パラメータ

本研究で使用した TES カロリメータ、SII-110(図 7.3)SII-139(図 7.4) はセイコーインスツルメンツ



☑ 7.3: SII-110

(株)より提供された TES カロリメータ素子であり、TES の垂直方向にかかる磁場の影響を避ける目 的で SiN 基板の直下にアルミシールド /Nb シールドを配置している。素子,吸収体サイズなどのパラ メータは両者ともに同じで、素子サイズが $0.5 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ 、Ti/Au=40 nm / 70 nm,吸収体サイズ が $0.3 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm} \times 500 \text{ nm}$ である。各パラメータは表 7.2 にまとめてある。

7.2.1 カロリメータの基本的特性とその測定方法

RT 特性



図 7.5: SII-110のRT 測定結果

TES の温度 T と抵抗値 R の関係を RT 特性と呼ぶ。RT 特性を調べることで転移温度 T_c がわか

^{☑ 7.4:} SII-139

図 7.6: SII-139の RT 測定結果

リ、温度計の感度 α を計算できる。本論文では抵抗値が常伝導抵抗の 50% となる温度を転移温度と 定義する。ただし、測定できる温度は熱浴の温度であるため、ジュール発熱により熱浴と TES の間 に温度勾配が生じないよう、TES に流す電流は小さくする必要がある。

測定方法は2種類ある。一つは、TESにある電流を流してその両端に生じる電圧を測定する、いわゆる4端子測定である。この方法は、TESに正のフィードバックがかかることになるので熱浴の温度揺らぎに対してTESの温度が不安定になるが、Rの絶対値を求めることができるという長所がある。測定の精度を上げるため、本研究ではLinear Research 社のLR-700を用いてSII-139のRT特性を測定している。

もう一つの方法は、TES に定電圧をかけて電流の変化を SQUID 電流計で測定する方法である。実際には、X 線照射時と同様に並列にシャント抵抗 *R*_s を入れ、一定のバイアス電流 *I*_{bias} を流して測定を行うので、*R* はシャント抵抗 *R*_s に対する相対的な値としてしか求まらないが、TES には負のフィードバックがかかるために熱浴の温度揺らぎに対して安定であるという長所を持つ。SII-110の*RT* 特性の測定はこの方法を用いて測定されている。

それぞれの素子の RT 測定結果は図??と図 7.4 に示されている。SII-110 は都立大 ADR において 測定され、SII-139 の結果は都立大希釈冷凍機を用いて測定された。都立大希釈冷凍機と ADR とで の温度計の表示誤差は 100 mK において 5 mK 程度ある。SII-110 の転移温度は 147 mK で常伝導で の抵抗値は 147 mΩ である。転移は 2 段転移している。一方 SII-139 の転移温度は 132 mK(ADR で は 137 mK 程度) で常伝導での抵抗値が 127 mΩ である。転移は一段転移をして が 400 とシャープ である。



IV 特性 (電流応答特性)



図 7.7: SII-110 の電流応答特性

図 7.8: SI-139 の電流応答特性

*IV*特性とは、熱浴温度 T_{bath} 一定のもとでの、TES 両端の電圧 V と TES に流れる電流 *I* の関係で ある。この関係は TES 回路に流すバイアス電流 I_{bias} と TES に流れる電流 I_{TES} の応答関係とも言え る。測定は熱浴温度 T_{bath} を一定に保ち、バイアス電流 I_{bias} を変化させたときの出力 *I* を調べること でおこなう。測定回路は図 7.2 と同じである。この時、回路の寄生抵抗値を無視して考えることで、

$$R = \left(\frac{I_{bias}}{I} - 1\right) R_s \tag{7.15}$$

の関係があるため、既知である R_s を代入することで書く測定点での Rが決まる。TES 両端の電圧は

$$V = RI \tag{7.16}$$

で表されることから、この結果より TES の *V* と *I* の関係が求まる。各素子の電流応答特性は図 7.7 と図 7.8 にまとめてある。



熱伝導度Gとその温度依存性

図 7.9: SII-110 のジュール発熱と TES 抵抗値の 図 7.10: SII-110 の熱 関係

図 7.10: SII-110の熱伝導度と TES 抵抗値の関係

熱伝導度は異なる複数の熱浴温度 T_{bath} において IV 特性を求めることで計算できる。TES の温度 を T とすると、ジュール発熱と熱浴との熱伝導のつりあいの式は、

$$P_b = \frac{GT}{n} \left(1 - \left(\frac{T_{bath}}{T}\right)^n \right) \tag{7.17}$$

と表せる。以上より、二つ以上の異なる T_{bath} に対して P_b を求めれば、G, n をフィットにより求める ことができる。 $(T - T_{bath})$ が TES の転移幅 (~数 mK より十分大きければ T は TES の抵抗値によ



図 7.11: SII-139 のジュール発熱と TES 抵抗値 図 7.12: SII-139 の熱伝導度と TES 抵抗値の関係

らず一定だとみなせるので)

$$P_b = \frac{GT_c}{n} \left(1 - \left(\frac{T_{bath}}{T_c}\right)^n \right) \tag{7.18}$$

と近似できる。したがって、*T_{bath}*が一定ならば TES の抵抗値によらず *P_b*はほぼ一定となる。SII-110 と SII-139 についての熱伝導度 *G* の温度依存性を図にまとめてある。各プロット点の色は図 7.7 と図 7.8 で示した各実験日に対応する。測定温度によらず *P* も *G* も一定値を示すことが分かる。

臨界電流特性

超伝導体は一般的に、ある量以上の電流を流すと超伝導状態が壊れ常伝導になるという性質をもつ。この臨界値となる電流値を臨界電流 I_c と呼ぶ。臨界電流は TES の温度 T と外部磁場 B の関数 であり、TES のサイズや膜質にも依存する。TES の応答の電流依存性は I_c でスケールされるため、臨界電流は TES の性能に深く関係する物理量である。

測定は、熱浴温度 T_{bath} を転移温度 T_c より低く設定し TES を超伝導状態にしておき、電流を徐々に大きくしていくことで行う。超伝導が壊れたときの電流値が温度 $T=T_{bath}$ での臨界電流 I_c である。ただし、本研究では B を直接測定していない。ADR の場合、TES カロリメータは磁場の影響をさけるために Al と Pb, さらに外側をクライオパームの 3 重の磁気シールドを置いている。しかし、磁気シールドが超伝導状態になる前の実験室環境により地磁気レベルのトラップが確認されている。各素子の転移温度で規格化した温度 T_{TES}/T_c と I_c の関係を図??と図 7.14 に示している。



図 7.13: SII-110 の臨界電流の温度依存性



図 7.14: SII-139 の臨界電流の温度依存性



図 7.15: SII-110のパルスハイトの抵抗値依存性 図 7.16: SII-139のパルスハイトの抵抗値依存性

パルス特性

パルス特性は、カロリメータに X 線光子や電気的なパルス (ヒートパルスと呼ぶ) を入射した時の 応答であり、これによってカロリメータの応答関数 S_I とそのゆらぎ、すなわちエネルギー分解能 ΔE を知ることができる。また、エネルギー E のパルスが入射した時の電流変化 ΔI は

$$\Delta I = \frac{\alpha E}{CT} I \tag{7.19}$$

出力信号の立ち下がり時定数 au_{eff} は

$$\tau_{eff} = \frac{C/G}{\mathcal{L}_0 + 1} \simeq \frac{nC}{\alpha G} \tag{7.20}$$

と書けるので、 C/α を求めることができる。IV特性から求めた α と合わせて C を計算することも原理的には可能である。

熱浴温度が一定ならジュール発熱は動作抵抗値によらずほぼ一定であるので、

$$\Delta I \propto \alpha I \propto \frac{\alpha}{\sqrt{R}} \tag{7.21}$$

となり、TES の抵抗値が小さいほどパルスハイトが大きくなることが期待される。

しかしながら、実際には様々な効果によりカロリメータの応答関数は理想的な場合からずれる。さらに、入射位置依存性や熱化、熱拡散過程に由来するゆらぎのためにパルスごとにもばらつく。これらのずれやばらつきを調べることで、実際の熱的、電気的応答を詳しく知ることが可能になる。

ノイズ特性



図 7.17: SII-110のノイズレベルの抵抗値依存性 図 7.18: SII-139のノイズレベルの抵抗値依存性

ノイズ特性は、信号入力がない時のカロリメータの応答である。ノイズの発生源が異なると大きさ や周波数特性も異なるので、その特性を調べることによってノイズの発生起源を特定することが可能 になる。

ノイズデータに対して最適フィルタ処理を適用することでノイズデータのパルスハイトの分布を計 算できる (この分布は 0 にピークを持つ)。この分布の半値全幅 $\Delta I_{baseline}$ をベースライン幅と呼ぶ。 エネルギー E の X 線パルスハイトが I の時、

$$\Delta E_{baseline} = \frac{E}{I} \Delta I_{baseline} \tag{7.22}$$

により、ベースライン幅を eV 単位に変換することができる。本論文では特に断らない限り、eV 単位 で示したもの (Δ*E*_{baseline})を使用する。ベースライン幅は、実際のエネルギー分解能に占めるノイズ の寄与を示している。これに対して、

$$\Delta E_{thermalization} = \sqrt{\Delta E^2 - \Delta E_{baseline}^2} \tag{7.23}$$

はエネルギー分解能に対するノイズ以外の寄与を表し、具体的には、熱化、熱拡散過程や TES の抵 抗値のイベントごとのばらつきによる影響を意味する。

カロリメータに固有なノイズ (ジョンソンノイズとフォノンノイズ) や、SQUID ノイズなどの読み だしノイズの寄与は個別に推定することができる。もしもベースライン幅がこれらの原因がわかって いるノイズの寄与よりも大きい場合、起源が明らかでないノイズが支配的であるということになる。 このような起源不明のノイズを一般に超過ノイズ (excess noise) と呼ぶ。

図 7.17 と図 7.18 に SII-110 と SII-139 のノイズレベルの TES 抵抗値依存性を示した。

7.2.2 量子効率

各素子の量子効率を求めた。TES と吸収体を含めたカロリメータでの量子効率はともに同じであ るが、Al シールドと Nb シールドの量子効率はコリメータサイズが共に 150μ m× 150μ m を使用して いる。SII-110の場合 5.8keV で Al シールドの量子効率が 0.3% であるのに対して、SII-139 における Nb シールドの量子効率は 5.8keV で 6.5% 程度と約 20 倍になっている。TES を透過した X 線に対す る各シールドの量子効率は 1keV 以下ではまったく無いことがわかる。

7.2.3 パルス波形解析

平均パルス

図 7.23 では SII-139 における Mn-K_{α}(赤) と PHA=0.45V 輝線 (青) の平均パルス波形を重ねた。下 図はそれぞれの平均波形を割算したものであるが、二つのパルスの時定数が異なるために割算した結 果が時間に対して一定値を取っていないことがわかる。この原因として、PHA=0.45V 輝線のイベン トが TES ではなく、TES 背後にある Al によって吸収されたイベントであるためと考えられる。



図 7.19: SII-110の量子効率。赤:TES の量子効率、シアン実線:Al シールドのみの量子効率, シアン 点線:TES の透過率を考慮した Al シールドの量子効率 水色実線:SII139の Nb シールドの量子効率、 水色点線: TES の量子効率を考慮した Nb シールドの量子効率



図 7.20: 動作点における平均パルスの比較 (Mn-K $_{\alpha}$). 赤:SII-139, 黒:SII-110



図 7.21: SII-110 で取得した 55Fe 線源の X 線ス ペクトル

図 7.22: SII-139 で取得した 55Fe 線源の X 線ス ペクトル



図 7.23: SII-139 における $Mn-K_{\alpha}(\bar{m})$ と PHA=0.45V 輝線 (青) の平均パルス波形を重ねた。下図は それぞれの平均波形を割算したもの。

7.3 シャント基板の改良

現在、都立大 ADR の setup ではシャント抵抗がヘリウムタンクの底部にあり、ヘリウム減圧時に は温度が 1.7K になっている。大まかにいってジョンソンノイズへの寄与は 100mK にシャント抵抗 を置いたときに比べて 10 倍ノイズが乗っている恐れがある。また、ETF 測定時に見積もる動作温度 での TES 抵抗値は、bias scaning で見積もられたシャント抵抗値をそのまま用いると異なる値を示 すことからも、シャント抵抗値がバイアスにより自己発熱を起こし抵抗値が変化している可能性があ る。この節ではこの問題について検討し、改良した回路基板を用いての測定結果を報告する。





図 7.25: 旧シャント基板の写真

図 7.24: 旧シャント基板の配線図

7.4 発熱によるシャント抵抗値の変化

シャント抵抗が TES バイアスにより発熱していることが bias-scaning や ETF 測定における結果から示唆されている。

7.4.1 bias-scanningとETF測定

bias-scanning とは TES 回路に流す電流値とそれに対する SQUID 回路に流れる電流の応答値をみ ることでそれらの応答関係と 0.1 K 付近でのシャント抵抗の値と寄生抵抗の値を求める測定手法であ る。カロリメータ回路に流れる電流値を I_b とし、並列回路部分でのカロリメータ側に流れる電流値 を I_{TES} , シャント抵抗側に流れる電流値を I_s とする。このとき、回路の関係式が以下のように成り 立つ。

$$I_s R_s = (R_{TES} + R_p) I_{TES} \tag{7.24}$$

$$I_b = I_s + I_{TES} \tag{7.25}$$

ここで式 (7.4.1) より、

$$I_s = I_b - I_{TES} \tag{7.26}$$

式 (7.4.1) を式 (7.4.1) に代入して整理することで、

$$I_{TES} = \frac{R_s}{R_s + R_{TES} + R_p} I_b \tag{7.27}$$

という関係が求まる。これが、ETF測定時のカロリメータ回路全体に流れる電流値とカロリメータ 側回路に流れる電流値の関係である。式 (refeq:outou)を R_{TES} について整理し直すと以下のように なる。

$$R_{TES} = \frac{1-a}{a}R_s - R_p \tag{7.28}$$

ここで $a = I_{TES}/I_b$ である。この関係式を用いると、カロリメータが常伝導のときには寄生抵抗を無 視することができるので、カロリメータの極低温での抵抗値を予め測定しておけば、素子の抵抗値か らシャント抵抗値が求まる。また、カロリメータが超伝導の時は素子の抵抗値をゼロとすることで、 シャント抵抗値から寄生抵抗値が求まる。このようにして、決めた R_s , R_p の値を用いてカロリメー タ回路に流す電流値を変化させながら SQUID 電流値と素子の抵抗値の応答を調べる手法が ETF 測 定である。

7.4.2 測定結果

図 7.27 と表 7.4.3 に各測定日における測定結果を示す。これらの測定時には SII-139 というカロリ メータ素子を用いた。この素子は事前に RT 測定が行われ、極低温での抵抗値は 127 mK であること が知られている。実際の ETF 測定でのカロリメータの抵抗値は各測定日ごとにシャント抵抗のばら つきに対応して同様にばらついているが表 7.4.3 に示されるように 25 – 50 mK と RT 測定の結果と は隔たりがあることが分かる。

また、図 reffig:plot-etf の左図のそれぞれのプロットをみると各測定日ともバイアス電流を多く流したときに、常伝導における応答関係 – 式 (7.4.1)を示した直線からずれていくことが分かった。

7.4.3 実際のシャント抵抗の値

以上の測定結果から、バイアス電流を変化させるとシャント抵抗が次第に変化していくことが示唆 される。そこで発熱によって変化した実際のシャント抵抗の値を見積もる。

ETF 測定を行った際の測定結果を用いて動作点でのシャント抵抗値を求めた値が表 7.4.3 に示して ある。このように、シャント抵抗の値は動作温度において大きく変化していることが分かった。



図 7.26: bias-scanning 結果。 左図は 90 mK での測定結果で右図は 145 mK での測定結果



図 7.27: ETF 測定結果。左図は TES 回路に流れる電流値に対する SQUID 電流の応答関係をプロットしたもの。右図は TES のバイアス電流に対する TES カロリメータの抵抗値の関係。

実験日	\mathbf{R}_s [@] 常伝導 $[\mathbf{m}\Omega]$	\mathbf{R}_s [@] 動作温度 $[\mathbf{m}\Omega]$	$\mathbf{R}_p \ [\mathrm{m}\Omega]$	R_{TES} (常伝導) $[m\Omega]$
050625	3.08	9.54	0.847	50.114
051028	4.85	16.85	1.90	40.917
051116	4.20	19.15	1.226	25.917

表 7.2: 各実験日ごとのシャント抵抗値と寄生抵抗、ETF 測定から見積もられる TES の抵抗値



図 7.28: 新シャント基板の配線図



図 7.29: 新シャント基板の写真



図 7.30: ADR の実験ステージ側に導入した新シャント基板の写真

7.5シャント基板の改良

旧シャント基板における問題点を解消するために、新シャント基板の製作と ADR への導入を行っ た。新シャント基板の設計方針はシャント抵抗の発熱を十分に熱浴に落し、温度環境の影響を受けな いようにすることである。そのためにシャント抵抗は絶縁体であるカプトンテープで覆い、減圧した ヘリウムタンクへと Al テープで固定し熱リンクをとった (図 7.30)。また、IC ソケット部分に生じる 接触抵抗の影響を少なくするため、比較的大きな電流が流れるシャント抵抗部分の IC ソケット接続 部分は半田付けを行った。カロリメータ配線側と SQUID 配線側の IC ソケット部分は比較的小さい 電流が流れる部分なので半田付けしないことにした。しかし、以前より SQUID 配線部分は磁場の影 響を受けやすい部分であるので、今後の測定結果を検討しながら修正を重ねていくことにする。

7.6 シャント抵抗の製作と選択



図 7.31: シャント抵抗。3 個作製したうち、抵抗値の小さな一番左のシャント抵抗を使用

熱浴温度 [K]	測定条件	$\mathbf{R}_s~[\mathbf{m}\Omega]$
4.2	$2\Omega, 20\mu V$	3.96
4.2	$200m\Omega, 20\mu V$	4.039
4.2	$20~m\Omega,~20\mu V$	4.057
300	$2\Omega, 20\mu V$	8.80
300	$200m\Omega, 20\mu V$	8.857
300	$20 \ m\Omega, \ 20 \mu V$	8.8649

熱浴温度 [K]	測定条件	$\mathbf{R}_s \ [\mathrm{m}\Omega]$
4.2	$2\Omega, 20\mu V$	2.73
4.2	$200m\Omega, 20\mu V$	2.789
4.2	$20~m\Omega,~20\mu V$	3.0523
300	$2\Omega, 20\mu V$	8.08
300	$200m\Omega, 20\mu V$	2.789
300	$20 \ m\Omega, \ 20 \mu V$	8.1894

表 7.3: 新シャント抵抗の抵抗値測定結果 表 7.4: 旧シャント抵抗の抵抗値測定結果

新シャント基板の製作にあたり、新たにシャント抵抗を図 7.31 製作した。シャント抵抗はマンガニン線を IC ソケットに半田付けして数 mΩの抵抗値を持つものを製作した。抵抗値を常温と液体ヘリウム温度で調べた結果が表 7.6 である。

7.7 基板導入後の評価



図 7.32: 新シャント基板導入前後の biasscan- 図 7.33: 新シャント基板導入前後の biasscaning.110mK(超伝導状態)での測定結果 ing.150mK(常伝導状態)での測定結果

図??に新シャント基板を用いた SII-110 でのバイアススキャン結果を示した。以前のような高バイ アス下での抵抗値変化による線形関係からのずれは見られなくなったことがわかる。また、このと きのシャント抵抗の値は 3.69 $m\Omega$ とほぼ 4.2K での測定結果と一致する値であることが確認できた。 しかしながら、カロリメータが超伝導状態でのバイアススキャン結果から、回路上には 4.6 $m\Omega$ とい うシャント抵抗値と比較しても決して無視できないくらい大きな寄生抵抗が生じていることが分かっ た。これらのシャント抵抗と寄生抵抗の値を用いて ETF 測定結果をプロットしたものが図??の赤点 で表示してある。この図をみるとカロリメータが丁度常伝導になるところで右図の TES 抵抗値が折 れ曲がっている。これはバイアススキャンで求めたシャント抵抗の値が実際の動作温度、特に高バイ アス下で変化していることを意味しており、実際 ETF 測定時のカロリメータが常伝導状態での測定 結果から求めたシャント抵抗値は 6.37 $m\Omega$ となっていることが分かった。この結果を用いて ETF 測 定結果をプロットしたものが図??の緑点で適切な表示がされている。



図 7.34: 新シャント基板導入前後の SII-110 の電 図 7.35: 新シャント基板導入前後の SII-110 のバ 流応答特性測定結果 イアス電圧と抵抗値の関係

7.8 考察

都立大 ADR での実際の回路配置を考えるときには、その構造的な観点からカロリメータ素子は 0.1Kの detector stage に、シャント抵抗はヘリウムタンクの底面に配置されタンク減圧時に 1.7K 程度を保つ。

1.7 Kでの $4 \text{ m}\Omega$ のシャント抵抗におけるジョンソンノイズは

$$NEP = \sqrt{4k_B TR} = 6.1 \times 10^{-7} \ [\mu V / \sqrt{Hz}]$$
(7.29)

一方、0.1 K での $4 \text{ m}\Omega$ のシャント抵抗におけるジョンソンノイズは

$$NEP = \sqrt{4k_B TR} = 1.4 \times 10^{-7} [\mu V / \sqrt{Hz}]$$
(7.30)

となり、シャント抵抗を 0.1 K に配置した場合よりも最低 5 倍はジョンソン ノイズの影響があるこ とが示唆される。実際にはシャント抵抗の自己発熱や半田部分の寄生抵抗がのる影響によりさらに影 響が大きくなる。

7.9 まとめ

新シャント基板ではシャント抵抗を明示的に熱浴へと熱リンクを取った結果、旧シャント基板での シャント抵抗値の変化に比べて抵抗変化が小さくすることができた。しかし、以前として高バイアス でのシャント抵抗値の変化が見られるためさらなる構造的な改善が必要である。

第8章 X線入射窓の付着物対策

X線入射窓は宇宙で使用するX線天文衛星用冷凍機及び、地上実験用の外部X線検出型冷凍機で は断熱と遮光のために必要不可欠であり、フィルターに用いる材料と構造がX線検出効率を決める。 我々は Al 蒸着された東レLumirror(C₁₀H₈O₄)とParylene-N(C₈H₈)フィルムをADRに組み込み、そのX線入射窓に付着する元素とその量、厚みを見積もった。付着物の影響を抑えるためにAperture cone 構造をX線入射窓の周囲に設けその効果を調べたので報告する。

8.1 研究目的

極低温冷凍機によって外部からのX線を検出するためには、外部からの熱流入を防ぐ断熱性と、赤 外から紫外線までの長波長領域に対する遮光性を目的とした数段階のX線入射窓が必要となる。さ もないと、それらの電磁波が雑音となって検出器のエネルギー分解能を劣化させ、また熱流入となっ て検出器の性能や寿命に影響する。例えば同様の目的のためにすざく/XRSにおいても5層のフィル タも搭載しその要求性能についても詳細に調べられている。

また、同時に X 線入射窓に対する冷却によるガスの付着も問題となってくる。フィルタは低温の ため、H₂O, N₂, O₂,H などの付着物には細心の注意を払う必要がある。特に冷凍機デゥアーの多数の MLI はアウトガスの主な発生源であり、フィルタをこれらからの付着から守る必要がある。

また、地上実験用冷凍機ではデゥアーの真空を破るために毎回の実験ごとに He ガスを使用するこ とになる。この He ガスが冷凍機内部の MLI に多数付着していた場合には、これもアウトガスの原因 となる。このような残留ガスは1K以下の極低温では真空容器の壁や低温部装置に吸着され、真空ポ ンプが引く力よりも吸着による力のほうが強くなり、簡単にはこうしたアウトガスを引くことが困難 となる。

上記の理由で X 線入射窓フィルターは極低温冷凍機を用にはなくてはならないので、X 線検出効 率を決める X 線入射窓フィルターの材質の検討と評価を行う。

8.2 X 線入射窓の材質選択

図8.4が今回実験に用いた断熱消磁冷凍機である。

冷凍機内部には図 に示されるように、150K, 50K, 3K,0.1K の detector table 部分に X 線入射窓 が配置されている。実験は付着物対策を行う前と後でそれぞれ行った。付着物対策を行う前のセット アップで用いた X 線入射窓フィルムのスペックを示した表が表 8.3 である。SETUP I においては全 ての X 線入射窓のサポートフィルムに東レ・ルミラーを用いた。全て厚さは同じであり、540 nm の 厚さの東レ・ルミラーフィルムに 37 nm の厚さのアルミを蒸着させている。メッシュによるサポート

種類	パリレン-C (parylene-C)	パリレン-N (parylene-N)
組成	poly-monochloro-para-xylylene	poly-para-xylylene
色相	無色透明	無色透明
	280	405
密度 [g/cc]	1.289	1.110
吸水率 50µt, 24hr, %	0.06	0.01

表 8.1: パリレンの主要な物理化学的性質

種類	ポリエステル	ポリミド
商標	東レ・ルミラー	
密度	1.40 g/cm^3	
融点	$260 \ ^{\circ}C$	
吸水率 50µt, 24hr, %	0.4~%	0.24~%

表 8.2: 東レ・ルミラーとポリミドの主要な物理化学的性質

フィルター位置	内径	サポートフィルム: 厚さ	アルミ: 厚さ	メッシュ
150 K シールド	$10 \mathrm{mm}$	東レ・ルミラー: 540 nm	アルミ: 37 nm	無し
50 K シールド	$20 \mathrm{~mm}$	東レ・ルミラー: 540 nm	アルミ: 37 nm	無し
3 K シールド	$10 \mathrm{~mm}$	東レ・ルミラー: 540 nm	アルミ: 37 nm	無し
0.1 K シールド	$6 \mathrm{mm}$	東レ・ルミラー: 540 nm	アルミ: 37 nm	無し

表 8.3: SETUP I に用いたフィルムセットアップ

フィルター位置	内径	サポートフィルム: 厚さ	アルミ: 厚さ	メッシュ
150 K シールド	$10 \mathrm{~mm}$	パリレン-N: 100 nm	アルミ: 70 nm	無し
50 K シールド	$20 \mathrm{~mm}$	パリレン-N: 100 nm	アルミ: 70 nm	360µm pitch 5µNi(T=86 %)
3 K シールド	$10 \mathrm{~mm}$	パリレン-N: 100 nm	アルミ: 70 nm	360µm pitch 5µNi(T=86 %)
0.1 Kシールド	$6 \mathrm{mm}$	パリレン-N: 100 nm	アルミ: 70 nm	無し

表 8.4: SETUP II に用いたフィルムセットアップ

8.2. X線入射窓の材質選択



図 8.1: 冷凍機内部の X 線入射窓の断面図。Aperture cone は SETUP I には取り付けていない。

はなく、全てアルミ蒸着面を冷凍器の外側に向けて配置した。東レ・ルミラーの材料としての性質は 調べられていて、基本的なパラメータを表 ?? に示した。表 8.2 には SETUP II で使用したパリレン についての情報を示したが、東レ・ルミラーの性質として給水率がパリレンと比較して 40 倍程度大 きいことが分かる。

SETUP II では各フィルターに 70nm 厚のアルミ蒸着されたパリレン-N フィルムを用いた。パリレンはその化学的組成(図??,図??)から、高い原子番号の元素を構成原子に含まず、分子に Cl が含まれないパリレン-N を採用した。これらのパリレンの主な物理化学的性質は表 8.2 にまとめてある。本研究でパリレンを使うことを検討した理由の一つにパリレン-N には構成元素に酸素を含まないことが上げられる。酸素を含んだフィルムを使用すると X 線スペクトルを取得した際に、O_{VII}(566-665 eV)や O_{VII}(653 eV)の輝線付近に酸素の K-edge が重なることになるので都合が悪い。同様のフィルターとしてベリリウムを用いることも検討したが、価格面で折り合いがつかず断念した。

SETUP II では、X 線入射窓周辺の MLI から直接アウトガスが付着するのを防ぐために、無酸素 銅製の aperture cone を配置してある。素子からみた視野は 150 K シールドの X 線入射窓が制限し ており、

$$\frac{\pi \cdot 15mm}{4 \cdot \pi \cdot 31 \ mm} \times 360^{\circ} = 5.1^{\circ} \tag{8.1}$$

程度に視野が決まっている。

図の 8.2 では、各条件で期待される X 線透過率を示した。これを見ると分かる通り、SETUP I で は 1keV 以下での X 線透過率は C、O の吸収端により大きく低下している。Parylene を Filter に用い ることで理想的には 0.6keV 付近の X 線透過率では 10 倍以上改善されることがわかる。この透過率 は Astro-E2 XRS で用いられている Film setup を上回ることが示されている。

8.3 実験

実験は図 4.1 のように MansonX 線発生装置と断熱消磁冷凍機を真空接続して行なわれた。X 線発 生装置の一次ターゲットは Al を使用し印加電圧を 3.5kV とした。冷凍機内には TES 型マイクロカロ リメータ (SII110)を配置した。ここでは、Manson X 線発生装置の取扱い方とその特徴について記述 しておく。

8.3.1 Manson X 線発生装置 MODEL 3B

Manson のX線発生装置としての基本的なパラメータを下記に示す。

- HV 1.5 5 kV(10 kV)、最大 emission 電琉 1 mA、最大出力 5 W、典型的な出力 1-2 W
- spot size 1mm、放射角 45×2
- 全長 254 mm、重量 1.1 kg
- 典型的な値として、Carbon target にて2 W(5 kV, 0.4 mA)時のCarbon K $\alpha lt 5 \times 10^{11} counts s^{-1} str^{-1}$
- 動作時の最低必要な真空度は 2 × 10⁻⁶ Torr ¹
- target は Z の大きい方から、Fe、Ti、Al、C、Mg、MgO/Mg、Be/Mg(平成 18 年 2 月 17 日 現在)

最大 emission 電流値は filament の能力で決まるが最大 HV は電源装置で決まっている。とはいえ 最大出力があるため 7 kV くらいが限界と考えてよい。これ以上あげるには Cathode heating power を調整したりして熟練者の知識がいる。また真空度については、条件によるため真空度の限界は正確 に示せないが、manual の記述を考慮して上記の値とする。target は Ti の実物をみてわかる通り手作



図 8.2: 計算される X 線透過率; 灰色実線: Setup I, 4 Toray-Lumirrer filters: C₈H₁₀O₆ (2.16 μm) + Al (148 nm); 黒実線: Setup II, 4 Parylene-N filters: C₈H₈ (0.4 μm) + Al (280 nm) 2 枚の Ni メッシュを含む (86% each); 黒点線: Setup of the *Suzaku* XRS, 5 Polymide-filters: C₂₂H₁₀N₂O₅ (0.45 μm) + Al (380 nm) 1 枚の Ni メッシュを含む (82%).

¹英語版 manual では図 3 の caption には 5×10^{-7} から 2×10^{-6} Torr 間、文中では a few microtorr とある





図 8.3: 軟X線発生装置、Manson X-ray Generator

図 8.4: Mansonの接続使用例。ADR と Manson

り可能。X 線スポットサイズは直径約 1mm で、構造上 90 度離れた 2 方向に放射角 45 度で X 線放射 する。

8.4 使用方法

ここでは真空引きから X 線発生までの操作方法を示す。基本的なことしか述べないので、X 線発生 原理及び構造を十分理解した上で操作すること。また操作前に HV が GND に落ちていないか、チェ ンバー内に余計な部品が残っていないかを確認する (ターボポンプ — TMP が吸い込むと大変危険)。 真空引きはまず 100V AC 電源を ON にし、ロータリーポンプを作動させる。この Manson にはピ ラニーゲージ (大気圧 760 Torr ~ 1 Torr 間が測定出来る真空計)がなく、またこの程度の真空度では イオンゲージ (10⁻³ Torr ~ 10⁻⁹ Torr 間測定用の真空計) は故障するので使用できない。よって 5 分 程待ってから TMP を START させる。TMP が加速を終了して normal mode になれば、真空リーク がない限りイオンゲージ使用可能である。イオンゲージは電源 ON にした後に FIL ボタンを押すこ とでガイスラー管が点灯して測定表示される。真空度が条件に達したら実験作業に入る。

- Cathode Heating Power を CCW(counter clockwise 逆時計回し) に回してゼロであること
 を確認し、また HV 電源系も OFF であることを確認。
- X-ray Source ControlのAC line power(主電源)をONにする。
- Cathode Heating Power と書いてあるダイヤルをゆっくりと目盛 50 のところまで回す。この時 Cathode Heating Current のモニタは 5A 以下を表示しているか確認する。これで 5 分ほど待つ。
- Cathode Heating Current が 5.5A に達するまで Cathode Heating Power の目盛をあげる。これでまた 5 分ほど待つ。

- Cathode Emission Limit と書いてある目盛を、course switch (粗いスイッチ)を8、fine pot(細かいスイッチ)を0にする。これで8.0にセットしたことを意味する。
- High Voltage Supply の output ハンドルが 0 で、また HV ボタン及び power ボタンが OFF に なっているのを確認してから power ON にする。
- HVのoutput ハンドルをゆっくりと希望の電圧まであげる。電圧を上げていくと HV Voltage Supplyの Emission Current が上がっていくと同時に、Electron Beam Current(Cathode 制御 パネル上の右側モニタ)が同じ値を表示していることを確認する。

HV が 5 kV くらいまでは、emission 電流が流れる限り問題なく制御できるだろう。Emission 電流 の大きさは基本的には Cathode Emission Limit を変えることで操作するが、そもそも Emission 電流 の大きさは Cathode を加熱する大きさで決まっている。よって Cathode Heating Current を下げて あげればその分 Emission 電流は下げられる (この時の下がり具合は比例関係ではない)。HV 5 kV 以 上をかけたい場合は filament の出力限界を考慮し、Cathode Heating Current を必ず下げる必要があ る。Manson は X 発生中は発熱により真空度が若干悪くなる。HV 及び Emission 電流を上げる時は 真空度の上昇に注意する。

実験終了時は上記の逆をやればよい。真空引きを終了するときは始めに Cathode Heating power 及び HV の電源系が OFF になっていることを確認し、TMP の STOP ボタンを押す。減速モードに 入ったら 2-3 分で TMP の全ランプが消える。STOP ボタンを押してから 10 分も待てば TMP は完全 に止まるはずなので、そこでロータリーポンプを停止できる。大気圧に戻すパージは単にバルブを開 くのでも良いが窒素ガスを用いる方がよりよい。この場合ピラニーゲージなど、大気圧あたりまで表 示可能な真空計をバルブに取り付けてパージすること。実験目的によるが、あまり長い間ポンピング させずにチェンバーを真空状態にするのは良くない。

8.5 ターゲット交換方法

マンソン X 線発生装置の一番の利点はターゲット交換が可能なところで、10⁻⁶ Torr まで真空引き をやり直す必要があるものの、交換後2時間程度で動作を再開できる。

方法はターゲットを接続しているマウンティングチューブを取り外すところから始める。全ての電源が OFF で、HV 安全カバー上方の HV コネクターが外れてるのをあらかじめ確認すること。また ターゲットを取り出す前にチェンバー内部を大気圧に戻す必要がある。大事をとって全作業は作業用 手袋を着用する方がよい。

HV 安全カバーは頭が赤色のネジ3つでつけてある。まずはこれをはずす。すると図 8.5 のように ANODE がみえてくる。ここは高電圧がかかるところなのでよごさないこと。ターゲット部分のセッ トアップの様子がわかるためには発生装置の真空チェンバーのフタを開ける。すると図 8.5 のように なるが、慣れていれば開けなくてもできる。

マウンティングチューブは図 8.10 及び図 ??のような構造で、取り外すには ANODE の絶縁部から すぐの O-ring 部分 (M3 六角ネジで固定) か、さらにチェンバー側に近いところにあるコンフラット



図 8.5: HV の安全カバーをはずしたところ。AN-ODEにはホコリがつかないよう注意。



図 8.6: 発生装置本体を真上からみたところ。ター ゲットは中央だがここからは見えない。X 線は写 真の左ななめ上と右ななめ上に出射される。



図 8.7: Al ターゲット。円筒型の頭から X 線出射 する。ただしこの形である必要はない。

(CF70 フランジ)部分からはずす2通りの方法がある。ターゲットのみをはずしたい時は前者だが、 電子ビーム焦点調整シリンダーやfilamentごと取り外したい時は後者となる。ここで使用されている O-ring は正確には O-ring ではなく特注品らしい。またコンフラットからはずした場合、真空に保つ ためのガスケットは交換する必要がある。さらに O-ring 部分から外す際の六角ネジは、これを外す ための専用ドライバーがある。

ターゲット交換後の組み立て作業は取り外す時の反対の作業をすればよいが、HV 安全カバーについているコネクタと ANODE とはバネでつながる。この部分がうまくつながっていないと高電圧がかからないので気をつける。セットアップ完了後、HV 配線系 (特に ANODE) や Cathode Heater の配線系が GND に落ちていないか抵抗計を用いて調べ、全て問題なく配線されているかを確認すること。

使用されているターゲットの大きさは直径 9.5 mm、高さ 11.2 mm の円筒上のもので、X 線出射部 の反対側に NO 8 サイズのインチネジ穴 (直径約 4.1 mm) があいている。もちろん高電圧がかかって

第8章 X線入射窓の付着物対策



図 8.8: Manson 用 filament。下が target 側になる。とても弱いので注意。



図 8.9: filament が取り付けられた部分の拡大図。 図 8.8 の上側端子が filament lead conector(銅の 棒状の部品) につながっている。filament 自体は filament retainer ring(Alかなにかでできたリン グ上の固定金具) で固定。



図 8.10: Manson target 部分の構造図及び各部品名称。

X線出射可能であればこの形である必要はない。

8.6 filament 交換

filament 交換の様子について述べる。基本的には出力限界以上の電位差がついたり emission 電流 が過剰に流されたり Cathode heater で暖められ過ぎたりすると filament は切れる。また連続運転の しすぎでも切れ、generator の最も弱い部分なので交換のためのスペアは常に保管しておく必要があ る。filament 自体は図 8.8の形状をしていて、円板状の絶縁体に2本の配線端子が貫き、下側で極細 配線接続されている。抵抗は0.4Ω程度。固定の様子を図 8.9に示す。交換の際にはCFフランジ部か らマウンティングチューブを取り外すところから始まる。シリンダー内に金属のリング — filament retainer ring で固定され、filament からの金属端子は2本とも銅の配線端子 — filament lead conector に接続される。当然のことながらこの配線端子がGNDに落ちてると電流がかからない。シリンダー に端子が触れないよう細心の注意が必要である。

ANODE (kV)	2	3	4	5	6	8	10
target Be	1.4	2.5	3.3	3.7			
В	1.2	4.0	5.5	7.0			
С	3.6	6.0	8.5	11.0	14.0	18.0	21.0
О			3.7	4.7	5.7	7.1	8.2
Mg			2.2	3.4	4.9	8.0	12.0

最後に典型的なセットアップでの予測 X 線出力値を表 8.5 に示す。

 $10^{11} \text{ photons s}^{-1} \text{ SR}^{-1} \text{ ma}^{-1}$

表 8.5: 各セットアップでの各ターゲットの予測出力値。数値は K 殻特性 X 線のみ。emission 電流は 約 1 mA。

8.6.1 X線スペクトル



図 8.11: Manson X 線発生装置において Alを一次ターゲットに用いたときの X 線スペクトルの時間 変化の様子。Al 輝線は初期に比べて急速に強度が弱くなっていることがわかる。

Manson X 線発生装置の特徴は一次ターゲットを簡単に交換できる点であるが、真空中とは言え X 線により一次ターゲット表面が焼け付くために、その X 線スペクトルの形状は始めの数時間の内に図 8.6.1 のように大きく変動する。とくに一次ターゲットの特性 X 線輝線が大きく変動することが ADR と Manson X 線発生装置を接続しての X 線測定結果より示される。

8.7 結果



図 8.12: 灰色と黒のプロットは Setup I (Toray-Lumirror) と II (Parylene-N) で取得した X 線スペクトルを表す。Setup I / II において、それぞれ X 線発生装置の HV は 3 kV / 3.5 kV であり、全光子数は 550 kcts / 6.4 kcts,積分時間は 16 ks / 3.2 ks, $O-K_{\alpha}$ でのエネルギー分解能はそれぞれ 23.5 eV / 26.1 eV である。Setup II のスペクトルにはベストフィットモデルを重ねて書いてある。The Au-M edge は金の吸収体の量子効率によるものであり、X 線入射窓フィルター固有の物ではない。

	From absorption depth	film thickness
Н	$9.2{\times}10^{20}{\pm}~4.4{\times}10^{20}$	$2.02 \times 10^{18} \pm 2.0 \times 10^{17}$
С	$2.3{\times}10^{18}{\pm}~9.2{\times}10^{17}$	$2.04{\times}10^{18}{\pm}~2.0{\times}10^{17}$
0	$3.4{\times}10^{18}{\pm}~1.5{\times}10^{18}$	(none)
Al	$1.6{\times}10^{18}{\pm}~9.2{\times}10^{17}$	$1.7{\times}10^{18}{\pm}~1.7{\times}10^{17}$
Ni	(none)	(none)
parylene	110 \pm 45 [nm]	$100\pm10~[\mathrm{nm}]$
Al	$64\pm38~[\rm{nm}]$	$70 \pm 7 \; [\mathrm{nm}]$
$\rm H_2O$	$1.12 \pm 0.49 \; [\mu m]$	none
PET	$1.18 \pm 0.05 \; [\mu m]$	$0.54 \; [\mu m]$
Al	none	37 [nm]
$\rm H_2O$	$3.67 \pm 0.005 \; [\mu n]$	none

表 8.6: thickness of blocking filters

TES カロリメータで1次X線(制動放射+蛍光X線)のスペクトルを取得した。図??はこれまでのセットアップで取得したX線スペクトルデータである。今回取得したX線スペクトルは図??で、低エネルギー側の透過率が遥かに向上している。図をみるとC-Kedge, O-Kedge, Al-Kedgeが確認できる。このうちO-Kedgeはパリレンには含まれない成分であることから、X線入射窓についた付着物である可能性が考えられる。parylene filter 実装時のスペクトルには酸素のエッジ(600eV付近)が



図 8.13: 図 8.2 に SETUP II によるパリレン-N フィルターの取り得る X 線透過率の範囲を灰色の領 域で塗りつぶしてある。これは各元素の吸収端の深さから計算して求めた。

存在する。これは冷凍機内のアウトガスが付着したものと X 線発生装置固有の成分と考えられる。

8.8 更なる X 線透過率向上のために

TorayLumirrer 実装時のスペクトルには Alのエッジが確認できなかった為、原子数密度を計算で きなかった。Fig.8.13 では parylene filter を用いた時の透過率の誤差を含めたときに取り得る値を示 している。これを見ると、付着物が無いときの透過率は 600 eV 付近では 50% をとるが、付着物によ る透過率の悪化により、最悪の場合は TorayLumirrer 並の透過率にまで落ち込むことが分かった。

今後は parylene など酸素を構成元素に含まない blocking filter を使用することで 600eV 付近で 50% の透過率は達成可能である。今後は氷等の付着物への対策が重要になってくる。

その為に現在我々が考えている対策を3つ上げておく。第一に、アウトガスの元となっている蒸気 冷却用 Al-Mylarの枚数をできるだけ減らす。これにより、アウトガス発生量自体を格段に抑えること が可能である。第二に、blocking filter 周辺に吸着物質を配置する。OFC-aperture cone の配置によ り、我々は blocking filter 周辺部のガスの影響を抑えることを確認している。cone 内に更にガス吸着 物質を配置することで、さらに cone 内部のガスの影響を抑えようと考えている。第三には blocking filter に heater を導入することで確実に filter へのガスの付着を抑えることを可能にするだろう。今 後, これらの対策の効果を報告することができるだろう。



図 8.14: それぞれのフィルター条件での X 線透過率

また、更なる透過率の向上策として、現在入取できる範囲でのフィルターセットアップについて述 べておく。

現在は一枚のフィルムについて palyrene:0.1µm + Al:0.07µm となっており、150 K, 50 K, 3 K シールド部分には Ni メッシュ付き (Transmission 86 のものが各一枚ずつ、detector stage 上にはメッ シュ無しが 2 枚ついている。これを基準 (赤) として、同じ parylen フィルムのスペックで (上記のス ペックが Lebow での最上級のため) 同じ枚数を使って、メッシュの間隔を Lebow Company の最高 の Transmission である 94 枚としたときの透過率を示してある。

また、同時にメッシュ無しで同 parylene フィルムを 3 枚にしたときと、2 枚にできた場合の線も書いた。

フィルムのスペックはこのメーカーの最上級なためメーカーを探さない限りは、今後メッシュの Transmission を上げていくしか選択肢はない。しかし、メッシュの透過率を上げるにも上限があり 40%@0.6keV以上は見込めない。現状 25% @ 0.6keV 程度より 1.6 倍向上するが、本質的な向上策は 当然ながら一枚の厚さを薄くしていくことになる。そのための示唆として、パリレンは 150°C 以下 の全ての有機溶剤に不溶であり、ほとんどの酸、アルカリなどの腐食液に対して耐性をもつ性質を用 いた化学的手法による薄膜作成を行うことが考えられる。この点については、以後の課題となる。

第9章 今後の課題

この章では今後都立大 ADR で実現可能な研究計画についてまとめる。

9.1 線カロリメータを用いた X 線構造解析実験

9.1.1 研究目的

超高圧発生装置を用いる地球深部物質の相解析における高圧下の物質の粉末解析データの収集は、 空間的制限から 2θ を固定して放射光白色 X 線を照射するエネルギー分散 X 線回折 (EDXRD) が国際 的に広く用いられている。ところが、この 20 年間検出器には特別な進歩がない。本研究は X 線検出 器として高エネルギー領域の光子検出に対応した γ 線カロリメータを導入し、新次元の先端的計測手 法を創出することが目的である。

9.2 実験室での電荷交換過程に基づく X 線放射の観測

彗星から放出される X 線は太陽風との電荷交換の過程によって生じる。これは図 9.1 で示される "The solar wind charge exchange (SWCX)" として知られている。彗星は太陽に近づくにつれその 構成物質を周囲に飛散させる。飛散した彗星大気は彗星から 4×10⁵km 付近で太陽風との間に"bow shock"をつくる。"bow shock"の内側では彗星ガス密度が高くなり、原子分子同士の衝突が頻繁に 起こり、X 線放射が多く見られる。

1996年に ROSAT での百武彗星からの X 線を観測して以来、彗星からの X 線についての研究は大きく注目され、百武彗星での X 線観測の後に 14 個の他の彗星についても観測されている。いまでは全ての活動的な彗星は X 線放射をしていることが知られている。実際に観測された Comet C/LINEAR 1999 S4 における X 線スペクトルの例として図 9.3 を示す。

太陽風には O⁷⁺, O⁶⁺, C⁶⁺, C⁵⁺, N⁶⁺, Ne⁸⁺, Si⁹⁺, Fe¹²⁺ が含まれる。実験と理論から、こうした イオンが中性の原子分子から電子をはぎ取るような charge transfer と呼ばれる反応が起こることが 知られている。電子をはぎ取ったイオンは励起状態にある。この charge transfer 過程はつぎのよう な式で書かれる。

$$A^{q+} + B \to A^{(q-1)+*} + B^+ \tag{9.1}$$

A は太陽風に含まれる構成成分で上に書いたような O, C, Si などのイオンが含まれる。q は飛んでく るイオンの持つ電荷を示す。B は彗星の構成分子である、H₂O, OH, CO, O, H などが該当する。励 起したイオンは幾つかの photon を放出しながら基底状態に落ちて行く。彗星に関るような元素と主 量子数では、イオンの主量子数は常に n=4,5,6 という高い値にある。emission energy の例を 9.1 に 示す。これは図 9.2 に示すような、古典的ポテンシャル障壁モデルで理解できる。基底状態への落ち る方法は CT の場合、ある励起状態から基底状態へ何回かエネルギー準位を経て基底状態に落ちて行 く。もし高い電離状態のときは遷移過程で X 線を放射することになる。

原子	遷移過程	photon energy
O^{5+}	$1s^25d{\rightarrow}\ 1s^22p$	$106.5~{\rm eV}$
C^{4+}	$1s2s \rightarrow 1s^2$	$298.9~{\rm eV}$
C^{5+}	$2p \rightarrow 1s$	$367.3~{\rm eV}$
C^{5+}	$4p \rightarrow 1s$	$459.2~{\rm eV}$
O^{6+}	$1s2p \rightarrow 1s^2$	$568.4~{\rm eV}$
O^{6+}	$1s2s \rightarrow 1s^2$	560.9 eV

表 9.1: CT 過程における emission line の例



図 9.1: 太陽風と彗星の相互作用のイメージ。バウショックと磁気バリアとテイルが示されている。X 線放射が伴う、太陽風イオンと彗星の中性水分子間の衝突電離示されている。太陽は図の左に位置 する。







図 9.3: X 線スペクトルの例。Comet C/LINEAR 1999 S4 で 2000 年 7 月 14 日に Chandra ACIS-S で観測された。赤実線は 6 輝線での best-fit model。エネルギー分解能は ΔE_{FWHM} =110eV。多価イ オンからの輝線モデルは太陽風では知られているが、データとは一部うまく合わない。
9.3 他の研究グループの動向と独自性

この分野での地上実験は幾つか行なわれているものがある。Greenwood et al. (2000)では ECR-JPL を用いた Ne¹⁰⁺ と H₂O との電荷交換での X 線放射の地上実験を行なっている。ECR-JPL での実験 の特徴は高エネルギー太陽風に相当する衝突エネルギー (70 keV) に絞っている点である。スペクト ルを図 9.4 に示す。

LLNL/EBIT でのイオン温度は 50-400eV の範囲にある。



2 9.4



図 9.5: EBIT-II

9.3.1 都立大としての独自性

これまで行なわれてきた実験では太陽風の速度に相当するイオン速度を固定したスペクトルについて議論されてきた。原子物理実験研究室のTMU-ECRISと宇宙物理実験研究室で開発を進めている

TES 型マイクロカロリメータを用いれば、サイクロトロンを用いて自由にイオン速度を変えることができるため、多様なイオン速度でのスペクトルの違いについて精細な議論できるだろう。

9.4 地上実験の目的

彗星から出る X 線スペクトルは太陽風の速度について重要な情報を与えてくれる。本実験の最大の目的は彗星 X 線の太陽風速度診断のためのモデルスペクトルの作成である。

9.5 実験装置と測定環境 — TMU-ECRIS

TMU-ECRISは1993年に都立大原子物理実験研究室に設置された高電価イオン発生装置で14.25GHz イオン源である。いくつかの原子衝突実験がこのイオン源を用いて行なわれてきた。この節ではTMU-ECR について報告する。

TMU-ECRIS はもともと東大の HyperECR をモデルに設計された。プラズマチャンバーは銅でで きており、内部直径は 50mm で長さは約 200mm で周囲を 6 重極磁石と 2 個のソレノイドコイルで覆 われている。6 重極磁石は Nd-Fe-B の合金でできており、表面磁場強度は 1.0T である。それぞれの ソレノイドコイルは最大 600A の電力供給源に繋がれている。普通、コイルへの電流入口は 600A で 固定されるが、イオン出口は 500-600A に調節される。14.25GHz micro-wave power supply は最大 1.5kW=1.5×10¹⁰ erg/sec の出力を供給する。

プラズマチャンバーは 400, 300 l/sec の二つの真空ポンプで引かれ、 1×10^{-7} Pa を保つことができる。

プラズマチャンバー中でつくられるイオンは 5–20kV の電圧で引き出される。source gas を導入した ときのイオン抽出のための電極と einzel lens¹を含む抽出チャンバー内の典型的な真空度は 3×10^{-5} Pa である。

9.5.1 Ion Beam Transport System

イオンビームは電荷状態にしたがって、磁場で区別できる。bending angle = 110 °, charge separator の軌道半径は 350mm である。second magnet をスイッチとしてつかうことで、イオンビームは 3 つ のうちの好きなポートに供給することができる。この輸送システムは MSTR コードシミュレーショ ンの結果に基づいている。図 9.8 でその結果を示す。

¹レンズの入口と出口で同じ電位の静電レンズのこと。日本語で単電位レンズということもある。 通常 3 枚の電極からなり、端の 2 枚はアース電位に保ち、中央の電極に正または負の電位を与える。 前者を加速型、後者を減速型アインツェルレンズという。両者ともに凸レンズになる。最終的に電子 は加速も減速もされずレンズ作用のみを受ける。イオン質量分析などのイオンビーム装置に利用され る。(JEOL 電子顕微鏡基本用語集より引用)



図 9.6: TMU-ECRIS の概略図。wave guide に沿って、高温金属ガスをプラズマチャンバー中のソレ ノイド磁場中に導入して大強度の金属イオンを生成する。



 \boxtimes 9.7: The floor design of CORONA facility



図 9.8: MSTR code で計算されたイオンビームの特徴

関連図書

- D. McCammon, et al., A High Spectral Resolution Observation of the Soft X-Ray Diffuse Background with Thermal Detectors, Astrophys. J. 576 (2002) 188–203.
- [2] R. L. Kelley, et al., ASTRO-E high-resolution x-ray spectrometer, in: Proc. SPIE, EUV, X-Ray, and Gamma-Ray Instrumentation for Astronomy X, Oswald H. Siegmund; Kathryn A. Flanagan; Eds., Vol. 3765, 1999, pp. 114–127.
- [3] K. Irwin, Phonon-Mediated Particle Detection Using Superconducting Tungsten Transition-Edge Sensors, Ph.D. thesis, Stanford Univ. (1995).
- [4] C.Enss, A.Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. Sollner, J. Adams, Y. Huang, Y. Kim, G. M. Seidel, Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection, Journal of Low Temperature Physics 121 (2000) 137–176.
- [5] O. V. LOUNASMAA, Adiabatic Demagnetization of a Paramagnetic Salt, in: Experimental Principles and Methods Below 1K, Academic Press, 1974, Ch. 5, pp. 82–102.