修士論文

Mo-Au 薄膜を用いた X 線マイクロカロリメータの開発

東京都立大学大学院
理学研究科物理学専攻
宇宙物理実験研究室
伊藤 千枝

Contents

List of Figures

List of Tables

Chapter 1

Introduction

天体観測の歴史は可視光領域から始まり、そして 電波、赤外線、紫外線、 X 線、γ線など多波長において発展してきた。現在ではそれぞれの領域での精密な観測が可能になり、宇宙におけるさまざまな物理現象の解明を進めている。この中で、 1960 年代の X 線星の発見を機に X 線天文学は急激な発展を見せて来た。日本の天文衛星は最先端の性能を持つ観測装置を搭載し、宇宙論や物理学の基本に触れる多くの難題に臨んできた。この章ではその歴史と観測機器について述べる。

1.1 X 線天文学

1.1.1 X 線天文学の展開

地球は厚い大気に覆われており、電磁波が大気のどこまで入り込んでくるかは波長によって異なっている。大気は X 線に対して不透明であり、そのためロケットや人工衛星によって観測装置を大気の外に打ち上げる技術と平行して X 線天文学は発展してきた。
熱的なメカニズムによって放射される X 線は超高温プラズマからの熱的放射としてもたらされ、非熱的なメカニズムによって放射される X 線はシンクロトロン放射や逆コンプトン効果によって、プラズマ中の高エネルギー電子から放射される。つまり X 線て見る宇宙の姿は数百万度から数億度の高温ガス、強い磁場、相対論的な速度で運動する粒子、強い重力の存在する天体などがその観測対象となる。このように理論家の頭脳の産物だった中性子星やブラックホール、そして星の最期の超新星爆発による高温プラズマの様子や、銀河団におけるダークマターの分布を実際に観察する手段が X 線天文学により提供される事になった。

そして 1962 年夏、 MIT の Rossi、 Jacconi らによるさそり座 X-1 の発見により X 線天文学の歴史が始まる。 1967 年に打ち上げられた Uhuru 衛星は 600 cm^2 という有効面積を持つ比例計数管を搭載し、およそ 400 個の X 線天体を発見した。またこの衛星において初めて X 線パルサーが発見された。その後 1978 年に打ち上げられた Einstein 衛星は世界ではじめて X 線反射望遠鏡を搭載し、系内の恒星、コロナの発見、超新星残骸や銀河団の詳細な観測など高い検出感度をいかして様々な天体へ観測対象を拡大していった。

わが国においてはこの 10 年余りの間に目覚しい発展を遂げた。 1979 年に初の X 線天文衛星「はくちょう」が打ち上げを皮切りに「てんま」(1983)、「ぎんが」(1987)、そして現在活躍中の「あすか」(1993) と 4 つの衛星の打ち上げに成功し、そのつど成果をあげてきた。

1.2 X 線分光観測

「あすか」は 1993 年 2 月に打ち上げられたわが国で 4 番目の X 線天文観測衛星であり、天体の X 線像の撮影と X 線分光を同時に行なう事が出来る高性能 X 線天文台である。 2 種類の検出器、撮像型のガス蛍光比例計数管 (Gas Imaging Spectrometer : GIS) と世界で始めて衛星に搭載された X 線 CCD カメラ (Solid-state Imaging Spectrometer : SIS) を持ち、 0.4keV∼10keV のイメージング、および分光観測を現在も高度 550km の軌道上にて行っている。そして、 10keV まで撮像能力を持つ高い撮像能力とエネルギー分解能を兼ね備えた X 線 CCD カメラを搭載しているなど、これまでの X 線衛星にはない特徴を持つ。更に、本格的な X 線反射望遠鏡を搭載によって高感度ですぐれた分光撮像観測を行い、 X 線天文学における新たな可能性を切り開いたと言える。現在は「あすか」による観測と並行して、 2000 年に打ち上げが予定されている ASTRO-E 衛星の開発が進められている。

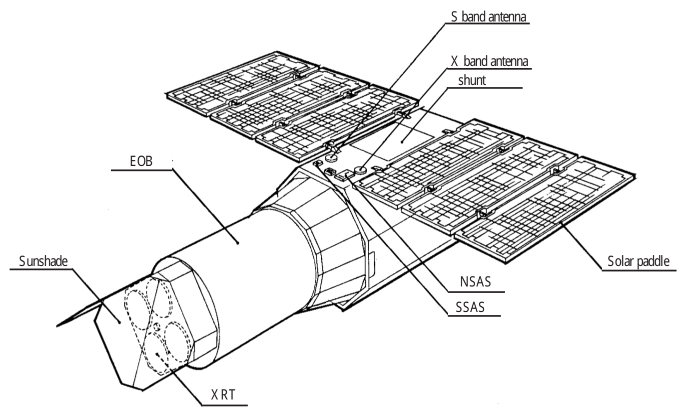

Figure 1.1: ASCA 衛星

1.2.1 ASTRO-E 衛星

ASTRO-E 衛星は日本で 5 番目の X 線天文衛星で 2000 年 2 月に打ち上げ予定である。特徴として、 0.5 ∼ 10 keV のエネルギー領域では 今までの衛星に比べ更に高いエネルギー分解能と位置分解能を持ち、また 10 ∼ 700 keV までの硬 X 線領域まで高い感度を有している。打ち上げには電波天文衛星「はるか」、火星探査衛星「のぞみ」の打ち上げにおいても使われた宇宙科学研究所の M-V ロケットを用いる。このミッションは日米協力のもとで行われ、宇宙科学研究所、 NASA / GSFC、東大、京大、阪大、名大、都立大などによって開発が進められてきた。総重量は ASCA の 4 倍にあたる 1.6 トン、全長は望遠鏡 (XRT) 伸展時で 6.5m である。この衛星には 5 台の X 線反射鏡が搭載され、その焦点面に 4 台の X 線 CCD カメラ (XIS) と 1 台のマイクロカロリメータ (XRS) が設置される。またその他に井戸型フォスウィッチシンチレータとシリコン PIN 検出器を組み合わせた 1 台の硬 X 線検出器 (HXD) も搭載され広いエネルギー範囲にわたって天体の観測を行うことができる。

1.2.2 X 線分光器

エネルギースペクトルは X 線観測において得られる主要な情報源である。エネルギー分解能は「あすか」の CCD 検出器で約 100eV であるが、さらに精度のよい検出器がどのような成果をもたらすかについて述べる。例えば銀河団内の高温プラズマは $10^7 \sim 10^8$ K になって X 線で明るく輝いており、その中心領域でイオンと電子の温度は異なり非平衡状態にあると考えられる。電子温度は連続エネルギースペクトルを用いて決定できる。イオン温度はこれまで直接的に検出できなかったが、ランダム運動によるエネルギーのドップラー幅や線スペクトルの位置の測定から求めることができる。また、銀河団内でのガスの集団運動の速度が $\sim$ 150km/s であった場合、鉄ラインのドップラーシフトとして、速度の観測が可能となる。さらに、これまでの分解能では 1 つの輝線として見えていたスペクトルを原子の微細構造 (主量子数) による輝線のエネルギー差 (10 ~ 20eV) まで細かく分離することができ、その強度比からプラズマの密度や温度、元素組成、磁場などの物理量を直接的に求めることができる。この様に高いエネルギー分解能を持つ検出器の分光観測は様々な新しい物理量を与えて行くものと期待される。

X 線天文学の進歩は、観測装置である X 線検出器の進歩なくしてはありえない。これまで宇宙 X 線観測に使われてきた主な検出器を取り上げ、その X 線分光における検出器の性能を評価する上で最も重要なファクターであるエネルギー分解能について述べる。

1.2.3 エネルギー分解能

X 線検出器は X 線光子のエネルギーを物質との相互作用を介して電気信号に変換しエネルギーを測定する。エネルギー分解能 R は第一義的には X 線光子が物質と相互作用した時生じる一時キャリア (イオン、電子、正孔、フォノン等) の数の揺らぎによって決定される。一般に

$$R \equiv \frac{FWHM}{E_0} \tag{1.1}$$

のように定義される。[1]入射 X 線のエネルギーを E、キャリアを一つ生成するのに必要なエネルギーを w、生成したキャリアが N 個であるとき、キャリアの形成がポアソン過程であるとして N が大きい場合を考えるとパルスの応答関数はガウス分布に従い、標準偏差は $\sigma = \sqrt{N}$、半値幅は $FWHM = 2.35\sqrt{N}$ となる。これによりキャリア数の統計的な揺らぎによるエネルギー分解能の限界値は

$$R_{poisson} \equiv \frac{FWHM}{E_0} = \frac{2.35}{\sqrt{N}} \tag{1.2}$$

になる。しかし、実際にはキャリアの生成過程がポアソン統計で表せないため、$\sigma^2 = FE/w$、エネルギー分解能の限界値は

$$R_{統計} = 2.35\sqrt{\frac{F}{N}} \tag{1.3}$$

で表される。この F のことを Fano 因子と呼び、一般に $F \leq 1$ である。相対エネルギー分解能は

$$\frac{\Delta E}{E} \propto \frac{\omega}{E/w} \propto \sqrt{\frac{w}{E}} \tag{1.4}$$

[1]本論文では式 (1.1) で定義される R の他にエネルギー分解能として FWHM も用いる。

であるから w の小さい程高性能となる。

[ガス検出器]

(比例計数管)

ガス検出器の一種である比例計数管 (PC) は、これまでも X 線天文衛星に搭載された検出器としては最もポピュラーなものである。これは放射線がガス中を通過する際にその経路に沿ってガスを電離し、陽イオンと自由電子のイオン対をつくることを利用したもので、生成されたイオン対をガス増幅を用いた後で電気信号として検出する。放射線の通過によって作られた電子、イオンはガス中の電場によって電極に移動する。ガス中の電場が十分強く、電場によって加速された一次電子がガスのイオン化ポテンシャルを超えるエネルギーを得ると中性分子を電離する (二次電離)。二次電離によって生じた自由電子も中性分子を電離し、最終的には電子なだれが生じて大きな電気信号を取り出すことができる。比例計数管は数十 keV までの X 線に対して高い検出効率を持ち、大面積の検出器を作ることも容易である。さらに応答が速く ($\sim$ 数 μ sec)、時間分解能が優れていることもあって X 線天文学の初期から現在に至るまで、数機の衛星に搭載されている。

比例計数管では二次電子の揺らぎが大きいため、一般にエネルギー分解能は悪い。二次電子の揺らぎを取り込んで、入射放射線のエネルギーを E、イオン対一個を作るのに必要なエネルギーを W、ファノ因子を F として式 (1.3) を書き直すと

$$R_{\text{統計}} = 2.35\sqrt{\frac{W(F+b)}{N}} \tag{1.5}$$

と表すことができる。この b が電子なだれの理論的予測から導かれる定数で、 0.4 ないし 0.7 という値をとる。比例計数管で典型的な値 W=35eV、 F=0.2、 b=0.6 を用いると 6keV でのエネルギー分解能の限界値は 16% と求まる。これはエネルギーでいうとおよそ 1keV にあたる。これは代表的な比例計数管の一つである日本で 3 番目の X 線天文衛星:Ginga の LA C(Large Area Counter) のエネルギー分解能の 20%(6keV) を良く説明している。

(ガス蛍光比例計数管)

比例計数管はガス増幅を用いるため、良いエネルギー分解能が得られない。そこで、ガスにかける電界を弱くして、ガス増幅を起こさない状態で動作させる検出器がガス蛍光比例計数管 (GSPC) である。これはガス原子 / 分子は入射 X 線によって生じた一次電子で励起され、基底状態に戻る際に光子を放出することを利用するものである。一個の一次電子が繰り返しガス原子を励起するので最終的に数百個の光子が生成される (光子増幅)。光子増幅によって生じた光子は光電子倍増管に入射し、もう一度電子に変換・増幅される。この検出器のエネルギー分解能の限界値は式 (1.3) で与えられる。 W=35eV、 F=0.2 とすると 6keV でのエネルギー分解能は 8% になる。これは 480eV に相当し、現在活躍中の ASCA のガス蛍光比例計数管 GIS のエネルギー分解能とほぼ一致する。

[半導体検出器]

ガス検出器では一つのキャリアを生成するのに 20$\sim$30eV のエネルギーを必要としたため、入射放射線に対して生成されるキャリア数が限られ、エネルギー分解能は 6keV で 10% 程度で

ある。半導体検出器は pn 接合に逆バイアスをかけた際に生じる空乏層を放射線が通過したときに生成されるホール・電子対を用いてそのエネルギーを測定する。一個のホール・電子対を生成するのに必要なエネルギーは Si で 3.65eV、 Ge で 2.96eV とガスに比べると一桁小さい。従って非常にエネルギー分解能の高い検出器を作ることができる。 Si を用いた半導体検出器の場合、ファノ因子は 0.1 程度であるから、エネルギー分解能は 6keV で 1.8%、 110eV が期待される。実際にはこれに検出器自体の持つ容量、リーク電流による読み出し回路系の雑音が加わり、 X 線 CCD を用いた ASCA SIS では 6keV で 2% というこれまでになく優れたエネルギー分解能を有する。光子の絶対数が少ない宇宙 X 線観測用の高分解能分光器としては非分散系で、かつ従来の半導体検出器を上回る分解能の検出器が必要である。この様な新しい X 線検出器として主に超電導トンネル接合素子とカロリメータの開発が進められている。

[超電導トンネル接合検出器 (Superconducting Tunnel junction:STJ)]

STJ は 2 枚の超電導体で薄い絶縁層を挟んだ構造をしている。金属超電導体のエネルギーギャップ (クーパー対を完全に破壊するのに必要なエネルギーに相当) は meV のオーダーである。STJ に X 線フォトンが入射すると光電吸収によって電子が作り出される。生成された電子は約 1meV のわずかなエネルギーでクーパー対を完全に破壊できるので多量の準粒子 (quasi–particle) が生成される。この準粒子をキャリアとしてエネルギーを測定するのが STJ 検出器である。この検出器ではキャリア数が非常に多いのでエネルギー分解能が高い。理論的には 6keV の X 線に対して数 eV のエネルギー分解能が達成可能で、現在までに 29eV のエネルギー分解能を持つ素子が開発されている。また STJ は、大面積化 [2] が可能で位置分解能を持たせることができるといった特長を持つ。また、超電導臨界温度よりも十分低温であれば動作し、 0.3K でも問題なく動作するといった利点も持つ。

[カロリメーター]

カロリメーターはボロメータとも呼ばれ、 X 線のエネルギーを温度上昇として測定する検出器である。数 mK の温度上昇を測定するために、極低温で動作させなければならない。温度計には不純物をドープした半導体を用いるのが一般的である。フォトン入射によって生じるフォノン数の統計的な揺らぎは小さいので、この検出器のエネルギー分解能の限界値は内部エネルギーのフォノン数の揺らぎによって決まり、動作温度 T、 X 線を吸収するための吸収体の熱容量 C、温度計の感度を示す

$$\alpha \equiv \frac{dlnR}{dlnT} \tag{1.6}$$

を用いると

$$\Delta E \sim \xi\sqrt{k_B T^2 C} \qquad \xi \propto 1/\sqrt{\alpha} \tag{1.7}$$

で表すことができる。 0.1K 程度の動作温度で 6KeV の X 線に対して 10eV 程度のエネルギー分解能を達成するものができており、前にも述べたように日本の次期 X 線天文衛星 ASTRO-E に搭載される。 X 線の吸収体の材質には特に制限がないため、原子番号の大きな物質を用いれば高エネルギーの X 線に対しても検出効率を向上させることが可能となる。カロリメータについ

[2] カロリメータと比較して

ては次章で詳述する。

1.2.3.1 TES カロリメータ

X 線カロリメータは分散型検出器のように検出効率を下げる事なく、極めて優れたエネルギー分解能を持つ事を特徴とした検出器である。この特徴を更に伸ばすために改良が重ねられているが、そのうちの一つが TES カロリメータの開発である。 TES(Transition Edge Sensor) とは、物質が超電導状態から常電導状態への遷移時に伴う 急激な抵抗値の変化を温度計に応用したものである。従来のカロリメータで $\alpha \sim 2$ 程度であるのに対し、 TES では $\alpha \sim 100 - 1000$ という大きな値になり、 1.7からエネルギー分解能に一桁以上の改善が見込まれる。数 pA という微弱な電流が、数 μsec という短時間で立ち上がるため TES のエネルギー出力信号を読み出すためには、を低インピーダンスのアンプでとらえる必要があり、 SQUID(Supercondacting QUantum Interference Devices) を使用する。このような TES 温度計を利用したカロリメータを 本論文では TES カロリメータと呼ぶことにする。

1.3 X 線カロリメータの現状

2000 年打ち上げ予定の ASTRO-E 衛星は、それぞれに特徴のある 3 種類の検出器を用いて 0.5keV から 700keV に至る広範囲のエネルギー帯域での観測を行う予定である。 4 台の X 線 CCD カメラ (XIS) と 1 台の X 線カロリメータ (XRS) が 5 台の X 線反射望遠鏡 (XRT) の焦点面に置かれる。 XIS がその広い視野を生かして撮像及び分光観測をおこなうのに対して、 XRS は優れた分光観測をおこなうことを主眼としていおり、この 2 種類の検出器を組み合わせた観測により 0.5keV–10keV の X 線帯域で、優れた撮像・分光を行うと期待されている。また、 10keV–700keV では PIN 型 Si 半導体検出器と GSO シンチレータを井戸型フォスイッチカウンタに組み込んだ硬 X 線検出器 (HXD) で、バックグラウンドが低く S/N の優れたデータを取得する。 ASTRO-E の XRS は X 線カロリメータとしては初めて衛星に搭載されるものであり、以下にその概要を示す。2000 年打ち上げ予定の ASTRO-E 衛星に搭載される X 線マイクロカロリメータ (XRS) について説明する。

1.3.1 ASTRO-E 搭載 XRS

ASTRO-E 以前の X 線天文衛星で 100eV 以下の高エネルギー分解能を達成しているものは、分散系の検出器を用いたものであり、検出効率が悪いという弱点を持っていた。それに対し XRS は X 線帯域の吸収体に X 線の吸収効率の高い HgTe を用い、 65 mK で動作する半導体温度計を用いた X 線カロリメータである。 X 線検出効率は 10keV で 70%、カロリメータのみでのエネルギー分解能は 4 eV と、高いエネルギー分解能と検出効率を両立している。実際にはカロリメータの信号をインピーダンス変換するバッファー (JFET を 125 K で動作させている) などのノイズから全体でのエネルギー分解能は 12 eV である。このエネルギー分解能を実現するためには X 線吸収体の熱容量を下げなければならないが、検出効率から厚みが決まり、一つのピクセルの面積は 0.4mm^2 であり、全体で 32 個のピクセルを搭載する。 X 線は X 線反射望遠鏡によって集光され、有効面積は最大で 400cm^2 に達する。検出器全体は固体ネオンで 17K に冷却され、

さらに液体ヘリウムで 1.3K にした上で断熱消磁機を用いて 65mK の極低温を実現する。軌道上での寿命は検出器全体の質量である約 400kg のうち 170kg を占める使い捨ての固体ネオンの量で決まり、約 2 年と見積もられている。

1.4 X 線カロリメータの課題

以上のように ASTRO-E 衛星に搭載される XRS はこれまでにない優れた特徴を持つ X 線検出器であり、その成果は非常に期待されている。しかし、 X 線カロリメータは決して完成された検出器ではなく、まだまだ発展の余地が残されている。以下では TES カロリメータを用いる事を全体として X 線カロリメータの発展、改良の可能性を検討する。

1.4.1 素子の均一化

XRS のカロリメータは熱伝導度を適当な値にするために、 Fig.2.1の吸収体とシリコンのピクセルの間を接着材を用いて手作業で張り付けている。そのために歩留まりが悪く、一つ一つの素子の性能に大きなばらつきが生じてしまう。不純物濃度の高い Si:P、あるいは Si:N の薄膜を用いて選択的なエッチングを行う、シリコンの 3 次元加工技術を応用すれば、シリコンのフレームに立体構造を持たせることが可能となり、適度な熱伝導度を持った thermal link を多量に、しかも均一な性能で製作することが可能になる。

1.4.2 エネルギー分解能

前述のように XRS は温度計に半導体温度計を用いている。この温度計が $\alpha\ \sim 2$ であるのに対し、 TES を温度計に用いると $\alpha\ \sim 100$ になり、 1.7から一桁以上も他かいエネルギー分解能の改善がみこむことができる。

1.4.3 カウントレート

一般に半導体抵抗温度計を用いたカロリメータは、 Decay Time が数 msec と長いために、X 線入射によって生じた温度上昇が立ち下がりきらないうちに再び X 線が入射し、したがってそのパルスハイトを正確に観測できなくなってしまう。特に X 線で明るい天体では致命的である。そのため、 XRS ではカウントレートを約 2[count/sec] 程度に抑えるためにカロリメータの焦点面にフィルター[3]を設置している。

一方、 TES カロリメータは信号の立上りが速いので、半導体型カロリメータに比べて約 1000 倍もの高いカウントレートを処理できる。

1.4.4 大面積化

X 線吸収体の素材を選び、エネルギー分解能の目標値から熱容量を決め、検出効率から厚さを求めると吸収体の面積は自動的に決まってしまう。 XRS の検出器自体の面積は数 mm^2 で、ASCA の SIS(数 cm^2) の百分の一程度にしかならない。現在のカロリメータの信号処理系ではピクセルを増やして大面積化をはかることは難しい。したがって検出器の面積を大きくするためには一つ一つのピクセルの面積を大きくしなければならない。 TES を温度計として使用するカ

[3]XRS Filter Wheel と呼ばれている。 NEC が製作、東京都立大が試験・評価した。参考文献 ([19])

ロリメータでは1.7のαが非常に大きいため、エネルギー分解能を落さずに吸収体の熱容量Cを大きくすること、すなわちピクセルの面積を大きくすることが可能である。

1.4.5 イメージング

X線CCDカメラはカロリメータと比較すると、エネルギー分解能は低いがイメージングが可能であるという利点を持つ。カロリメータの素子自体は小さいので、加工技術の改良によって多量の検出器を製作し、並べることも不可能ではない。

1.5 本論文の目的

1.5.0.1 [本プロジェクトの研究計画 (撮蔵型高エネルギー分解能 X 線マイクロカロリメータ素子の開発)]

現在、宇宙科学研究所、東京都立大学をはじめとする国内のX線グループにより2008年の打ち上げを目指している次期X線天文衛星 (ASTRO-G) に、 TESアレイを用いて撮像能力を持つ高エネルギー分解能X線カロリメータを搭載しようとする計画がある。カロリメータとしては、ここ1～2年の間の進展が顕著なTransition Edge Sensor(TES) を用いる。 TESを温度計として用いることによって、現在の半導体を用いたカロリメータに比べエネルギー分解能、カウントレート、ピクセルサイズなどで優れた性能を持つカロリメータを製作することが可能である。実際昨年米国National Institute of Standard and Tecnology(NIST) の研究グループが1素子のTESで6keVのX線に対してエネルギー分解能7eVを達成している [4]。

我々が最終的に目標としているのはFig.1.2の TES アレイで

1つのピクセルの大きさは0.5mm× 0.5mmでこれを32×32個並べて撮像を可能にする。このような多数のTES素子を持つTESアレイの信号を同時に検出するために、 8–16の入力コイルが1個のSQUIDにつけられ、更に後段でも直列にSQUIDを並べ電流信号を50–100倍に増幅するという多重入力SQUIDアンプを用いる。この方式のアンプは世界的に未開発であるが、技術的に実現性が高く、かつTESアレイにとって唯一ともいえる可能な信号読みだし方式である。

以上のような信号読みだしによってこの撮像型X線カロリメータは、エネルギー分解能5eV以下、焦点面検出器として15～20分角の視野をカバーでき、 ASTRO-Eと比べて1素子あたり1000倍もの高いカウントレートの処理が可能な検出器となる。また、 Section1.4で述べたこれまでのカロリメータが抱えていた問題点を解消する検出器でもある。

このようなカロリメータを実現させるために、我々はこれまで0.5Kで動作するTi-Au TESカロリメータを製作し、読み出しにSQUIDアンプを用いることで3-22 keV のエネルギー帯でのX線スペクトルを取得している。しかし分解能は~ 550eV@5.9keVであり、これは動作温度が高いことTESの傾きα ～50と小さいことにある。このカロリメータの動作温度を0.5 Kにとったのは。実験に使用している^{3}Heクライオスタットで実現できる温度が約0.3 Kであるためである。また、 TESにTi-Au を用いたのはマイクロマシーニングプロセスで実績のある安定した素材だからである。しかしTiには酸素を吸着しやすいという特徴がある。このためTi-Auの蒸着中、後にTESが酸素を取り込み超伝導体としての性質、特にαそこなっている可能性が高い。従って動作温度を0.5 Kにとり、 TESにTi-Au を用いる限りエネルギー分解能に

改善の余地はある程度で無くなる。そこで本論文では冷却器として希釈冷凍機、または断熱消磁を用い、動作温度を 0.1 K にするという前提のもとで TES カロリメータを設計し、それに使用するための TES の製作、性能評価を行った。ただし、 TES には Ti よりも酸素の吸着が良くない Mo と Au を用いた。その結果製作した TES の転移温度が膜厚、スパッタ時の圧力、常伝導金属との近接効果等に大きく依存性を持つ事が明らかになった。本論文ではその原因について考察し、カロリメータに使用するの最適な製作条件出しについても議論する。

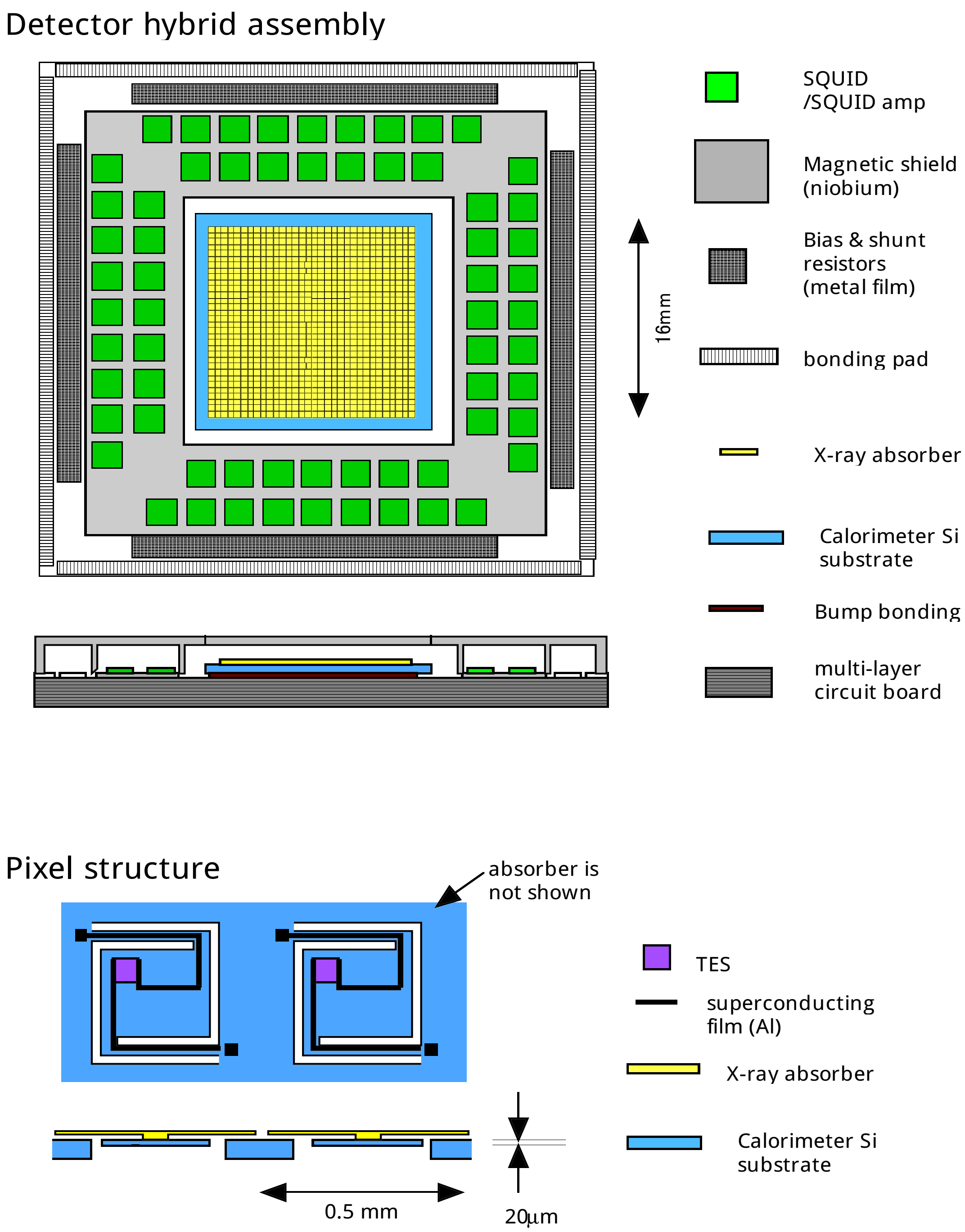

Figure 1.2: ASTRO-G 搭載に向けた Transition Edge Sensor(TES)

Chapter 2

TES カロリメータの原理

本章では一般的な X 線 TES マイクロカロリメータの動作原理、そしてその性能について述べる。

2.1 構造

カロリメーターは基本的に thermal link によって熱的接触を持たせた構造体と熱浴 によって構成される。ここで、構造体とは X 線吸収体、ピクセル、温度計をまとめて指す。温度計には温度依存性を持つ抵抗体を使用し、定常的に電流を流しておく。その電流による発熱のため構造体は熱浴よりも高い温度となっている。吸収体に X 線が入射すると X 線格子が光電効果によって吸収され、入射エネルギーの殆どが熱、すなわちフォノンに変換される。その時生じた温度上昇を温度計の抵抗変化として測定する。
[吸収体]

光電効果の吸収係数を μ、原子量を Z で表すと $\mu \propto Z$ の関係がある。つまり 検出効率を上げるには Z の大きい物質を用いることを必要とする。また、エネルギー分解能は熱容量に依存するため 比熱が小さいほうが良い。よってカロリメーターの吸収体としては原子量が大きく比熱の小さい物質が望まれる。

[Thermal link]

吸収体を十分熱化させるため、 吸収体と温度計の間には適度な熱伝導を持たせる。ピクセルで生じた熱を熱浴へ逃すのが thermal link である。しかしピクセルが十分熱化する前に X 線光子のエネルギーが熱浴へ逃げてしまうと効率良くエネルギーを測定できないので thermal link の熱伝導度 G は吸収体と温度計の間の熱伝導度に比べて十分小さいことが望ましい。そして その適度に悪い熱伝導度 G の thermal link を通してピクセルで生じた熱を熱浴へ逃すことによって熱平衡状態を再実現する。吸収体の熱容量を C とすると、 X 線光子が入射したときの温度変化は

$$\Delta T = \Delta T_0 exp(-t/\tau) \tag{2.1}$$

のように表される。ただし、 $\tau \equiv C/G$ である。

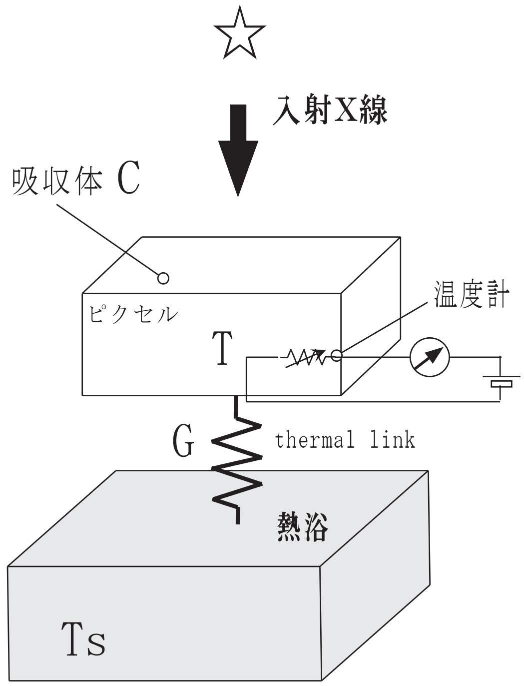

Figure 2.1: カロリメータの基本構造

2.1.0.2 [温度計]

カロリメータのピクセルの温度を測定するには半導体や金属の抵抗値が温度によって変化することを利用する。温度計として一般的に Si に B をドーピングした半導体温度計が使用されているが本研究ではトランジッション・エッジ・センサ (TES) を用いている。温度計の感度は

$$\alpha \equiv \frac{d \ln R}{d \ln T} \tag{2.2}$$

で定義されるパラメータ α によって表される。ただし、 R は温度計の抵抗値を表す。 α が大きい程感度の良いセンサだと言える。

従来用いられてきた半導体温度計では温度の低下とともに抵抗値は増大するため、 α は負の値をとり、 -2 〜 -3 である。それに対し、 TES では温度の低下とともに抵抗値が減少するため α は正の値をとり $\alpha \approx 100 \sim 1000$ と半導体温度計よりも著しく感度が高い。

2.2 TES(Transition Edge Sensor)

本プロジェクトはカロリメータの温度計として Transition Edge Sensor(TES) を用い、分解能の向上を目指している。ここでは TES の原理と動作について述べる。

2.2.1 TES(Transition Edge Sensor) の動作

Transition Edge Sensor(TES) とは、超電導トランジッションエッジ、即ち超電導状態となっている金属が 温度上昇に伴って超電導状態から常伝導状態へと遷移する際におこる 急激な抵抗値変化を利用した温度センサーである。

この転移の幅は純粋な金属の場合 $10^{-5}K$ の程度でその傾きは $\alpha \approx 100 \sim 1000(2.2)$ になる。転移が起こる温度を温度を臨界点、または臨界温度 T_c と言う。 TES カロリメータはこのトランジッションエッジ中に動作点を持って来ることによって抵抗値の温度依存性を半導体温度計等と比較しても格段に大きくすることができ、応答速度、分解能を著しく改善する事が可能になる。

TES は臨界温度以上では抵抗値を持つがこの抵抗値のことを残留抵抗値という。残留抵抗値は金属の種類や不純物の割合、大きさ、形状に依存する。 TES カロリメータはトランジッションエッジ中に動作点を固定して用いるが、最適な動作点は残留抵抗値と密接な関係を持っている。従ってカロリメータを製作する上で残留抵抗の最適化は欠かせない。そのために本研究では TES の金属に薄膜を用いている。これは膜厚を薄くすることによって最適な抵抗値を得るためである。一般に超伝導薄膜の転移温度はバルクとは異なる値をとる。これを薄膜効果という。また、薄膜超電導金属を より臨界温度の低い金属 (あるいは転移しない常伝導金属) と接触させると そのバイレイヤー全体の臨界温度が下がる性質がある。これを近接効果といい、これによっても臨界点が変化する。このように膜厚やバイレイヤーによって臨界点を変える事で動作点を制御する事が可能となる。

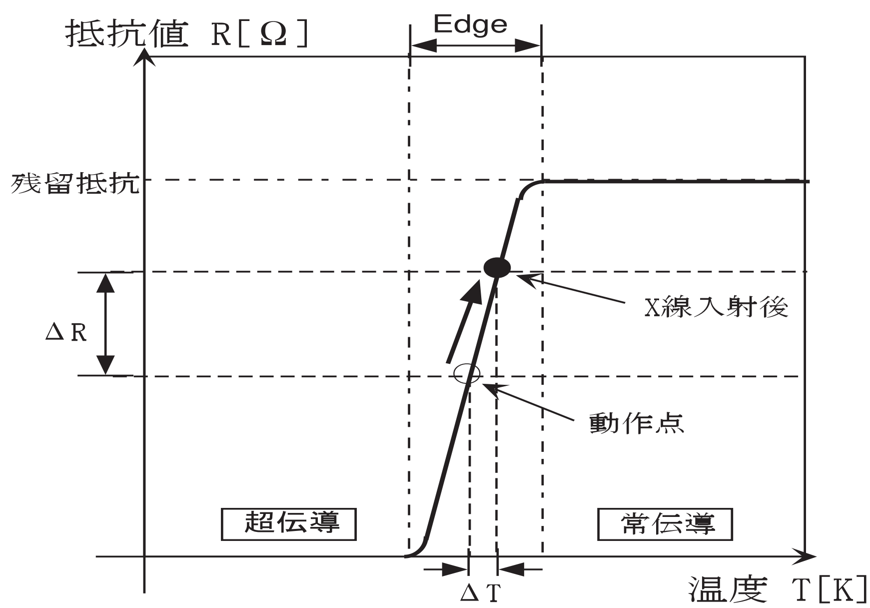

Figure 2.2: X 線入射時の TES の動作

2.2.2 Electro-thermal feedback(ETF)

前節で述べたように TES の遷移幅は非常に狭く、そのままでは安定に動作させることは困難である。そのため TES カロリメータでは、負の電熱フィードバック (Electro-thermal feedback:ETF) をかけ動作点をトランジッションエッジ内に保っている。

具体的には Figre2.3 左図のような回路を用いる。これは Figre2.3 右図と等価である。定電圧

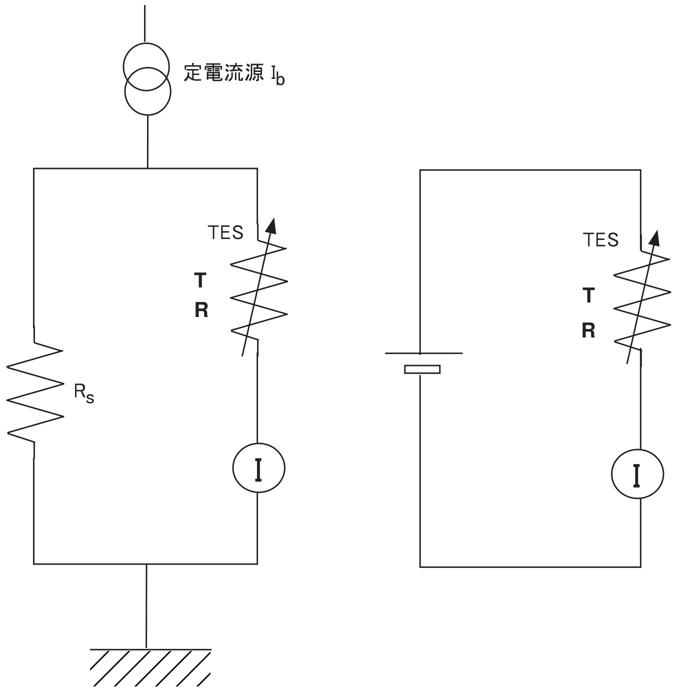

Figure 2.3: ETF 回路に組み込んだ TES

でバイアスした状態において、 TES で発生するジュール熱 P はこの図で

$$P = \frac{V_b^2}{R} \tag{2.3}$$

と表される。ここで

$$V_b \quad : \quad \text{バイアス電圧} \tag{2.4}$$

$$R \quad : \quad \text{温度計抵抗値} \tag{2.5}$$

である。 X 線の入射と吸収によって TES の温度が上昇すると、 TES の抵抗が急激に大きくなり、 (2.3) からジュール熱は減少する。その結果 TES の温度は一定に保たれる、全体としてみると負の Feed back がかかる事になる。

この状態について詳しく考察する。カロリーメータの温度 T と熱浴の温度を T_s との差を ΔT、TES の熱容量を C、 TES と熱浴への熱伝導度を G とおく。 T が ΔT だけ変化すると P は

$$\frac{dP}{dT}\Delta T = \frac{-\alpha}{T}\frac{Vb^2}{R}\Delta T \tag{2.6}$$

$$= -\frac{\alpha}{T}P \tag{2.7}$$

だけ変化 (減少) する。フォトンによる入射エネルギーのパワー $Q = d\Delta T/dt$ と、 TES のジュ-ル発熱の変化分 $-P\alpha\Delta T/T$ と熱浴へと流れる熱量 $P' = G\Delta T$ の和がつり合うため、入射後の定常状態へ戻る時の関係式を表すと次のように書ける。

$$C\frac{d\Delta T}{dT} = -\left(\frac{P\alpha}{t} + G\right)\Delta T \tag{2.8}$$

ここで t は X 線入射時からの時間である。また、 (5.13) より、熱平行状態におけるジュール熱 P は

$$P = K(T^n - T_s^n) \tag{2.9}$$

である。ここで K は温度に依らない定数であり、

$$K = \frac{G_{1K}}{n} \tag{2.10}$$

と書ける。また、 $T \gg T_s$ において、 (2.9)、 (2.10) より $P = GT/n$ が得られる。これと式 2.8とから、

$$\Delta T = \Delta T_0 exp\left(-\frac{t}{\tau_{eff}}\right) \tag{2.11}$$

$$\tau_{eff} = \frac{1}{1+\frac{\alpha}{n}}\frac{C}{G} \tag{2.12}$$

$$= \frac{1}{1+\frac{\alpha}{n}}\tau \tag{2.13}$$

と表すことができる。更に、 Feedback による TES でのジュール発熱の減少が熱浴への熱量流出に比べ 十分大きい場合、即ち $\alpha \gg n$ の時

$$\tau_{eff} \sim \tau\frac{n}{\alpha} \qquad (\alpha \gg n) \tag{2.14}$$

となる。 τ_{eff} は ETF をかけた場合に測定される effective time constant である。上のように、 ETF をかけない場合に比べて時定数は n/α 倍となり、 Feed Back をかける事によって、応答速度が大幅に改善される事がわかる。この時、式 2.8 より 入射エネルギ–はジュ–ル熱の減少分に等しいから、 TES を流れる電流の変化を測定してジュ–ル熱の減少を求めればそこから入射した X 線エネルギ–を知る事ができる。

2.2.3 自己バイアスによる Feed back

次に TES の動作点について考察する。 figre2.3 右図に示すように、 TES にシャント抵抗を並列に置き、定電圧を供給する。この時 TES で生じるジュール熱 P は

$$P = \frac{R_s^2 I^2 bR}{(R+R_s)^2} \tag{2.15}$$

のように表される。これと (2.9) より、ジュール発熱と熱浴に逃げて行く熱のつり合いは

$$\frac{R_s^2 I^2 bR}{(R+R_s)^2} = K(T^n - T_s^n) \tag{2.16}$$

$$\tag{2.17}$$

のように表され、これを解くと

$$T = \left(T_s^n + \frac{R_s^2 I^2 bR}{K(R+R_s)^2}\right)^{\frac{1}{n}} \tag{2.18}$$

が得られる。これは $R = R_s$ の時最大となる。 (2.18) をプロットしたものが Fig.2.4のようになる。 TES の R-T Curv は実線で理想化して示し、 T_c において 0Ω から残留抵抗値へ完全に変

化するとしている。 TES の R-T Curve と (2.18) の曲線の交点は、 TES のジュール発熱と ETF によるジュール熱の減少値がつり合う点であり TES のとりうる平衡状態である。
バイアス定電流 I_b が小さければ交点は 1 点のみとなり、この状態では TES は超電導状態にあり動作しない。適度に大きいバイアス電流をかけると 交点は $R \sim 0$、 $R < R_s$、 $R^s < R$ の 3 点となる。しかし $R_s < R$ のときは全体として正の Feed back がかかることになり動作点は不安定である。それに対し $R^s < R$ の場合は負の Feed back がかかり、安定な解となる。

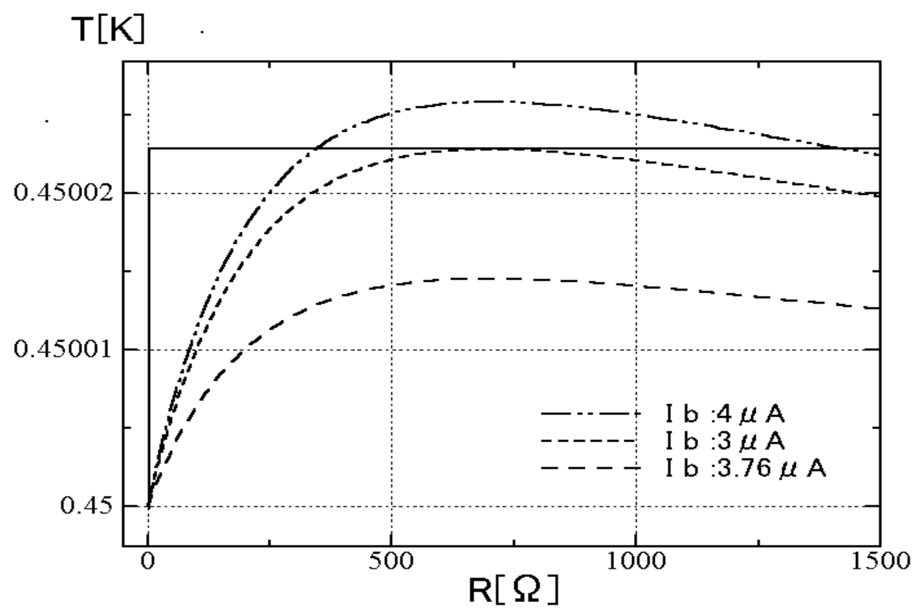

Figure 2.4: R-T 曲線

従って、安定な状態を得るには 2 つの曲線が接するより大きなバイアス電流をかける必要がある。また、超伝導体では臨界電流以下では抵抗値を持たないので第 1 解から変化しないことがあり得る。その時はヒータによって温度上げ TES に抵抗を持たせる事でコントロールし易くなる。

2.3 読み出し系

TES の抵抗が小さく、定常的に流す電流も小さいため、 X 線による電流変化を読み出すためにインピーダンスが小さく、高感度の電流計である SQUID(Supercondaucting QUantum Interference Devices) を用いる。その読みだし方式を Fig2.5に示す。 TES と直列に SQUID 入力コイルを挿入し、電流変化を磁束変化に変換し、 SQUID でその磁束変化を電圧変化へと変換する。
カロリメータは極低温で動作させ、信号線にのる熱ノイズを抑えたまま信号を SQUID 系へ入れて、増幅すれば入力換算ノイズを抑えることができる。

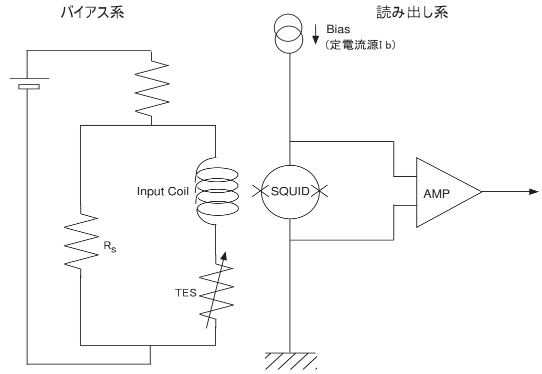

Figure 2.5: TES と SQUID を用いたカロリメータの代表的な読み出し方式

2.4 素子及び測定回路における雑音

ここでは、 TES カロリメータ素子及び SQUID において生じるノイズを考え、これを入射エネルギーに換算した NEP(Noise Equivalent Power) を用いて評価する。ただし次のような状態を考える。カロリメータの、熱容量は C で、熱伝導度 G を通して温度 T_s の熱浴に接続されている。 TES は電圧 V_b でバイアスされ、そのジュ-ル熱によって温度 $T(T > T_{\ s})$ となっている。熱浴は十分大きくカロリメータの温度上昇の影響は受けないものとする。ここで考えられるノイズは、フォノン数の揺らぎによって生じるフォノンノイズ NEP_{Phonon}、カロリメ-タの抵抗によって生じるジョンソンノイズ $NEP_{Johnson}$、 SQUID によて生じるノイズ NEP_{SQUID}、 $1/f$ ノイズ $NEP_{1/f}$ が挙げられる。これらを用いるとカロリメ-タ全体として生じるノイズ NEP は

$$NEP^2 = NEP_{phonon}^2 + NEP_{Johnson}^2 + NEP_{SQUID}^2 + NEP_{1/f}^2 \tag{2.19}$$

と表せる。以下でそれぞれの項について述べる。

[フォノンノイズ]

フォノンノイズはカロリメータの内でのフォノンのエネルギーの揺らぎによって生じる雑音であり、次のように表される。 [1]

$$NEP_{phonon}^2 \equiv N_1 = 4k_B G T^2 \frac{\int_{T_C}^{T} \left(\frac{tk(t)}{Tk(T)}\right)^2 dt}{\int_{T_C}^{T} \left(\frac{k(t)}{k(T)}\right)^2 dt} \tag{2.20}$$

ここで k(T) は thermal link の熱伝導度である。

[Johnson ノイズ]

Johnson ノイズはカロリメータの抵抗によって生じる熱雑音で、

$$NEP_{Johnson}^2 \equiv N_2(1+\omega^2\tau^2) = 4k_B T P(\frac{n}{\alpha})^2(1+\omega^2\tau^2) \tag{2.21}$$

のように表される。 [2] [3]

[SQUID によるノイズ]

dc-SQUID にはシャント抵抗に由来する熱雑音があり、 SQUID 接合リングの両端電圧 V と循環電流 J に揺らぎを与える。これはジョンソンノイズであるから 2.21と同様に表される。しかし、 $k_BT << eV$(1eV は約 1000K) のような低温においては、トンネル接合のショット雑音 i_n が主要となる。ここでカロリメータの電流応答性 (current responsivity) を

$$S_I \equiv \frac{\delta I}{\delta Q} \tag{2.22}$$

と定義すると、 NEP_{SQUID} は次のように表せる。

$$NEP_{SQUID}^2 = \frac{i_n^2}{S_I^2} \tag{2.23}$$

[1/f ノイズ]

トンネル接合のショット雑音 i_n 以外にも SQUID のジョセフソン接合などにおいて 1/f ノイズが生じる。これを $A(f)$ と書くと $NEP_{1/f}$ は次のようになる。

$$NEP_{1/f} = \frac{A(f)^2}{S_I^2} \tag{2.24}$$

以上をまとめるとカロリメータ測定システム全体でのノイズ NEP には、素子自体の固有ノイズ NEP_{cal} と、 SQUID 等読み出し系で生じるノイズ NEP_{read} からなり、それぞれ次のように書く事ができる。

$$NEP^2 = NEP_{cal}^2 + NEP_{read}^2 \tag{2.25}$$

$$NEP_{cal}^2 = 4k_BGT^2\Gamma + 4k_BTP(\frac{n}{\alpha})^2(1+\omega^2\tau^2) \tag{2.26}$$

$$NEP_{read}^2 = \frac{i_n^2 + A(f)^2}{S_I^2} \tag{2.27}$$

2.4.1 エネルギー分解能

ここでは読み出し回路による雑音を無視した場合についてカロリメータ素子のエネルギー 分解能を求める。ここで用いるパラメータを定義しておく。カロリメータの温度 T と熱浴の温度 T_s の比を θ とおく。

$$\theta \equiv \frac{T}{T_s} \tag{2.28}$$

θ をもちいると熱伝導度 G は次のように書ける。

$$G \equiv G_s\theta^{n-1} \tag{2.29}$$

これを用いると (2.20) は

$$N_1 = 4k_BGT^2\Gamma = 4k_BGT^2\frac{n}{2n+1}\frac{1-\theta^{2n+1}}{1-\theta^{-n}} \tag{2.30}$$

となる。(2.9) から

$$\begin{aligned} P &= \frac{G_*}{n}(T^n - T_S^n) \\ &= \frac{G}{n}(1-(\frac{T_s}{T})^n) \\ &= GT\frac{1-\theta^{-n}}{n} \end{aligned} \tag{2.31}$$

(2.21) と (2.32) から

$$N_2 = 4k_BGT^2(\frac{n}{\alpha}^2)\frac{1-\theta^{-n}}{n} \tag{2.32}$$

ノイズとしてフォノンノイズやジョンソンノイズのみを考えると、この時エネルギー分解能は

$$\Delta E = 2.35\left(\int_0^\infty \frac{4df}{NEP_{cal}^2(f)}\right)^{-\frac{1}{2}} \tag{2.33}$$

で表され、N_1、N_2 を用いると

$$\Delta E = 2.35\tau^{\frac{1}{2}}[N_2(N_1+N_2)]^{\frac{1}{4}} \tag{2.34}$$

とすることができる。これに (2.30)、(2.32) を代入すると

$$\Delta E = 2.35\xi\sqrt{k_BT^2C} \tag{2.35}$$

という結果が得られる。ここで

$$\xi = 2\left[(\frac{n}{\alpha})^2(\frac{1-\theta^{-n}}{\alpha})^2 + \frac{1-\theta^{-(2n+1)}}{2n+1}\right]^{\frac{1}{4}} \tag{2.36}$$

である。これから

$$\frac{d\xi}{d\theta} = 0 \tag{2.37}$$

を解いて ξ が最小になる θ を求めれば、カロリメータの動作条件を最適化することができる。一般に $\alpha > 2$ であれば ξ はほとんど α によらず 1 ~ 3 の値をとる。α が 1000 程度の TES カロリメータでは高いエネルギー分解能が得られる。

Chapter 3

Mo-Au 薄膜の製作

本章では TES カロリメータにしようするための Mo–Au 薄膜の製作について述べる。

3.1 超伝導薄膜の原理

一般に、超伝導金属薄膜の臨界温度 T_c は膜厚 dに依存することが知られている ([22] など)。しかし、膜厚に対して正の相関があるのか負の相関があるのかは金属の種類に依存し、更に金属に含まれる不純物の量や性質、そして膜の表面の状態などにも依存する。また膜厚が超伝導体のコヒーレント長[1]程度 ($\sim$ 5000 Å) でありコヒーレント長以上の十分な厚みを持つ常伝導体と接触させた場合近接効果により転移温度は下がる。この特性を積極的に利用することにより 臨界温度の調節を行ない動作環境に適したセンサの製作が可能になる。

薄膜効果の原理は、次のようになる。 BCS 理論[2]では電子対形成の仮定のもとに電子系のエネルギーが最低となる場合における、エネルギーギャップ Δ についての方程式を定め、 $\Delta \to 0$ となる温度として、臨界温度 T_c を定めると T_c は次式で与えられる。

$$k_B T_c = 1.14\hbar\omega_D \exp[\frac{-1}{N(0)V}] \tag{3.1}$$

ここで k_B はボルツマン定数、 ω_D は格子振動の上限周波数、 N(0) はフェルミ準位の電子密度状態値、 V は電子間の引力ポテンシャルである。

3.1のように、 $N(0)$ と V の積 $N(0)V$ が大きい程 臨界温度は高くなる。ここで、薄膜化によって密度が小さくなり ω_D が低下しても $N(0)V$ の寄与が大きければ臨界温度 T_c は上昇する。薄膜は多数の結晶粒子によって構成されているが、膜厚が減少すると結晶粒径が小さくなる。格子間が長くなり、その結果結晶格子のフォノンの振動数が低下しフォノンを介した電子間引力相互作用が増大し、臨界温度 T_c は上昇すると解釈される [13]。

[1]常伝導と超伝導との境界において、超伝導電子密度は急激に変化するのではなく、ある程度のはばを持って徐々に増加していく。この幅をコヒーレンスの長さ (コヒーレント長) という。純粋な金属では $\sim$1 μm であるが、不純物のある金属や合金では短くなって行く。

[2]電子状態を説明する理論である。超伝導金属中において、
(1) 電子が 2 個ずつ対をつくること
(2) この電子対の系で、実効的にボーズ凝縮が生じていること
を明らかにした。すなわちフェルミ粒子である電子が対をつくることにより、ボーズ粒子的な性質をもつのである。

3.1.1 近接効果

ここでは近接効果の転移温度に与える影響を評価する。超伝導金属と常伝導金属のバイレイヤー中の effective coherence length は電子比熱の係数 γ、低温での電気伝導度 ρ などを用いて、

$$\xi_{s,n} = \left[\sqrt{\frac{\pi\hbar k_B}{6T_c e^2\gamma\rho}}\right]_{s,n} \tag{3.2}$$

のように表される ([9] 参照)。ただし s、 n の添字はそれぞれ常伝導、超伝導金属を表し、 T_c はバイレイヤーの転移温度である。本論文の測定ではバイレイヤー全体での RRR が 1 程度だったので、室温での電気伝導度 $\rho_{300\mathrm{K}}$ を用いて、 $\rho = \rho_{300\mathrm{K}}$ として大きな問題はない。また $T_c \sim 2$ K とすると Mo、 Au の effective coherence lengthξ は Table.3.1のようになる。

Table 3.1: バイレイヤーにおけるパラメータ

	Mo	**Au**
$\rho_{300\mathrm{K}}[10^{-8}\Omega\ \mathbf{m}]$	5.2	2.35
原子濃度 $[10^{28}\mathrm{m}^{-3}]$	6.42	5.90
$\gamma[\mathrm{mJmol}^{-1}\mathrm{K}^{-2}]$	2.0	0.729
$\gamma[\mathrm{Jm}^{-3}\mathrm{K}^{-2}]$	213	71
$\xi[\mathbf{Å}]$	370	940

超伝導状態にある超伝導体の十分内部では磁束密度は 0 であるが、表面ではある程度入り込みがある。この長さを磁界侵入長 λ という。一般にコヒーレンス長 ξ と侵入長 λ の比を GL(Ginzburg-Landau) パラメータと言い、

$$k = \frac{\lambda}{\xi} \tag{3.3}$$

と定義される。今、バイレイヤーにしない状態での超伝導金属、常伝導金属の転移温度をそれぞれ T_{cs}、 T_{cn}、 characteristic な GL パラメータをそれぞれ k_s、 k_n とする。ここで $T_{cn} = 0$ だから $k_n = 1/\xi_n$ とすることができる。またバイレイヤーにした状態での転移温度 T_c と T_{cs} との関係は

$$\ln\frac{T_{cs}}{T_c} = \chi\xi_s^2 k_s^2 \tag{3.4}$$

のように表される ([10])。ただし χ はディガンマ関数 ψ [3]を用いて

$$\chi(z) \equiv \psi(\frac{1}{2}+\frac{1}{2}z) - \psi(\frac{1}{2}) \tag{3.5}$$

で定義される関数である。また、超伝導体金属と常伝導体金属との境界面においてそれぞれの金属の厚さ $D_{s,n}$ を用いて

$$\vartheta[\gamma\xi^2 k\tan(kD)]_s = [\gamma\xi\tanh(D/\xi)]_n \tag{3.6}$$

[3] $\psi(x) = \frac{d\log\Gamma(x)}{dx} = \frac{\Gamma(x)'}{\Gamma(x)}$

の式が成り立つ ([10])。ただし ϑ は [10] によって導入された、理論値と実測値のつじつまを合わせるためのパラメータで、バイレイヤーを構成する物質のみに依存する。

ある厚さの超伝導膜について、適当な厚みの常伝導金属をつけてバイレイヤーにした場合と超伝導金属だけの場合の転移温度が求まれば、 (3.4) から k_s が求まる。これを (3.6) に代入することにより、その 2 つの金属の組み合わせに対する ϑ が得られる。一度 ϑ が得られれば、転移温度を任意の値にするための厚さ D_n は容易に求まる。簡単のため 近似してより扱いやすい関係式を導く。まず (3.5) は $0 \leq z \leq 1$ の範囲で、

$$\chi(z) \simeq \ln[1 + (\pi^2 z/4)] \tag{3.7}$$

とすることができる。これと (3.4) をあわせると

$$\xi_s k_s = \frac{2}{\pi}\sqrt{\frac{T_{cs}}{T_c} - 1} \tag{3.8}$$

となるから、およそ $T_{cs}/T_c \sim 3$ 程度までは十分使える近似である。

また $|\theta| \leq 0.5$ の範囲では $\tan\theta \sim \theta$、 $\tanh\theta \sim \theta$ としても誤差は 10% 以内であり、 $k_s D_s \leq 0.5$、 $D_n/\xi_n \leq 0.5$ のとき (3.6) は

$$\xi_s^2 k_s^2 = \frac{\gamma_n D_n}{\vartheta \gamma_s D_s} \tag{3.9}$$

と近似することができる。

以上の (3.4)、 (3.7)、 (3.9) をまとめると

$$\frac{T_{cs}}{T_c} \sim 1 + \frac{\pi^2}{4}\frac{\gamma_n}{\vartheta\gamma_s}\frac{D_n}{D_s} \tag{3.10}$$

のようになり、右辺第 2 項が > 1 であり、また近似が成り立つ範囲では T_{cs}/T_c が D_n/D_s に比例するといって良い。

このことから近接効果が臨界温度による影響を見るためには $D_\mathrm{n}/D_\mathrm{s}$ すなわち常伝導金属と超伝導金属の膜厚の比を変えたバイレイヤーを製作し、 T_c を評価すればよいことがわかる。

3.2 TES に使用する金属

本節では TES に使用する超伝導金属の選択を行う。カロリメータの動作温度は 0.15 K を目標としているので近接効果を用いることにしても超伝導金属自体の転移温度は 0.2∼1 K であることが望ましい。また、長期間の使用に耐えられるよう、化学的に安定でなければならない。更にカロリメータとするにはプロセスの容易さが要求される。

3.2.1 使用する金属の選択

臨界温度のコントロールに近接効果を用いることにすると、臨界温度が 0.2∼1.0 K の超伝導金属を用いることが望ましい。このような金属のうち入手とプロセスの加工性から Al、 Ti、 Mo、 Ir が候補に上がった。

[Al]

(長所)

- 蒸着が容易である
- Si 基板との親和性が高い
- 酸素との親和性が高く経年変化が報告されている

(短所)

- 酸素との親和性が高く経年変化が報告されている

[Ti]

(長所)

- 蒸着が容易である
- Si 基板との親和性が高い
- 酸素との親和性が高く、これまで製作したものでは小さい α が得られている (蒸着時の酸素吸着の可能性有り)

(短所)

- 酸素との親和性が高く、これまで製作したものでは小さい α が得られている (蒸着時の酸素吸着の可能性有り)

[Mo]

(長所)

- Si 基板との親和性が高い
- 酸素との親和性はさほど高くない
- 実績がある

(短所)

- 高融点物質であり電子ビーム蒸着は難しい

[Ir]
(長所)

- Si 基板との親和性が低い
- 酸素との親和性はさほど高くない
- 臨界温度が手頃である (バルク状態で 0.14 K)

(短所)

- 高融点物質であり電子ビーム蒸着は難しい

以上の得失を考慮すると、スパッタ法 (3.3.1参照) を用いれば高融点であるのは問題にならず、また酸素と結合しやすい Al、 Ti は経年変化に不安がある。また、 Ir の製作を試したところ、 Ir は剥離が激しく薄膜には向かないことがわかったため、以後は Mo を TES として用いることにした。

3.2.2 Ti-Au 薄膜を用いた TES

従来の実験では Ti–Au TES の開発を行ってきた。その製作には、目的とする蒸発材料に電子線を照射し、加熱蒸発させ、その蒸気を一定の温度に保持した基板上に冷却凝縮 (蒸着) させて薄膜化する電子ビーム蒸着法を用いた。 Ti 薄膜をシリコン基板上に蒸着し、更に酸化防止を兼ねて Au を重ねて蒸着してある。この製作は早稲田大学庄子研究室の全面的な協力を得て行われた。
Ti–Au TES では転移温度 0.48 K、 $\alpha = 2000$ の結果が得られ、読みだし法の開発進めるにあたっては 素子として十分な性能を有していた。しかし Ti–Au TES には後述するように、蒸着中に酸素を吸着しやすく、再現性が悪い、経年変化が起こりやすいなどの問題があり、更に高い性能を追求するために他の材質を用いることにした。

3.2.3 Mo-Au 薄膜の製作

X 線マイクロカロリメータで高波長分解能を実現するには、動作温度を 0.1K 程度に下げることが本質的であり、そのためには転移温度が 0.1 K 程度の薄膜が必要である。本研究では 0.1 K 程度の TES を製作するための、 Mo 薄膜の調査を行った。薄膜のパラメータと転移温度との関係を知るため、 Mo 単体の薄膜と Mo と Au の二層薄膜を条件を変えて多数製作した。ただし膜厚の誤差は (製作時の水晶振動子膜厚計の表示から)$10\mathring{A}$ 程度はあると考えられ、また $R-T$ 曲線の歪みから (4参照)”厚みむら ”があると考えられる。

3.3 スパッタ法

以上のような考察から、本論文では DC マグネトロンスパッタ装置を用いて Mo–Au の多層膜を製作した。この装置は名古屋大学 U 研所有の装置であり、製作は名古屋大にて行なわせて頂いた。 Mo 薄膜はスパッタによりシリコン基板上に形成し、近接効果を評価するために、 Mo-Au bilayer のサンプルも用意した。本節では、スパッタリング製法の原理と特徴、および多層膜の製作方法について述べる。

3.3.1 スパッタ法

スパッタ法とは、グロー放電プラズマを用い薄膜を堆積させる方法である。固体ターゲットの表面に高エネルギーの粒子を入射させると、その粒子の運動エネルギーを得て表面付近の原子・分子間で衝突が生じる。この衝突が表面まで達し、そのエネルギーが原子・分子間の結合エネルギーよりも大きい場合、表面からターゲット物質が飛び出す。これをスパッタリング現象といい、この現象を利用してはじき跳ばされた母材元素をガラスや Si などの基板に堆積させ薄膜を形成するのがスパッタ法である。

3.3.2 スパッタ法と電子ビーム蒸着法の比較

一般に $100\mathring{A}$ オーダーの金属薄膜を製作するためには電子ビーム蒸着法、あるいはスパッタ法を用いる。電子ビーム蒸着法しかし融点の高い物質をターゲットとして用いる場合、電子ビーム蒸着法では成膜が困難になってくる。一方 スパッタ法では、 Au、 Pt、 W、 Ti、 Mo など高融点物質として知られ真空蒸着法では困難な物質の薄膜生成も可能になる。

更にスパッタされた粒子は keV 程度の陽イオンと運動量を交換して取り出したものであるので 10eV 程度のオーダーのエネルギーを持つ。このエネルギーは真空蒸着による粒子に比べ 2 桁以上大きい。このエネルギーのために表面での原子の移動が起こりやすくなり、より緻密な薄膜が形成される。

しかし スパッタ法には、スパッタガスを導入するため成膜中に真空度を高くすることが出来ないという欠点がある。このため薄膜中へのガスの導入が起こり、純粋な薄膜を得ることが困難になる。また同様の理由で 真空蒸着法に比べ成膜速度も大きくできない。そのため本研究ではマグネトロン方式で速度を速めている。ただし Ar ガス自体は超導伝薄膜には大きな影響を与えないと言われている。 [15]

3.4 スパッタによる Mo-Au TES の製作

3.4.1 スパッタ装置

本論文では名古屋大学理学部物理学科 U 研の DC マグネトロンスパッタ装置を用いて Mo-Au TES の製作を行った。スパッタ装置の原理は次の通りである。、スパッタガスと呼ばれるガスを 10^{-4} から 10^{-3} torr 電極間に流し込むと、それが高エネルギーの宇宙線などにより電離されて少量の一次電子が創られる。ここにターゲットを陰極として数 100V∼1kV 程度の高電圧を印加すると、電子は電場と逆方向に加速され、エネルギーを増しながら次々にガスを電離する。このようにして、電極間にグロー放電によるプラズマが形成される。スパッタ装置では、このプラズマ中の陽イオンを陰極付近の陰極電位降下で加速させ、ターゲットに衝突させることによりスパッタ現象を起こしている。この現象で発生した粒子をスパッタ粒子と言い、スパッタ装置とはスパッタ粒子が基板に付着することにより蒸着を行う装置である。

スパッタガスには、化学的に安定で大きなスパッタ率が得られる Ar ガスを用いるのが一般的であり本論文でも Ar ガスを使用している。スパッタ法にはその方法から直流スパッタリング (DC スパッタリング)、高周波スパッタリング (RF スパッタリング)、イオンビームスパッタリングなどに分類される。

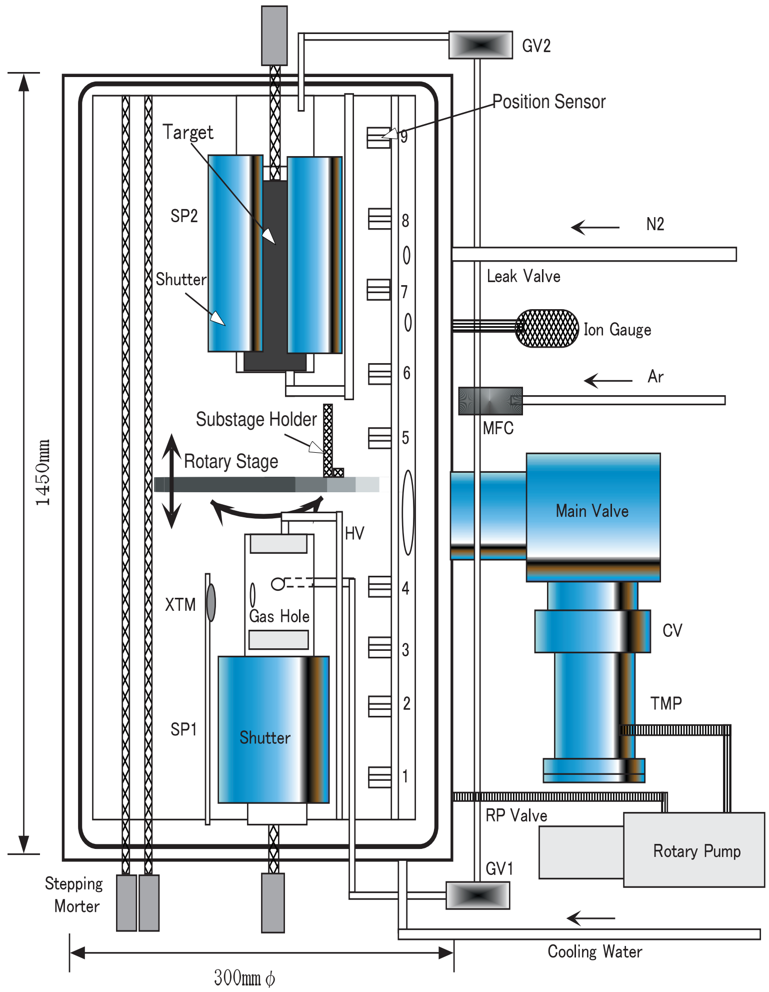

Figure 3.1: スパッタリング装置

DC スパッタ法とはターゲット金属を陰極、基板を陰極とし、その間に 1∼2 kV の直流電圧を加えてイオンを加速しターゲット材をたたき出す方法である。絶縁体をターゲットとして用いると その表面に陽イオンが蓄積して電場が弱まるという問題があり、絶縁体のスパッタリングには適さない。これに対し RF スパッタ法では高周波を掛けることでイオンの蓄積を防ぎ絶縁体のスパッタリングを可能にしている。またイオンビームスパッタ法では陽イオンの生成をイオン銃の内部にて行ない、これをターゲットに照射する方式を取っている。これによってターゲット周辺の真空度が高い状態で成膜を行なうことができる。

また、放電空間に磁場を掛けることによって成膜速度を大きくする方法を用いているのがマグネトロンスパッタ法である。電子は磁場によるローレンツ力を受けてサイクロイド運動を始め電子をターゲット付近に閉じ込めることができる。このようにして陽イオンの生成効率を高め、成膜速度を速めることが可能になる。また、より高い真空度、すなわちより低いガス圧で安定したプラズマを生み出すことができる。

3.4.2 スパッタ装置の概略

本論文で用いたスパッタ装置は X 線望遠鏡に使用する円筒形状基板の内面への多層膜および多層膜スーパーミラーの成膜を目的として大阪真空 (株) により開発されたものである。

真空槽内に上下 2 つの DC スパッタ源 (上:SP2/ 下:SP1) を備えてあり、基板を固定した回転昇降ステージが この 2 つのスパッタ源の間を上下に移動し、それによって多層膜の成膜を行なうことができる。 Fig.3.2のようにスパッタ源は円筒型に設計されており、 $\phi 20 \sim 50$ cm、高さ $20cm$ の円筒形状の基板の内面に成膜できる。スパッタ源の開口部の中心角は 90 度であり、ここにシャッターを取り付け成膜を制御している。

また、この装置は DC マグネトロン方式 (APPENDIX B参照) を用いており、成膜速度を速めるとことができるいう利点がある。その特徴としては対抗対抗ターゲット方式 (APPENDIX B参照) をとっていること、基板の温度上昇を小さくするためターゲットを冷水で冷却し、スパッタ現象によって発生した熱を取り除いていることが挙げられる。

[高圧電源]

本装置の DC 高圧電源は電流一定、または電力一定の 2 つの条件で制御する。最少でそれぞれ 0.01A、 0.01kW の調整ができる。今回は電流一定の条件下で、 2 基のスパッタ源に対し 1 台の電源を逐次切り替えて使用した。通常の成膜では電流値 $0.15 \sim 0.16$ A 程度で使用されており、この時の電位差は、ターゲットが Mo の場合 390∼460 V 程度、 Au の場合で 920∼950 V 程度になる。

[ガス圧の制御]

Ar のガス圧は流量計 (Mass Flow Controller : MFC) と TMP の排気速度を調整するコンダクタンスバルブ (CV) の開閉により制御している。 Ar ガスは各スパッタ源に設置されているガスバルブ (GV1、 2) の開閉により電極間に導入されることなる。通常の成膜中のガス流量は 20.5 socm (standard cubic centimeter: cm^3) であり、 CV の開きが 100% のとき Ar ガスは 10^{-3} Torr 程度になる。

[排気系]

排気系はロータリーポンプ (RP) と複合ターボポンプ (TMP) を用いている。 RP で 0.1 Torr まで排気した後、 TMP で 10^{-6} Torr 程度まで排気してから成膜を開始する。最高到達真空度は $10^{-7} Torr$ である。真空槽の真空度は電離真空計 (イオンゲージ) でモニターしている。

[水晶振動子膜厚計]

各スパッタ源には水晶振動子膜厚計が 1 台ずつ取り付けられており、成膜の状況をリアルタイムでモニターすることができる。この膜厚計は水晶振動子の表面に物質が付着して全体の質量が変化する時に起こる、共振周波数の変化を利用している。

薄膜付着前の水晶振動子の質量を M_q、共振周波数を F_q、質量 ΔM の膜の付着後の共振周波数を F_a その周波数の変化を ΔF とすると次式のような関係が成り立つ。

$$\frac{\Delta F}{F_q} = \frac{\Delta M}{M_q} \tag{3.11}$$

これより ΔM を求め、薄膜が振動子に一様な薄膜 d_m で付着しているとすると、膜物質の密

度 ρ_m と水晶の表面積 S から、 $d_m = \frac{\Delta M}{S\rho_m}$ により膜厚が求まる。しかし、式 3.11は周波数の変化に対して適用範囲が非常に狭まるため、実際には Lu& Lewis(1972) により考案された $Z{-}match$ 方式を用いて求めている。

$$\Delta M = \left(\frac{N_{at}\rho_q}{\pi\rho_m F_a Z}\right)\arctan\left[Z\tan\{\frac{\pi(F_q - F_a)}{F_q}\}\right] \tag{3.12}$$

ここで 水晶と膜の弾性定数をそれぞれ μ_q、 μ_a と書くと、 $Z = (\rho_q\mu_q/\rho_a\mu_a)^2$ は音響インピーダンス比、 $N_{at}(= 166.1 \text{ Hz cm})$ は水晶の周波数定数、 $\rho_q(2.649 \text{ g/cm}^3)$ は単結晶水晶の密度である。

水晶振動子膜厚計の欠点は、温度変化の影響が大きいことであり、温度上昇時には膜厚が小さく見積もられてしまう。この対策として、水晶振動子のカバーを水で冷却して使用している。また、膜厚計が示す膜厚値と実際に基板表面に成膜された膜厚値とは一致しないのでこの補正を行なう因子を求め 調節して測定を行なう必要がある。本論文で製作したサンプルは成膜速度を一定であるとし、経過時間により厚さを測定している。 Ar ガスの圧力によって製膜速度に多少変化がみられるため、この膜厚計を用いて膜厚の校正を行っている。また、膜厚の誤差は 5∼10% 程度である。

[ホルダー]

本論文ではこの装置を用いて Si 基板に蒸着を行うため専用のホルダーを製作した。これは 8 mm×8 mm の Si 基板を 2 枚固定させることができるもので、それをスパッタ装置のステージ上に 7 個等間隔に配置した。さらに スパッタ時に隣のホルダーへの漏れ込みが無いよう、スパッタ装置のシャッターにフードを取り付けた。この方式によって 1 回の運転で七種類、十四枚の基板にスパッタすることができる。

3.4.3 Mo–Au 薄膜の製作

Mo–Au 薄膜の製作は次のような手順で行った。本節ではそれぞれの工程について述べる。

1. スパッタ装置内の掃除
2. 基板の固定
3. ホルダーの取り付け
4. 真空引き
5. プレスパッタリング
6. 成膜
7. 基板の取り出し

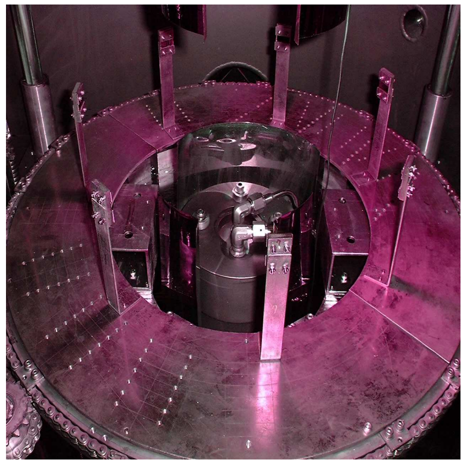

Figure 3.2: サンプルホルダーの配置の様子

1. スパッタ装置内の掃除
   成膜中には装置内の表面全体にスパッタ粒子が付着するので、毎回 成膜を行なう前に掃除を行なう必要がある。そのような付着物は膜厚が成長すると剥離して装置内を汚し、多層膜の膜質をおとしたり、ターゲットと陽極との導通が起きる。特に C 等は薄く剥がれる性質があるので、このような現象が起こり易いと考えられる。
   また、スパッタ粒子はステージの位置検出センサにも影響を与える。このセンサは photo diode からの光を光センサで検出する仕組みになっておりスパッタ粒子がセンサの検出部分に付着していると機能しなくなる。

2. 基板の固定
   専用のホルダーを作成し 8 mm×8 mm の Si 基板をそれぞれ 2 枚ずつ固定した。基板の上部と下部を 2 枚の板で抑える形になる。この作業は塵や埃の付着を防ぐため、クリーンルームにて行なった。

3. ホルダーの取り付け
   昇降ステージに乗る専用の円盤型取り付け台を用意する。その上に基板を内側に向けた状態で 7 つのホルダーを円周方向にに等間隔に配置する。それぞれの固定は 2 本のネジで行っている。 Fig.3.2は Si 基板を 2 枚ずつ固定したホルダーを 7 つ昇降ステージに固定している。

4. 真空引き
   基板をステージ上にセッティングした後、ターゲットの絶縁抵抗や温度計の取り付けをチェックしてから排気を行なう。真空引きは成膜時の Ar の純度を高めるために、 10^{-8} Torr 台になるまで行なう。

5. プレスパッタ
   装置が長い間 大気状態にあると大気中の水蒸気などの不純物がターゲット (Mo、 Au) の表面に吸着されている。これらを取り除くために基板をスパッタ粒子が付着しない位置へ移動させてから、各ターゲットに 10 分程度のスパッタを行なっておく。この一連の作業

をプレスパッタという。プレスパッタリングは、成膜速度、電圧の安定性の保護、温度上昇の確認も兼ねている。

6. 成膜

   ターゲットの電圧が安定したことを確認してから、自動制御プログラムを起動して成膜を行なう。成膜中は、膜厚、電流値、電圧値、電力値、温度等を随時モニターし、ステージの移動時には異常が無いか真空槽の正面に設置してある窓から直接見て確かめる。ステージを上下に移動させることで Mo–Au のバイレイヤーの成膜を行う。本研究でのサンプル製作では、蒸着速度と経過時間とから手動でスパッタ装置のスイッチを操作することで膜厚を制御した。同時間経過において蒸着された膜厚の値がほぼ変らなかったことから、スパッタレートの Ar 圧力による影響は小さいと言える。

7. 基板の取り出し

   全ての基板のスパッタが成膜終了したら、装置を大気圧に戻す。その際 基板の急激な温度変化で表面の質が悪くなってしまうのを防ぐため、 10 分程度の冷却時間をおいてから乾燥室素を用いて大気圧に戻す。

3.4.4 基板プロセス

薄膜の製作は名古屋大学にて行なったが、特性を調べる際に、これを希釈冷凍機に組み込み測定しやすいよう、基板を三菱重工 (MHI) にてプロセスを施した。構造は Fig.3.3のようにパターンの有りと無しの 2 通りある。パターンは抵抗の値を測定しやすくするために施したものであるが、それによって剥離が見られたため 2 回目の製作からはパターンを施していない。また、薄膜の Ti 蒸着されている Si 基板は別の Si 基板 (表面は酸化アルミニウムで絶縁されている) に接着されている。その基板上には配線用の Al パッドがあり、サンプルとの間は Al ボンディングによって電気的に繋がっている。この Al パッドからは銅皮膜つきの NbTi 線で IC ソケットに配線し、その IC ソケットで物理的に希釈冷凍機に固定する。

なお、この構成では希釈冷凍機までは二端子で配線を取り出すことになるが、 1K 以下ではアルミパッド、ボンディングワイヤ (Al)、 Nb-Ti 線は全て超伝導になるため測定精度に問題はない。

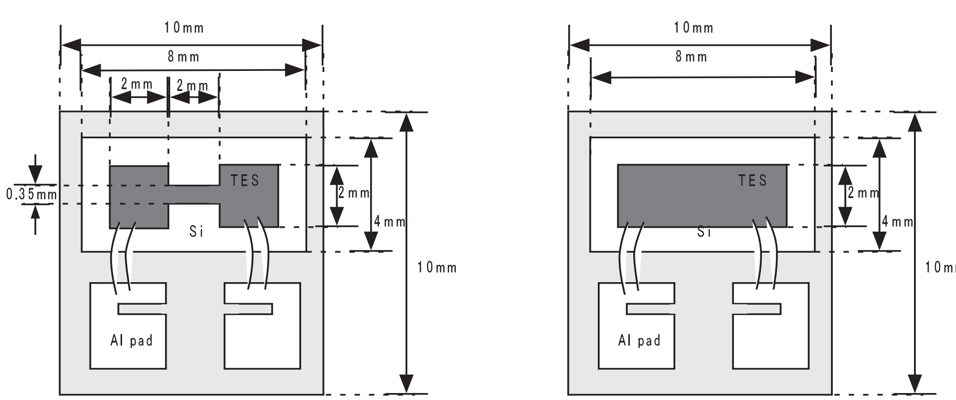

Figure 3.3: 測定用薄膜サンプル (左) パターン有り / (右) パターン無し

これまで 4 回のロットにおける製作を行ったが、製作時のパラメータを全て載せておく。ただし膜厚の誤差は (製作時の水晶振動子膜厚計の表示から)$10\mathring{A}$ 程度はあると考えられ、また $R-T$ 曲線の歪みから (4参照)"厚みむら"があると考えられる。

Table 3.2: Mo–Au 製作　第 1～ 第 3 ロット　薄膜のパラメータ

サンプル番号	1999 製作日	開始時 真空度 [torr]	Mo 膜厚 [Å]	Mo Ar 濃度 [torr]	Au 膜厚 [Å]	Au Ar 濃度 [torr]	300K R[Ω]
1-1	5/27～28		500	10e-4	0	10e-4	56.373
1-2	5/27～28		500	10e-4	500	10e-4	6.5411
1-3	5/27～28		250	10e-4	500	10e-4	5.8795
1-13	5/27～28		500	10e-4	0	10e-4	187.271
1-22	5/27～28		500	10e-4	500	10e-4	18.8363
2-12	8/7 ～8	4.7e-7	60	2.6e-4	0	10e-4	87.6
2-13	8/7 ～8	4.7e-7	60	2.6e-4	0	10e-4	
2-14	8/7 ～8	4.7e-7	125	3.3E-3	125	10e-4	482.0
2-15	8/7 ～8	4.7e-7	125	2.6E-4	125	10e-4	53.7
2-16	8/7 ～8	4.7e-7	60	2.6e-4	0	10e-4	
2-17	8/7 ～8	4.7e-7	125	2.6E-4	1000	10e-4	8.13
2-24	8/7 ～8	4.7e-7	125	3.3E-3	0	10e-4	1.107E+3
2-25	8/7 ～8	4.7e-7	125	3.3E-3	125	10e-4	69.7
3-11	10/16～17	2.2e-6	250	5.0e-4	0	10e-4	59.6
3-12	10/16～17	2.2e-6	250	7.0e-4	0	10e-4	64.03
3-13	10/16～17	2.2e-6	125	10e-4	0	10e-4	129.4
3-14	10/16～17	2.2e-6	175	10e-4	0	10e-4	90.13
3-15	10/16～17	2.2e-6	250	10e-4	0	10e-4	65.9
3-16	10/16～17	2.2e-6	250	10e-4	0	10e-4	70.6
3-17	10/16～17	2.2e-6	250	20e-4	0	10e-4	99.71
3-21	10/16～17	2.2e-6	250	7.0e-4	500	10e-4	2.6
3-22	10/16～17	2.2e-6	175	10e-4	350	10e-4	6.77
3-23	10/16～17	2.2e-6	250	10e-4	500	10e-4	5.3
3-24	10/16～17	2.2e-6	250	10e-4	1000	10e-4	3.06
3-25	10/16～17	2.2e-6	250	10e-4	4000	10e-4	1.47
3-26	10/16～17	2.2e-6	250	14e-4	500	10e-4	4.46
3-27	10/16～17	2.2e-6	250	14e-4	500	10e-4	4.46

Table 3.3: Mo–Au 薄膜 製作　第 4 ロット　パラメータ

サンプル番号	製作日	開始時真空度 [torr]	**Mo** 膜厚 *[Å]*	**Mo** *Ar* 濃度 *[torr]*	**Au** 膜厚 *[Å]*	**Au** *Ar* 濃度 *[torr]*	*300K R[Ω]*
4-1	12/17∼18	2.2e-6	250	3.5e-4	0	10e-4	
4-2	12/17∼18	2.2e-6	125	5.0e-4	0	10e-4	
4-3	12/17∼18	2.2e-6	250	5.0e-4	0	10e-4	
4-4	12/17∼18	2.2e-6	500	5.0e-4	0	10e-4	
4-5	12/17∼18	2.2e-6	80	10e-4	0	10e-4	
4-6	12/17∼18	2.2e-6	125	10e-4	0	10e-4	
4-7	12/17∼18	2.2e-6	250	10e-4	0	10e-4	
4-8	12/17∼18	9.2e-7	500	10e-4	0	10e-4	
4-9	12/17∼18	9.2e-7	700	10e-4	0	10e-4	
4-10	12/17∼18	9.2e-7	80	20e-4	0	10e-4	
4-11	12/17∼18	9.2e-7	125	20e-4	0	10e-4	
4-12	12/17∼18	9.2e-7	175	20e-4	0	10e-4	
4-13	12/17∼18	9.2e-7	250	20e-4	0	10e-4	
4-14	12/17∼18	9.2e-7	500	20e-4	0	10e-4	
4-15	12/17∼18	8.7e-6	250	28e-4	0	10e-4	
4-16	12/17∼18	8.7e-6	125	10e-4	0	10e-4	
4-17	12/17∼18	8.7e-6	125	10e-4	0	10e-4	
4-18	12/17∼18	8.7e-6	250	10e-4	0	10e-4	
4-19	12/17∼18	8.7e-6	250	10e-4	0	10e-4	
4-20	12/17∼18	8.7e-6	250	10e-4	0	10e-4	
4-21	12/17∼18	8.7e-6	250	10e-4	0	10e-4	

Chapter 4

Mo-Au 薄膜の特性測定

前章で製作した Mo–Au 薄膜の特性は宇宙科学研究所の希釈冷凍機を用いて測定した。この章ではその測定に用いた実験装置と測定方法、そして得られた測定結果とその考察を述べる。

4.1 冷却系

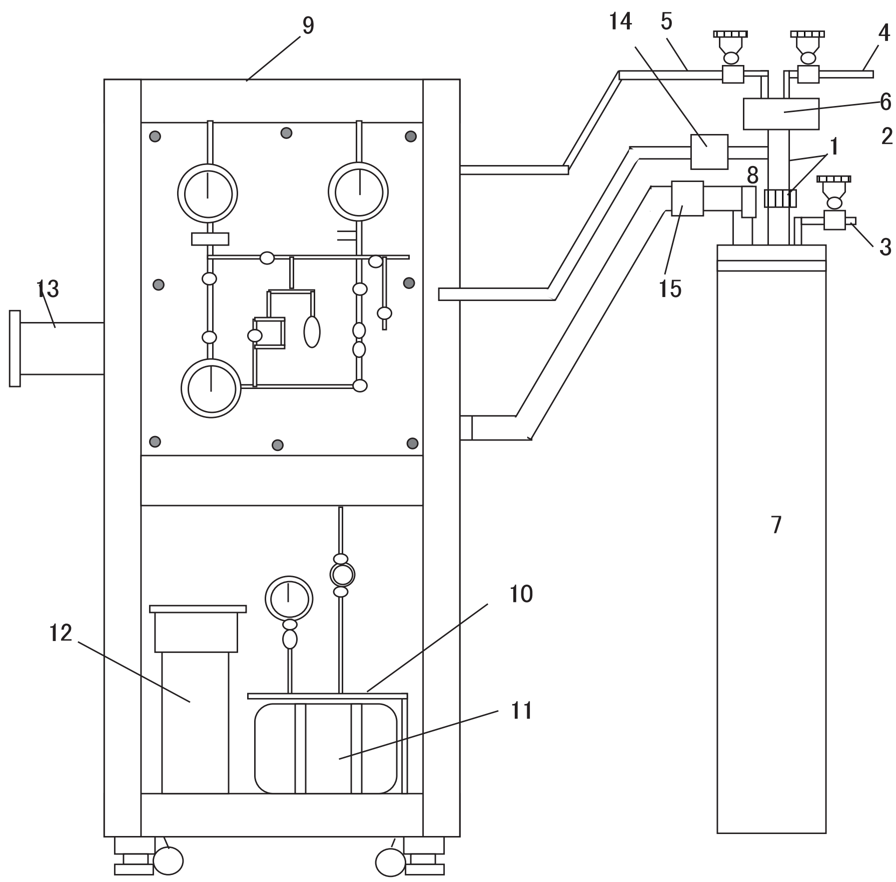

Figure 4.1: μ-Dilution 及びガスハンドリングシステムの概略

4.1.1 希釈冷凍機の原理

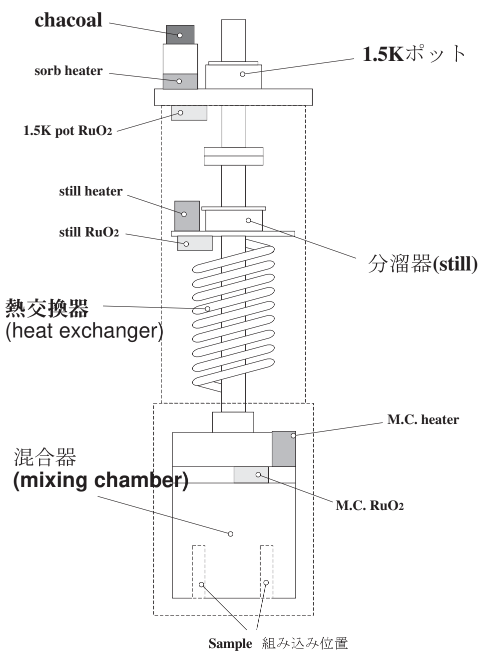

Figure 4.2: サンプルを組み込む箇所

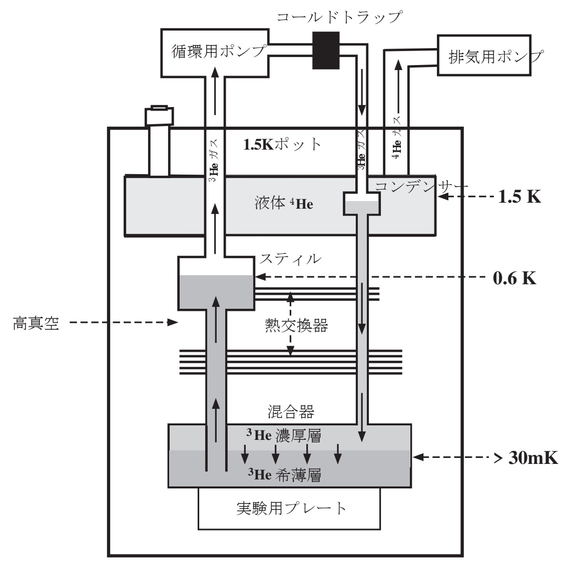

Figure 4.3: 希釈冷凍機ダイアグラム

この節では、希釈冷凍機の動作原理の簡単な説明をする。(Fig.4.3) ^{3}He と ^{4}He の混合液 (mixture) は、臨界温度 0.87 K 以下で ^{3}He- 濃厚層 (concentrated phase) と ^{3}He- 希薄層 (dilution phase) の 2 つの層に分離する。^{3}He は ^{4}He に比べ軽いため、濃厚層は、希薄層の上に浮かぶ。^{3}He のエンタルピーは、2 つの層で異なり、^{3}He を濃厚層から希薄層へ希釈混合させることにより、冷却が起こる。この過程は混合器 (Mixing Chamber) 内でなされ、この時混合器は 0.1 K∼50 mK に達し、実験試料を冷却する。この冷却を維持するためには、^{3}He を連続的に混合器に供給しなければならない。そのために ^{3}He をロータリーポンプで循環させる。濃厚層では、^{4}He は超流動状態にあり、わずかな濃度で含まれる ^{3}He 原子は、^{4}He と全く相互作用せず、理想気体に近い振る舞をする。

混合器を出た ^{3}He は、熱交換器によって、混合器に帰還した濃厚層の ^{3}He を冷却しながら分溜器 (still) へ向かう。分溜器は、^{3}He と ^{4}He を分離する部屋で、^{3}He を循環中は 0.6 ∼ $0.7K$ の温度に保たれている。このため、1.5K POT で液化されて帰ってきた循環中の暖かい ^{3}He を分溜器の脇にある熱交換器で再び臨界温度以下に冷却できる。更にこの温度では、^{3}He の蒸気圧は、^{4}He のそれより約 1000 倍も大きく、循環用ロータリーポンプを使って、ほとんど ^{3}He だけを選択的に蒸発させることができる。従って、分溜器内の ^{3}He の濃度は混合器内より低くなり、その結果浸透圧の勾配が生じ、混合器から分溜器への ^{3}He の流れが促進される。

循環用ロータリーポンプで still から排気された ^{3}He は、数百 mbar に圧縮され、フィルターやコールドトラップを通って空気や油煙等を取り除かれた後、インサートに戻ってくる。そして、メインバスの液体ヘリウムに予冷され、コンデンサーに入る。コンデンサーは、分溜器からポンプによって排気され、昇圧した ^{3}He ガスを約 1.2K の温度で再び液化させる部屋であり、1.5K pot 内部にある。ガスがコンデンサーで凝縮するために必要な充分高い圧力を維持するために、インピーダンスが 1.5K pot の下についている。1.5K pot はデュワー内の ^{4}He を減圧すること

により 4.2K の ^{4}He 槽であるデュワーから液体 ^{4}He を取り込み、1.5K 程度に保たれている。コンデンサーを出た ^{3}He は、熱交換器の回りの溝内に螺旋上に巻かれたパイプを通り、ここで、混合器より戻ってきた循環ガスと熱交換し、冷える。その後、冷えた循環ガスは、混合器に至り、^{3}He(上相) と ^{3}He+^{4}He(下相) の 2 相に分かれる。(0.87K 以下では ^{3}He+^{4}He は混和できず、2 相に分離する。) ここには、酸化ルテニウム (RuO) の温度計がある。

4.1.2 希釈冷凍機

製作した Mo–Au 薄膜を冷却するために本実験では宇宙科学研究所所有の大陽東洋酸素株式会社製の μ-Dilution 小型希釈冷凍機「TS-3H100MB」を用いた。この希釈冷凍機はサンプルの組み込みから循環運転の最低温度に到達するまで約 5 時間を要し、その時の到達温度は 50mK 程度である。また、3^He の蒸発のみを行うワンショット運転を行なった場合、到達温度は 10mK 程度という極低温を実現できる。10mK を維持できるのは数分間であるが、循環運転は連続で約 12 時間可能である。Fig.4.1に μ-Dilution 及びガスハンドリングシステムの概略とその部分の名称を示す。ここで (13) の先には、ロータリーポンプ (RP2)(^{4}He 減圧用) がつながる。また、Fig.4.4は、循環ガス、液体ヘリウム減圧のラインを示す。(7) のデュワーには液体 4^He を満たし、(13) のラインからロータリーポンプで減圧することにより循環ガスの流れるインサート (1) 全体を 1.3 K まで冷却する。インサートの先端は Fig.4.2のようになっており、循環運転を行うと Mixing Chamber が 100 mK 以下にまで冷却される。この部分にサンプルを取り付けることによりサンプルを冷却する。このときサンプルの温度は Mixing Chamber に取り付けられた RuO_2 温度計で測定する。一回の冷却で 2 種類のサンプルの測定が可能である。
[デュワー]
　デュワーの容量は 8 リットルで内面は FRP 製 (fiber reinforced plastics: ガラス繊維で補強したプラスチック) である。FRP は He を透過する。保管状態中は N_2 をパージしておく必要がある。μ -Dilution 本体は中棒部分 (インサート) と外筒部分からなり、これらはどちらも取り外しできる。

4.1.2.1 [温度計]

μ-Dilution には次の 3 箇所に温度計が組み込まれている。特に温度が下がり、しかも精度を要求される Mixing Chamber の温度計には RuO_2 を使用している。これらの温度計はいずれも抵抗によって温度を測定するもので、後述の Neocrea 社製温度計コントローラ LTC-21 で抵抗の 4 端子測定を行っている。

場所	温度計	Range[K]	測定方法
ミキシング (混合器)	RuO	50mK ∼20K	(バイアス:AC 電流)
スティル (分溜器)	Ge	0.3K ∼4.2K	4 端子抵抗測定 (バイアス:AC 電流)
1K ステージ (^{3}He コンデンサー)	Ge	1.5K ∼100K	4 端子抵抗測定 (バイアス:AC 電流)

4.1.2.2 [ヒーター]

μ-Dilution には次の場所にヒーターが組み込まれている。これも LTC-21 により制御する。

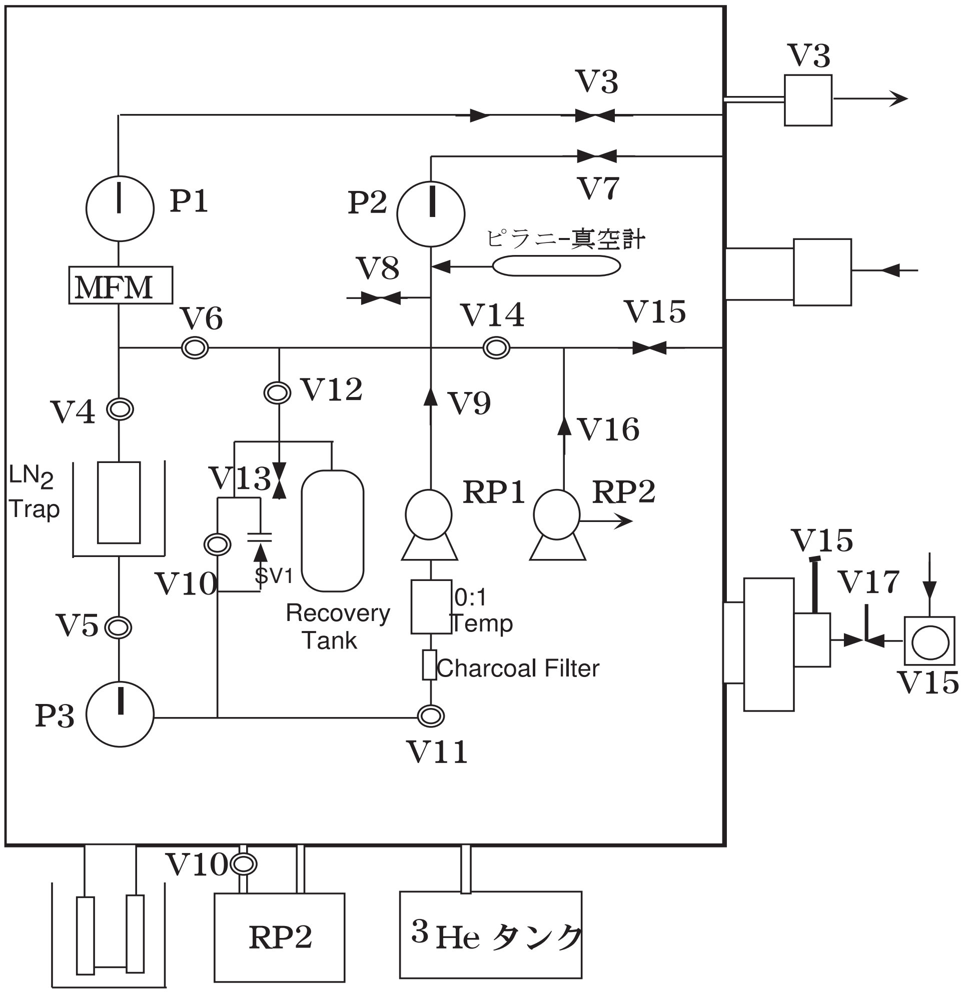

Figure 4.4: 循環ガス、液体ヘリウム減圧のライン

場所	バイアス電流 [mA]	抵抗値 [Ω](300 K)	目的
ミキシング (混合器)	0.3 ～ 3	100	冷凍器の能力調査、昇温に便利
スティル (分溜器)	5 ～ 8	150	^{3}He の蒸発と循環促進するため

4.2 測定系

Fig.4.5に測定系全体図を示す。希釈冷凍機には、 2 種類のサンプルを組み込むことができ 、切り替えスイッチでチャンネルを切替えながら Linear Research 製の抵抗ブリッジ、 LR-700 で抵抗を測定する。また Mixing Chamber、 still、 1 K Pot の温度計は LTC-21 で抵抗を測定し、附属の校正曲線で温度に変換した。なお、これらの機器の操作、測定は GPIB 経由で PC により制御した。セクション 4.2では それらの機器について述べる。

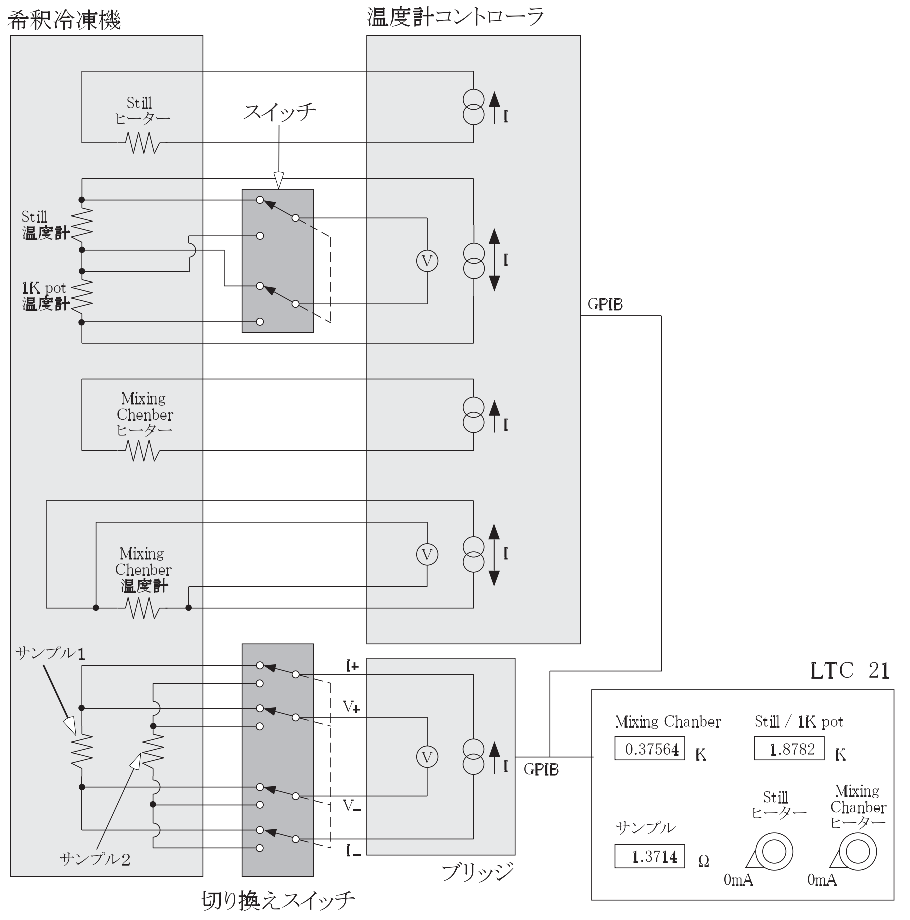

Figure 4.5: 測定系統図

4.2.1 ブリッジ

サンプルの抵抗を測定するのに用いたのは Liner Reserch 社の交流ブリッジ LR-700 である。このブリッジでは 16Hz の交流電流をサンプルに流し、その時サンプルの両端に生ずる電圧をロックインアンプで測定することにより抵抗を測定する。測定レンジは 2 MΩ ∼20 mΩ で 20 mΩ レンジの時の分解能は 100 nΩ である。

4.2.2 温度計コントローラ

温度測定及びヒーターコントロールに用いたのは Neocrea 社製の温度計コントローラ LTC-21 である。これは 2 個の交流ブリッジを内蔵しており、同時に 2 個の温度計の抵抗を測定する個とが出来る。また、 Calibration Table を入力すれば測定した抵抗値を自動的に温度に変換されるが、精度が ∼mK のオーダーなので本実験では抵抗値のまま PC に取り込みそこで温度に変換している。またヒーターは同時に 2 つまでコントロール可能である。

50 mK に到達したところで温度計コントローラのバイアス (Excitation) の変化に対する Mixing Chamber 温度計の抵抗値の変化を調べた。 (4.2) 入力のフィルターの自定数は 16 秒にした。バイアス電流が大きい (Excitation 電圧が高い) 方が抵抗測定時の誤差は小さくなる。しかし電流を多く流すとジュール発熱によって温度計自身の温度が上昇する効果が無視できなくなる。

従って精度良く温度を測定するためには、温度計自身の温度が上昇しない範囲でできるだけ多くのバイアス電流を流さなければならいのだが、表 4.2によれば 320μV レンジ以下では測定値は一定だが、 1mV ではその発熱が無視できないほど大きくなっている。本実験では、温度計コントローラを 320μV レンジで使用した。

4.2.2.1 発熱による誤差

ブリッジ、温度計ともに抵抗の測定を 4 端子法で行っている。この方法には配線抵抗による誤差を無くす事ができる、という特徴があるが、測定には電流を流すためサンプル自体も発熱するという問題を伴う。ここではその自己発熱による影響を評価する。

4.2.2.2 ブリッジ

ブリッジの入力フィルターの時定数を 10∼30 秒とし、 50 mk においてバイアス電流を RuO 温度計の抵抗を測定し発熱による測定値の変化を見た。 (4.1) 測定によるとバイアスレンジが 20μV∼2mV まで同じ程度でばらついている。また 200∼600μV レンジでは測定誤差が小さくて温度上昇もほとんど見られない。更に 2mV レンジより上ではバイアス電流による温度変化が発生している。 200μV レンジより下では測定誤差が問題となる。 600μV レンジで 10 kΩ の抵抗を測定する時の発熱は 20 pW 程度であるから、発熱量をこの程度におさえれば発熱による誤差を無視できるくらい小さくできることがわかる。

4.2.3 温度勾配による誤差

測定は遷移の付近で温度を上下させ、幾つかデータを取り込んだ。比較的高めの転移温度が予想されるサンプルは 徐ゝに減圧をし、温度降下中にもデータを取得した。 1K 以下の転移温度が予想されるサンプルはまず 一気に減圧し温度を下げて超電導状態に持って行った。この場合熱伝導の関係で温度計の感知が実際の温度についていけず、精度は悪く かなり低い方へずれることになる（Fig.4.6参照）。よって その後 still heater を調節して温度をゆっくりと上げていきデータを取りこむという方法をとった。
実際は転移温度が予想から大きくずれていたり温度コントロールがうまくいかなかったため、精度の良い測定ができなかったサンプルもある。本実験では測定程度の善し悪しを評価する目安と

Table 4.1: ブリッジの Excitation vs RuO 温度計の抵抗

レンジ	**1 回目 (k Ω)**	**2 回目 (k Ω)**	**3 回目 (k Ω)**
20 μ V	10.67	11.21	11.04
60 μ V	10.57	11.27	10.95
200 μ V	10.56	11.27	11.03
600 μ V	11.25	11.28	11.01
2mV	11.19	10.53	10.91
6mV	10.31	—	—
20mV	8.118	—	—

Table 4.2: 温度計コントローラの Excitation 対 Mixing Chamber 温度計の抵抗

レンジ	1 回目 (k Ω)	2 回目 (k Ω)
10 μ V	32.36	32.12
32 μ V	32.46	32.26
100 μ V	32.34	32.14
320 μ V	31.49	31.52
1mV	—	26.97

して温度変化率を用いている。

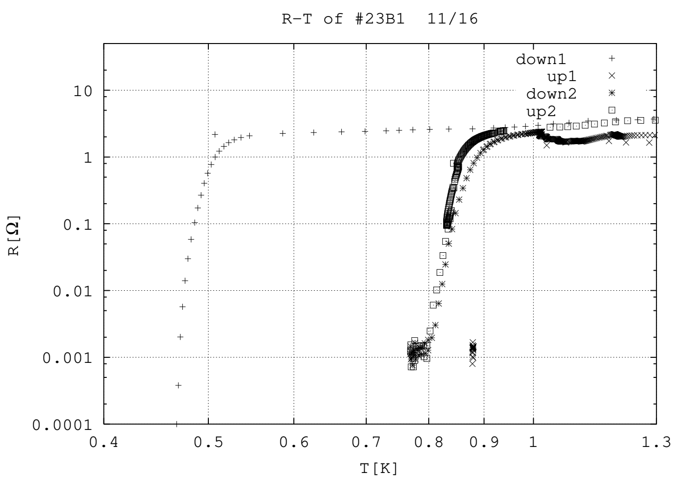

Figure 4.6: 同一サンプルの温度上昇時と下降時による測定誤差

同一サンプルを温度を上下させながら測定した Fig.4.6では、温度変化率は

$$\text{down1} \quad : \quad 9.0 \sim 10.0\Delta T/(dtT) \tag{4.1}$$

$$\text{up1} \quad : \quad 8.3 \sim 8.4\Delta T/(dtT) \tag{4.2}$$

$$\text{down2} \quad : \quad 0.6 \sim 0.7\Delta T/(dtT) \tag{4.3}$$

$$\text{up2} \quad : \quad 0.1 \sim 0.2\Delta T/(dtT) \tag{4.4}$$

であり、[1]温度変化率の小さいほど熱伝導に温度計とサンプルの温度差が小さく信頼性が高い。2 回目の温度上昇時 (up2) のデータを一番信頼性が高いものとして採用する。このように一度の測定にも多少誤差はあり、それぞれのサンプル測定時の温度変化率を Table.4.12($\Delta T/dT$、コメント参照) に示す。用いたデータは、測定誤差により転移温度 T_c は 0.015 K 前後のずれが含まれる。

4.2.3.1 サンプル自体による誤差

[1]現時点の温度を T_1、 t 秒前の温度を T_2 とし、温度変化率を $\Delta T/dtT \equiv (T_1 - T_2)/(dt \times T_1)$ のように示す。

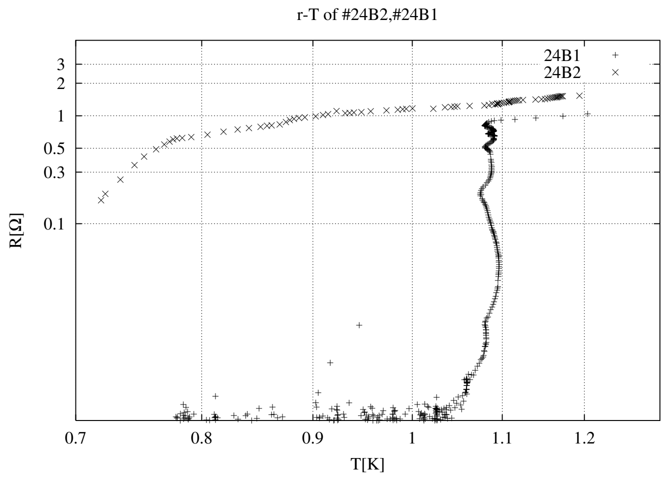

Figure 4.7: 分割したチップ 2 つの違い

サンプルは、 8 mm×8 mm の基板に蒸着した薄膜を 2 つに分割する。すなわち 4 mm×8 mm の 2 つサンプルが存在し、 Fig.4.7 はもともと一つのチップを分割した 2 つサンプルそれぞれのプロットを重ねて表示したものである。それぞれの温度変化率は
24B1:0.02∼ 1.5ΔT/Tdt
24B2:0.10∼ 1.5ΔT/Tdt
である。温度変化率の違いによるだけでなく、同じパラメータで製作したサンプルにおける ”厚みむら ”によってもこのようなずれが見られることになる。

4.3 薄膜の特性測定

4.3.1 測定 第 1 回目

1999 年 5 月 27 日 ∼28 日にかけて 第一回目の Mo-Au 薄膜のサンプル (TES 試作 1 シリーズ) を製作した。 TES は Mo–Au と Ir–Au の 2 種類で、膜厚に対する転移温度の関係を調べるため、それぞれ超伝導金属と Au の膜厚を変えたものを何通りか製作した。また、膜厚の依存性をみるためスパッタ時の Ar 圧力は 10^{-4} torr でそろえた。このうち Mo–Au TES では、全てのサンプルで常伝導から超伝導への転移が観測され、膜厚と転移温度の間に依存関係が見られた。一方、プロセス終了後から剥離、表面の白濁などの現象が見られた Ir–Au TES では超伝導への転移が観察されたサンプルはなかった。本章では Mo-Au TES の膜厚と転移温度の関係について考察し、傾向が理論的に説明できることを明らかにする。

4.3.1.1 Mo–Au TES 試作 1 測定結果

Mo–Au TES の転移温度付近での $R--T$ 特性の例を Fig.4.8–4.10に示す図のように、どのサンプルもヘリウム減圧中の比較的高い温度 (1.9 ~ 3.3K) で超伝導になっている。またどちらのサンプルも 1.3K 付近で 2 つめのエッジが見えているが、これはどちらも Al(パッド、ボンディングワイヤ) によるものである。

以上のような $R--T$ 特性から、抵抗値が 4.2K の 50% になる温度を転移温度 T_c とし、ト

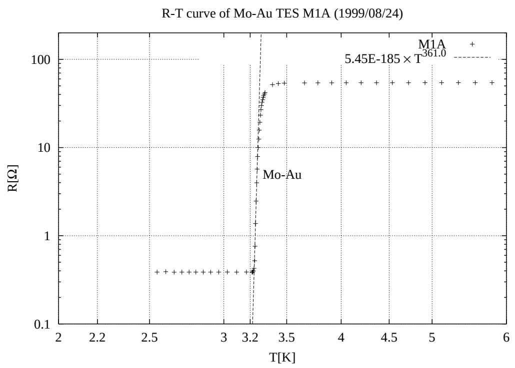

Figure 4.8: 1-1A(Mo:500Å) の R–T 特性

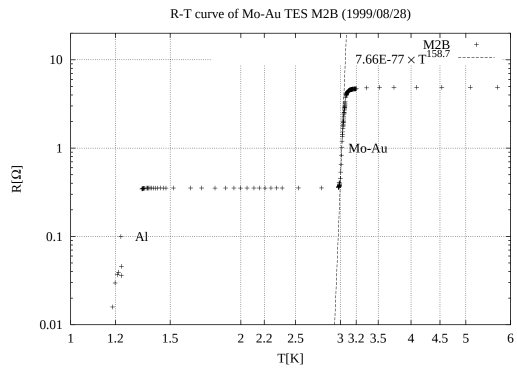

Figure 4.9: 1-2B(Mo:500Å/Au:500Å) の R–T 特性

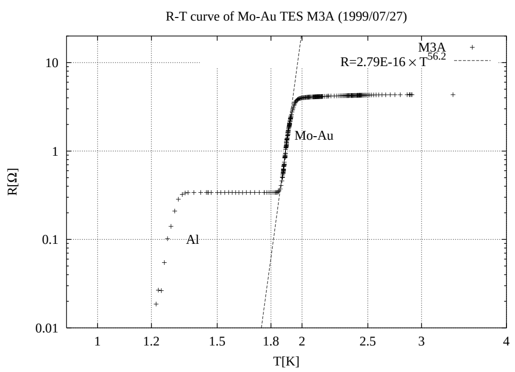

Figure 4.10: 1-3A(Mo:250Å/Au:500Å) の R–T 特性

ランジションエッジの傾きの最も急な部分を $R = R_{1K} \times T^A$ で近似した時の A とともにまとめると表 4.4のようになる。

Table 4.3: Mo–Au サンプル 1 のパラメータ

サンプル名	パターン	測定日	膜厚 [Å]		R[Ω]			T_c[K]	A
			Mo	**Au**	**300K**	**77K**	**4.2K**		
1-1A	なし	8/24	500	0	56.373	54.649	54.345	3.29	361
1-2B	なし	8/28	500	500	6.5411	5.165	4.876	3.04	159
1-3A	なし	7/27	250	500	5.8795	4.6097	4.3427	1.92	56
1-13A	あり	7/11	500	0	187.271	180.65	179.715	~ 2.8	~ 200
1-22A	あり	7/9	500	500	18.8363	15.5131	14.6994	~ 2.3	~ 800

4.3.1.2　TES 試作 1 の考察

ここでは表 4.4 の Mo–Au のサンプルのうち、転移温度が比較的正確に求まっている 1-1A、1-2B、1-3A の結果をもとに膜厚と転移温度の関係について考察する。

4.3.1.3　[転移温度 T_c に対する Mo–Au 二層薄膜の膜厚の比のみによる傾向]

式 3.10と比較するため、これらのサンプルの D_{Au}/D_{Mo}(ただし D_{Au} は金の膜厚で $\mathrm{D_{Mo}}$ はモリブデンの膜厚) を横軸にとり、$1/T_c$ を縦軸にとってプロットすると Fig.4.11のようになる。

図中の破線は、この結果にモリブデンの膜厚によって T_{cs} が変化しないものとして、(3.10) を当てはめたもので

$$\frac{1}{T_c} = 0.276 + 0.108\frac{D_{Au}}{D_{Mo}} \tag{4.5}$$

という関係を満たしており、これは T_{cs}=3.6K、ϑ=2.3 に対応する。

以上の結果では、D_{Au}/D_{Mo} が大きくなるほど転移温度が低くなっていて、この傾向は (3.10) ともあっている。しかしこの 3 点のデータだけでは、膜厚と転移温度の間の関係が、(3.10) のように簡単に表せているかどうかは明らかではない。また 4.5が正しい場合、転移温度を 0.1K 付近にする ($1/T_c$ ～ 10) ためには Au の膜厚をモリブデンの 100 倍にとらなければならないことになる。これは非現実的であり製作は困難である。

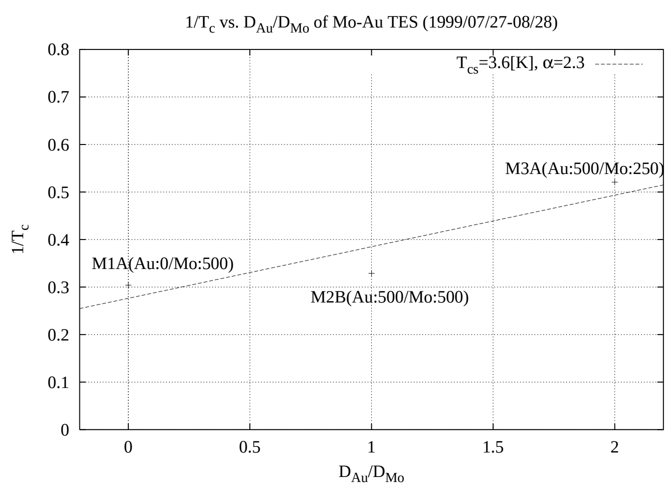

Figure 4.11: $1/T_c$ 対 $\mathrm{D_{Au}/D_{Mo}}$

[TES 試作 1 まとめ]

以上の測定では、Mo–Au TES の膜厚と転移温度の関係を測定し、その傾向がほぼ理論によって説明できるものであることが明らかになった。しかし測定したサンプルは、常伝導金属と超伝導金属の膜厚の比が 2 以下と小さいため、転移温度が 2 ~ 3 K と高く、カロリメータで必要とする 0.1K 程度までは下がらなかった。また超伝導金属の厚さと、T_{cs} との関係も明らかではない。しかし、これらの問題は厚さを変えた Mo のみの薄膜と、Mo と Au の膜厚の比を大き

くとったものからなるサンプルの測定によってある程度は明らかになるはず、という予想を得るに至った。

4.3.2 TES 試作 2

4.3の結果を受け、 Mo のみの薄膜と Au との膜厚の比を大きくとったサンプル (TES 試作 2 シリーズ) を製作した。これは 1999 年 8 月 7 日から 8 日にかけて同じ環境の装置 (名古屋大学 U 研のスパッタ装置) にて蒸着された。またスパッタ装置において振れる最少限から最大限の値は $2.6 \times 10^{-4} \sim 3.3 \times 10^{-3}$ torr であり、この両端の値においてサンプルを製作し Ar 圧力による影響を調べる事を試みた。希釈冷凍機と温度コントローラ、抵抗ブリッジの構成は 4.3セクション 4.2と同様にし測定を行ったが、この測定で常伝導から超伝導への転移が観察されたサンプルは無かった。測定した Mo-Au TES サンプルは全て、希釈冷凍機の循環運転の到達温度 (50mK) でも、ワンショット運転の到達温度 (10mK) でも超伝導にはならず転移温度付近での $R-T$ 特性は得られていない。測定した TES のパラメータを Table 4.4にまとめる。以下で転移しなかった原因を考察する。

Table 4.4: Mo–Au サンプル 2 のパラメータ (製作日 1999 年 8 月 7 日 ~ 8 日)

サンプル名	測定日	膜厚 [Å]		**Ar** 圧力	$R[\Omega]$			到達温度
		Mo	**Au**	[torr]	**300K**	**77K**	**4.2K**	[mK]
2-12B	9/24	60	0	2.6×10^{-4}	87.6	84.327	18.2	100.4
2-14A	9/30	125	0	$2.6{\times}10^{-4}$	$4.82{\times}10^{2}$	479.8	66.0	485.6
2-15A	10/7	125	125	$2.6{\times}10^{-4}$	53.7	53.8	8.2	61.7
2-15B	9/24	125	125	$2.6{\times}10^{-4}$	58.5	56.3	18.2	66.3
2-17B	9/19	125	1000	$2.6{\times}10^{-4}$	8.13	8.13	14.0	11.5
2-24B	9/27	125	0	$3.3{\times}10^{3}$	$1.12{\times}10^{3}$	$1.13{\times}10^{3}$	$1.08{\times}10^{3}$	7.8
2-24A	10/7	125	0	$3.3{\times}10^{3}$	$1.17{\times}10^{3}$	1.18×10^{3}	$1.12{\times}10^{3}$	8.2
2-25B	9/27	125	125	3.3×10^{3}	69.7	67.14	7.8	79.0

4.3.3 Ar の影響

TES 試作 1 と TES 試作 2 で、製作時に変えたパラメータはスパッタ時の Ar 圧力である。したがって転移しなかった原因として、スパッタ時の Ar 圧力による可能性が大きい。つまり、転移する結晶構造を製作できる Ar 濃度範囲から、高い方と低い方へと外れてしまったと考えられる。 Ar 濃度が高いと膜中にガス原子が入り込み結晶構造が壊れてしまい、また、 Ar 濃度が低いと反跳原子によって膜の表面に必要以上の圧力が加わり、良質な薄膜が得られないという事が言える。

4.3.4 膜厚効果の影響

それ以外に原因として考えられるのは膜厚効果で、試作 2 サンプルは Mo:30∼125$\AA$ という、試作 1 に比べて非常に薄いため膜が十分一様な構造を持つ程度の厚さまで達していなかった可能性がある。特に膜が薄い場合は島状構造が形成された段階にあり、電子が移動できず超伝導状態にならないのである。構造としては APPENDIX Aの 1∼2 の段階にあると思われる。

[14] に抵抗率と膜厚との関係が示されており、膜が連続的になったものと推定されるところの膜厚は真空蒸着の場合よりもスパッタの場合の方が小さい。このように連続膜となるときの平均膜厚が異なるのは、膜成長のための核付けの状態が異なる事によるものである。以上の結果から、 Mo の場合、 125$\AA$ 以下では良い結果が得られなかったので試作 3 シリーズから 250∼ $\AA$ 以上の膜厚のサンプル製作へと移行した。

4.4 パラメータの定量的評価

1999 年 10 月 16∼17 日にかけてこれまでと同じ環境である名古屋大学 U 研 スパッタ 装置において TES 試作 3 シリーズが蒸着され、三菱重工 (MHI) にてプロセスされた。各パラメータと臨界温度の関係を調べるため、それぞれ超伝導金属の Mo(250Å) と Au の膜厚、スパッタ時の Ar 圧力 ($5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-3}$ torr の範囲) を変えたものが何種類かある。

Table.4.12に製作した TES 試作 3 シリーズのパラメータをまとめる。

4.4.1 Mo-Au 薄膜サンプル 3 測定結果

それぞれのサンプルの $R - T$ 特性を次にまとめる。セクション **2.3** で述べたように幾つかデータをとったうち、温度変化率の小さいものを採用してある。 (Table.1 コメント参照)

4.4.2 $R - T$ 特性

Fig.4.13、 4.14では TES の転移温度が 1.2K 以上のため、 Al 配線 ($T_c \sim 1.2K$) が常伝導の状態にあり、その分の抵抗が残っている。

同様に、他のサンプルでも 1.1 ∼ 1.2 K 付近の 0.3 Ω 程度の抵抗変化は Al 配線によるものである。 Fig.4.22において (24B1:0.02 ∼1.5ΔT/Tdt) 同じ温度に対し 2 つ以上の抵抗値が存在しているのは循環ガスの残量が残り少なく温度が早い周期でゆらいでいたため、サンプルと温度計との間に温度差が大きく生じたためだと考えられる。

fig.4.23、 fig.4.24はどちらも 2000Å の Au と 250Å の Mo のバイレイヤーだが温度変化率は同程度なので ($1 \sim 5\Delta T/Tdt$)、スパッタの "むら" などにより違いが出てしまっている。

50 mk まで冷却したが残留抵抗 1.22 Ω(at 4.2 K) に対し 0.43 Ω の抵抗が残り、完全に転移は見られなかった。

チップ		Mo		Au		抵抗値						⊿Tc		
番号	測定日	膜厚（Å）	Ar(torr)	膜厚（Å）	300K	77K	4．2K	RRR	Tc(K)	⊿Tc/T dt	(mK)	α	コメント
3－11B1	11月11日	250	5.00E-04	0	59.60	58.44	58.27	1.02	3.24	0．9～1．6	59	0	上昇時
3－12B2	11月11日	250	7.00E-04	0	64.03	62.84	62.65	1.02	3.00	0．1～3．9	60	1120	上昇時
3－13B1	12月1日	125	1.00E-03	0	129.40	127.88	127.66	1.01	1.40	0．4～6．0	31	62	下降時
3－14A1	12月7日	175	1.00E-03	0	90.13	88.34	88.20	1.02	2.10	0．7～1．0	—	855	2度目下降
3－15B1	11月16日	250	1.00E-03	0	65.90	63.41	63.23	1.04	2.50	13．3～20．0	88	22	上昇時
3－16B1	11月18日	250	1.40E-04	0	70.60	67.38	67.23	1.05	1.80	0.07～0.37	46	781	下降時
3－17B1	11月11日	250	2.00E-04	0	99.71	97.8	97.66	1.02	0.50	2.5～3.2	146	18	上昇時
3－21B2	11月13日	250	7.00E-04	500	2.60	1.85	1.72	1.51	0.96	0.03～0.08	5	34	上昇時
3－22B1	12月7日	175	1.00E-03	350	6.77	5.46	5.18	1.31	＜0.021	—	—	—	
3－23B1	11月16日	250	1.00E-03	500	5.30	4.17	3.94	1.35	1.31	0.1～0.2	999	88	2度目下降
3－24B1	11月26日	250	1.00E-03	1000	3.06	2.14	1.99	1.54	1.15	0.002～1.5	7	79	上昇時
3－24B2	11月29日	250	1.00E-03	1000	2.55	1.83	1.70	1.50	0.87	0.24～2.0		8	上昇時
3－25B1	12月14日	250	1.00E-03	2000	2.14	1.34	1.22	1.75	＜0.025	3.2～4.0	22	1	上昇時
3－25B2	11月29日	250	1.00E-03	2000	2.06	1.34	1.22	1.69	＜0.021	2.0～5.0	—	1	上昇時
3－26B1	11月20日	250	1.00E-03	4000	1.47	0.78	0.58	2.53	＜0.027	—	—	—	
3－27B1	11月20日	250	1.40E-04	500	4.46	3.35	3.14	1.42	＜0.027	—	—	—	

Figure 4.12: Mo-Au 薄膜サンプル 3 パラメータまとめ

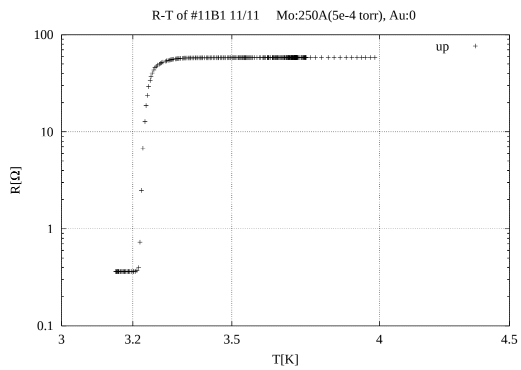

Figure 4.13: 3-11B1

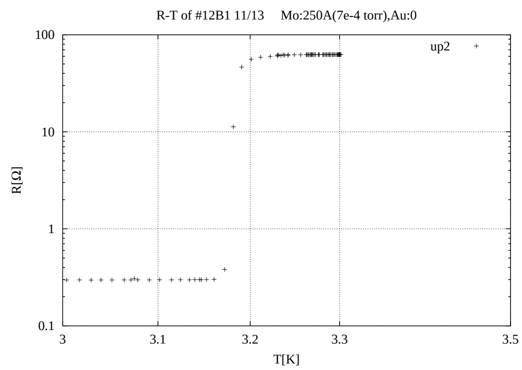

Figure 4.14: 3-12B2

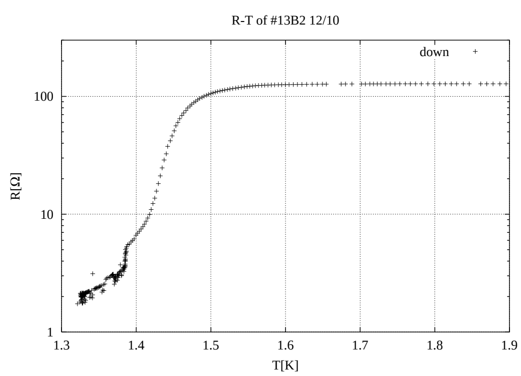

Figure 4.15: 3-13B1

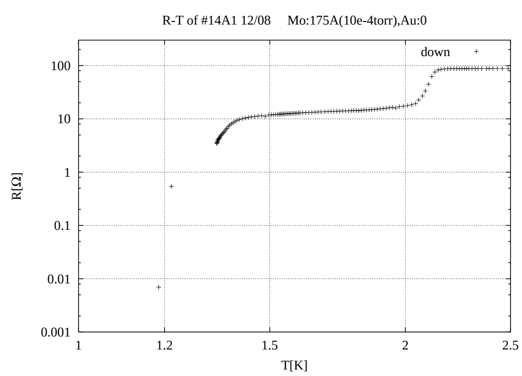

Figure 4.16: 3-14A1

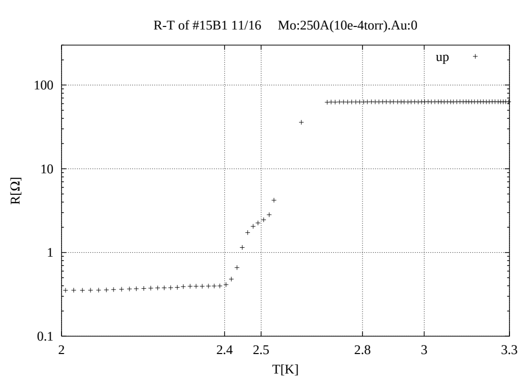

Figure 4.17: 3-15B1

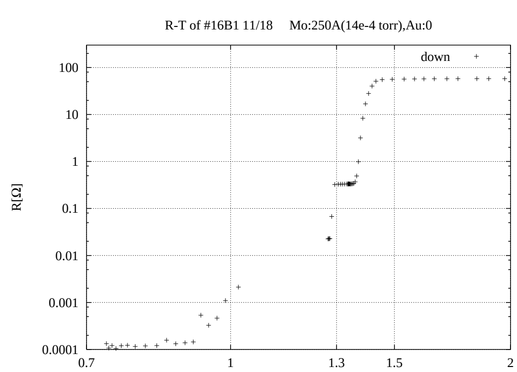

Figure 4.18: 3-16B1

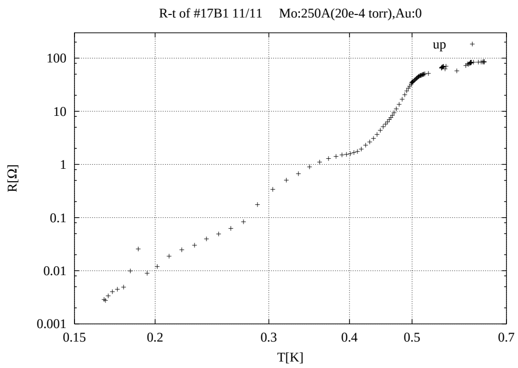

Figure 4.19: 3-17B1

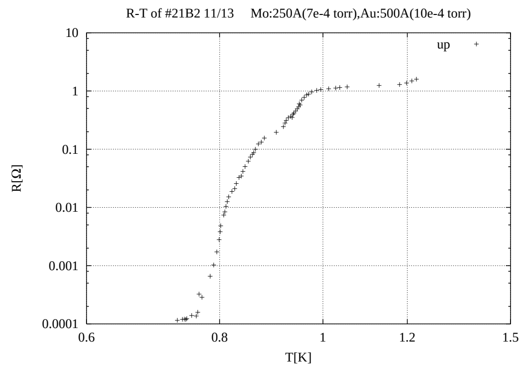

Figure 4.20: 21B2

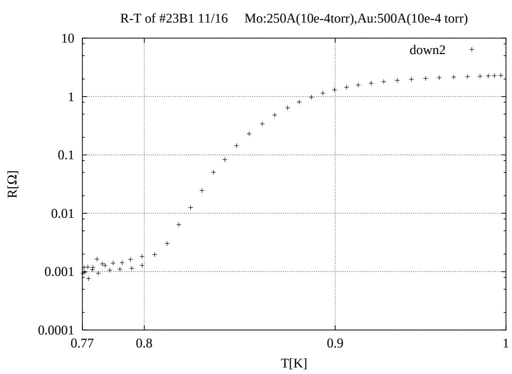

Figure 4.21: 3-23B1

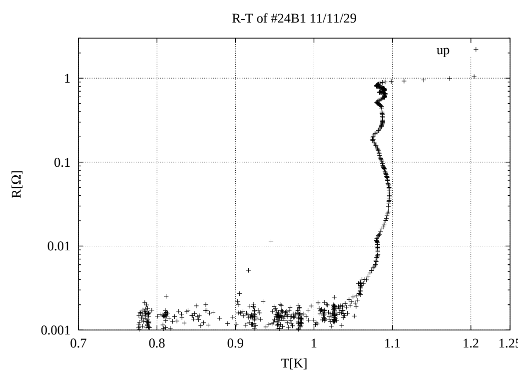

Figure 4.22: 3-24B1

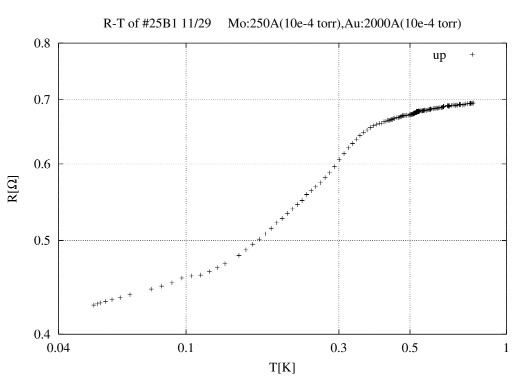

Figure 4.23: 3-25B1

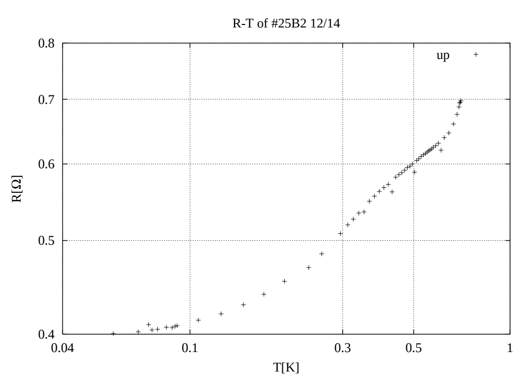

Figure 4.24: 3-25B2

4.5 考察

スパッタ時のパラメータと TES の性質との関係を調べるため、以下のようなプロットを作った。その結果、転移温度 T_c についての、 Mo–Au 二層薄膜の膜厚の比による依存性、 Mo 膜厚による依存性、そしてスパッタ時の Ar 圧力による依存性が見られた。

4.5.1 転移温度 T_c に対する Mo–Au 二層薄膜の膜厚の比による依存性

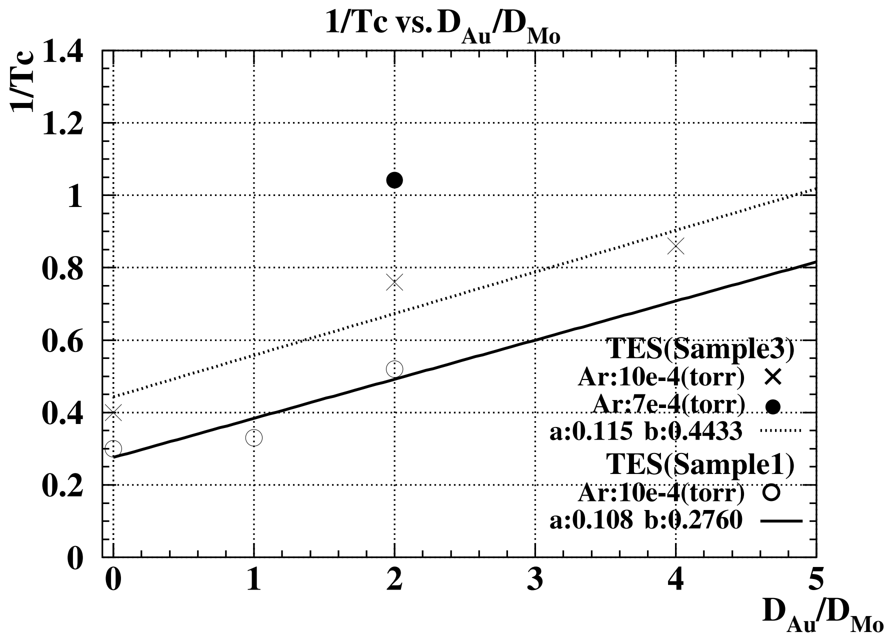

Figure 4.25: Mo + Au の割合と 1/Tc の傾向

Fig.4.25において エラーバーは各ポイントの記号の中に含まれる程度である。また、図中の破線は、この結果に Mo の膜厚によって T_{cs} が変化しないものとして、それぞれ tes3:TES 試作 3 シリーズ
tes1:TES 試作 1 シリーズ (4.3.1.3参照)
に 3章の (3.10) を当てはめたもので次のような関係を満たす。

$$TES\text{試作}3 : \frac{1}{T_c} = 0.55 + 0.11\frac{D_{\mathrm{Au}}}{D_{\mathrm{Mo}}} \qquad : T_{cs} = 2.3\ K, \vartheta = 3.1 \tag{4.6}$$

$$TES\text{試作}1 : \frac{1}{T_c} = 0.276 + 0.108\frac{D_{\mathrm{Au}}}{D_{\mathrm{Mo}}} \qquad : T_{cs} = 3.6\ K\vartheta, = 2.3 \tag{4.7}$$

このように、製作するごとにおける再現性はまだ確実ではないが規則性が見られ、 Mo と Au の割合による依存性は確かめられた。よって一度に 7 セットのサンプルを製作するうえで、

それぞれの膜厚を変化させると、 T_c がいくらか範囲を予測する事が可能となった。しかし、 4.6、4.7のように転移温度を 0.1 K 付近にするためには $(1/T_c \sim 10)$Au の膜厚を Mo の 83 倍から 100 倍とらなければならない。

4.5.2 膜厚依存性

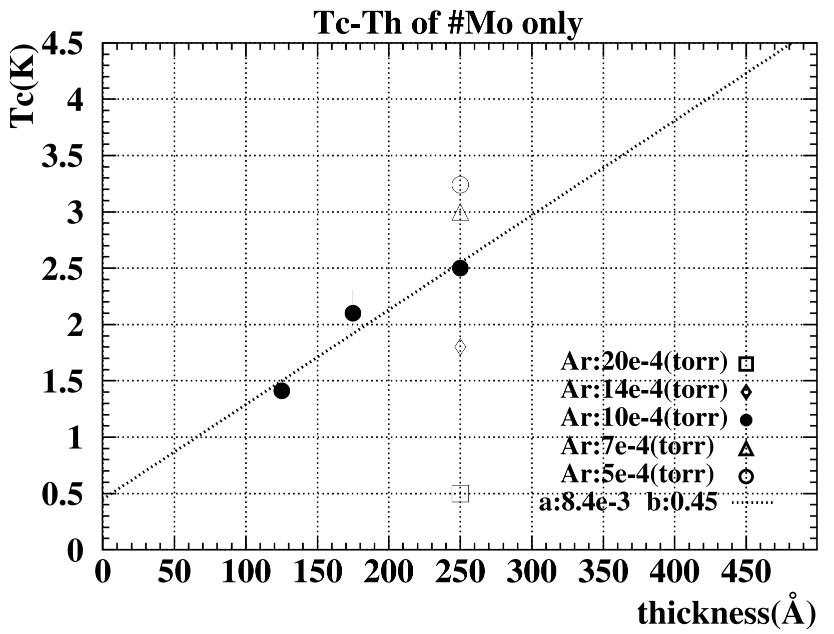

Figure 4.26: T_c の Mo 膜厚による依存性 (Mo 単体)

Fig.4.26は Mo のみの TES で T_c を Mo の膜厚に対してプロットしたものである。エラーバーは各ポイントの記号の中に含まれる程度である。
図よりスパッタ時の Ar 圧力が一定の時、膜厚が薄くなるにつれて転移温度が低くなる傾向が見られる。 (点線) これは一般に言われている、膜厚が薄くなるほど転移温度が高くなるという傾向とは逆である。

このような逆の傾向が見られたのはサンプルが 125∼250Å と非常に薄いため、 Si 基板との近接効果が効いたためであると考えられる。あるいは、物理的、化学的に安定な高融点超伝導体である Mo は電子間引力相互作用がすでに大きい結合の超伝導体であり、 3.1のような効果は見られない可能性もある。薄膜の表面層付近ではフェルミ面の実効的状態密度が低下しており、今回のサンプルが 250Å 以下と非常に薄かったため、膜厚の減少に伴いこの表面層の影響が大きく

なる。このような実行的状態密度の低下が、フォノン周波数の低下と相まって臨界温度 T_c の低下をもたらしたと考えられる。

また、 Fig.4.26Mo250Å のサンプルにおいて Ar 圧力が大きいほど転移温度が低くなるのがわかる。(**4.2**Fig.4.29参照)

4.5.2.1 [常温抵抗値の **Mo** 膜厚による依存性]

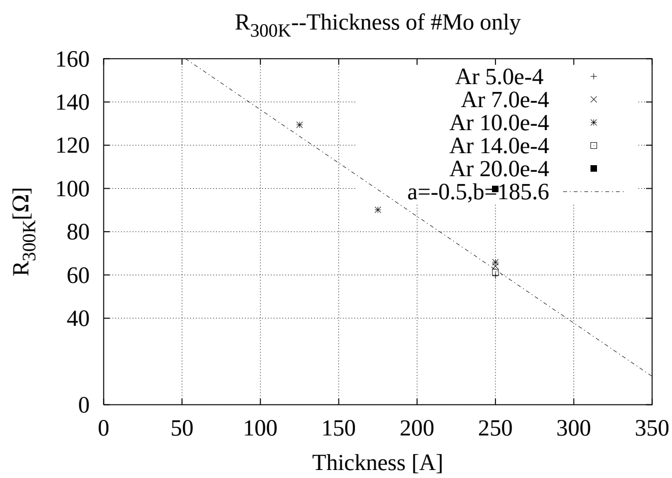

Figure 4.27: Mo の 膜厚と常温抵抗値の関係

Fig.4.27は Mo の膜厚と常温での抵抗値の関係をプロットしたものであり、エラーバーは各ポイントの記号の中に含まれる程度である。
常温抵抗は膜厚が薄いほど大きくなる。図のように 膜厚 (125 ∼ 250Å) は比例関係が成り立つ範囲である。

4.5.2.2 [$\Delta T_c/T_c$ の膜厚による依存性]

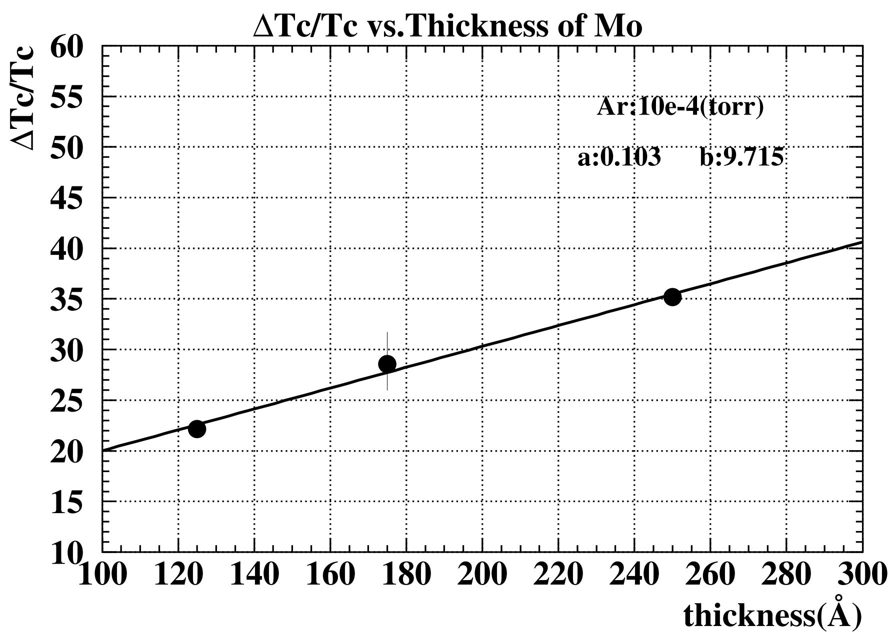

Figure 4.28: ΔT_cの膜厚による正の相関

Fig.4.28は $\Delta T_c/T_c$ と膜厚との関係を示したものである。エラーバーは各ポイントの記号の中に含まれる程度である。

残留抵抗の 10% の点と 90% の点の温度幅を ΔT_c と書くと、

$$R_0(T^{\alpha}_{90\%} - T^{\alpha}_{10\%}) \sim R_0 T^{\alpha}_{10\%}\frac{\alpha \Delta T_c}{T_{10}} \tag{4.8}$$

$$\Delta T_c/T_c \sim 8/\alpha \tag{4.9}$$

と表せる。これより $\Delta T_c/T_c$ を評価するのは α を評価することと等価である。

Fig.4.29に示すように膜厚が薄くなると温度幅も狭まり、エッジは鋭くなる傾向が見られている。つまり、 Mo の膜厚を薄くするほど、転移温度は低下し、 α 値は大きくなり、また熱容量も小さくなる。このようにすべてエネルギー分解能を良くする方向に働く。ただし、 Mo 膜厚 $175\mathring{A}$ のデータは Al のエッジと重なったため、このデータの $R-T$ グラフの Al の転移温度より高い部分のプロットを用いてフィッティグし、エッジの傾きを求め、その直線から予想される値をプロットしてある。

4.5.3 Ar 圧力による相関

4.5.3.1 [T_c の Ar 圧力による負の相関]

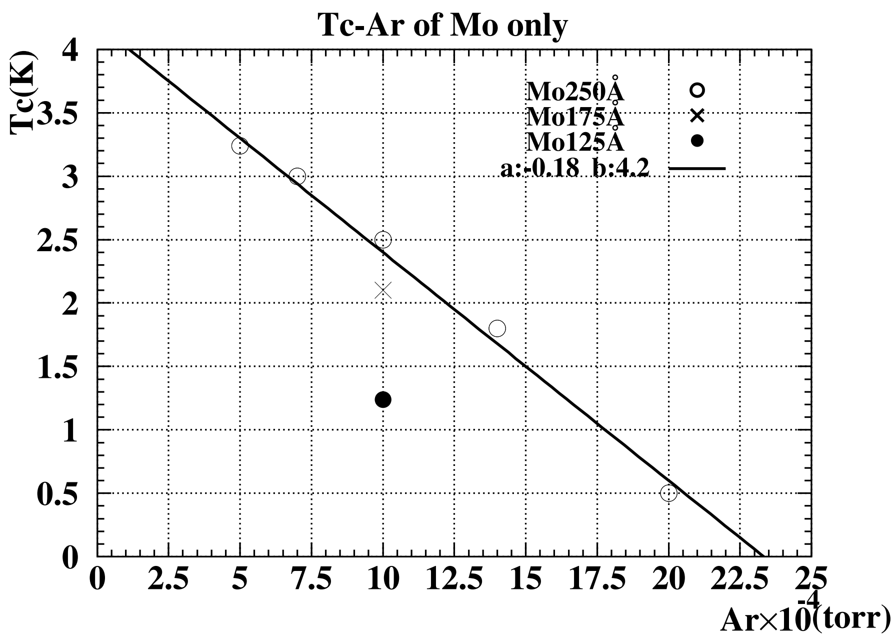

Figure 4.29: T_c の Ar 圧力による負の相関

Fig.4.29はスパッタ時の Ar 圧力と転移温度の関係を示したものである。エラーバーはポイント記号に隠れる程度である。
図からスパッタ時の Ar 圧力を大きくすると転移温度は低くなることがわかる。同じ Mo/Au≡ 250/500 のチップでも Mo のスパッタ時の Ar 圧力が $7.0e{-}4$ torr であれば転移し、 $1.4e{-}3$ torr であると転移しなくなった。これは Ar 圧力が高いと膜中にガス原子が入り込み、単結晶成長が阻害されて構造が壊れてしまうためであると考えられる。
また、 Ar 圧力が低くても、 4.3.3で述べたように反跳原子により膜質の悪化が起こる。
Ar 圧力をスパッタ装置にて振れる範囲は、上限 3.3×10^{-3}、下限 2.6×10^{-4} であり、この上限と下限の値で製作したサンプルはいずれも転移しなかった。 TES を製作する場合には Ar 圧力を $10.0 \times 10^{-4} \sim 6.0 \times 10^{-4}$ torr にするのが適当である。 (チップ 22B1 が微妙なところ)

4.5.3.2 [常温抵抗の Ar 圧力による依存性]

Fig.4.30はスパッタ時の Ar 圧力と常温抵抗の関係を示したものである。エラーバーはポイント記号に隠れる程度である。図よりスパッタ時の Ar 圧力を大きくすると転移温度とは逆に、サ

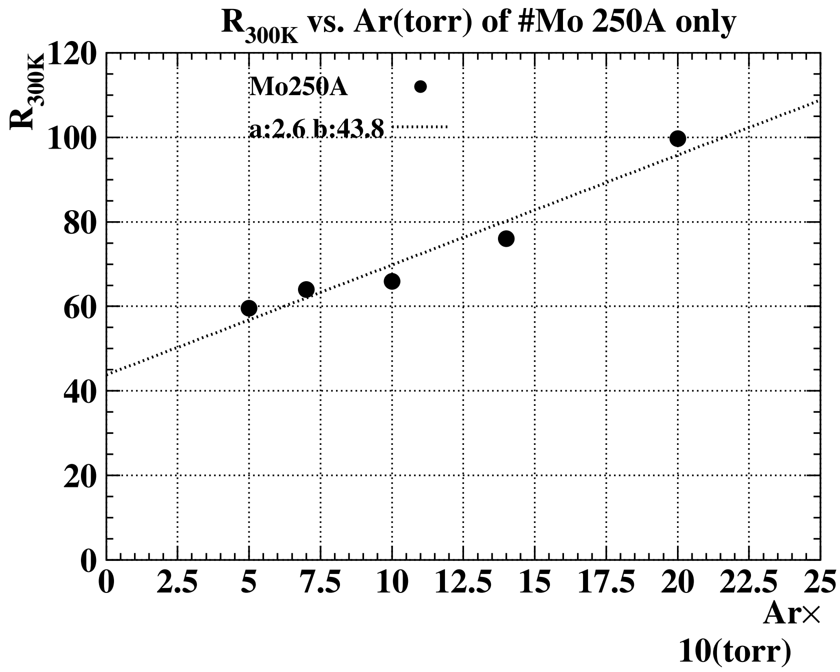

Figure 4.30: Mo(250Å) の Ar 圧力 vs 300K における抵抗値

ンプルの常温抵抗は高くなる。 [7] によると膜の抵抗率はガス圧と膜の成長速度に関係しており、$\frac{\mathrm{Ar}圧力}{成長速度}$ と抵抗率は比例関係にあると言われている。今回のデータでも その傾向が見られた。

4.5.3.3 [Ar 圧力と残留抵抗比]

Fig.4.31スパッタ時の Ar 圧力と $RRR \equiv R_{300\ K}/R_{4.2\ K}$ の値をプロットしたものである。

図より、 Mo 単体において RRR はほぼ 1 で、 Ar 圧力には依存しないことがわかる。このことから Ar 圧力が 5 torr∼20 torr の範囲では薄膜に不純物が混入する傾向は無く、 Ar 圧力は膜質に大きな影響を与えていないことがわかる。

4.6 まとめ

- Mo の膜厚を D_{Mo}、 Au の膜厚を D_{Au} とすると、 $D_{\mathrm{Au}}/D_{\mathrm{Mo}}$ と $1/T_c$ との間に比例関係が見られた。具体的には Mo に 2 倍の厚さの Au を重ねることで転移温度がほぼ半分に下がる。一般に、 Au を付ける事で近接効果により転移温度は低くなると言われていることと同様の結果が得られた。しかし Au の膜厚には制限があり、 2000 Å より厚いと転移しなくなる。また、 Mo:250Å,Au:2000Å のサンプルのように (Fig.4.23)、完全に転移することのない場合も見られた。この理由は内部応力による構造の破壊によるものか、あるいは

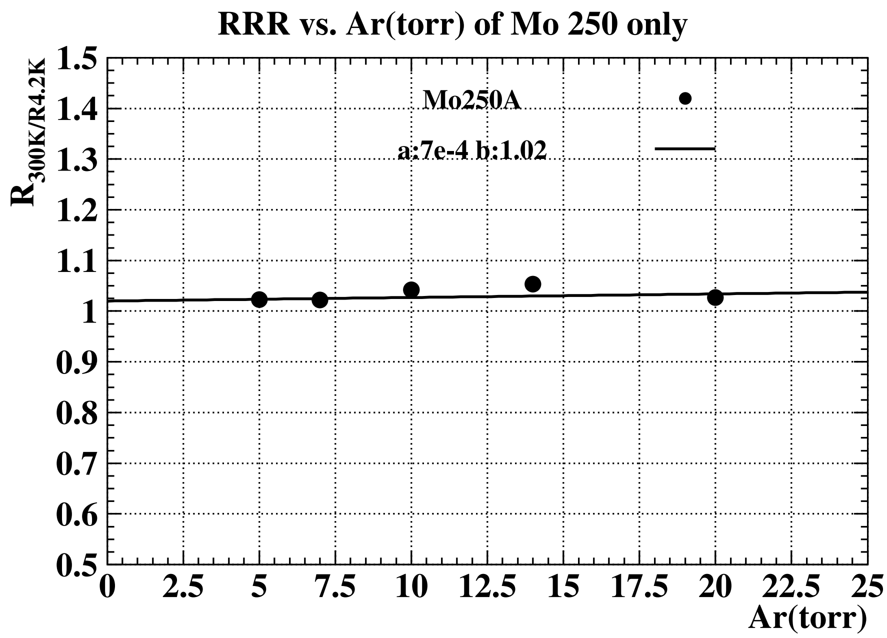

Figure 4.31: RRR vs Ar 圧力（250Å のみ）

Au の膜厚が Mo 内での電子のコヒーレント長 ξ に比べ大きくなり過ぎたためのいずれかと考えられる。

- Mo のみを考察すると Mo 膜厚の依存性については、今回製作した 125Å から 500Å の薄膜では、膜厚が薄い程転移温度は下がる傾向が見られた。この結果は一般に言われている、膜厚が薄くなるほど結晶粒が小さくなりフォノンの振動数が低下して転移温度が上昇する、という傾向とは逆である。これは、膜厚が 500 Å 以下と非常に薄いために Si 基板との近接効果が効いたためと考えられる。また、膜厚が薄くなるとエッジ幅 $\Delta T_c/T_c$ も狭まり、転移が急激になるという傾向が見られた。

- スパッタ時の Ar 圧力については、圧力が低い程転移温度は高くなる傾向が見られた。これは Ar 圧力が低いとターゲットからの粒子が散乱されずに基板へ堆積されて緻密な構造となり、結晶粒が小さくなるためと考えられる。ただし極端に Ar 圧力を高くしたり低くしたりした場合には超伝導への転移は見られず、スパッタ時の Ar 圧力にも制限がある

以上のように Mo–Au 二層薄膜サンプル製作時のパラメータと T_c との間には相関が見られ、こ

れらの結果から薄膜の T_c を予測する事は可能である。例えば Ar 濃度を 2.0×10^{-3} torr 以上に上げ、膜厚を 250 Å 以下にすれば $T_c = 0.1$ K 程度の TES になると考えられ、現在このような薄膜を製作している。

Chapter 5

Mo-Au 薄膜を用いた TES カロリメータの設計

[**Mo-Au** 薄膜の **TES** カロリメータとしての評価]
44 章で述べたように $T_c = 0.1$ K 程度の TES 製作は十分可能である。そこで本章では $T_c = 0.15$ K の TES を用いて、エネルギー分解能 1 eV の TES 型 X 線マイクロカロリメータの設計と、期待される性能の見積もりを行う。

5.0.1 比熱

比熱 c には格子比熱 c_s と電子比熱 c_e とがある。

- 格子比熱 c_s

  格子比熱 $c_s(J/mol/K)$ はデバイ温度 θ_D よりも十分低温において

  $$c_s \approx \frac{12\pi^4}{5} N_0 k_B \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3 \tag{5.1}$$

  のように表すことができ、これは超電導においても常伝導においても成立する。ここで、N_0 はアボガドロ数、 k_B はボルツマン定数、である。

- 電子比熱 c_e

  物質によって決まる定数であるゾンマーフェルトパラメータ γ を導入し、電子比熱 $c_e(J/mol/K)$ は次の様にかける。

  a) 常伝導状態の十分低温において

  $$c_e = \gamma T \tag{5.2}$$

  b) 超電導状態において

  $$c_e = \gamma \left(aT_c exp\left(\frac{-bT_c}{T}\right)\right) \tag{5.3}$$

ここで T_c は超電導臨界温度、 $a \approx 8.5$、$b \approx 1.44$ でありaとbは物質によらない定数である。

これらの式から金属は臨界温度において比熱が不連続に急激に変化することがわかる。

5.0.2 熱伝導度

熱伝導度を行なう媒介となる粒子として、電子やフォノンがある。電子とフォノンの熱伝導率をそれぞれ k_e、 k_s とおくと、カロリメータ全体の熱伝導率kは

$$k = k_s + k_e \tag{5.4}$$

のように表される。

低温において k_e、 k_s は次のように表すことができる。

$$k_i = \frac{1}{3} c_i v_i l_i (i = e, s) \tag{5.5}$$

ここで v_i は エネルギー輸送媒体粒子の速度である。電子の速度 v_e は温度に依らず、フェルミ速度にほほ等しい。フォノンの速度 v_s は音速であり

$$v_s = \frac{\gamma RT}{M} \tag{5.6}$$

と表される。また、これらの式において、 l: 平均自由行程、 γ : 比熱比 $\left(\approx \frac{5}{3}\right)$、 M: 分子量である。

電子の平均自由行程や熱伝導度は温度に影響を受け、 $T \leq \theta_D$の10% において格子欠陥や不純物等によって l_e は短くなり、 k_e は著しく小さくなる。特に純度の低い場合や合金の場合は、 k_s と同程度まで小さくなる。

また、低温において、フォノンの平均自由行程 l_s は幾何学的な代表長さよりも長くなりうる。その場合は l_s、そして k_s は固体の幾何学的代表長さに影響を受け、サイズ効果が生じる事になる。更に、固体表面での散乱によって Jonson 抵抗を生じるため、 k_s は表面状態にも影響を受ける。

一般に低温において熱伝導率は、金属の場合は k_e が、絶縁体の場合は k_s が支配的になる。しかし超電導となった金属においては、 温度が低くなるにつれて k_e が著しく変化するのに対し、k_s はほとんど変化しない。そのため、 T_c の 20 % 以下の温度では、超電導物質の熱伝導率kは絶縁体の場合のように k_e のみで決まってくることになる。このように熱伝導率は様々な状況によって温度依存性が変化するが一般的に

$$k \propto T^{n-1} (n : \text{媒介粒子と物質による定数}) \tag{5.7}$$

と表される。そこで $k(T) = k_0 T^{n-1}$ と書き表すことができる。ここで通常nは半導体のSiでは $n = 4$、金属では $n = 5$ を用いている。

また 、微小温度差に対する熱伝導度が k であるとき熱の流れを等分に N 個の直列の片素に分けて表すと、熱流量 P は

$$
\begin{aligned}
P &= \Sigma \frac{kT_{j+1}}{N}(T_{j+1} - T_j) \qquad (j = 0 \sim N) && (5.8)\\
&= k(T)T - k(T_s)T_s \qquad (N \to \infty) && (5.9)\\
&= k_0 T^n - k_0 T_s^n \qquad (k \propto T^{n-1}) && (5.10)
\end{aligned}
$$

と書ける。また、熱伝導度の定義より $G(= dP/dT)$ は熱伝導率 k を体積積分して求め、次のように近似して書ける。

$$
G = G_0 T^{n-1} \tag{5.11}
$$

ただし、 $G_0 \equiv nk_0$ である。この G_0 を用いると 5.10はこれらより 温度 T のカロリメータから温度 T_s の熱浴へと流れる熱量 P は

$$
\begin{aligned}
P &\equiv \int_{T_s}^{T} G dT && (5.12)\\
&= \frac{G_0}{n}(T^n - T_s^n) && (5.13)
\end{aligned}
$$

と表せられる。

5.0.3 時定数

ここでは次のような仮定をおく。温度 T、熱容量 C、熱浴の温度 T_s、熱浴への熱伝導度 G (W/K) で接しているカロリメータを考える。電流によるジュール発熱を P、フォトンの入射によるパワーを Q、それらの和を W とすると、 W は次のように表される。

$$
P + Q = W = C\frac{dT}{dt} + \frac{G_0}{n}(T^n - T_s^n) \tag{5.14}
$$

X 線入射前のカロリメータの温度を T_0、入射 X 線による温度上昇を ΔT_0 入射から時間 t 秒後の温度を T、 T と T_0 の温度差を $\Delta T(\equiv T - T_0)$ とし、式 5.14を解くと、

$$
\Delta T = \Delta T_0 e^{-\frac{t}{\tau}} \tag{5.15}
$$

となり、ここで τ は

$$
\tau = \frac{C}{G} \tag{5.16}
$$

と書け、 τ は素子の材質や形状によって決まる Physical time constant である。よって観測される温度変化は Fig.??のように、 X 線の入射により steep な温度上昇をし、吸収体の比熱と thermal link の熱伝導度 G とで決まる時定数で decay することになる。実際にはフィードバックをかけて使用するため、観測される時定数はこれよりも短くなる。

5.1 カロリメータの熱特性

カロリメータに電流 I を流して動作させるとき、動作温度 T は常に $T > T_s$ の関係を満たしている。従って $\theta \equiv T/T_s > 1$ である。また、物質の熱容量は低温では温度の γ 乗に比例する。そ

の γ は物質による定数で、結晶では 3、金属では 1 である。このことから温度 T_s での熱容量を C_0 とすると動作温度での吸収体の熱容量は

$$C = C_0 \theta^{\gamma} \tag{5.17}$$

のようになる。また熱伝導率 k は平均粒子速度 v、平均自由行程 l を用いて

$$k = \frac{1}{3} C v l \tag{5.18}$$

と表すことができ、温度変化に対して v、 l の変化が無視できるほど小さい場合、温度 T では

$$G = G_0 \theta^{\beta} \tag{5.19}$$

である。ここで G_0 は温度 T_s での thermal link の熱伝導率、 β は thermal link の材質で決まる定数で γ 同様、結晶では 3、金属では 1 である。そして温度 T_B の近傍での温度計の抵抗は、T_B のときの抵抗値 R_0 を用いて

$$R = R_0 \theta^{-\alpha} \tag{5.20}$$

のように近似される。

5.2 TES カロリメータの設計と期待される性能

本節では 、転移温度 $100mK$ の薄膜を TES に用い、エネルギー分解能 1 eV を目指した TES 型 X 線マイクロカロリメータを設計する。
期待される性能とそれに対する条件からのパラメータ計算を次に述べる。また、現在製作されている Ti–Au 薄膜を用いた TES 搭載 X 線マイクロカロリメータの評価を参考にデザインする。

5.2.1 カロリメータのデザイン

エネルギー分解能を追求するためにはより小さい熱容量が望まれる。また、熱伝導度が大きいと動作点にもっていくために大きなバイアス電流をかける必要があり、これによって分解能が制限されてしまう。よって熱伝導もより小さい値にする必要がある。これらの事と強度やプロセスのしやすさを考慮し、カロリメータの構造としては Fig.5.1のようなものを用いる。このようにビームで素子を支える形をとり熱浴であるシリコン基板との熱伝導率を適当に保ちながら、素子の重みや内部応力に耐えうる機械的構造を追求した。元のシリコン基板の厚さが $200\mu m$ であるのに対し、ピクセル部分はエッチングによって $20\mu m$ 厚とする。

TES パターンとしては小さいほうが熱化しやすいが、あまり薄いと強度が弱くなり安定しない可能性があり、あまり細くてもプロセスが困難になってしまう。また、実際には希釈冷凍機の配線による制約から流せる電流には制約があり、温度の変化率を大きくするため TES の抵抗は数 Ω 程度が良い。これらの事から TES パターンの形は幅に対してある程度の長さをもたせたビーム状にする。

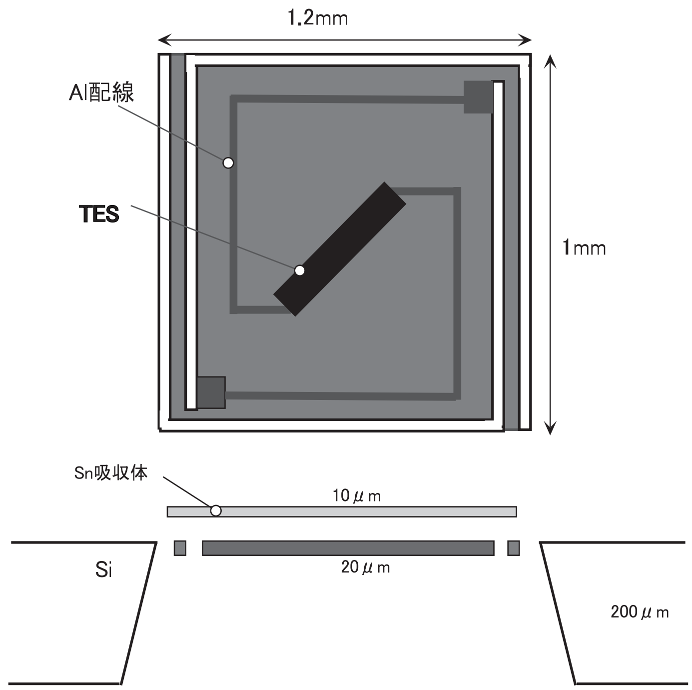

Figure 5.1: カロリメータの構造体の模式図

5.2.2 パラメータの見積もり

吸収体として 1 mm×1 mm、厚さ 10 μm 熱容量の小さい Sn を用いる。厚み 10 μm では、10keV の X 線に対し吸収効率は 50% である。 Sn を選んだのは超伝導状態において熱容量が小さい事、実際に NIST、 Goddard でカロリメータの吸収体として実績がある事からである。 Sn は熱サイクルに弱いと言われているが、現カロリメータは 10 回の 300 K と 0.3 K の熱サイクルに耐えており、問題ないと考えられる。

5.2.2.1 [基板、吸収体の熱容量]

Si 基板のみによる熱容量

[21](p37) より Si の比熱 $c_{\rm Si}$、は

$$\begin{aligned} c_{\rm Si} &= (1.88\times10^{-6}\ {\rm cal/mol/K})\cdot(T/{\rm K})^3 \\ &= (6.56\times10^{-7}\ {\rm J/cm^3/K})\cdot(T/{\rm K})^3 \end{aligned} \tag{5.21}$$

で表される。これより、 0.15 K における Si の熱容量は、

$$C_{\rm Si} = 2.03\times10^{-14}\ {\rm J/K} \tag{5.22}$$

また、 Sn の 0.15 K での熱容量は

$$c_{\rm Sn} = 3.96\times10^{-6}\ {\rm J/cm^3/K} \tag{5.23}$$

から、

$$C_{\rm Sn} = 3.96\times10^{-13}\ {\rm J/K} \tag{5.24}$$

なので全体の熱容量は

$$C = C_{\rm Si} + C_{\rm Sn} \sim 4.16 \times 10^{-13}\ J/K \tag{5.25}$$

になる。従って、、カロリメータのエネルギー分解能は $\alpha \sim$100 程度として

$$\begin{aligned}
\Delta E &= 2.36\sqrt{4k_B T^2 C(1/\alpha)\sqrt{(n+1)/2}} && (5.26)\\
&\sim 0.7\ eV && (5.27)
\end{aligned}$$

と求まる。

5.2.2.2　基板、配線による熱伝導度

[**Si** による熱伝導]

現カロリメータ (Fig.5.1と同様の構造) の熱伝導度は実際の測定により 0.5K において $G = 5 \times 10^{-8}$ である。デバイの 3 乗則より、 0.15K における熱伝導度は $G = 1.0 \times 10^{-9}$ 程度と見積もれる。

[**Al** 配線による熱伝導]

ビーム部分の配線に使われている Al による熱伝導度を考える。 Al の超伝導臨界温度は 1.1 K 程度であり、 0.1 K 程度での熱伝導は超伝導状態の電子による熱伝導を考えれば良い。 Al のボンディングワイヤは $RRR = 11.6$ であり、これに対して蒸着やスパッタによる残留抵抗比は $RRR \sim 2$ と小さい。それゆえ、 Al のボンディングワイヤをもとにして、 Al 配線による熱伝導度 G_{Al} の上限は以下のように計算できる。 [21] より、

$$\begin{aligned}
G_{\rm Al} &= [(2/120)\ {\rm W/cm/K}]\cdot(T/{\rm K})\cdot\exp\left(-\frac{2.08\ {\rm K}}{T}\right)\times\frac{w_{\rm Al}t_{\rm Al}}{l_{\rm Al}}\times 2 && (5.28)\\
&= 7.5\times10^{-10}\ {\rm W/K}\left(\frac{l_{\rm Al}}{0.2{\rm mm}}\right)^{-1}\left(\frac{w_{\rm Al}}{10\mu{\rm m}}\right)\left(\frac{t_{\rm Al}}{100{\rm nm}}\right) && (5.29)
\end{aligned}$$

ただし以上の計算では、幅 10μm、長さ 0.2mm、 100nm を用いた。この値は Si による熱伝導度と比べて十分小さい。

5.2.3　時定数

吸収体の thermalization の時定数 $\sim$ 数 μs であることと、 SQUID AMP の周波数帯域が 100 kHz であることから、 $\tau_{\rm eff} > 10\ \mu$s になることが望ましい。

カロリメータの intrinsic な時定数 τ は

$$\begin{aligned}
\tau &= C/G\\
&= 4.16\times10^{-13}/1\times10^{-9} = 4.16\times10^{-4}{\rm s} && (5.30)
\end{aligned}$$

である。ここで α=100 とし、電熱フィードバックがかかったときの有効時定数 $\tau_{\rm eff}$ は、 (2.14) より

$$\begin{aligned}
\tau_{eff} &= \frac{1}{1+\frac{\alpha}{n}}\tau && (5.31)\\
&\sim \frac{n}{\alpha}\tau && (5.32)\\
&= 20.8\mu{\rm s} > 10\ \mu{\rm s} && (5.33)
\end{aligned}$$

になり十分遅い。

5.3 Mo/Au TES カロリメータの製作過程

TES カロリメータの製作方法を以下に示す。この素子の実際の製作は早稲田大学の庄司研究室の全面的な協力を得、同研究室の電子ビーム蒸着装置とスパッタ装置を用いて行なう。
製作プロセスの主な流れは次のようになる。

1. Si 基板の準備
2. 位置合わせ用貫通穴の形成
3. ダイアフラム形成
4. Mo/Au TES のスパッタ
5. Al 配線をスパッタ
6. ビームの形成

1 Si 基板の準備

マイクロマシーニングで一般的に用いられているシリコン基板は P がわずかにドープされていて電気を通す。これでは温度計の抵抗値を正確に測定できないので、温度計を蒸着する前に表面を酸化して絶縁させる。

1. ウェハの切り出し
   ・ 200μm 厚のウェハをダイアモンドカッターで 2cm× 2cm に切り出す。
2. 表面の洗浄と酸化
   ・シリコンの表面をメタノールとジクロロメタンで超音波洗浄する。
   ・洗浄したウェハを酸化炉に入れて WET 酸化させる。
   (炉の温度 1100℃で 150 分程で 1μm の酸化膜厚になる。)

2 位置合わせ用貫通穴の形成

裏表両方からエッチングをする必要があるため、それらの位置がずれないように顕微鏡の光が透過するような穴を作る。

1. シリコン基板の両面にレジスト (GFPR800 粘性 500cp) 塗布。厚めに塗る。
   ・水分を蒸発させるために、 90℃の釜で 30 分ベークする。
   ・レジストを基板にたらして回転させる。
   (初めは 1000pm で 5 秒、その後 7000pm にして 15 秒。)
   ・レジストと一緒に付いた要らない有機溶媒を蒸発させるために、もう一度釜で 30 分ベークする。
2. フォトリソグラフィー
   ・貫通穴用のマスクをかけて 60 秒間露光する。
   ・現像液 (NMD-3) に約 1 分半浸す。
   ・蒸留水で 1 分ほど洗浄する。
   ・ 90℃の釜で 30 分ベークする。

3. バッファエッチ (SiO_2 エッチング)
   ・組成比 $HF:NH_4F=1:10$ のエッチング液で酸化膜をエッチングする。

4. レジスト除去

5. Si エッチング
   ・ (酸化膜をマスクにして)90℃の TMAH で約 5 時間エッチングする。

3 ダイヤフラム形成

裏から基板をエッチングして、熱容量が小さく熱伝導率が悪い部分を作る。

1. シリコン基板の裏にレジスト塗布

2. 構造体用のマスクでフォトリソグラフィー

3. バッファエッチ (SiO_2 エッチング)

4. レジスト除去

5. Si エッチング
   ・ 90℃の TMAH で約 4 時間エッチングする。

4 Mo/Au 薄膜をスパッタ

基板の表から Mo,Au の順にスパッタして温度計を製作する。

1. シリコン基板の表に Mo,Au の順でスパッタする

2. その上にレジスト塗布

3. TES 用のマスクでフォトリソグラフィー

4. Au エッチング
   ・組成比 $I_2 : NH_4I : H_2O : CH_3OH = 1.2 : 8 : 40 : 60$ のエッチング液

5. Mo エッチング
   ・組成比 $H_2SO_4 : HNO_3 : H_2O = 1 : 1 : 3$ のエッチング液

6. レジスト除去

7. 超音波洗浄

5 Al 配線をスパッタ

Al をスパッタして配線を作る。

1. シリコン基板の表にレジスト塗布

2. 配線用のマスクでフォトリソグラフィー

3. TES と配線の接触する部分をプレスパッタ

4. Al 配線をスパッタでつける
5. リフトオフ

6 ビームの形成

最後に温度計のまわりの基板のほとんどを貫通させ、温度計の乗った部分を細い梁のみで熱浴にリンクされた島状の構造 (カロリメータ) にする。

ここで WET エッチングすると金属薄膜の性質が変わる可能性があるので、 RIE(R I E) を使用して Si を削る。イオンのガス比を変えることで削る物質を選択できる。

最後に温度計のまわりの基板のほとんどを貫通させ、温度計の乗った部分を細い梁のみで熱浴にリンクされた島状の構造 (カロリメータ) にする。

ここで WET エッチングすると金属薄膜の性質が変わる可能性があるので、 RIE(R I E) を使用して Si を削る。イオンのガス比を変えることで削る物質を選択できる。

1. シリコン基板の表にレジスト塗布
2. ビーム用のマスクでフォトリソグラフィー
3. 酸化膜をエッチング
   ・ガス比 $CHF_3 : O_2 = 45 : 5$, 圧力 20Pa, 電力 200W で 5 分ほど。
4. Si をエッチング
   ・ガス比 $SF_6 : CHF_3 : O_2 = 50 : 23 : 18$, 圧力 10Pa, 電力 100W で 30 分ほど。

Figure 5.2: カロリメータ製作過程

2,3を基板の上から見た図と点線における断面図。左側の 5 つが位置合わせ用貫通穴の形成で、1. レジスト塗布、 2. フォトリソグラフィー、 3. バッファエッチ、 4. レジスト除去、 5.Si エッチング。右側の 5 つがダイアフラムの形成で、 1. レジスト塗布、 2. フォトリソグラフィー、 3. バッファエッチ、 4. レジスト除去、 5.Si エッチング。

Figure 5.3: **カロリメータ製作過程 4,5の図。**

左側の 6 つが TES のスパッタで、 1.Mo,Au をスパッタ、 2. レジスト塗布、 3. フォトリソグラフィー、 4.Au エッチング、 5.Mo エッチング、 6. レジスト除去。右側の 5 つが Al 配線のスパッタをしている様子で、 1. レジスト塗布、 2. フォトリソグラフィー、 3. プレスパッタ、 4.Al 配線のスパッタ、 5. リフトオフ。

ビーム形成の様子で、 1. レジスト塗布、 2. フォトリソグラフィー、 3. 酸化膜をエッチング、 4.Si をエッチング、 5. レジスト除去。

Figure 5.4: カロリメータ製作過程 **6**の図。

Chapter 6

まとめと課題

本研究の目的は 1.5節に記したようにカロリメータのエネルギー分解能向上を目指して転移温度が 0.1K 程度の TES を開発することである。主に

- Mo-Au の二層薄膜の TES としての特性の調査
- Mo-Au 薄膜を用いた TES の設計、製作、性能評価

を中心テーマとした
。本論文では多数の Mo と Au の二層薄膜を条件を変えて製作し、各パラメタの相互関係を調べた。その結果、転移温度 T_c についての、 Mo–Au 二層薄膜の膜厚の比による依存性、 Mo 膜厚単体の膜厚による依存性、そしてスパッタ時の Ar 圧力による依存性がわかった。この結果に基づいて、薄膜の T_c を予測する事は可能になった。

6.1 残された問題点

[再現性]

サンプルの再現性には不安がある。また、本研究ではスパッタ法を用いて薄膜製作を行ったが、まだ把握できていないパラメータの存在が認められる。例えばスパッタ時のガスの純度や基板温度によって各構成元素のスパッタ率や基板との付着係数などが変ってくることも考えられる。Mo は高融点超伝導体薄膜のため ガス性不純物を吸蔵しやすく、空気中の O_2、 N_2 等のガス性不純物の影響を受けやすい。よってこれからも 成膜方法の十分な見直しが必要である。良質の薄膜を得る手段として挙げられるのは、

- 不純物混入を防ぐため超高真空状態において薄膜化する
- 成膜時の基板温度を上げ、膜表面からガス性不純物を追い出す
- バイアススパッタ方式のように、イオン衝撃で膜表面の不純物をたたき出しながら薄膜の製作を行う
- 真空容器の壁に付着した膜のゲッタ作用を利用して、不純物分圧を下げる

などである。

[内部応力の効果]

内部応力に関する研究は多いが、まだ完全には解明されておらず、その影響の程度もわかっていない。本研究でも、明らかになったパラメータから 内部応力の影響と思われる現象が見られたが (4.6参照)、情報は不十分である。今後 Ar 濃度を固定して基板の温度を変化させ製作すること、また、製作直後と放置後のサンプルを測定し 時間経過による影響を調べることなど、内部応力の影響を知る事が必要である。

6.2 今後の課題

[新しいサンプルの製作条件]

本研究により転移温度が 50 mK の薄膜の製作条件が得られており、転移温度をそれ以下に下げるのに必要なパラメータが得られた。今後は T_c=0.1 K を目指したサンプルの製作と測定を行う。新たに製作するにあたって、次のようなテーマに沿って各パラメータを決め製作する。(3.3参照)

- 転移温度の膜厚依存性。(Mo 単体で膜厚の異なる物を数種類)
- 転移温度の Ar 圧力依存性。(Mo 膜厚を固定、 Ar 圧力をふったサンプルを数種類)
- 転移温度のバイレイヤーの比による依存性。(Mo 膜厚、 Ar 圧力を固定、 Au 膜厚の異なる物を数種類)

[基板温度の制御]

また Aに示したように、製作時の基板温度を上げると、薄膜結晶はグレインの大きい構造となりバルク (T_c=0.92 K) の構造に近付く。よって今後はスパッタ時において基板温度を制御し、他のパラメータとの相関を調査することが必要である。

[他の常伝導金属]

4.3.1.3で述べたように、バイレイヤーの常伝導金属として用いるには、 Au では困難である。動作温度をコントロールするには他の金属 (Cu、 Bi) について考察を始める事が必要である。

Appendix A

導電体薄膜の形成と構造

A.1 形成段階と膜厚効果

薄膜の電気伝導は金属の電気伝導よりも多くの複雑な要素によって支配されている。膜厚が電子の平均自由行程より短くなれば膜厚効果を考えなければならなくなる。ここでは導電体薄膜の形成段階と膜厚効果について簡単に説明しておく。

蒸着の初期においては、ターゲットから飛来して基板上に付着した原子は始めから一様な膜を作るのではなく、それら原子は基板上を移動し結晶成長の行われる核となる成長核を中心としたコロニーに捕らえられる。そしてそれら隣り合う原子集団が接触して重なり、膜が形成されていき、まず連続していない状態の構造が形成されているのである。つまりそのように特に膜が薄くて島状構造となっているときには、電子が島から島へ移動するためには電位障壁を越えなければならず、粒子間移動は妨げられるのである。ある箇所に正電位を与えると、電子は島間の電位障壁を越え、あるいは電位障壁中をトンネル効果によってくぐりぬけ 電流が流れる。この電子の流れの大きさを計算して導電率を求めると

$$\omega_f = q^2 \frac{R^2}{r} D e^{-q^2/rkT} \tag{A.1}$$

となる。ここに q は電子電荷、 R は島と島との間隙、 r は島と島とが相対するところの対向面積を r^2 としたときの r、 D は電位障壁に対する電子の透過係数の平均値である。膜厚が薄いということは r が小であるということに対応し、式 A.1の指数関数項の冪の絶対値が大になるのである。

ここで膜厚の薄い方から挙げると 構造は次のような領域に分けられる。

1. 蒸着量が単原子層をつくる程度にまで達していないため、蒸着原子が互いに離れ離れにあって電気伝導のほとんど起こらない状態

2. 単原子層から 20 原子程度のものが蒸着されている段階で、表面の凸凹は原子の大きさの程度であるが、膜厚に対する表面の凸凹の割合が大きく、電気伝導の機構をまだ巨視的に捉えにくい状態

3. 一様な膜が形成されている程度にまで蒸着量が大になっているが、膜厚がまだ薄くてバルクにおける電子の平均自由行程よりも短く膜厚効果により電気伝導が支配を受けている状

態

4. 蒸着量が大になって一様な膜が形成され 抵抗値がバルクと同様の方法によって説明可能な状態

A.2 スパッタによる薄膜の微細構造

DC マグネトロン・スパッタによる薄膜の微細構造のその製作条件を変えた場合による違いを大きく 4 種類に分類して考える。基板温度と Ar 圧力の座表上にその 4 種類の範囲を示す。

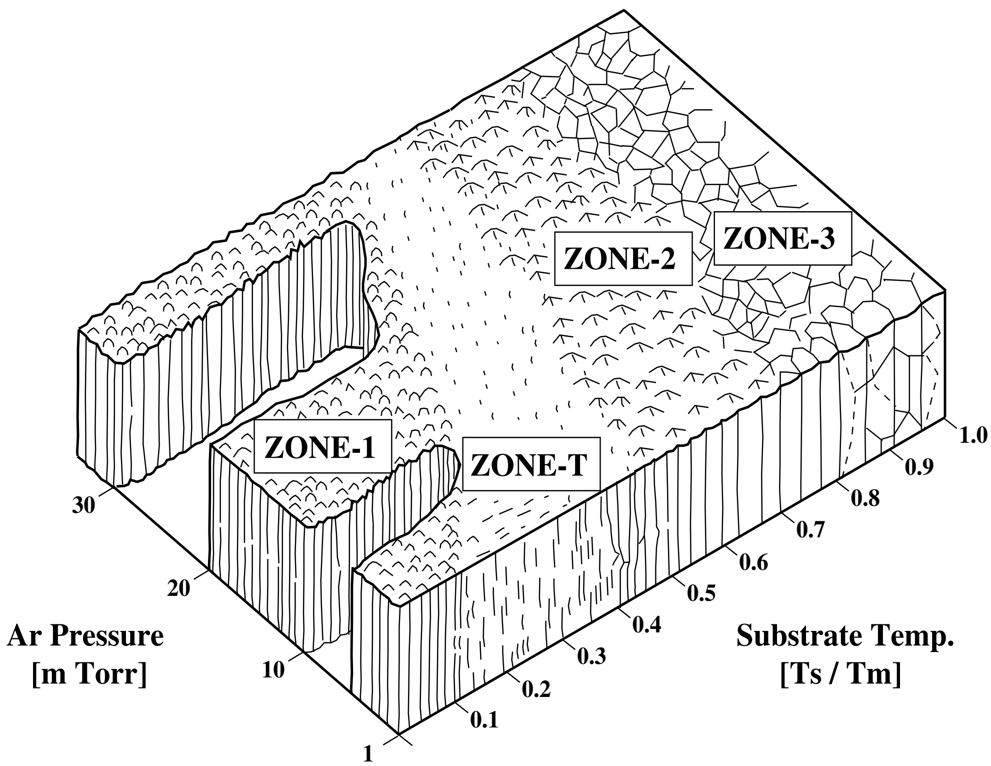

Figure A.1: スパッタ薄膜の微細構造モデル

- ZONE-1
  入射原子の拡散がなく、微小柱状で、そのカラムの間には空隙や穴のある欠陥膜である。よって密度は低く、電気比抵抗が高い。いわばカサカサ膜であるので、水蒸気などのが広い範囲で付着し、腐食を増す。結果的には耐環境性の弱い膜である。

- ZONE-T
  繊維状の柱状構造であるが、その間に隙間がなく、緻密な膜である。密度は高く、電気比抵抗は低い。腐食しにくく耐環境性に優れた膜である。

- ZONE-2
  グレインサイズの大きい柱状構造。膜の諸特性は ZONE-T に近い。

- ZONE-3
  等方的で、もはや柱状構造ではない。 T_S が融点に近付く程バルクに近い状態となる。

Appendix B

多層膜成膜用 DC スパッタリングシステム

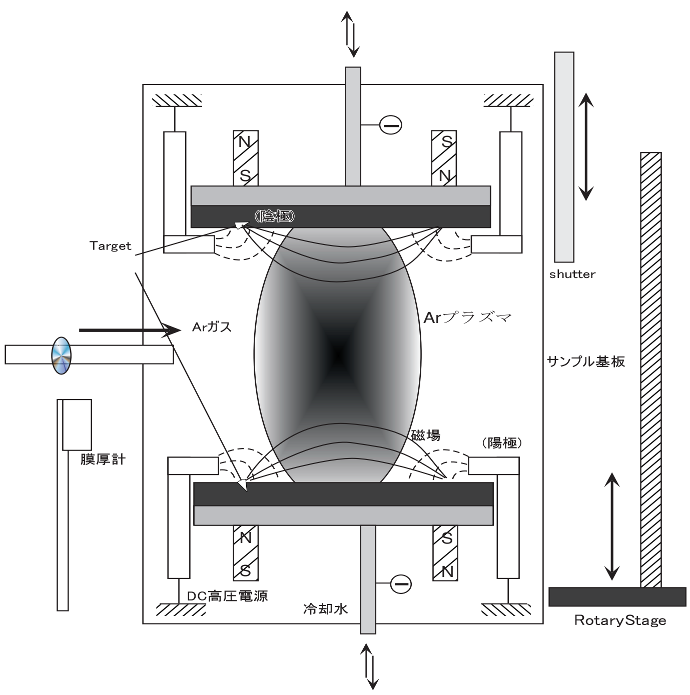

Figure B.1: ターゲット付近

B.1 対抗ターゲット方式

Fig.B.1にあるように 1 つのスパッタ源には $\phi 10cm$ の円形ターゲット 2 枚が上下対に向かいあって設置されており、これを対抗ターゲット方式という。一般にスパッタリング装置では基板を陽極上に固定する方式をとるが、その方式では成膜面がプラズマ中の加速されてたイオンや電子に直接さらされるので基板の温度上昇が激しく、表面に損傷を受けたり 膜質が下がるなどの状況が起こりえる。一方 対抗ターゲット方式では Fig.B.1のように基板をターゲットと正面を向かせ

ないようにしてあり、それらの危険性を防いでいる。

　更に、この装置では基板の温度上昇を小さくするためターゲットを冷水で冷却し、スパッタ現象によって発生した熱を取り除いている。

B.2　マグネトロン方式

この装置は DC マグネトロン方式をとる。ターゲット表面近傍には ~ 数 100Gaus の磁場が掛かり、プラズマ中の電子が磁場に絡まり Ar 原子を電離させる効率を高めている。よってこの方式を取ることで成膜速度を速めるという利点があり、セクション 3.3.2 で述べたような成膜速度に関する欠点をカバーする。このことから印加電圧を小さくする事ができ、ターゲットや そして更には基板の温度上昇を抑えられる。また、グロー放電が持続しない程度の $10^{-4}Torr$ という低いガス圧の下でも成膜が継続できるので、真空槽内の不純物 (スパッタガス) を少量にできる。その結果、成膜時に薄膜中に混入する不純物の割合を抑える事ができ、より純粋で質の高い薄膜の製作が可能になる。

B.2.0.1　高圧電源

本装置の DC 高圧電源は電流一定、または電力一定の 2 つの条件で制御する。最少でそれぞれ 0.01A、 0.01kW の調整ができる。今回は電流一定の条件下で、 2 基のスパッタ源に対し 1 台の電源を逐次切り替えて使用した。通常の成膜では電流値 $0.15 \sim 0.16A$ 程度で使用されており、この時の電位差は、ターゲットが Pt の場合 880 ~ 950 程度、 C の場合で 820 ~ 870 程度になる。

B.2.0.2　排気系

排気系はロータリーポンプ (RP) と複合ターボポンプ (TMP) を用いている。 RP で $0.1\,Torr$ まで排気した後、 TMP で $10^{-6}Torr$ の Order まで排気してから成膜を開始する。最高到達真空度は $10^{-4}Torr$ である。真空槽の真空度は電離真空計 (イオンゲージ) でモニターしている。

B.2.0.3　ガス圧の制御

Ar のガス圧は流量計 (Mass Flow Controller : MFC) と TMO の排気量を調整するコンダクタンスバルブ (CV) の開閉により制御している。 Ar ガスは各スパッタ源に設置されているガスバルブ (GV1、 2) の開閉により電極間に導入されることなる。通常の成膜中のガス流量は 20.5 socm (standerd cubic centimeter: cm^3) であり、 CV の開きが 100

B.2.0.4　昇降回転ステージ:Rotay Stage

ステージはステッピングモータにより駆動し、上昇 (+x 軸)、下降 (-x 軸)、右回転 (+y 軸)、左回転 (-y 軸) 方向に移動が可能である。モータ・ドライバ が FULL 設定の場合、 x 軸は 0.01mm/pulse、 y 軸 360° /5000 pulse であり、 HALF 設定の場合はそれぞれ 0.005mm/puls、 360° /1000 pulse になる。通常は FULL 設定で使用している。上下の移動速度は $0.5 \sim 35mm/sec$、左右回転速度は 0.36° ~ 18° に設定して使用し、これ以上速度を挙げると、空回りを起こしたり、軸受けやシャフトが損傷する危険性がある。この装置には上下一列方向に 9 個、回転方向に 3 個の

phto diode 位置検出センサが取り付けられており、その信号がコントロールパネルに表示され
ステージの現在位置を知ることができる。

Appendix C

サンプル測定結果一覧

測定した全てのサンプルの結果を表 C.1に載せる。

ここで $RRR \equiv R_{300K}/R_{4.2K}$ である。

T_c は残留抵抗の 50% の点を表し、 ΔT_c は 残留抵抗の 10% の点と 90% の点の温度幅を示す。
また転移エッジが歪んだサンプルには ΔT_c を表示しておく。 Au スパッタ時の Ar 圧力は全て $10.0e-4$ $(torr)$ である。

チップ番号	測定日	Mo 膜厚(Å)	Ar(torr)	Au 膜厚(Å)	抵抗値 300K	77K	4. 2K	RRR	Tc(K)	⊿Tc/T dt	⊿Tc (mK)	α	コメント
1−1A	8月24日	500	1.00E−03	0	56.37	54.649	54.345	1.04	3.29			361	上昇時
1−2A	8月28日	500	1.00E−03	500	6.54	5.165	4.876	1.34	3.04			159	上昇時
1−3A	7月27日	250	1.00E−03	500	5.88	4.6097	4.342	1.35	1.92			56	上昇時
1−13A	7月11日	500	1.00E−03	0	187.27	180.65	179.715	1.04	〜2.8			〜200	上昇時
1−22A	7月9日	500	1.00E−03	500	18.84	15.5131	14.699	1.28	〜2.3			〜800	上昇時
2−12B	9月24日	60	2.60E−04	0	87.60	84.31	18.2	4.81	−	−	−	−	
2−14A	9月30日	125	2.60E−04	0	482.00	479.8	66	7.30	−	−	−	−	
2−15A	10月7日	125	2.60E−04	125	53.70	53.8	8.2	6.55	−	−	−	−	
2−15B	9月24日	125	2.60E−04	125	58.50	56.3	18.2	3.21	−	−	−	−	
2−17B	9月19日	125	2.60E−04	1000	8.13	8.13	14	0.58	−	−	−	−	
2−24B	9月27日	125	3.30E−03	0	1120.00	1.13E+03	1.08E+03	1.04	−	−	−	−	
2−24A	10月7日	125	3.30E−03	0	1170.00	1.18E+03	1.12E+03	1.04	−	−	−	−	
2−25B	9月27日	125	3.30E−03	125	69.70	67.14	7.8	8.94	−	−	−	−	
3−11B1	11月11日	250	5.00E−04	0	59.60	58.44	58.27	1.02	3.24	0. 9〜1. 6	59	0	上昇時
3−12B2	11月11日	250	7.00E−04	0	64.03	62.84	62.65	1.02	3.00	0. 1〜3. 9	60	1120	上昇時
3−13B1	12月1日	125	1.00E−03	0	129.40	127.88	127.66	1.01	1.40	0. 4〜6. 0	31	62	下降時
3−14A1	12月7日	175	1.00E−03	0	90.13	88.34	88.20	1.02	2.10	0. 7〜1. 0	−	855	下降時
3−15B1	11月16日	250	1.00E−03	0	65.90	63.41	63.23	1.04	2.50	13. 3〜20. 0	88	22	上昇時
3−16B1	11月18日	250	1.40E−04	0	70.60	67.38	67.23	1.05	1.80	0.07〜0.37	46	781	下降時
3−17B1	11月11日	250	2.00E−04	0	99.71	97.8	97.66	1.02	0.50	2.5〜3.2	146	18	上昇時
3−21B2	11月13日	250	7.00E−04	500	2.60	1.85	1.72	1.51	0.96	0.03〜0.08	5	34	上昇時
3−22B1	12月7日	175	1.00E−03	350	6.77	5.46	5.18	1.31	＜0.021	−	−	−	
3−23B1	11月16日	250	1.00E−03	500	5.30	4.17	3.94	1.35	1.31	0.1〜0.2	999	88	2度目下降
3−24B1	11月26日	250	1.00E−03	1000	3.06	2.14	1.99	1.54	1.15	0.002〜1.5	7	79	上昇時
3−24B2	11月29日	250	1.00E−03	1000	2.55	1.83	1.70	1.50	0.87	0.24〜2.0		8	上昇時
3−25B1	12月14日	250	1.00E−03	2000	2.14	1.34	1.22	1.75	＜0.025	3.2〜4.0	22	1	上昇時
3−25B2	11月29日	250	1.00E−03	2000	2.06	1.34	1.22	1.69	＜0.021	2.0〜5.0	−	1	上昇時
3−26B1	11月20日	250	1.00E−03	4000	1.47	0.78	0.58	2.53	＜0.027	−	−	−	
3−27B1	11月20日	250	1.40E−04	500	4.46	3.35	3.14	1.42	＜0.027	−	−	−	

Figure C.1: シリーズ 1 ~ 3 測定結果

Appendix D

μ -Dilution 小型希釈冷凍機「TS-3H100MB」

D.1　操作手順

操作は次のような手順で行なう。

D.2　注意事項

希釈冷凍機の運転にあたって特に気を付けるべき点は次の通りである。

1. 配管をいためないよう、大気圧以上の圧力を加えない。
   P 1、 **P 2**の表示が 0 以上にならないようにする。
2. バルブの開閉時には手順の確認を
   特に気を付けるべきは循環系と減圧系を結ぶ **V 14**である。このバルブは循環ガスが回収されていることを確認してから開くこと。

D.3　手順

1. 冷凍機が始状態にあることを確認する。
   (a) 全てのバルブが閉じていることを確認する (特に **V 9**を忘れないこと)。
   (b) 循環ガスが循環ガス回収タンクに規定量 (-25cmHg 程度) 回収されていることを確認する。
2. 循環系を大気圧にする
   (a) **V 8**に ^{4}He ガスボンベからのゴム管をつなぐ。
   (b) **V8OPEN**。
   (c) ゆっくりとヘリウムガスを流し始める。
   (d) **V6OPEN**。

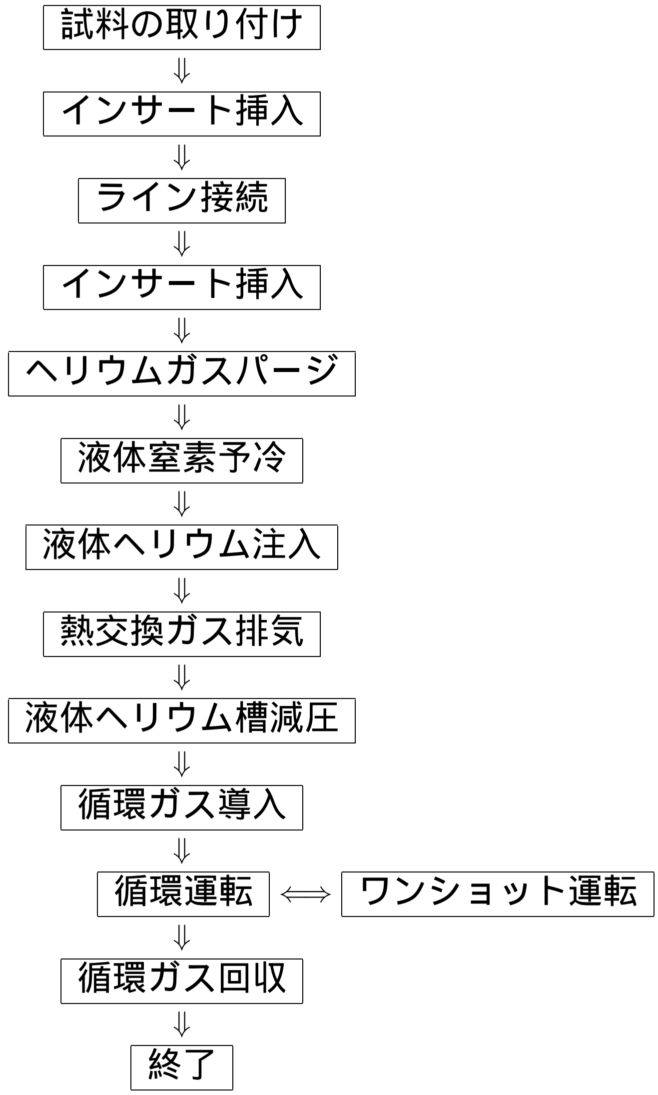

Fig.C1 操作手順フローチャート

(e) **V3、V7OPEN**。

(f) **P 1**、 **P 2**が大気圧 (0cmHg) になったら ^{4}He ガス **STOP**。

(g) **V3**、**V7**、**V6**、**V8CLOSE**。

3. インサートを取り出す

(a) **V3** に付いているフレキシブルチューブを外す。

(b) **V7** についているチューブを外す。

(c) O リングシールをゆるめ、インサートを取り出す。

D.3.0.5 試料取り付け

試料をインサートに取り付け、上部コネクタで抵抗値を確認する。

D.3.0.6　インサート挿入

試料を取り付けたインサートをデュワーに戻し、配線のチェックを行う。

D.3.0.6.1　手順

1. インサート挿入
   (a) デュワー上部にスペーサーを置く (約 20cm にセット)。
   (b) ぶつからないよう注意しながらインサートをデュワーに戻す。
   (c) スペーサーにぶつかったらしっかりと O リングシールをしめる。
2. 配管の取り付け
   (a) **V 3**にフレキシブルチューブを取り付ける。
   (b) **V 7**に配管を取り付ける。
3. 配線の取り付け
   (a) 温度計、サンプル測定用のコネクタを取り付け、室温での測定を行う。

D.3.0.7　ヘリウムガスパージ

不純物を取り除くため、循環系をヘリウムガスでパージする。このとき同時に、内部リーク、インピーダンスの詰まりをチェックする。そしてサンプルの ^{4}He 温度までの冷却を効率良く行うため、熱交換ガス (^{4}He) を導入する。

D.3.0.7.1　手順

1. 全てのバルブが閉じていることを確認し、 RP2(^{4}He 減圧用)**ON**。
2. 1 回目のパージを行う。
   (a) **V 14**、 **V 6**、 **V 7**、 **V 3**を順に **OPEN**。
   (b) ピラニーゲージの表示が 0.5 Torr 程度になったら (5 分くらい)、 **V 14 CLOSE**。
   (c) **V 8**にヘリウムガスボンベからのゴム管をつなぐ。
   (d) **V 8 OPEN**
   (e) ゆっくりとヘリウムを流し始める。
   (f) **P 1**、 **P 2**が大気圧くらいになったら (大気圧は超えないように)、 **V 8 CLOSE**。
3. 2 回目のパージを行う。
   (a) **V 14**、 **OPEN** (真空引き開始)。
   (b) ピラニーゲージの表示が 0.5 Torr 程度になったら (5 分くらい)、 **V 14 CLOSE**。
   (c) **V 8 OPEN**
   (d) ゆっくりとヘリウムを流し始める。

(e) **P 1、 P 2**が大気圧くらいになったら **V 8 CLOSE**。

4. 3 回目のパージを行う。合わせて内部リーク及びインピーダンスの詰まりをチェックする。

   (a) **V 14**、 **OPEN**(真空引き開始)。

   (b) ピラニーゲージの表示が 0.4 Torr 程度になったら (5 分くらい)、 **V 14 CLOSE**。

   (c) **P 1**、 **P 2**の表示が上がらないことを 1 分程度確認 (ピラニーゲージの表示は 0.1 Torr 程度上昇する)。

   (d) **V 8 OPEN**

   (e) ゆっくりとヘリウムを流し始める。

   (f) **P 1**、 **P 2**が大気圧くらいになったら **V 8 CLOSE**。

   (g) <u>**V 6 CLOSE**</u>

   (h) **V 14**、 **OPEN** (インピーダンスの詰まりをチェック)。

   (i) 5 分後、 **P 1**の表示が少し (2cmHg 程度) 下がることを確認。

   (j) **V 6 OPEN**(真空引き開始)。

   (k) ピラニーゲージの表示が 0.4 Torr 程度になったら (5 分くらい)、 **V 14 CLOSE**。

5. 熱交換ガスを導入する。

   (a) **V 8 OPEN**

   (b) ゆっくりとヘリウムを流し始める。

   (c) **P 1**、 **P 2**が大気圧くらいになったら、 **V 8 CLOSE**。

   (d) **V 3**、 **V 7 CLOSE**。

   (e) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。

   (f) ヘリウムガスボンベからのチューブをはずす。

D.3.0.8 液体窒素予冷

デュワーに液体窒素を入れて 30 分以上予冷する。

D.3.0.8.1 手順

1. 液体窒素で予冷する。

   (a) デュワーにフィル、ベントライン (上部まで) を入れる。

   (b) 液体窒素タンクからのチューブをフィル上部の口につなぎ (横向きの口はゴム栓でふさいでおく)、液体窒素を転送する。

   (c) ベントラインから液体窒素が出てきたら **STOP**。

   (d) フィル、ベントラインを抜き、ブンゼン弁 (しっかり閉める)、逆止弁 (緩めておく) を差し込む。

D.3.1 液体ヘリウム転送 (77K →4.2K)

デュワーが十分に冷えたら (液体窒素転送から 30 分以上)、液体窒素を追い出し、液体ヘリウムを転送する。 Mixing Chamber が液体ヘリウム温度で安定したら測定を行い、熱交換ガスを排気する。

D.3.1.1 液体窒素追い出し

液体窒素温度での測定を行い、デュワー内の液体窒素を追い出す。

D.3.1.1.1 手順

1. 液体窒素温度での測定を行う。
2. 液体窒素を追い出す。
   (a) 魔法瓶を LN_2 Trap に取り付ける。
   (b) **V 17** (リークバルブ) に窒素ガスボンベからのチューブをつなぐ。
   (c) デュワーの逆止弁をはずし、ゴムチューブをつけたベントラインを底まで差し込み (ゴムチューブの先端は魔法瓶に入れておく)、ポートの口をしっかり閉める。
   (d) 液体窒素が出てこなくなったら **V 15b** (デュワー側)、 **V 17 OPEN**。
   (e) 窒素ガスを流してデュワー内を加圧し、液体窒素を魔法瓶へ追い出す。
   (f) 液体窒素が出なくなったら窒素ガス **STOP**。
   (g) **V 17**からチューブをはずす。
   (h) **V 15b**、 **V 17 CLOSE**。
   (i) ベントライン先端からゴムチューブをはずす。
   (j) ベントラインを温め、底から 60cm くらいまで持ち上げる。

D.3.1.2 液体ヘリウム転送

液体ヘリウムを転送する。

D.3.1.2.1 手順

1. 液体ヘリウムを転送する。
   (a) デュワーからブンゼン弁とその差し込み口をはずす。
   (b) 液体ヘリウムタンクに Transfer Tube を差し込む。
   (c) 先端から白い水蒸気が出ていることを確認し、 Transfer Tube をデュワーに差し込む (10cm ほど浮かせておく)。
   (d) 温度をモニターしながら液体ヘリウムを転送。
   (e) フィルから液体ヘリウムがもれたら **STOP**。
   (f) Transfer Tube を抜く。

(g) ベントラインを抜く。

(h) 差し込み口を元に戻し、ブンゼン弁 (しっかり閉める)、逆止弁 (緩めておく) を差し込む。

(i) 転送用 / 排気用ポートとインサートとの間に紙をはさんでおく。

D.3.1.3 熱交換ガス排気

Mixing Chamber の温度が 4.25K で安定したら (液体ヘリウム転送後 30 分くらい) 、測定を行う。そして熱交換ガスを排気し、インサートを底まで差し込む (熱交換ガスが残っていると断熱圧縮され温度が上昇してしまう。)

D.3.1.3.1 手順

1. 1K Pot、 still、 Mixing Chamber の温度を測定し、液体ヘリウム温度 (4.25K) になっていることを確認する。

2. 液体ヘリウム温度での測定を行う。

3. 熱交換ガスを排気する。

   (a) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。

   (b) **V 14**、 **V 6**、 **V 3**、 **V 7**を順に **OPEN**。

   (c) 15 分くらいたったら (ピラニ表示 1 Torr 以下)、 **V 3**、 **V 7**、 **V 6**、 **V 14 CLOSE**。

   (d) 転送用 / 排気用ポートとインサートとの間の紙を取る。

   (e) インサートの O リング部を温め、スペーサーを取り除き、インサートを底にあたるまで差し込む。

D.3.2 液体ヘリウム減圧 (4.2K →1.3K)

循環ガスを循環系に導入する。続いてデュワーの ^{4}He を減圧し、循環ガスを液化する。

D.3.2.1 循環ガス導入

循環系に循環ガスを導入する。これ以後は **V 14**は開いてはいけない。また運転が終了し、完全に循環ガスを回収してしまうまで **Recovery Tank**のバルブは開いたままにしておく。

D.3.2.1.1 手順

1. 冷凍機の状態を確認。

   (a) 液体窒素トラップに液体窒素が入っていることを確認。

   (b) **V 9 CLOSE** を確認。

2. 循環ガスを導入。

   (a) **RP 1** (循環用) **ON**。

(b) **V 11、 V 5、 V 4、 V 6、 V 3、 V 7を順に OPEN。**

(c) **Recovery Tank用バルブ OPEN。**

(d) **V 10ゆっくりと OPEN(P 1、 P 2** ~ -60cmHg、 **MFM** $\sim$ 30sccm)。

D.3.2.2　液体ヘリウム減圧

循環ガス導入後、直ちにデュワーの液体ヘリウムの減圧を開始する。

D.3.2.2.1　手順

1. 液体ヘリウムを減圧する。

   (a) ブンゼン弁と逆止弁がしっかり閉じられていることを確認する。

   (b) **V 15a、 V 15b OPEN。**

2. デュワー上部、配管についた霜をとりながら、 30 分以上待つ。

D.3.3　循環運転 (1.3K →50mK)

循環ガスが十分に液化したところで (液体ヘリウムを減圧し始めてから 30 分程度)、 **Recovery Tank**に残っている循環ガスを完全に引き出し、循環運転を開始する。循環が安定したら still のヒーターで循環を促進する。この時の最低到達温度は、通常 50∼100K であり、この温度が 4、5 時間は持続する。

D.3.3.0.2　手順

1. 循環ガスを引き出す。

   (a) **P 1、 P 2**が ~ -76cmHg になっているのを確認。

   (b) **V 10、 V 6、 V 7 CLOSE。**

   (c) **V 9、 V 12 OPEN。**

   (d) 5 分以上待つ。

   (e) **P 1** ~ -76cmHg を確認。

   (f) **V 12、 V 9 CLOSE。**

   (g) **V 6、 V 7 OPEN。**

2. 循環運転の準備をする。

   (a) 温度計の読みとサンプルの抵抗を確認。

   (b) 温度計の CH2 を still 温度計に変更する。

   (c) ブリッジのバイアスを変更 (200Ω レンジの時は 200μA、 20Ω レンジの時は 20μA 程度)。

3. 循環運転を開始する。

(a) **V 6、 V 7 CLOSE。**

(b) **V 9 OPEN。**

(c) **V 7ゆっくりと OPEN (P 1** $\leq$0cmHg、 **MFM** $\leq$300sccm)。

4. still のヒーターをたく。

   (a) **V 7が完全に OPENになったところで MFMの読みが安定するのを待つ。**

   (b) still の温度が 0.5∼0.6K であることを確認 (特に $\leq$0.7K であること)。

   (c) still のヒーターに電流を 5mA 流す (**LTC Controllerのヒーターを MANにして、** 0.05W/25% に設定する)。

5. 最低温度に到達し、安定する。

D.3.4 ワンショット運転 (50mK →10mK)

気化した ^{3}He を液化しないのがワンショット運転である。 ^{3}He を液化する必要がない分循環運転より低い温度が得られるが、 ^{3}He が気化しきると終わりなので、安定した低温は得られない。
なお、 ^{3}He が気化して循環系の圧力が上がるので、 <u>適宜 **V 10を OPENして P 1が大気圧を上回らないようにする**</u>。
また十分に ^{3}He を液化させておく必要があるので、ワンショット運転は循環運転の最低温度を 90 分以上継続した後で行う。

ワンショット運転終了後は循環運転に戻す。さらに測定を継続する場合には **Recovery Tank** に戻した循環ガスを引き出す。

D.3.4.0.3 手順

1. サンプルの抵抗、温度計の読みを確認する。

2. ワンショット運転を開始する。

   (a) **V 3 CLOSE。**

   (b) **P 1が大気圧になったら V 10をゆっくり開き、循環ガスを一部、 Recovery Tank に戻す。**

3. 最低温度に到達。

4. 循環運転に戻す。

   (a) **V 3 OPEN。**

5. **Recovery Tankから循環ガスを引き出す** (すぐに測定を終了する場合は必要ない)。

   (a) **P 1が安定したら V 7 CLOSE。**

   (b) **V 12 OPEN。**

   (c) **Recovery Tankがからになったら V 12 CLOSE。**

   (d) **V 7 OPEN。**

6. 循環運転の最低温度で安定する。

D.3.5　運転終了 (50mK →300K)

必要な測定が終了したら循環運転を停止し、循環ガスを回収する。また、デュワーから液体ヘリウムを追い出す。このとき、残存ヘリウムガスは真空度を悪化させるのでデュワー内を窒素でパージする。循環ガスを完全に回収しきったら運転を終了する。

D.3.5.1　循環ガス回収

循環運転を停止し、循環ガスの回収を開始する。

D.3.5.1.1　手順

1. 循環運転を停止する。
   (a) **V 5 CLOSE**。
2. 循環ガスを回収する。
   (a) **V 10 V 6 OPEN**。
   (b) デュワーのパージを開始する。
   (c) (ヘリウム追い出しが終了してから)**V 4 CLOSE**。
   (d) 循環ラインを温めるため液体窒素トラップから魔法瓶をはずす。

D.3.5.2　デュワーのパージ

液体ヘリウムの減圧を停止し、デュワーから液体窒素を追い出す。さらにデュワー内を窒素でパージする。

D.3.5.2.1　手順

1. 液体ヘリウムの減圧を停止し、デュワー内を大気圧にする。
   (a) IK POT の温度をモニターし始める。
   (b) **V 15a CLOSE**。
   (c) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (d) **V 17** にヘリウムガスボンベからのチューブをつなぐ。
   (e) **V 17**、 **V 15b OPEN**。
   (f) ヘリウムをゆっくり流し始める。
   (g) 大気圧 (逆止弁からヘリウムが漏れ始める) になったら、ヘリウムガス **STOP**。
   (h) **V 15b**、 **V 17 CLOSE**.
2. デュワーから液体ヘリウムを追い出す。
   (a) 逆止弁を取り、ベントラインを <u>慎重に</u> デュワーの底まで入れる。
   (b) **V 15b**、 **V 17 OPEN**。

(c) ヘリウムガスを流す。
(d) ベントラインからのヘリウムの出がおさまったら、ヘリウムガス **STOP**。
(e) **V 15b、 V 17 CLOSE**。
(f) ベントラインを抜く。
(g) 逆止弁をしっかり閉める。
(h) (**V 4 CLOSE**。)
(i) (循環ラインを温めるため液体窒素トラップから魔法瓶をはずす。)

3. デュワーをパージする (1 回目)。

   (a) 1K POT の温度が 50K 程度になるのを待つ。
   (b) **RP 2** (^{4}He 減圧用)**ON**。
   (c) **V 15a、 V 15b OPEN**。
   (d) 15 分程度デュワーを真空に引き続ける。
   (e) **V 15a、 V 15b CLOSE**。
   (f) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (g) **V 17**に液体窒素、または窒素ガスボンベからのチューブをつなぐ。
   (h) **V 17、 V 15b**順次 **OPEN**(1 回目のパージ)。
   (i) **V 17、 V 15b CLOSE**。
   (j) 15 分程度待つ。

4. デュワーをパージする (2 回目)。

   (a) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。
   (b) **V 15a、 V 15b OPEN**。
   (c) 15 分程度デュワーを真空に引き続ける。
   (d) **V 15a、 V 15b CLOSE**。
   (e) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (f) **V 17、 V 15b**順次 **OPEN**(2 回目のパージ)。
   (g) **V 17、 V 15b CLOSE**。
   (h) 15 分程度待つ。

5. デュワーをパージする (3 回目)。

   (a) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。
   (b) **V 15a、 V 15b OPEN**。
   (c) 15 分程度デュワーを真空に引き続ける。
   (d) **V 15a、 V 15b CLOSE**。
   (e) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (f) **V 17、 V 15b**順次 **OPEN**(3 回目のパージ)。
   (g) **V 17、 V 15b CLOSE**(パージ終了)。

D.3.5.3 終了

循環ガスを完全に回収しきったら循環用のロータリーポンプを停止し、全てのバルブを閉じて運転を終了する。

D.3.5.3.1 手順

1. (できれば) 半日以上待つ。
2. 循環ガスの回収量を **Recovery Tank**上部の圧力系で確認。
3. 循環ガスの回収を終了し、全てのバルブを閉じる。
   (a) **Recovery Tank**上部のバルブ、**V 10**、**V 9 CLOSE**。
   (b) **RP 1** (循環用) **OFF**。
   (c) **V 11**、**V 6**、**V 3**、**V 7**、**V 5**、**CLOSE**。
   (d) 全てのバルブが閉じられていることを確認する (特に **V 9**)。
   (e) 測定機器類 **OFF**。
4. 運転終了。

D.4 特殊運転

D.4.1 ゆっくりとヘリウム減圧 (4.2K →1.3K)

4.2K∼1.3K の範囲で正確な測定をしたい場合にはヘリウム減圧に時間をかける。液体ヘリウム減圧の手順の代わりに次の手順を用いる。循環ガスの導入までは通常と同じ手順である。ただし減圧に時間をかけると循環ガスが十分に液化されるので、 **Recovery Tank**に残った循環ガスの量によっては、循環ガスを強制的に引き出す必要はなくなる。

D.4.1.0.2 手順

1. 液体ヘリウムを減圧する。
   (a) ブンゼン弁と逆止弁がしっかり閉じられていることを確認する。
   (b) **V 15a OPEN**。
   (c) Mixing Chamber の温度をモニターしながらゆっくりと **V 15b OPEN**。
2. デュワー上部、配管についた霜をとりながら、適宜 **V 15b**を開いて行く。
3. 必要な測定が終了したら **V 15b**を全開にし、通常運転に戻る。ただし **Recovery Tank** が空になっていたら、循環ガスを強制的に引き出さずに循環運転に移ってよい。

D.4.2 ゆっくりと温度上昇 (200mK →1K)

200mK∼1K の範囲で正確な測定を行いたいときには循環停止後にゆっくりと温度上昇させるのがよい。不用意に温度が上昇するのを防ぐため、液体ヘリウムの減圧はそのまま行う。

D.4.2.0.3 手順

1. 循環運転を停止する。
   (a) **V 4 CLOSE**。
2. 循環ガスを回収する。
   (a) **V 10 V 6 OPEN**。
   (b) 循環ラインを温めるため液体窒素トラップから魔法瓶をはずす。
3. デュワーの減圧はそのまま継続する。
4. 温度をモニターしながら適宜 still ヒーターに流す電流を調整する。
5. 必要な測定が終了したら液体ヘリウムの減圧を停止し、デュワーをパージする。

D.4.3 循環ガスの一部回収 (50mK →200mK)

50mk∼200mK の範囲で正確に温度を測定するためには、循環ガスの一部を回収するのが効果的である。ただし通常この方法では温度が上昇するだけなので、温度を下げたい場合にはワンショット運転を行うべきである。

D.4.3.0.4 手順

1. 循環ガスを一部回収する。
   (a) **V 3 CLOSE**。
   (b) **P 1**が大気圧に近く **V 10**をゆっくり開き、循環ガスを一部、 **Recovery Tank**に戻す。
   (c) **V 3 OPEN**。
2. 温度変化をモニターし、必要ならさらに循環ガスを回収する。
3. 必要な測定が終わったら通常の循環運転に戻すか、循環運転を停止する。
4. <u>通常の循環運転に戻す場合。</u>
   (a) **V 7 CLOSE**。
   (b) **V 12 OPEN**。
   (c) **Recovery Tank**がからになったら **V 12 CLOSE**。
   (d) **V 7 OPEN**。
5. 循環運転の最低温度で安定する。
6. <u>循環運転を停止する場合。</u>
   通常運転と同様。

D.4.4 循環ガスのクリーニング

循環運転時に次の症状が見られるときには循環ガスに不純物 (窒素、酸素など) が混ざっている可能性が高い。このような場合には冷凍機の運転を終了した後、循環ガスのクリーニングを行うと効果的である。

D.4.4.0.5 症状

- 回収した循環ガスの量が、冷却前より目に見えて増えている。
- 循環量は適当 (**MFM** $\sim$ 100sccm) だが、 **P 1** がすぐに大気圧を超えてしまう。

D.4.4.0.6 手順

1. 冷凍機が運転終了時の状態にあることを確認 (特に **V 3**、 **V 4**、 **V 7**、 **V 9**、 **V 11**が閉じていることを確認)。
2. 循環ラインに残ったガスを排出する。
   (a) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。
   (b) **V 6**、 **V 14 OPEN**。
   (c) ピラニーゲージの読みが 0.4 Torr 程度になるまで待つ。

3. 循環ガス中の不純物を吸着する (1 回目)。
   (a) 液体窒素トラップに魔法瓶を取り付け、液体窒素を入れる。
   (b) **V 14 CLOSE**。
   (c) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (d) **Recovery Tank**上部のバルブ、 **V 10**、 **V 5 OPEN**。
   (e) 15 分程度待つ。
4. 循環ガスを回収する (1 回目)。
   (a) **RP 1** (循環用) **ON**。
   (b) **V 5 CLOSE**。
   (c) **V 9**、 **V 11 OPEN**。
   (d) **V 4 OPEN**。
   (e) ピラニーゲージの読みが 0.1 Torr 以下になるまで待つ。
   (f) **V 9**、 **V 11 CLOSE**。
   (g) **RP 1** (循環用) **OFF**。
5. 液体窒素トラップをベークする (1 回目)。
   (a) **V 5 CLOSE** を確認。
   (b) 液体窒素トラップから魔法瓶をはずす。
   (c) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。
   (d) **V 14 OPEN**。
   (e) 液体窒素トラップを適宜ドライヤーで加熱する。
   (f) ピラニーゲージの読みが 0.5Torr 程度になるまで待つ。
6. 循環ガス中の不純物を吸着する (2 回目)。
   (a) **V 4 CLOSE**。
   (b) 液体窒素トラップに魔法瓶を取り付け、液体窒素を入れる。
   (c) **V 14 CLOSE** 。
   (d) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。
   (e) **V 5 OPEN**。
   (f) 15 分程度待つ。
7. 循環ガスを回収する (2 回目)。
   (a) **RP 1** (循環用) **ON**。
   (b) **V 5 CLOSE**。
   (c) **V 9**、 **V 11 OPEN**。

(d) **V 4 OPEN**。

(e) ピラニーゲージの読みが 0.1 Torr 以下になるまで待つ。

(f) **V 9**、**V 11 CLOSE**。

(g) **RP 1** (循環用) **OFF**。

8. 液体窒素トラップをベークする (2 回目)。

(a) **V 5 CLOSE** を確認。

(b) 液体窒素トラップから魔法瓶をはずす。

(c) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **ON**。

(d) **V 14 OPEN**。

(e) 液体窒素トラップを適宜ドライヤーで加熱する。

(f) ピラニーゲージの読みが 0.5Torr 程度になるまで待つ。

(g) **V 4**、**V 14**、**V 6 CLOSE**。

(h) **RP 2** (^{4}He 減圧用) **OFF**。

D.4.5 循環ガスに ^{4}He を追加する

この操作は循環ガスの量が減って (−30cmHg 程度)、循環運転の到達温度が十分 (100mK 以下) 下がらなくなった場合に行う。十分に冷えている (循環運転で 50mK 程度) 場合には必要ない。

D.4.5.0.7 手順

1. 冷凍機が運転終了時の状態にあることを確認 (特に **V 3**、**V 4**、**V 7**、**V 9**、**V 11**が閉じていることを確認)。

2. 循環ラインに ^{4}He を追加する。

(a) **V 8**に ^{4}He ガスボンベからのゴム管をつなぐ。

(b) **V 8 OPEN**。

(c) ゆっくりとヘリウムガスを流し始める。

(d) **V 6 OPEN**。

(e) **P 1**、**P 2**が大気圧 (0cmHg) になったら ^{4}He ガス **STOP**。

(f) **V 8 CLOSE**。

3. 循環ガスに ^{4}He を追加する。

(a) **Recovery Tank**上部のバルブ、**V 10 OPEN**。

(b) **RP 1** (循環用) **ON**。

(c) **V 9**、**V 11 OPEN**。

(d) ピラニーゲージの読みが 0.1 Torr 以下になるまで待つ。

(e) **V 9**、**V 11 CLOSE**。

(f) **V 6、 V 10 CLOSE**。

(g) **RP 1** (循環用) **OFF**。

4. 循環ガスの量が適当 (-10cmHg 程度) になるまで ^{4}He を追加する。

5. 循環ガスのクリーニングを行う。

Bibliography

[1] John C.Mather,"Bolometer Noise : Nonequilibrium Theory", Applied Optics,1982

[2] R.Clark.Jones,"The General Theory of Bolometer Performance",Journal of Opt.Soc.America,1953

[3] S.H.Moseley,John C.Mather,D.McCammon,"Thermal Detectors as X-ray Spectrometers" Applied Optics,1982

[4] G.C.Hilton, D.A.Wollman, K.D.Irwin, L.L.Dulcie, N.F.Bergren, and John M.Martinis, "Superconducting Transition-Edge Microcalorimeter for X-ray Microanalysis", *App.Superconductivitry Conf.*, 1998.

[5] M.Strongin,R.S.Tompson,O.F.Kammerer and J.E.Crow, Phys. Rev. B1,3(1970)

[6] K.D.Irwin,An application of Electrothermal Feedback for High Resolution Cryogenic Particle Detection,Appl.Phys.Lett,(1995)

[7] H.Sixl,J.Gromer and H.C.Wolf:Phys.Lett,47A(1917)

[8] N. R. Werthamer, Phys. Rev. *132*, 2440 (1964)

[9] J. J. Hauser et al, Phys. Rev. *136*, A637 (1964)

[10] U. Nagel et al, J. Appl. Phys. *76*, 4262 (1994)

[11] Hollis L.Caswell " Effect of Residual Gases on Superconducting Characteristics of Tin Films ",1960.

[12] R.Nossek,Z.phys, *142*,(1955)321

[13] H.E.Vogel and M,M,Garland :J.Appl.Phys,38(1961)5116

[14] K.L.chopra,L.C.Bobb and M.H.Francombe , J. Appl. Phys. *34*, (1963)1699

[15] 日本表面科学会 「図解 薄膜技術」1999、倍風館

[16] Charles Kittel, 固体物理学入門 (上、下)、丸善、 1997

[17] Charles Kittel, 熱物理学、丸善、 1997

[18] D,W,Hoffman,J.A.Thornton J,Vac.Sci.T,20(3),355(1982)

[19] 修士論文「ASTRO-E 衛星搭載用フィルターホイールの開発」, 1998, 古庄 多恵.

[20] 修士論文 「超伝導トランジッションエッジを用いた X 線マイクロカロリメータの開発研究」,1999, 昆野康隆.

[21] 修士論文 「半導体温度計を用いた X 線マイクロカロリメータの開発研究」,1999, 有賀 洋一.

[22] 修士論文 「Ti 薄膜を用いた X 線マイクロカロリメータの開発研究」,1999, 前神佳奈.

[23] 修士論文 「多層膜スーパーミラーの高性能化と気球搭載用硬 X 線望遠鏡の開発」,1999, 岡島崇.

[24] 修士論文 「X 線マイクロカロリメータのための低雑音信号処理の研究」,1999, 道川 幸男.

[25] 修士論文 「SQUID を用いた X 線マイクロカロリメータの開発研究」,2000, 藤本弦.