修士論文

# 断熱消磁冷凍機を用いた極低温 X 線検出器動作環境の構築

東京都立大学 理学研究科

宇宙物理実験研究室

篠崎 慶亮

# 目次

# 図一覧

# 表一覧

# 第 1 章

# 始めに

## 1.1　X 線分光による宇宙の進化の解明

astrophysics 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。

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 $\sim$ 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、 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 ASTRO-E-II 衛星が軌道に投入される予定であり、エネル

ギー分解能においても新たな時代を向かえようとしている。

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$\alpha$ 線について考えてみる。ヘリウム様に電離された鉄の K$\alpha$ 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、 1s2s $^1S_0$、 1s2s $^3S_1$、 1s2p $^1P_1$、 1s2p $^3P$ の 4 つの状態に分裂する。このうち 1s2p $^1P_1 \rightarrow 1s^2\ ^1S_0$ 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、 1s2s $^3S_1 \rightarrow 1s^2\ ^1S_0$ と 1s2p $^3P \rightarrow 1s^2\ ^1S_0$ 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 inter-combination 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 eV のエネルギー分解能が必要である。 X 線 CCD カメラなどの半導体検出器では原理的にこれよりも 1 桁以上悪く、この条件を満たせない。図 1.1は、温度 $kT$=2 keV の光学的に薄いプラズマから放射される 6.7 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 (X 線 CCD カメラ) では、微細構造を分離できていない。それに対して、分解能 10 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 $\sim$ 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 $20'' \times 20''$ とし、受光面積を $10' \times 10'$ とすると、ピクセル数は $30 \times 30$ 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$\times$0.78 mm、全体では 23 mm$\times$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。

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

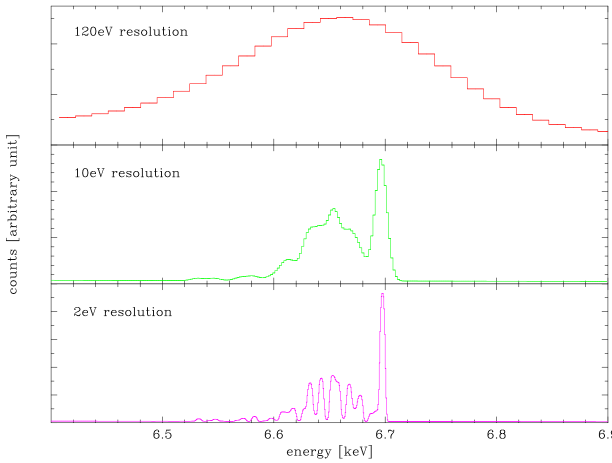


図 1.1: 温度 $kT$ =2 keV の光学的に薄いプラズマから放射される 6.7 keV の鉄輝線を、エネルギー分解能が 120 eV、 10 eV、 2 eV の検出器で観測した場合に得られるスペクトル (シミュレーション)

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 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 1.2左に、エネルギーに対するエネルギー分解能を示した。 Chandra と XMM-Newton に搭載されている grating 分光器は、 1 keV 以下では非常に高いエネルギー分解能を持つが、 2 keV 以上では急激にエネルギー分解能が悪くなっていることがわかる。 6 keV 付近の鉄の K$\alpha$ 線に対しては十分なエネルギー分解能ではない。さらなる欠点としては、回折格子では検出効率が低いことである。 grating 分光器では分散された光だけがエネルギー情報を持つため、非分散型分光器に比べて非常に検出効率が低くなる。図 1.2右は、 Chandra と XMM-Newton の grating 分光器の有効面積をエネルギーに対してプロットしたものである。 XMM-Newton は大きな X 線望遠鏡を搭載しているが、望遠鏡と grating 分光器とを合わせた有効面積は 100 cm$^2$ 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。

### 1.2.2 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 K$\alpha$ 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

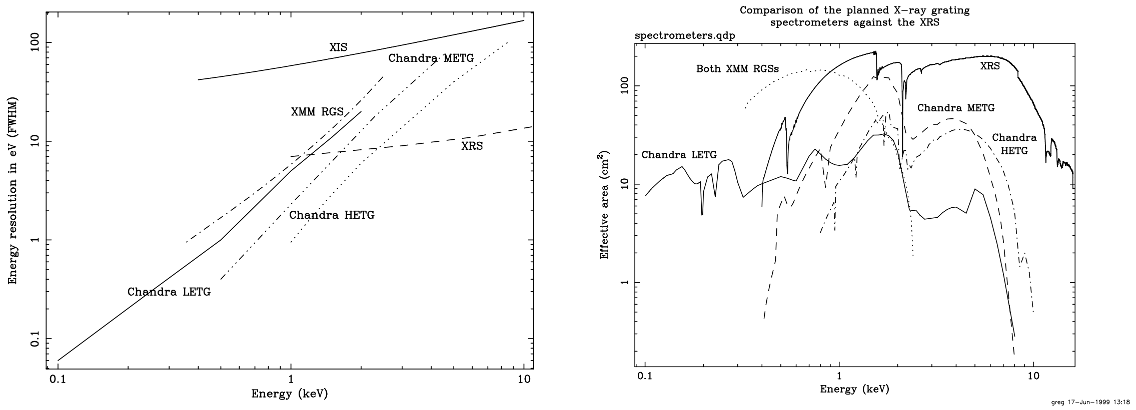


図 1.2: X 線分光器の性能比較。左: エネルギー分解能のエネルギー依存性 右: 有効面積のエネルギー依存性

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 ($\sim$100 mK) において高いエネルギー分解能を達成できる。超伝導トンネル接合 (STJ) 検出器も低温で動作する検出器として開発が進められているが、硬 X 線に対するエネルギー分解能と検出効率の点で X 線マイクロカロリメータの方が優れている。

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

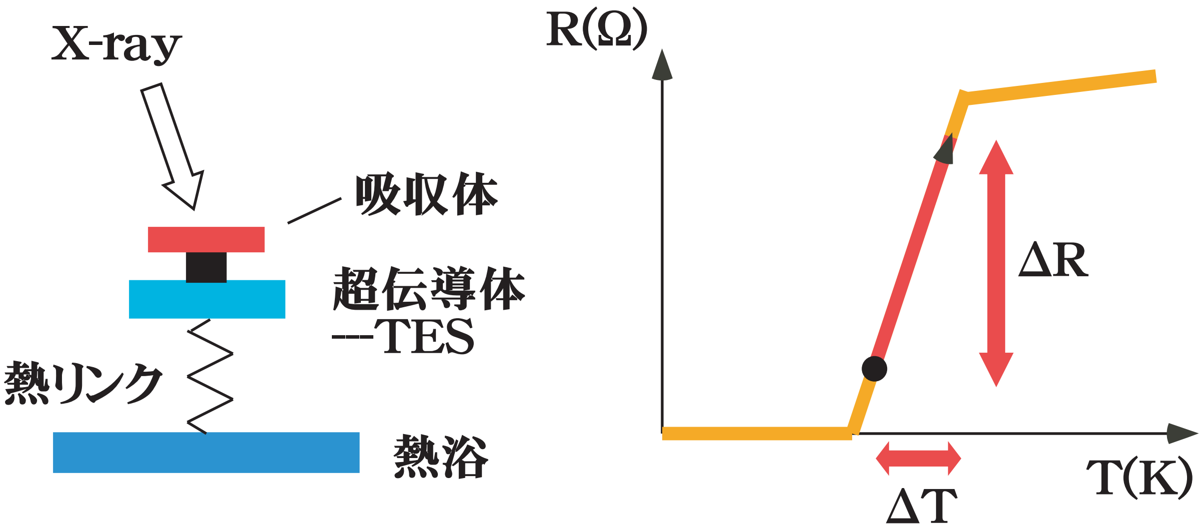


図 1.3: TES 型マイクロカロリメータの動作概略。吸収体に X 線が入射するとそのエネルギーに伴って温度上昇する。これを TES が捕え、 TES の抵抗が増す。温度変化に対して抵抗変化の大きい物の方がエネルギー分解能がよい。

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 $1.6 \times 10^{-12}$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 $\Delta T$ 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、

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

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

上式より、 $\alpha$ 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 $\alpha$ 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

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

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 6.4.1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 $^3$He) と液体 4 ヘリウム (以下 $^4$He) を分留、混合することで冷却する冷凍機である。$^3$He と $^4$He の混合液は、臨界温度 0.76 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、concentrated phase は dilution phase の上に浮かぶことになる。$^3$He のエンタルピーは 2 つの層で異なり、$^3$He 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 $^3$He 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 $^3$He-$^4$He 希釈冷凍機である。しかし希釈冷凍機は $^3$He と $^4$He 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 †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: 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

† ADR : Adiabatic Demagnetization Refrigerator の略

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 [30]。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。

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。また第 3章では、実際に本論文で製作した ADR の主要部分について紹介する。第 4章では、本 ADR の設計から見積もられる理論計算値と、実際の断熱消磁結果を比較する。また第 5章から 7章では実際にカロリメータを導入するにあたって、温度制御 (第 5章) や detector table(第 6章)、検出器の信号読みだし系となる SQUID などの原理や導入試験 (第 7章) などを述べる。最後に本論文のまとめと現状、今後の課題について第 8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 J は異なってくる。この場合、各電子の軌道角運動量及びスピン角運動量がそれぞれ別々に静電的に結合し、その上で磁気的相互作用を通して結合し J をつくる (LS 結合)。このような J をもつ原子の磁気モーメント $\mu$ は、ランデの g-factor $g_j$ を用いて、

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

で与えられる。ここで $\mu_B$ 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 $\mu_i$ 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 $\sim k_{\mathrm{B}}T$ 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、 $g\mu_{\mathrm{B}}B_0 >> \sim k_{\mathrm{B}}T$ 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 $\mu_i$ の熱的な平均量を $<\mu_i>$ とすると、

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

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、

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

この式 2.3は、

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

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

$$\sum_{m_j=-\mathrm{J}}^{\mathrm{J}}(\exp x\frac{-m_j}{\mathrm{J}}) = \sinh\Big(\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x\Big)/\sinh\Big(\frac{x}{2\mathrm{J}}\Big) \tag{2.5}$$

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

$$M(T,B) = Ng\mu_{\mathrm{B}}\mathrm{J}\Big(\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}\coth\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x - \frac{1}{2\mathrm{J}}\coth\frac{x}{2\mathrm{J}}\Big) \tag{2.6}$$

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 $g\mu_{\mathrm{B}}b \gg k_{\mathrm{B}}T$ 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、

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

ここで $k_{\mathrm{B}}$ 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 $k_{\mathrm{B}}T \gg$E において正しい。

一方、スピンが完全にそろった状態では、スピンは全て基底状態のみしかとれないので、 $S = Nk_{\mathrm{B}}\ln W$ 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

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

ここで、式 2.6で求めた $M(T,B)$ のカッコ内は

$$-\Big(\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}\Big)^2\frac{x}{\sinh^2\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x}\frac{1}{T} + \Big(\frac{1}{2\mathrm{J}}\Big)^2\frac{x}{\sinh^2\frac{1}{2\mathrm{J}}x}\frac{1}{T} \tag{2.9}$$

だから

$$S(T,B) = \int_0^B \frac{\partial M}{\partial T}\delta B = Nk_{\mathrm{B}}\Bigg( -\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x\coth\Big(\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x\Big) + \frac{1}{2\mathrm{J}}x\coth\Big(\frac{1}{2\mathrm{J}}x\Big) + \ln\Big(\frac{\sinh\big(\frac{2\mathrm{J}+1}{2\mathrm{J}}x\big)}{\sinh\big(\frac{1}{2\mathrm{J}}x\big)}\Big)\Bigg) \tag{2.10}$$

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、

$$M = M(T, B+AM) \qquad (A \text{ は } b \text{ に対する} M \text{ の比例係数}) \tag{2.11}$$

実際の磁気モーメントと平均内部磁場の関係は

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

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、

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

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、

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

これより、断熱的な変化に対する磁性体の磁気比熱は、

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

なので、

$$C_{\mathrm{M}} = T\delta S = \frac{CB^2}{T^2} \propto \frac{1}{T^2} \tag{2.16}$$

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

#### 格子系および電子系の比熱

磁性体が低温でどれだけ大きな熱容量を持ち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

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

$(1/2)h\nu$ 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 $nh\nu$ のもつ存在確率は $exp(-nh\nu/k_{\mathrm{B}}T)$ となり、1 粒子あたりの平均エネルギーは

$$< E > = \frac{h\nu}{e^{h\nu/k_{\mathrm{B}}T} - 1} \tag{2.18}$$

これが $N$ 個の系の場合、$3N$ 倍すればよいので、格子比熱は

$$C_{\mathrm{L}} = \Big(\frac{3N\partial < E >}{\partial T}\Big) = Nk_{\mathrm{B}}(h\nu/k_{\mathrm{B}}T)^2 \frac{e^{h\nu/k_{\mathrm{B}}T}}{(e^{h\nu/k_{\mathrm{B}}T} - 1)^2} \tag{2.19}$$

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

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

となる。これを解くには $(\nu)d\nu$ 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

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

ここで $\theta_D = h\nu_D/k_{\mathrm{B}}$ 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

$$\int_0^{\theta_D/T} \frac{x^3}{e^x - 1}\delta T \sim \frac{\pi^4}{15} \tag{2.22}$$

よって

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

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

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

$N_A$ 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

一般の物質のデバイ温度 $\theta_D$ は 200~300 K 程度で、これより

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

次に電子比熱は $\gamma \sim 10^{-3}$ J/K$^2$-mol 程度。これに対して磁気比熱は、キュリー定数 $C$ が

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

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 $C_{\mathrm{M}} \sim 10$ J/K-mol を持ちうるのに対し、格子比熱 $C_{\mathrm{L}} \sim 10^{-8}$ J/K-mol、電子比熱 $C_{\mathrm{e}} \sim 10^{-4}$ 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 1 K まであげるのに要する熱量が示されている。

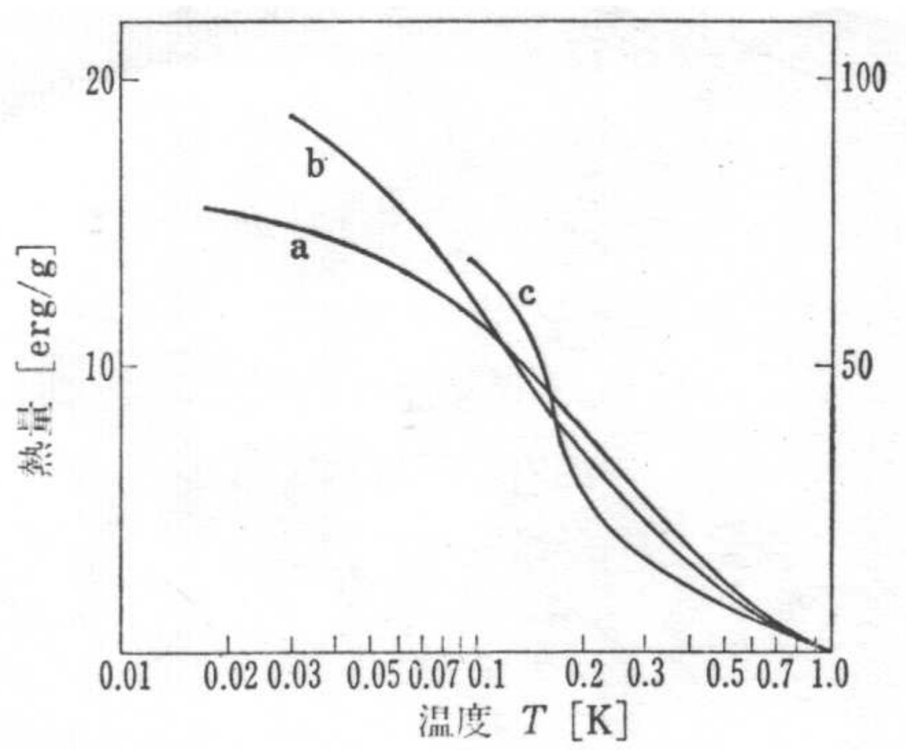


図 2.1: 常磁性塩の、1 K まであげるのに要する熱量 (erg/g)([16] より)。 a:CrK ミョウバン b:Fe($NH_4$) ミョウバン c:Mn($NH_4$)Tutton 塩

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

### 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 $g\mu_{\mathrm{B}}B$ が熱エネルギー $k_{\mathrm{B}}T$ 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、

$$g\mu_B B/k_{\mathrm{B}}T \sim 1.3\Big(\frac{B}{T}\Big) \tag{2.27}$$

を最低でも満たす必要があり、温度 1 K では 1.3 T 程度の磁場が必要な計算になる。実際に 1 K 程度の温度領域に 1.3 T 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

| | Shottky 比熱の山 (K) | 磁気変態 比熱の山 (K) | b (J/mol-K) | $\beta$ (J/mol-K) | Mol 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 ([16] より)
b: 磁気比熱係数、 $\beta$: 格子比熱係数

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、

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

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 $T_{\rm H}$ 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

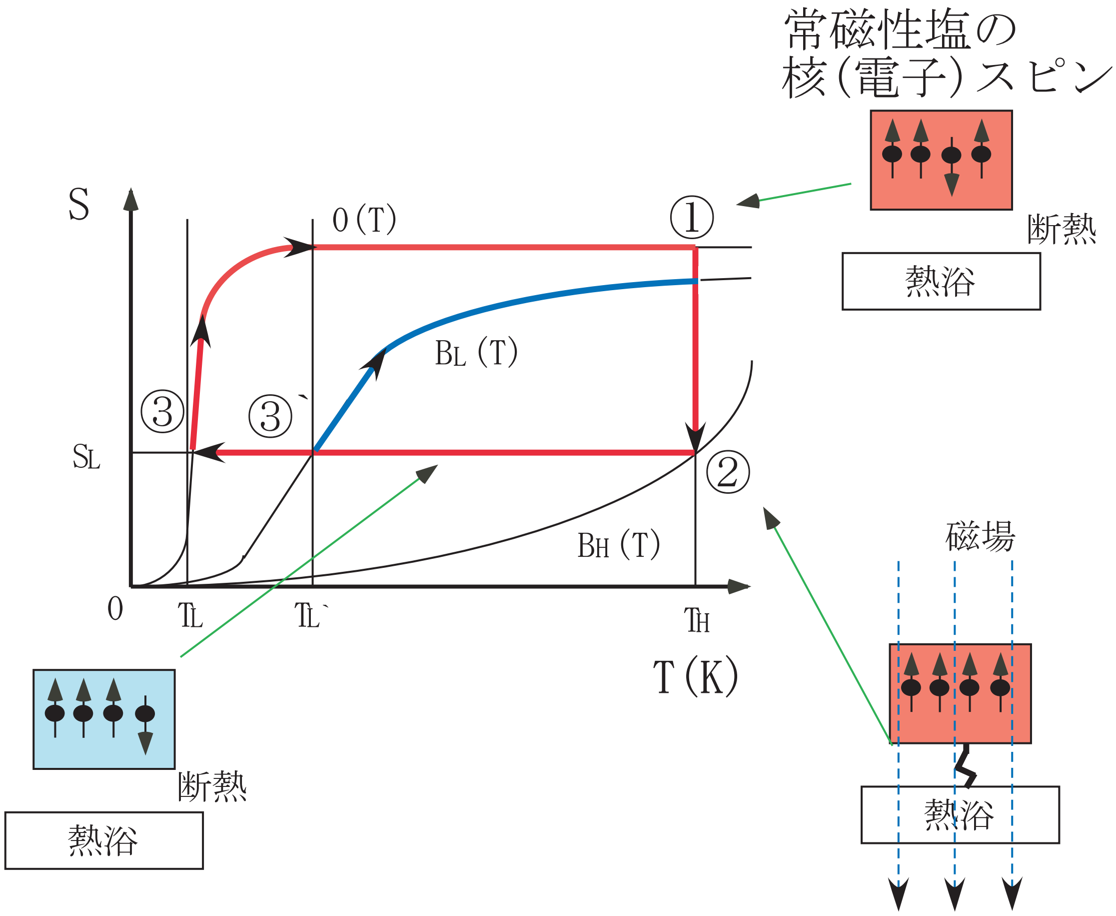


図 2.2: 冷却課程でのエントロピーと温度の関係グラフ

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 $B_{\rm H}$ からとりのぞいていく。すると再び 0 T のときの曲線上へと状態が移動していくが、断熱状態にしてあるため、系のエントロピーは変化せずに温度のみが変化する。よってサイクルは 2 → 3 へ移動していく断熱消磁となる。 0 T における等磁場曲線上にのった時の温度 $T_{\rm L}$ が最低到達温度となる。

最終磁場を 0 T ではなく $B_{\rm L}$ などという有限な値にする事で、最低到達温度を $T_{\rm L}$‘ などと調整することが出来る。

もし磁場がゼロもしくは小磁場 $B_{\rm L}$ においてはじめて系への熱流入があるとすれば、サイクルは 3 → 1、 3‘→ 1 で完了する。 $T_{\rm L}$ は厳密には双極子系のスピン温度である。

磁気冷却は磁場の断熱的減少に伴うものであり、エントロピーは 2 と 3 の間で変化しない。よって初期温度と最終温度には

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

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

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

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

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

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

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

$$\delta Q=\int TdS \tag{2.33}$$

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。

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。

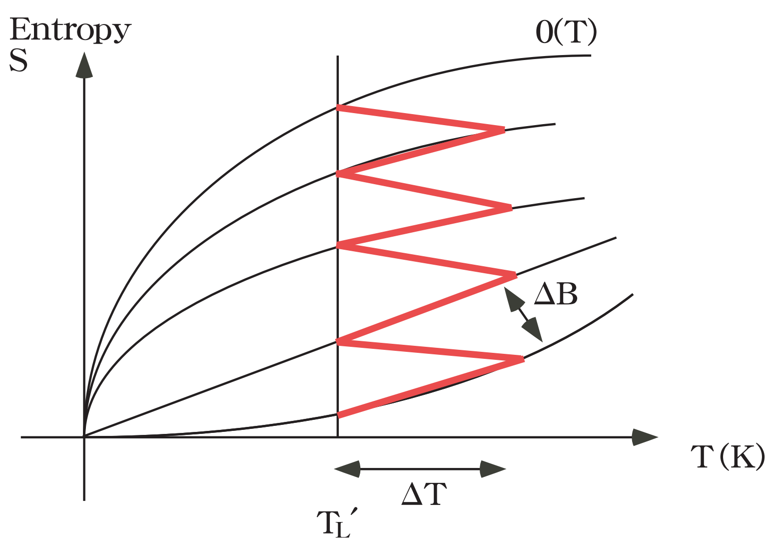


図 2.3: 温度制御の原理

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 $\Delta T$ 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 $\Delta B$ は単純計算で

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

になり、 $\Delta B$ だけ磁場をあげれば温度が 1 mK 上昇する計算になる。マイクロカロリメータなどを開発する時の冷凍機の性能としては温度揺らぎが rms=10$\mu$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 ($\sim$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 1 K 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 60 mK 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 0 T 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 $\sim$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

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

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 [$Fe_2(SO_4)_3$・ $(NH_4)_2SO_4$・ $24H_2O$] 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[26] 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。

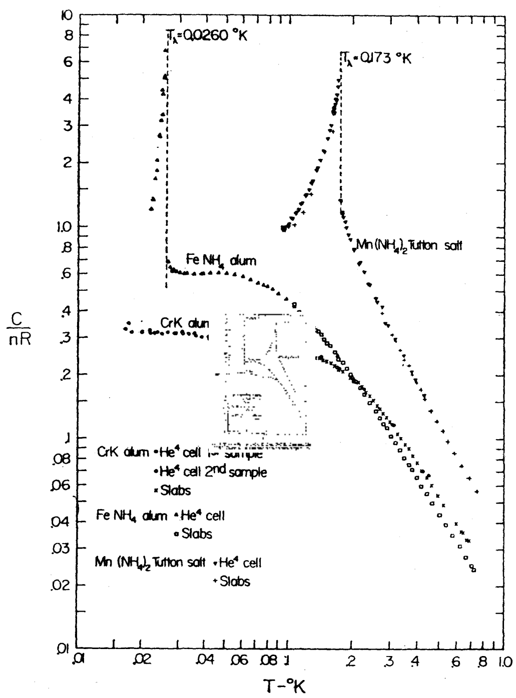


FIG. 3. The specific heats of CrK alum, FeNH4 alum and Mn-(NH4)2 Tutton salt as a function of the absolute temperature.

図 2.4: FAA 及び代表的な磁性体の比熱。

比熱から見積もられる温度変化は、例えば 60 mK で 1$\mu$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$\delta$S になるので、エントロピー変化を計算する必要がある。簡易計算として式 2.10を使って、 1$\mu$W の流入熱に対して 60mK を持続出来る時間は、

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

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 $\sim$1 K の極低温生成の実現も報告されている。難点としては冷却に長時間が必要なのと、冷凍機の製作費用が大幅に増加してしまう。よって本 ADR では液体ヘリウム冷凍式にした。

液体ヘリウムを熱浴として使用する場合には、これの持続時間も考える必要がある。液体ヘリウムの蒸発潜熱は 2620 J/$\ell$ より、 1 時間に 1 $\ell$ 蒸発する場合の 300K からの流入熱は

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

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 $S$ cm$^2$ とすると、

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

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 $\ell$ 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 m$^2$ とした時の、 4.2 K–300 K への輻射熱は

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

ここで $\sigma$ は Stefan-Boltzmann constant で、 $5.67\times 10^{-8}$ W/m-K$^4$ 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。

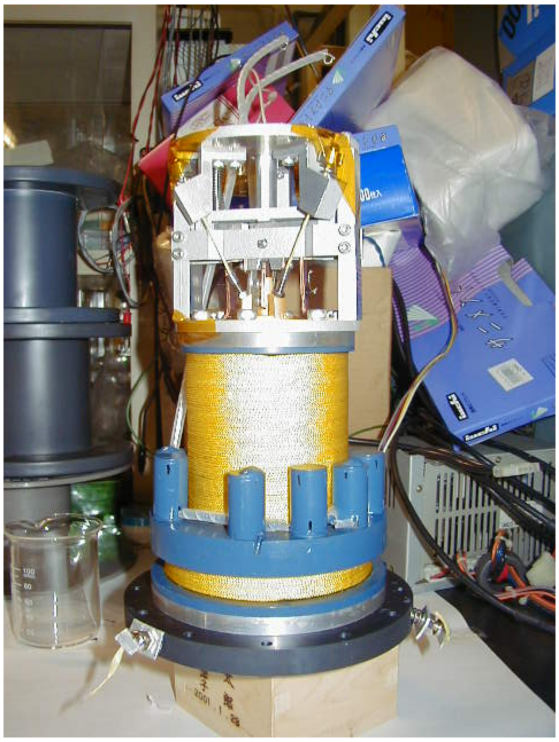

図 2.5: ADR 中心部。

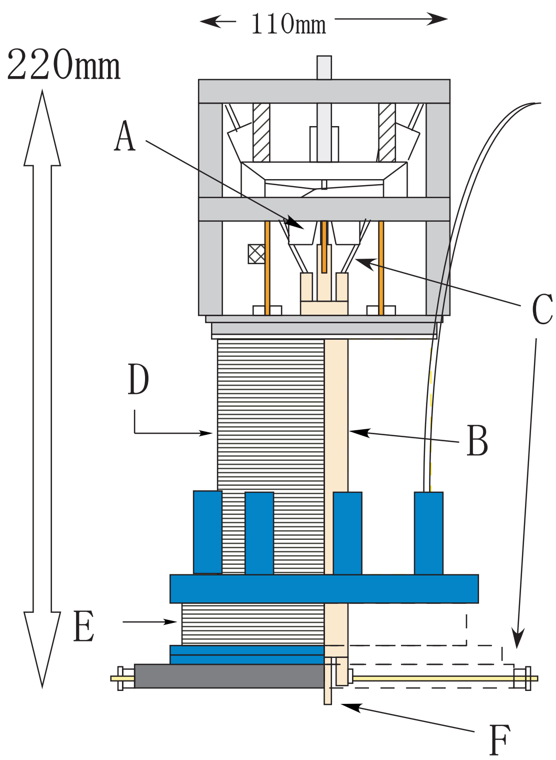


図 2.6: ADR 中心部の構造断面図。

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、

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

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 $\mathrm{cm}^2$ 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 3.1.6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/$\mathrm{cm}^2$ 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 1 K で 1000 mW/K-cm、0.1 K 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 3.6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 にはケブ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 $\sim$0.75 mm$\phi$ 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$\sim$2 K から冷媒である磁性体への流入熱にも影響される。さてこのうち輻射熱はとても小さく、磁性体の表面積を 0.1 m$^2$ とした時の 2 K から 100 mK への流入熱は、

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

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。

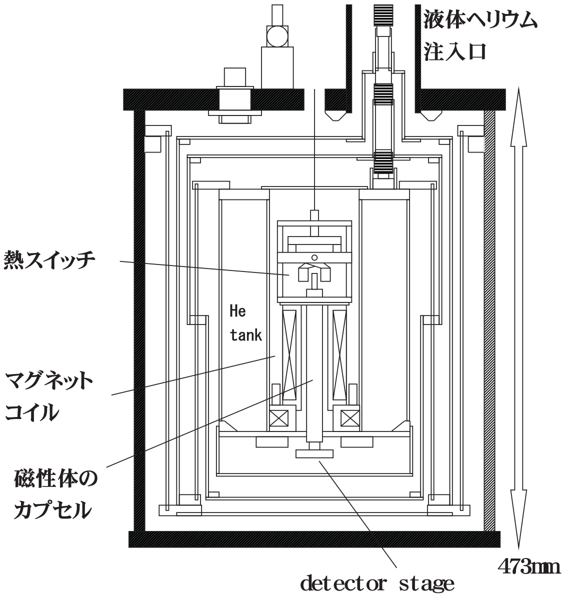


図 2.8: ADR デュワーの構造図。

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、 7$\ell$ 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 へアルミ合金の筒型熱リンクをつないで蒸気冷却を行なっている。これで支持材料であるガラスエポキシの中間を冷却して流入熱をさげる。また 50K、 150K ring のアルミ合金で He tank 全体を 2 重に覆うことで radiation shield にさせる。

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

# 第 3 章

# ADR のシステムの製作

ADR は先に示したように、磁性体と熱スイッチ、熱浴、および磁場生成用マグネットがあれば可能だが、実際には使用する磁性体の性質や熱スイッチの assembly、磁場生成のための構造形成や電流制御にさまざまな工夫を要する。さらに液体ヘリウムを正常に熱浴として扱えるようなデュワーの構造、特に断熱のための効果的な構造を要する。

第 2章では冷却の基本原理と簡単なデュワー構造についてふれたが、ここでは要求される冷却性能、特に断熱の理輪にまず注目する (3.1)。次に本 ADR に使用されている主要なシステム、とりわけ MLI (多層断熱 — 第 3.2章)、 VCS(蒸気冷却 — 第 3.3章)、超伝導マグネットコイル (第 3.5章)、HS(ヒートスイッチ — 第 3.6章)、 saltpill(磁性体のカプセル — 第 3.7章) などの構造についてよりくわしく述べる。

## 3.1 断熱の基本的な理論とその方法

極低温冷凍機の生成には熱絶縁、熱接触に細心の注意を要する。まずは一般の冷凍機に共通する基本的な理論についてまとめる。

### 3.1.1 熱絶縁と熱伝達

断熱消磁冷凍では、冷媒と試料を含む低温部装置への熱流入とその除去を含む熱絶縁の問題と、常磁性体-試料間の熱伝達の問題がある。

冷媒または detector への熱流入が大きいと、最低到達温度に達した後の saltpill の温度上昇が早く、満足に実験が出来る程の持続時間が得られなくなる。この場合、最低温度近傍での試料及び常磁性塩の、熱浴としての比熱に対して、周辺部からの熱の流入速度がどれだけ小さく出来るかが鍵となる。

ちなみに、磁性体 – 冷媒そのものは熱容量が大きいので、理論的にはかなりの熱流入にたえうる。例として、 0.02 K にある 100 g の CrK ミョウバンを 0.01 K あげるためには約 $5 \times 10^{-3}$ J 必要とするので、単位時間の熱流入 $\dot{Q}_L \simeq 1.5$ erg/s(約 100 erg/min) とすれば、 10 時間かかる事になる。1.5 erg/s の熱流入は、断熱消磁の実験としては一般には非常に大きい。したがって、常磁性体自体の性質を調べる実験では、熱流入の問題はさほどではなくなる。

問題は試料、すなわち detector の場合で、冷媒–試料間の熱伝達の割合を $\dot{Q_c}(T)$ とすれば、試料の到達温度 $T_m$ は、 $\dot{Q_L}(T_m) \simeq \dot{Q_c}(T_m)$ で定まってしまう。 $\dot{Q_c}(T_m)$ は温度がさがると急激に小さくなり、後述するように試料の熱伝導率や冷媒からの熱伝導体との接触の度合にもよるが、その値は

$\dot{Q}_L$ の 1/100 程度になる。熱流入もこれに応じて下げる必要があり、 $\dot{Q}_L$ をこの程度に抑えるには細かい配慮を要する。最低温度の到達、及び持続時間を 10 数時間にするには、 $\dot{Q}_L$ を小さくし、 $\dot{Q}_c$ をなるべく大きくする事が重要な課題となる。

冷媒すなわち saltpill と detector は、断熱消磁直前には ∼2K 程度の真空状態になっている。冷凍機が理想的な真空状態にあるとすれば、熱流入、熱発生の原因として、 1) 熱輻射、 2) 支持材料 (ケブラ-) をつたっての熱伝導、 3) 機械的振動、 4) 熱伝達用の導体で発生する渦電流があげられる。

また、 saltpill の冷媒から detector への熱伝達は、 1) 冷媒と detector を結ぶ熱の導体 (熱リンク) の熱伝導率、 2) 冷媒及び detector の熱伝導率に制限される。この他にもう一つ、冷媒及び detector と熱リンクを熱的に結ぶ時の境界接触抵抗というものも考えられる*。

### 3.1.2 熱輻射

熱輻射は 1 K でステファン - ボルツマン方程式より、約 $3 \times 10^{-3}$ erg/min-cm$^{-2}$ なので、容器壁の面積がそれほど大きくない限りまず心配はない。しかし輻射熱は $T^4$ に比例する為、高温部からの放射熱が直接低温部にいかないように注意しなければならない。光が入るとそれがそのまま発熱の原因となるので、真空容器内を構成する要素はすべて不透明にしてある。

放射熱を減少させる方法には多層断熱法や、または熱シールドを導入する方法などがあるが、ここでは多層断熱法 (Multilayer Insulation : MLI) を用いて、高温部からの放射による熱流入を減少させている。これは高温黒体と低温黒体との間に反射率の大きい素材を幾重にも巻き付け、放射フラックスを減少させようとするもので、真空状態が良ければ、残留ガスによる熱伝達は無視出来る程小さくなり、熱流入は輻射熱のみを考えれば良い事になる。この場合、熱流入の大きさは高温部と低温部との温度差に大きく依存してくる。

輻射の強さは使用する物質の表面の状態以外に光の波長にも関係する。よく知られているように、輻射エネルギーの最大値は低温になるとともに長波長側へずれてくる。したがって文献にある放射率にはさまざまな定義のものがある。例えばある特定波長に対する放射率と、全ての波長に対し積分し黒体放射と波長の関係を使って重価をつけた全放射率があるが、輻射は数ミクロンかそれ以上の長波長のものが重要であって、赤外領域の放射率とある範囲にわたって平均した放射率とではかなりの差がある。実用上のものでは目的上、これらの違いを無視した全放射率を使用するのがふつうである。

輻射による熱伝達に関し実用上参考となる実験事実として以下のようなものがある。

1. 銅や銀等など熱伝導の良い導体はよい反射体である。
2. 反射効率 $\epsilon$ は低温になると減少する。
3. 表面が輝いているほど $\epsilon$ は小さい。しかし外観だけでは判断出来ない事がある。
4. 合金にすると一般には $\epsilon$ は増加する。
5. 超伝導状態になっても $\epsilon$ はほとんど変化しない。

上の事柄をふまえ、ここでは反射率の大きいアルミニウムを、スペーサーとなるマイラーに蒸着させた、熱制御フィルムを使用している。アルミニウムは使用可能な種々の材料の中でも決して高価な

*1K 以下の極低温ではこれが最も重要であったりする。どんな熱伝導率が大きい物質を使用しても、これが大きいと満足な熱リンクはありえない。極低温では熱伝導率の高いものよりも、部品間の接触面積を増やす方が効果的な場合が多い。

ものではなく、反射率もかなりよい。しかし、個体としての熱伝導率が代わりに問題となり、高温部に少しでも直接触れてしまっていると、それによる熱伝達によってかえって断熱が悪くなる。また、アルミニウム同士を直に巻き付けると、アルミニウム同士で温度が短時間で伝わってしまう。上で述べたように輻射断熱は温度差に大きく依存するため、これでは多重に巻き付ける効果があまりない。よってスペーサーを間にいれることで、アルミ同士が直に触れないようにしている。

これによる輻射断熱の効果と、具体的な輻射熱の理論的数値、 MLI の行なった箇所についてのくわしい説明は第 3.2章に述べる。

### 3.1.3 固体熱伝導

ADR 本体の saltpill を支える支持材料をつたっての熱流入は、材料の断面積を十分小さくすれば無視しうる程度に減少できるので、低温部を細い糸で吊す方法が多くつかわれているが、糸による支持は振動による影響を受けやすく、よほど静かな環境でないかぎり、振動熱の発生が無視出来なくなる。これをふせぐため、支える支持材料はできるたけ強固な状態にするべきである。代表的な支持材料の熱伝導率を表 3.1に示す ($\kappa = \alpha T^n$)。

| 材料 | $\alpha$ (erg/s-cm-K$^{n+1}$) | n | 測定温度領域 (K) |
|---|---|---|---|
| テフロン | 380 | 2.4 | 0.7∼0.3 |
| ナイロン | 260 | 1.75 | 0.8∼0.2 |
| Epibond 100 A | 2850 | 1.95 | 0.8∼0.1 |
| Epibond 104 | 1000 | 2.6 | 0.75∼0.2 |
| Kel-F | 660 | 2.0 | 0.8∼0.2 |
| Pyrex | 1530 | 1.75 | 0.8∼1.8 |
| 硬質ゴム | 3900 | 1.85 | 0.6∼0.14 |
| $Cu_{70}Ni_{30}$ 合金 (a) | 9300 | 1.23 | 4∼0.3 |
| 超伝導鉛 (b) | 45000 | 3 | 0.75∼0.23 |
| マンガニン (c) | 5500 | 1 | |

表 3.1: 代表的な支持材料の 1 K 以下における熱伝導率 ([16] より)
a H.A.Fairbank & D.M.Lee : Rev.Sci.Instr.31(1960)660
b W.Reese & W.A.Steyert : Rev.Sci.Instr.33(1962)43
c ブィデマンーフランツ法則よりの計算値

諸材料の熱伝導率は、一般には $T^{1.5\sim2.5}$ にしたがって変化するので、温度が低いと熱絶縁度が急に良くなる。例えばナイロンの場合、断面積 1 cm$^2$、長さ 1 cm とした時の熱伝導率は 0.1 K、 $\Delta T$ =1 K で 0.5 $\mu$W の熱流入がある。

ここでは ADR の saltpill を支える支持材料としてケブラーを用いている。ケブラーは引っ張り強度が鋼鉄と同程度というひも状の合成樹脂で、熱絶縁にはかなり期待できる。しかしバネを配しているもののひも状に支えるものなので、振動にどれだけ耐え、振動熱を減少できるかが鍵となる。支持材料の途中にガード塩 (常磁性塩) を使用し、これが冷媒と同様極低温に冷えるのを利用する断熱方法

もあるが、今回の ADR では用いていない。

次に真空容器内の高温部から低温部に対しての熱伝導を考える。これには粉末断熱法や発泡剤断熱法などがあり、いずれも個体間の熱伝達を減少させるのに効果を発揮する。

粉末断熱法 (Powder Insulation) は、微粉末を高温面と低温面の間に充てんする断熱法である。これは、粉末が多孔質でありかつ点接触によって連なっているので個体伝導が小さく、また粉末があるためガスの対流による熱伝達が少なくなるのを利用している。

発泡剤断熱法 (Rigid Foam Insulation) は、気泡を含んだ材料で低温部分を固定する方法である。装置内のそれなりの大きさの部分はこれを十分安定に支えることができるのも一つの条件となり、高真空での断熱法ではさらにこれが難しくなる。気泡はおのおのがつながっていないもののほうがよい。これは一方の面が大気に接しているため、気泡がつながっていると水蒸気がこれらの穴を通じて中に凝縮する為である。主要な発泡剤物質の熱伝導率を図 3.2に示す。

| 発泡剤 | 密度 $(g/cm^3)$ | 両面の温度 (K) | 圧力 | 熱伝導率 $(10^3 cal/s\text{-}cm\text{-}K)$ |
|---|---|---|---|---|
| ポリスチレン | 0.04 | 300~78 | 1atm | 0.0801 |
| | 0.048 | 300~78 | 1atm | 0.0629 |
| | 0.048 | 78~20 | $10^{-5}$mmHg | 0.0197 |
| エポリシー | 0.083 | 300~78 | 1atm | 0.0801 |
| | 0.083 | 300~78 | $10^{-2}$mmHg | 0.0406 |
| | 0.083 | 300~78 | $4 \times 10^{-3}$mmHg | 0.0315 |
| ポリウレタン | 0.083~0.147 | 300~78 | 1atm | 0.0801 |
| | | 300~78 | $10^{-3}$mmHg | 0.0289 |
| ゴム | 0.083 | 300~78 | 1atm | 0.0873 |
| | 0.163 | 300~78 | 1atm | 0.1370 |
| | 0.147 | 300~78 | 1atm | 0.0846 |

表 3.2: 代表的な発泡剤物質の熱伝導率 ([16] より)

ポリエチレン、エポキシ樹脂、ポリウレタン、ゴム、ガラスなどが使われるが、これらの熱伝達は気泡中の空気によるものと発泡剤自体によるものがある。一般に気泡が全てつながっていないような材料を作る事は困難なので、水素やヘリウムが混入すると熱伝導度が良くなってしまうおそれがある。そのため減圧した多層断熱材には、その断熱能力は及ばない。

ここでは発泡剤断熱法として、真空容器内の筒などの構成要素としてガラスエポキシを使用している。このガラスエポキシは主に ADR デュワーの高温部から低温部にかけての支持材料として使用していて、伝導率と支持材料としての強度を考えた厚さにする。使用箇所については ADR の構造を参照。なお今回の ADR には粉末断熱法は使用していない。

### 3.1.4 振動による熱発生

振動による熱発生は、おそらく材料の内部摩擦によるものなのだろうが、材料の機械的性質によってどの程度になるのかを示した系統的実験はまだない。ただ、より振動を受けやすい構造の装置では

非常に大きくなることは明らかである。実験室における振動源の最たるものは真空ポンプなどのポンプ類だが、これを十分除去したあとでも建物全体、土地などの振動はまぬがれられない。もちろん 60 mK ではこれらの建物などの振動は考える必要もないだろうが、ケブラーの状態によっては留意する必要があるかもしれない。

いまのところこの振動熱の発生を解消する方法は、 saltpill を支えるケブラーの振動強度を強くし、ADR デュワーを振動が伝わりにくい台に乗せ、真空ポンプをできるだけ遠ざけることである。

### 3.1.5 熱伝達

低温部装置内の冷媒から detecter table への熱伝達は、上で述べたように、 1) 熱リンクの熱伝導率、 2) 冷媒及び試料の熱伝導率、 3) 境界熱接触抵抗の 3 つを考慮する。

まず熱リンクについて考える。冷媒で試料を冷やす事を目的とする熱リンクは、銅などの熱伝導率の大きい材料を用いれば、極端にいって 0.1 mm の径の線一本ですむ場合もあるが、磁化熱の除去に同様の熱リンクを用いる場合には、それ以上の大きな熱量を除去する必要がある。例えば 1 K で等温磁化をすると、$T\Delta S \sim$ 数 J/mol の熱が発生する。したがって、数分の一モル (約 100 g) の常磁性体を使用した場合の磁化熱を除去するには、使用する熱リンクより除去に必要な時間を算出する必要がある (第 3.6章を参照)。

次に試料及び常磁性体の熱伝導率だが、これは使用する detector table と磁性体の熱容量による。

常磁性体の熱伝達は再結晶化させた状態で使用するため、一般には熱伝導率は大きいと思われるものの、磁性体の場合に求められるのは磁性体の温度をできるだけ detector table へ伝えることだけでなく、さらに温度制御の際の等温性の方が重要である。温度制御は後に示すように、カロリメータ開発として数 $\mu$K の温度差を $\sim$1 秒程度で均一にしなければならない。これは普通の熱リンクでは実現せず、金やサファイヤなどの、熱伝導のとても高い単結晶か純度の高い物質を使用する。

また磁性体の温度を detector へ、できるだけ正確に短時間で伝えるには極低温部全体の熱容量を、冷媒に対して小さくすることも効果的である。これは detector table 設計の際の条件の一つになる。

### 3.1.6 境界熱接触抵抗

1 K 以下では熱リンクをとる際に境界熱接触抵抗が最も考慮すべき重要な点となる。温度 $T_{\mathrm{H}}$ と $T_{\mathrm{L}}(T_{\mathrm{H}} > T_{\mathrm{L}})$ の接触面を通して移行する熱量は、

$$\dot{Q} = \beta A(T_H^{n+1} - T_L^{n+1}) \tag{3.1}$$

また $T_{\mathrm{H}} \gg dT(dT = T_{\mathrm{H}} - T_{\mathrm{L}})$ の時には、

$$\dot{Q} = \beta' A(n+1)T^n dT = \alpha A T^n dT \tag{3.2}$$

表 3.3に典型的な固体間の熱接触抵抗を示す。

上で示すとおり、金属自身の熱伝導率と比べるとかなり小さい。熱接触させた時の流入熱向上には物質の選択よりも接触面積を上げる方が重要である。

この抵抗は 2 物体を接触させた場合、物体表面には目に見えない粗さが存在するので、実際の接触面積は計算される面積よりもかなり小さいと思われる。これを解消させるためには、表面を可能な限り磨いて、間に接触媒体をいれる手法がとられる。高真空極低温では Apiezon ”N”、真空グリースなどがよい。また接触時の熱伝導率は圧力に大きく依存する。

| 接触物体 | 接触媒体 | $\alpha$ mW/K$^{n+1}$-cm$^2$ | n | 測定温度領域 | 研究者 |
|---|---|---|---|---|---|
| 銅板と $C_r$K 明礬粉末 | 機械的 | ~0.1 | 2 | | Mendoza[32] |
| 銅線 (a) と $C_r$K 明礬粉末 | 粉末とグリース | ~0.1 | 2 | 0.01 K まで | Kurti ら [33] |
| 銅線箔 (b) と $C_r$K 明礬単結晶板 (c) | Apiezon "N" | 30 | 3 | 0.03-0.15 K | Anderson ら [34] |
| 同上 | Apiezon "N" | 25 | 3 | 0.04-0.2 K | Connolly ら [35] |
| 同上 | 真空用シリコングリース | 3.7 | 3 | 0.04-0.55 K | 同上 |
| 半円形 $C_r$K 明礬単結晶と水晶の単結晶 | Apiezon "N" | 25 | 3 | 0.04-0.55 K | Miedema ら [36] |
| $Fe(NH_4)$ 明礬単結晶と水晶の単結晶 | Apiezon "J"など | 10 | 2.7 | 0.09-0.3 K | Wheatley ら [27] |
| CMN 単結晶同士 (d) | GE7031+ トルエン | 3 × 1.4 | 2.4 | 0.05-0.31 K | Hart ら [28] |

表 3.3: 典型的な固体間の熱接触抵抗 ([16] より)
a エナメル被覆線、 b ポリウレタン被覆銅線を箔状に固めたもの
c 厚さ 3mm 程度、 d CMN 単結晶はひび割れする傾向あり

断熱消磁を行なうための方法、概念は上に述べた事柄となる。次は実際の本 ADR のシステム、その中でも特に重要な MLI、 VCS、配線系、マグネットコイル、 HS、 saltpill の構造に注目する。それより高温部からの全熱伝導率、低温部の全熱容量を計算することで、理論的な持続時間が算出され、実験を行なう際の指標となる。実際に予想される熱流入、持続時間については第 4章に示すことにする。

## 3.2 MLI—Multi Layer Insulation

輻射断熱は冷凍システムをつくるにあたって重要な項目の一つだが、 ADR のデュワーはアルミナイズドマイラ断熱を利用して、両面アルミ蒸着してある熱制御フィルム (鐘淵化学工業製 厚さ 10$\mu$m) でこの輻射熱を抑えている。これは多層断熱法と呼ばれる方法である。

図 3.1のような黒体の平板二枚の間にアルミニウムの層を重ねている場合を考える。

この時、矢印方向に放射される単位 m$^2$ 当りの放射フラックス $q$ は、

$$q = \epsilon\sigma S(T_{\mathrm{H}}^4 - T_2^4) \quad [W] \quad (T_H \rightarrow T_2) \tag{3.3}$$

$$q = \epsilon^2\sigma S(T_2^4 - T_1^4) \quad (T_2 \rightarrow T_1)$$

$$q = \epsilon\sigma S(T_1^4 - T_{\mathrm{L}}^4) \quad (T_1 \rightarrow T_L)$$

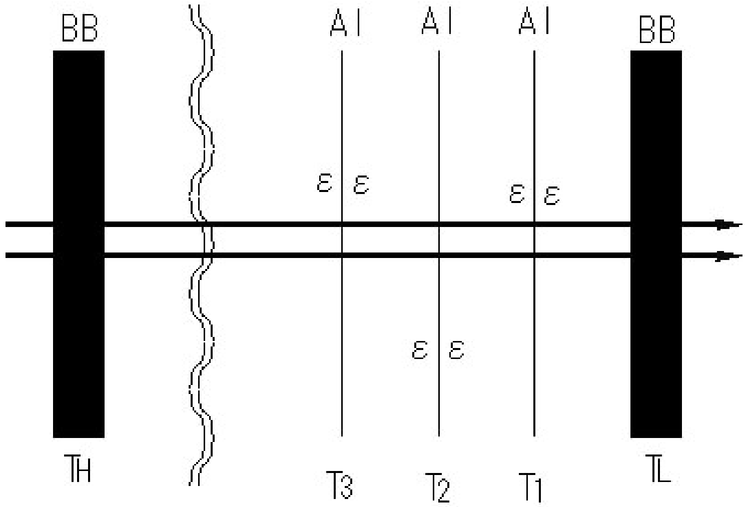


図 3.1: 黒体間においたアルミのフィルム

ここで、 $\epsilon$ は放射率、 $\sigma$ はステファン - ボルツマン係数、 $S$ は面積 $(\mathrm{m}^2)$ である。上式を両辺全て足して、

$$(1+2\epsilon)q = \epsilon^2\sigma S(T_{\mathrm{H}}^4 - T_{\mathrm{L}}^4)$$

$$q = \frac{\epsilon^2}{1+2\epsilon}\sigma S(T_{\mathrm{H}}^4 - T_{\mathrm{L}}^4) \tag{3.4}$$

よって、 $n$ 枚重ねた時のフラックスは

$$((n-1)+2\epsilon)q = \epsilon^2\sigma S(T_H^4 - T_L^4)$$

$$q = \frac{\epsilon^2}{(n-1)+2\epsilon}\sigma S(T_H^4 - T_L^4) \tag{3.5}$$

熱の放射を $\frac{1}{1000}$ 程に抑えたいので、仮に 10 から 20 枚のフィルムを重ねて巻いた場合、アルミニウムの輻射熱を $\epsilon = 0.1$ とおくと

$$\frac{0.1^2}{(20-1)+20\times0.1} \sim 5.2\times10^{-4} \tag{3.6}$$

$$\frac{0.1^2}{(10-1)+2\times0.1} \sim 1.1\times10^{-3}$$

上式より、理論的には 20 枚の MLI で 0.05% 以下まで輻射熱を抑える事が可能である。

熱制御フィルムの巻いた個所を図 3.2にしめす。

あまり強く巻きすぎると輻射熱は減少させることができても、今度は伝導熱が発生し、逆に熱を伝わらせることになるため注意が必要である。上下のフタそれぞれと筒との接続部分は隙間をなくすため、筒に巻いたフィルムを上下に若干とびださせ、閉じる際にフィルムを重ねる形にした。 130K 外 ring や 30K 内 ring、外 ring 部分については、組み立て上フィルムに隙間が生じている。具体的に流入する輻射熱の値は第 4章に示す。

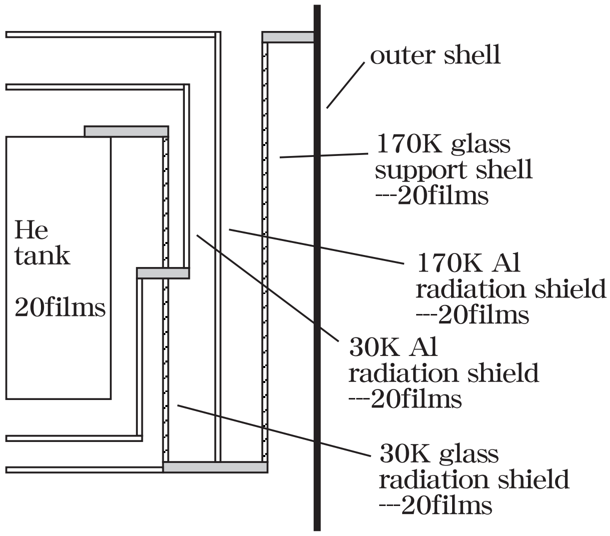


図 3.2: 熱制御フィルムの巻いている箇所

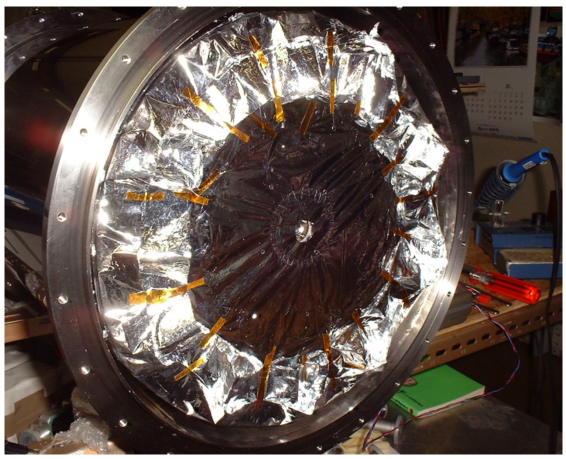

図 3.3: 150K Al radiation shield に巻かれた熱制御フィルム

## 3.3 VCS—Vapor Cooling System

ここでは本 ADR の特徴の一つである、蒸気冷却を使用した断熱方法について述べる。

### 3.3.1 蒸気冷却を使用することについて

金属材料の熱キャンセル

第 3.1章で述べた通り、 ADR のみならず一般に冷凍機の性能は高温部から低温部への熱流入をどれだけ減らせるか、すなわち断熱性が鍵の一つとなるが、これは高温部と低温部をダイレクトにつなげる金属部品がもっとも大きな流入熱のひとつとなっている。

この金属部品は、 LHe の注入口であったり、信号読みだしや温度計など、実験上どうしてもはずせない配線であったり、低温部を支える支持材料であったりする。支持材料は振動や衝撃に強い材料を使用する必要があり、強度にあわせて熱絶縁性はある程度犠牲になる。 LHe 注入口は断面積こそ支持材料に比べ小さいが、距離を伸ばすことが困難であり、またしたがって熱収縮に耐えられる構造も必要となる。これらは He tank に入ってくる熱流入である。

ADR の場合、超伝導コイルの配線が最重要視される。これは配線が ADR 中枢部、 HS 周辺まで

熱的につづいた構造になっているので、ここに熱流入があると HS や saltpill まであたためるので冷却が困難となる。

この熱キャンセルの方法には、最近ではもっぱら液体窒素での予備冷却が主流である。液体窒素は比較的安価で、その簡易性より、金属部品からの熱流入を一旦窒素タンクで 77 K におとし、そこから低温部につながる形が広く採用されている。 $^3$He デュワーもこの手法で冷却している。

窒素予冷と蒸気冷却

本 ADR の設計の元となった Wisconsin 大学のロケット実験用 ADR は、その用途から、冷凍機自体の大きさと軽さ、強度について従来の冷凍機よりもさらに高い性能を必要としている。

よって冷凍機全体の大きさに制限が付けられており、 LHe、 LN2 の貯蔵タンクの容積に限界があった。また実験時間を出来る限り延ばすことが望まれ、そのためには He タンクの容量を可能な限り大きくする必要があった。よってこのロケット実験用 ADR では、余計である窒素タンクをなくし、代わりにもう一つの断熱方法である蒸気冷却を採用したのである。

蒸気冷却は LHe 蒸発後の冷たいガスを用いて金属部品などを冷却する方法で、液体窒素と同様一般的な冷却方法である。 LHe、 LN2 運搬用タンクもこの方法が使われており、それぞれ注入口からの熱流入をこの方法で低減させることで、液体の蒸発量を 1/10 くらいに下げられる構造になっている。

本論文で製作した ADR は地上実験用だが、 X 線発生装置を用いたビームラインからの X 線入射などをさせたい時には、コンパクト性に優れ軽量であることには多くの利点がある。また横にした状態での冷却が可能であるためには、出来るだけ重力に影響を受ける物は避けた方が良い。よって本論文の ADR も蒸気冷却を使用する事に多くの利点が考えられる。

### 3.3.2 vapor cooling の冷却原理

自然対流熱伝達の方程式

円筒上のステンレ管内を蒸発した He ガスが通り抜けていくときの、管が奪われる熱量を考える。管の長さを $L$ cm、断面の直径 $D$ cm、ステンの温度を $T_{\mathrm{H}}$、ガスの温度を $T_{\mathrm{L}}$ とする。

vapor cooling は熱力学、流体力学を必要とする。一応、水冷などの原理としては自然対流熱伝達として次式がある。

$$q_1 = \pi D\alpha(T_{\mathrm{H}} - T_{\mathrm{L}}) \tag{3.7}$$

$q_1$ は単位長さ当りに奪われる熱、ここで $\alpha$ は熱伝達率 (mW/cm$^2$-K) である。熱伝達率はヌッセルト数 $Nu$ で決定され、

$$Nu = \alpha D/k_{\mathrm{Hegas}} \tag{3.8}$$

ヌッセルト数は無次元数である。 $k_{\mathrm{Hegas}}$ は気体の熱伝導率。自然滞留熱伝達の場合、ヌッセルト数はプラントル数 $Pr$ とグラスホフ数 $Gr$ で表され、

$$Pr = c_p\eta/k_{\mathrm{Hegas}} \quad Gr = D^3 g\beta\Delta T/\eta^2 \quad Nu = C_1(GrPr)^{C_2} \tag{3.9}$$

$\beta$ は流体の体膨張率。 $\Delta T$ は流体と壁面の温度差。 $\rho$ は密度。 $\eta$ は粘性係数。 $c_p$ は気体の定圧比熱である。 $C_1$、 $C_2$ は $Gr$、 $Pr$ の値によって代入する値がちがう。

しかし実際に代入するには、各定数は温度によって値を変えるので、その部分における温度を事前に設定して代入する必要がある。また熱伝達率は蒸発ガスが通過する管の表面状態に大きく影響する。

液体ヘリウムの蒸発速度がわかれば、管の出口にきたヘリウムガスの温度を知ることができる。管からガスへ伝達される総熱量を $\dot{Q}$、ガスの流量を $\dot{M}$ とすると、管の入り口と出口の間のガスのエンタルピー差 $\delta H$ は

$$\delta H = \dot{Q}/\dot{M} \tag{3.10}$$

エンタルピーの値から、エントロピーと温度の関係より、この出口の温度 $T_{out}$ がわかる。これより熱伝達の効率が割りだせる。

蒸発ガスによる断熱安定性

断熱が不十分で He tank への流入熱が大きいと蒸発が早く、よって蒸気冷却が促される形になり断熱が促進される。逆に断熱がききすぎると蒸発速度が下がり、蒸気冷却が進まなくなって熱流入が増える。よって突発的な流入熱の増加などがあっても feed back がかかって安定化の方向へ動く。一度蒸気冷却による各構成材料の温度分布を最適化すれば、効率良く冷却ができる。

問題は蒸発ガスの冷気 (正確には負の比熱) をどれだけ効率良く管が奪えるかで、式 3.7に示すように、これは管の直径に比例するが、この分管の断面積が増えるため固体伝導熱が増加するおそれがある。

### 3.3.3 蒸気冷却の構造

本 ADR には Vapor Cooling 用タワーとして図 3.4のものを設計した。これは常温上ふたの液体ヘリウム注入口から He tank までを結ぶもので、ヘリウム転送時のトランスファーチューブ導入口になると同時に蒸発ヘリウムガスの通り口になる。よって蒸気冷却の機構はここに取り付けられる。製作したタワーの外観を図 3.5に示す。

高真空を保つため上ふた部分には O ring、および He tank との接続部分にはインジウムシールを配する構造にした。また熱流入を下げながら強固なものにしたいため、全体は SUS-304 を使用し、タワーの円筒部分にはフレキベローズを採用した。ベローズは一種のバネ式になっているため断熱的に距離と断面積が有利になる。また ADR は支持材料をバームクーヘン型にしているが、これによる大きな熱収縮にも対応できるようになっている。

使用しているベローズは外径 31 mm、内径 20 mm で、肉厚は約 0.15 mm と考えられるので、断面積は $\sim$0.1185 cm$^2$ と思われる。この時の流入熱はほぼベローズが断熱を作り出していると考えられるので、

$$Q = 0.1185/12\times \int_{4.2}^{300} k_s(T)dT = \frac{0.1185\times 2.8}{12\times 1.741}(300^{1.741} - 4.2^{1.741}) \sim 326\ \mathrm{mW} \tag{3.11}$$

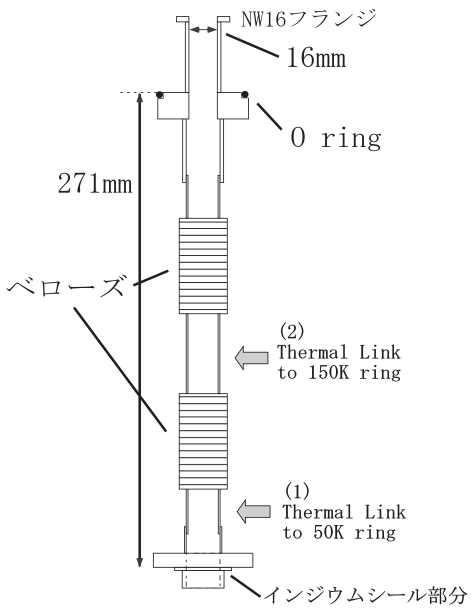


図 3.4: Vapor Cooling System 用タワー

図 3.5: 液体ヘリウム注入口及びタワーの外観。
中央に巻いているのは熱制御フィルム。

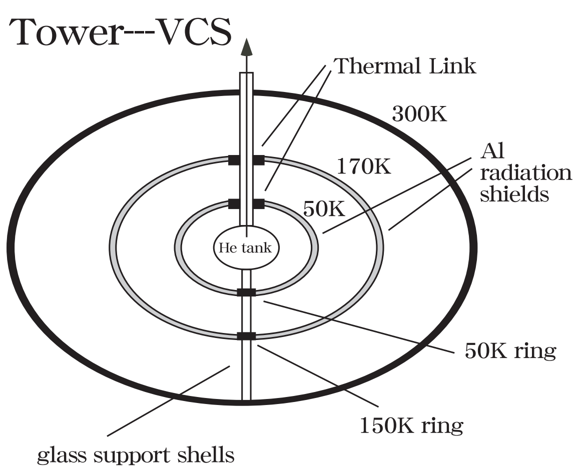


図 3.6: 本 ADR の VCS の構成図

ここで SUS-304 の熱伝導率の関数 $ks(\mathrm{T})$ は、ステンレスの典型的な熱伝導率の値から fitting した関数を使用した (第 4.2.2章参照)。実際の熱流入は 300K からではなく、蒸気冷却によるタワー全体の冷却がかかるのでこれよりもさがる。

Vapor Cooling の構成図を図 3.6に示す。この図を見てわかる通り、デュワーの断熱性能の 90% はこの Vapor Cooling の構成によると考えられる。この冷却構造を構築するには式 3.7を解く必要があるが、しかしこの方程式は温度分布を手にいれ、さらに物質間で異なる熱伝達のパラメータを決める必要がある。このパラメータは実測に頼るしかないため、よって本 ADR ではタワーに種々の熱リンクをとりながら、冷却試験を行なうことで最適な状態を求めた。結果、 50K ring への熱リンクについては図 3.4の (1) の部分、 150K ring については図 3.4の (2) の部分に無酸素銅の構成部品を介すことで、 50K ring は 45-50K、 150K ring は 170-180K に冷却されることを確認した (液体ヘリウム減圧時)。この温度分布による He tank への流入熱の値は第 4章に示す。

## 3.4 配線系

本 ADR には温度計測系、信号計測系の 2 系統を組み込んでいる。ほぼ全てツイストペアで、断熱のために熱伝導率の低いマンガニン線 (0.64-0.1 mm$\phi$) を採用している。

超伝導マグネット用配線と同様、配線系は熱流入の原因となりやすい。しかし熱伝導を悪くしようとすると抵抗が大きくなりノイズが大きく、極低温での温度計測や温度制御、また検出器の信号検出に支障をきたす。本論文ではそこまでの計算はしていないものの、抵抗と熱流入の最適値を実験する必要も将来でてくる可能性もある。

### 配線による熱伝導

断面積 $A$、長さ $L$、熱伝導率 $K(T)$ の伝導線を伝わる伝導熱は

$$W = \frac{A}{L}\int_{T_{\mathrm{L}}}^{T_{\mathrm{H}}} K(T)\delta T \quad \mathrm{(W)} \tag{3.12}$$

ここで $T_{\mathrm{H}}$ 及び $T_{\mathrm{L}}$ は高温側、低温側の温度である。図 3.7に、温度計配線に使用したマンガニン線の熱伝導率の温度特性を示す。

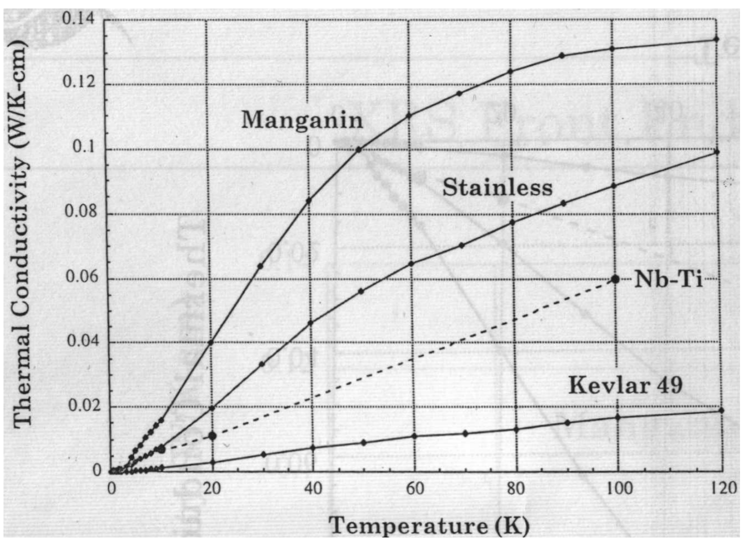


図 3.7: マンガニン線の熱伝導率の温度特性 ([25] より)

図よりマンガニン線の熱伝導率は 120 K で 0.14 W/K-cm で、最大値を考えればよいので、積分ではなく温度差との積で計算すれば用は足りる。使用した伝導線の直径は 63.5$\mu$m で、断面積は 3.17 × 10 $^{-5}$ cm$^2$ より、式 3.11は、

$$W = \frac{3.17\times 10^{-5}}{L}\times 0.14\times (130-2) \tag{3.13}$$

He の蒸発熱は 728 mW-h/$\ell$ ($\ell$:He の液量) で、配線によって伝わる熱は 20 本でこれの 1000 分の 1、 1 mW ほどに抑えたいので、最低必要な配線の長さは

$$1.0\times 10^{-3}\ \mathrm{W} = 20\times \frac{3.17\times 10^{-5}}{L}\times 0.14\times 128 = \frac{1.14\times 10^{-2}}{L}\ \mathrm{W}$$

$$L = \frac{1.14\times10^{-2}}{1.0\times10^{-3}} \sim 10 \text{ cm} \tag{3.14}$$

上より配線は、 10 cm 以上あれば伝導熱の心配はない。もちろん伝導熱の他に起因する熱の流入も考えられる。また先に述べたようにノイズに起因するため、配線は各ステージを順にはう形にし、~5、 10 cm ごとに支持材料に固定する。

配線のつなぎ方法

ADR デュワーは高温部からの伝導熱を低下させるため、構造上支持材料がバームクーヘン型で上下交互にあるので、組み立ては支えによけいな負担がかからないよう、各ステージの両端の上下にあるアルミ合金のリングで接続されている。

温度計の配線はこの各ステージの接続部分となるリングを中継点として、最も外側の真空容器上ふたにあるコネクタまで導かれる。これは、万が一ショートなどの配線の故障が起きて、修理の際に必要な配線方法で、中継点での配線の着脱によりデュワーの分解を容易にしている。

中継点はそれぞれ、 He 缶下の延長筒部分、 He 缶サポートリング、 50K リング、 150K リングにあり、基板を中継点として利用している。 MLI からの絶縁のため、ナットでうかしながらリングに固定し、上下をカプトンテープで保護してある。またノイズ対策のため、ほぼ全てハンダづけで配線を行なっている。

真空容器ふたの **300K** コネクタ —$\pi$ 型 **EMI** フィルタ

130K 上リングより真空容器上ふたの 300K コネクタまでの配線は、通常の銅線 (0.65 mm$\phi$) で配線し、ふたの開け閉めを容易にするために 300K リングの中継点を基板コネクタで着脱可能にしてある。ふたには真空 — 大気圧間の配線用に多チャンネル型気密端子 (MULTI PIN TYPE VACCUM FEEDTHROUGH)48pin type が 3 つ取り付けられ、 SQUID 配線系及びその他計測系と温度計測系で分けて使用している。

計測ノイズのうちまず問題となるのは高周波のもので、ハイパスフィルタが効果的である。よって FEEDTHROUGH の手前には $\pi$ 型 EMI フィルタ[†]を設置している。このうち直線型を配線間にいれ、10 MHz 以上の高周波をカットする機能をもつ。 EMI フィルタのついたコネクタを図 3.8に示す。

### 3.4.1 温度計測系

使用した温度計の種類と特性

図 3.9に配置した温度計測系の位置と配線系統を示す。全て 4 端子法。 150Kring にカーボン温度計 (約 1k Ω)、 50Kring にはマグネットコイル用リード線などの温度を測るためダイオード温度計 (2 60mV@1$\mu$A)、 He 缶の下部とマグネットコイル上部には $RuO_2$ 温度計 (100k Ω)、そして detector table には $RuO_2$ 温度計 (1k Ω) をとりつけた。

また、液体ヘリウムの量や He 缶内部の温度分布を調べるため He 缶上部に、さらにコイル配線のリード線低温側にそれぞれ $RuO_2$ 温度計 (100k Ω) をとりつけた。

[†]Erie 社製 PI-type EMI filter 1251-001 直線型 10MHz 以上をカットするハイパスフィルタ

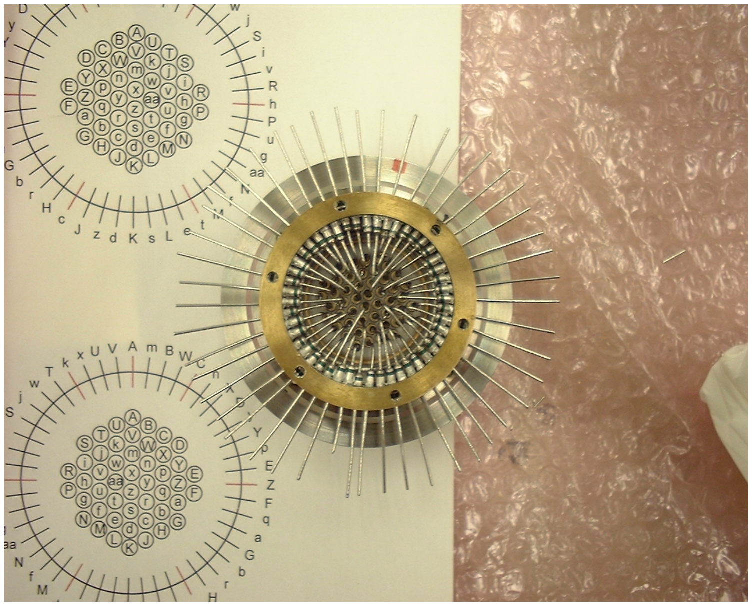

図 3.8: 直線タイプ、$\pi$ 型 EMI フィルタをとりつけたコネクタ. feed through には KYOCERA 48PINtype を使用. 写真は裏側 (高真空側).

1. 130Kring : carbon(1.08k$\Omega$)
2. 30Kring : diode(380mV@7$\mu$A)
3. He tank bottom(He 缶底面) : silicondiode(-40$\Omega$)
4. He tank top(He 缶上部) : $RuO_2$(100k$\Omega$)No.1
5. leadline cold end cap(リード線低温側頭) : $RuO_2$(100k$\Omega$)No.4
6. HS(ヒートスイッチ部分) : $RuO_2$(100k$\Omega$)No.2
7. detector table : $RuO_2$(1k$\Omega$)No.1

温度計測には YOKOGAWA DA100 DATA ACQUISITION UNIT を使用した。これは定電流を外部電源から温度計に流し、マルチチャンネルで電圧をモニターできる。外部電流には KEITHLEY 617 programmable electrometer を使用した。また極低温部の温度モニターには Cryo Con model 62 を使用している (第 5章参照)。

抵抗は常温抵抗である。 $RuO_2$(100k$\Omega$) は 4 つ作製しており番号をつけてある。

今回 ADR 用に作製した 1k$\Omega$ 型の $RuO_2$ 温度計は、都立大のマイクロカロリメータの実験用に希釈冷凍機に使用されているものと同じものだが、 1 K 以下の極低温での温度特性は少し異なる。よって都立大希釈冷凍機でキャリブレーションをおこなった。方法は、単純に ADR 用 $RuO_2$ を希釈冷凍機の detector stage にとりつけてもらい、ゆっくり温度をさげながら希釈冷凍機用 $RuO_2$ の温度と抵抗の変化をみる。抵抗ブリッジには Cryo Com model 62 を使用した。

得られたデータより fitting を行う。抵抗はジュール熱により、電流によって違う変化を示すが、最も適当な値と考えられる 10 nA での値を使用する.

$$T = 1/\{A + B\times \log R + C\times(\log R)^{2} + D\times(\log R)^{3} + E\times(\log R)^{4}\}^2 \tag{3.15}$$

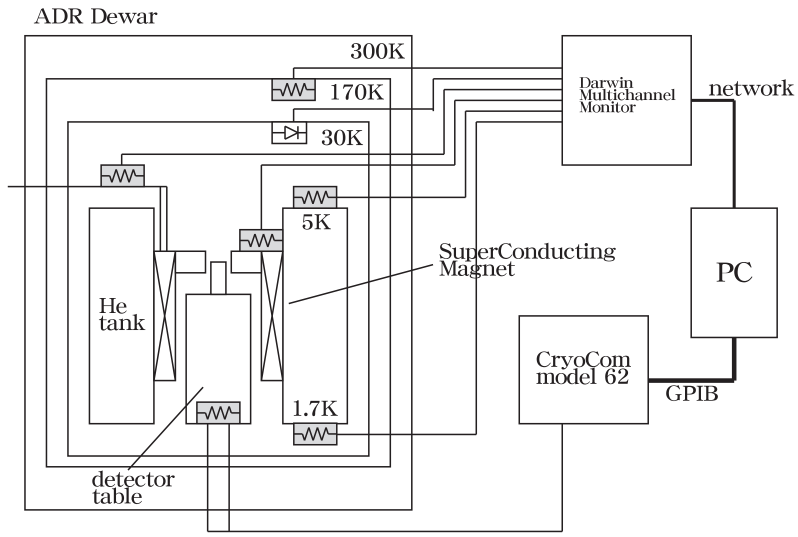


図 3.9: 温度計の取り付け箇所と配線系統

$$A = -343.6708、\quad B = 86.35922、\quad C = -1.705856、\quad D = -0.9599732、\quad E = 0.06222591$$

この値は 0.02-2 K での値だが、希釈冷凍機の温度計は 2 K 以下でしかキャリブレーションがされておらず、2 K 以上のキャリブレーションができない。ADR の実験上、2 K 以上での温度計測ができないのは不便なので、この希釈冷凍機でのキャリブレーションデータに対し、液体ヘリウム貯蔵タンクに漬けておこなった 4.7-10 K のキャルデータを fitting してみた。この時の関数は、

$$T = [\frac{1}{(-3.356844 - 0.01587172\times \ln R + 0.07691092\times (\ln R)^{2})^{2}}] \tag{3.16}$$

上の二つの関数は差が最大で約 0.02 K@1.8K で、交点は 1.63463 K となっている。2K 以上を含んだデータを扱う場合はこの交点を境に二関数で使用する。

上の式で描いた曲線を図 3.10に示す。

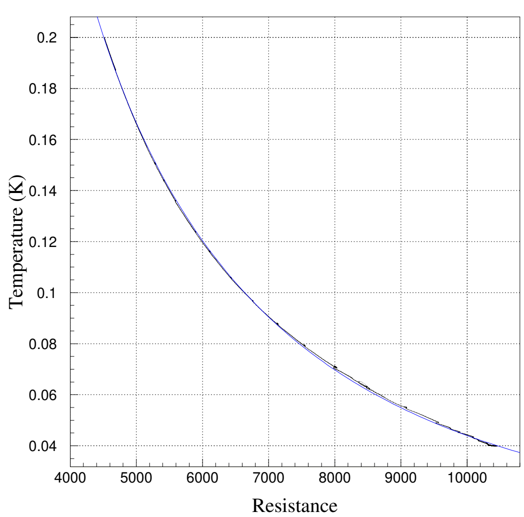


図 3.10: $RuO_2$ 温度計の抵抗温度特性

**detector table の $RuO_2$ 温度計**

detector table に取り付けられた $RuO_2$ 温度計は、He 缶延長筒部分までマンガニン線でつなげられた後、ホルマル被覆の超伝導 NbTi 線で配線されている。これは線を超伝導状態にすることで熱の流入を防ぐためのもので、$RuO_2$ と He tank とコイルのコネクタより外までの間をうかし、ベリリウム銅の細い板で線を支え、ベリリウム銅板に少しテンションをかけることで線をピンと張った状態にしている。これを図 3.11に示す。NbTi 線は直径 43.2 $\mu$m で、断面積は $1.465 \times 10^{-5}$ $cm^2$ のものを使用している。

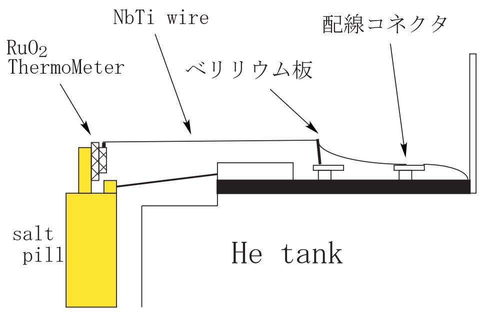


図 3.11: $RuO_2$ 温度計 (1k$\Omega$) の He 缶延長筒部分の配線

### 3.4.2 信号計測系

本 ADR は信号計測系として、TES 素子の超伝導遷移温度測定用と SQUID 動作用に 28 チャンネルが導入されている．全てツイストペアで、300 K 部分からはシールドつきにいている。また He tank から SQUID shield まではハンダで超伝導シールドを施し、shield 直前のノイズ低下を図っている．

## 3.5 超伝導マグネットコイル

### 3.5.1 マグネットコイル

本 ADR に導入されている超伝導マグネットコイルは AMI 社製 NbTi 線型コイルで、約 4 万 turn で最大電流 7.82 A、最大磁場 4 T、単位電流あたり 0.513 T/A である。detector table 及び SQUID 導入部分に強磁場がかからないよう、下部にバッキングコイルが 1 万 turn 設置されており、特に detector table にかかる磁場を 10 分の 1 以下にしている。

### 3.5.2 リード線

マグネットコイルの 30K 配線には，超伝導のリード線を使用している。これはコイル配線の熱伝導を下げ、さらに作動時のジュール発熱を防ぐためである.

マグネットコイルは上で述べたように特性が 0.513 T/A で、磁場を作るために大電流が必要となる． 後で述べるがこれによって配線に発生するジュール熱は、配線表面を高温にしてしまうとともに、内部に熱を作り出すので冷却を行うのに妨げとなる。よって 30K 部分の 31 mm 間を、30K で十分超伝導状態になる高温超伝導リード線を用いることでジュール熱の発生を抑えている。

高温超伝導リード線は，ガラスエポキシで保護した高温超伝導体の両端を銅の太い金属部分ではさんだ形をしており，銅線をハンダ付けした銅板と圧着接続で導通させる。

使用した高温超伝導体は Bi Sr Ca Cu $O_x$ 系の銅酸化物系化合物[‡]である. 高温超伝導の特性は、下の表のようになっている.

- Lead Bismuth Strontium Calcium Copper Oxide
- 超伝導遷移温度: 約 110 K(理科年表)
- 上下の銅部分の抵抗は $20\times10^{-9}\Omega$ で、 0.4 mW@100A
- 超伝導状態では、 77 K にて大体 40-50 A たえられる。
- 40 A、 77 K-4.2 K の熱流入は 50 mW
- 50 A、 64 K-4.2 K の熱流入は 39 mW
- 超伝導ではない状態での熱流入の正確な測定データの記載なし。

また、銅の金属部分の電力消費量は、 40 A で 2 mW、 50 A で 3 mW となっている。

リード線は 30K 部分のガラスエポキシの内側を走る形になるが、マグネットコイルが天板にあけた穴を通って 30K にでるため、 He 缶サポートリングに穴をあけ、リード線の上方の金属部分がリングから上に飛び出す形になっている。また構造上 30K のアルミ合金筒部分と接触するため、下側のアルミ筒の切り込み部分を走る形にし、リード線自体にも MLI10 枚を巻いて輻射断熱をおこなっている図 3.12。

リード線は 100 K 以下であれば十分超伝導遷移をするはずだと考えられる。超伝導状態に入れば、大電流によってやぶれない限り熱流入の心配はない。もちろん超伝導遷移をさせるためには全体を 100 K 程度まで冷却する必要があり、特にリード線のみを考えれば、超伝導ではない状態での流入熱は、 200 K あたりでの導体としての典型的な値の抵抗率 (30Ω-m) と熱伝導率 (2000 mW/cm-K) を代入した場合、常温での抵抗値 0.2 Ω より、

$$30\times10^{-8}\times L/A = 0.1 \quad A/L = 3.0\times10^{-6}\ \mathrm{m} \qquad 3.0\times10^{-4}\times2000\times200 = 120\ \mathrm{mW} \tag{3.17}$$

ここで $A$ は断面積、 $L$ は長さで、温度差は 200 K を想定している。抵抗値は常温での値より、 150 K あたりで大体 1/2 になると想定した。最低これくらいは熱流入があるとみて良いだろう。

熱流入は超伝導線だけでなく、線をおおうガラスエポキシからのものがあり、超伝導時にはこれの熱流入が支配的である。ガラスエポキシは不導体なので、熱伝導率における 10 K あたりの導体独特のピークはもたず、熱伝導率は温度の関数でかなり正確に表すことができる。これを

$$k_G(T) = 0.475\times T^{0.50739} \quad (\mathrm{mW/cm-K}) \tag{3.18}$$

とすると、断面積 0.785 $\mathrm{cm}^2$、長さ 25 cm より、

$$0.785/25\times\int_{4.2}^{200} k(T)dT \sim 29.0\ \mathrm{mW} \tag{3.19}$$

温度は 200 K から 4.2 K へのものとした。参考のため、熱伝導率の温度依存性を無視し、最大値をだすためただのかけ算で計算すると、ガラスを 5(mW/cm-K) として、

$$0.785/25\times5\times(200-4.2) = 30.7\ \mathrm{mW} \tag{3.20}$$

ほとんどかわらない。超伝導遷移をした後ではガラスエポキシの熱伝導が支配的なことがわかる。

[‡]Lead Bismuth Strontium Calcium Copper Oxide (鉛 ビスマス ストロンチウム カルシウム 銅)

### 3.5.3 リード線の理論的な使用方法ーーー前後の熱キャンセル

高温超伝導リード線は高温側の銅部分 (Warm end cap) の温度を下げる、もしくはここへの熱流入をどれだけキャンセルできるかが、このリード線の性能の一つ、流入熱の低減を決めている。高温超伝導体の遷移温度から見ると、高温側の先端は 100 K 以下、低温側は 10 K 程度が望ましい。低温側については、その先の NbTi 線の超伝導遷移温度が大体 10 K 程なので、少なくとも 10 K 以下が条件と考えられる。

### 3.5.4 リード線前後の熱リンクの構造

#### 低温側銅部分ーー cold end cap

低温側は He 缶サポートリングにリード線の頭を差し込んだ構造になっており、内側から真鍮ねじで圧着固定している。リードとサポートリング間にはカプトンテープ (絶縁のため) と 0.5 mm 厚の銅がはさんである。サポートリングはアルミ合金 6061(ジェラルミン) である。ここに直接つながる NbTi 線にも熱キャンセルのため、カプトンテープで絶縁した上から銅部品で He tank の上部と熱リンクをとっている。これを図 3.12に示す。

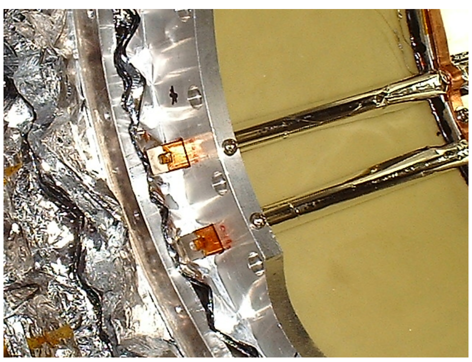

図 3.12: HE tank サポートリングにとりつけた高温超伝導リード線。手前が cold end cap。

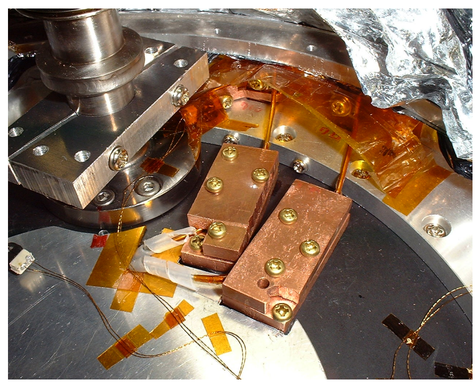

図 3.13: cold end cap の熱リンクの図。 NbTi 線を He tank と熱リンクをとった銅部品ではさんでいる。

#### 高温側銅部分ーー warm end cap

高温側でリード線は銅線 (断面積 $3.33 \times 10^{-3}$ cm$^2$ 長さ 52 cm) につながりそのまま銅線は常温部へつながる。このとき銅線からリード線への熱流入は、 4 本で ~200 mW になる (300 K-50 K)。この熱のキャンセルは支持材料である 150Kring と 50Kring がおこなう。銅線はこの ring に圧着されている。リード線の高温側はよって、この ring の温度に強く依存した形になる。この ring を冷却するのはタワーにつながる VCS(蒸気冷却) である。

### 3.5.5 リード線より外への配線と、それによる熱伝導

超伝導リード線より外に向けた 50 K-300 K 間は超伝導線が使用できる程冷えないので通常の伝導線を使う事になるが、この場合の熱伝導と発生するジュール熱を考慮しなければならない。

断面積 $A$、長さ $L$、熱伝導率 $K(T)$ の伝導線を伝わる伝導熱は式 3.12の通りだが、同時にこの伝導線に発生するジュール熱は

$$J = RI^2 = \rho \frac{L}{A} I^2 \tag{3.21}$$

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

$$f = J + W = \rho \frac{L}{A} I^2 + \frac{A}{L} K(T)(T_{\mathrm{H}} - T_{\mathrm{L}}) \tag{3.22}$$

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

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

$$\dot{f(x)} = C_1 - C_2 x^{-2} \tag{3.23}$$

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

$$J = C_1 * \frac{C_2}{C_1} = 2\sqrt{C_1 C_2} \quad W = C_2 * \frac{C_1}{C_2} = 2\sqrt{C_1 C_2}$$

と、 $J = W$ となるので、よって $J = W$ となる断面積、長さを考えれば熱は最小となる。これに現実的な値 (直径は 0.1- 数 mm、長さは構造上 50 cm 以上) に補正すればよい。しかしここで配線の表面温度という問題が出て来る。電流を流したことによる配線表面からの放射熱 $J_r$ は単位長さ当り $J_r = \sigma S T_{\mathrm{L}}^4$ (S は単位長さ当りの表面積、 $T_{\mathrm{l}}$ は配線表面の温度) で表せるが、仮にこれが発生するジュール熱と同等だとすると、断面積および伝導線の長さによっては表面が高温となってしまう。

例えば銅線 (K=420 W/K-m、 $\rho$=1.55 × 10 $^{-8}$(Ω-m)) を使用した場合、電流 I=0.1 A として

$$J = W = 1.55\times10^{-8}\times\ell\times A^{-1}\times0.1^{2} = 420\times\ell^{-1}\times A\times(130 - 30)$$

$$f_{min} = 2.6 \text{ mW} \quad x = \frac{L}{A} \sim 1.646\times10^{7} \text{ m}^{-1} \tag{3.24}$$

上の $x$ より、直径 $d$=0.1 mm$\phi$ としたときの長さ $L$ は大体 0.517 m と、理想的な値が出る。しかしこのときの表面温度 $T_l$ は、単位長さ当りの表面積を $\pi d$ と表して、

$$J_r = J = \sigma S T_{\mathrm{L}}^4 = \rho \frac{L}{A} I^2$$

$$T_l = \{\frac{4\rho I^2}{\sigma \pi^2 d^3}\}^{\frac{1}{4}} \tag{3.25}$$

よって、電流の最大値 8 A が流れた時の表面温度は、

$$T_l = \{\frac{4\times1.55\times10^{-8}\times8^{2}}{5.67\times10^{-8}\times3.14^{2}\times(2.0\times10^{-4})^3}\}^{\frac{1}{4}} \sim 970 \text{ K} \tag{3.26}$$

したがって理論的な配線温度が 1000 K 近くにもなり、とても使用できる状況ではない。温度 $T_l(\leq$ 400 K)、直径 $d$(断面積)($\leq$1 mm)、長さ $L$(50∼200 cm)、さらに配線の並列本数 $n(\leq$10 本) の四つを変数とし、式 3.25から $I$=8 A の状態として $T_l$、 $d$ を求め、次に熱量を考慮して $L$ をきめ、 $n$ で調整するといったプロセスが必要である。

ここでマグネットコイルの作動時間は先に述べた通り、 8 A で一時間、 0.1 A で約 5∼20 時間となっているので、表面温度の方程式は $I$=8 A で、熱量の方程式は $I$=0.1 A で計算するのが好ましい。

並列本数を考慮するため、式 3.21を書き直す。ちなみに並列した配線の全断面積をかわらないようにするため、 $\pi\frac{d}{2}^2 = n\pi\frac{d'}{2}^2$, すなわち $d' = \frac{d}{\sqrt{n}}$ と、一本の時の直径が d の時と同じ断面積で $n$ 本並列とした時は、直径が $\frac{d}{\sqrt{n}}$ になるとする。だから式 3.21は

$$\rho\{n\pi\frac{d}{2\sqrt{n}}\}^{-1}I^2 = \sigma T_l^4 n\pi\frac{d}{\sqrt{n}}$$

$$T_l = \{\frac{4\rho I^2}{\sqrt{n}\sigma\pi^2 d^3}\}^{\frac{1}{4}} \qquad d = \{\frac{4\rho I^2}{\sqrt{n}\sigma\pi^2 T_r^4}\}^{\frac{1}{3}} \tag{3.27}$$

また、熱伝導が最低値に抑えられる時のジュール熱および伝導熱の関係式は

$$\rho L\{n\pi\frac{d}{2\sqrt{n}}\}^{-1}I^2 = n\pi L^{-1}\frac{d}{2\sqrt{n}}^2 K(T_\mathrm{H} - T_\mathrm{L})$$

$$L = \frac{\pi}{4I}\sqrt{\frac{K(T_\mathrm{H} - T_\mathrm{L})}{\rho}}d^2 \tag{3.28}$$

ここで配線に使用する候補とした、銅、ベリリウム銅、ステンレスそれぞれの特性は表 3.4の通りである。

| 物質 | 熱伝導率 K(W/K-m) | 抵抗率 $\rho(\Omega$-m) |
|---:|---:|---:|
| 銅 | 420 | 1.551 × 0 $^{-8}$ |
| ベリリウム銅 | 130 | 7.68 × 10 $^{-8}$ |
| ステンレス | 11 | 8.21 × 10 $^{-4}$ |

表 3.4: 各物質の特性

ここでジュール熱についてもう一度考えてみる。 $I$=8 A の時と $I$=0.1 A のときそれぞれに発生するジュール熱の総量を求めてみると、 0.1 A 流している時間は 8 A の 10 倍の時間なので、総量にもこれが関係してくる。これをふまえ、 $I$=8 A の時のジュール熱を 1 W 程度に抑えた場合、変数の関係は表 3.5のようになる。温度は 300 K と設定している。

表 3.5より、長さの部分以外に物質ごとの差はなく、これといった最適な物質があるようには見えない。よって、配線としての強度や抵抗率などの面から銅線を使用する事にした。上より銅線の直径を $d$=0.6∼0.65 mm$\phi$ で固定し、この場合の熱の伝導量を表 3.6に示す。

表 3.6で並列本数を 2 本、 130K 部分は全長が約 450 mm で、 500 mm 以上を対象とした。この場合の表面温度は 400 K ほどである。よってこの銅線を使用しても問題はないとした。

| 物質 | 並列本数 | 直径 (mm) | 長さ (m) | J+W(mW)(0.1(A)) | J+W(mW)(8 A) |
|---|---|---|---|---|---|
| 銅 | 1 | 0.957 | 0.693 | 43.7 | 1000 |
| | 4 | 0.677 | 0.346 | 43.8 | 998 |
| ベリリウム銅 | 1 | 0.396 | 8.59 | 68.8 | 1000 |
| | 4 | 1.15 | 0.198 | 68.8 | 1000 |
| ステンレス | 1 | 3.44 | 0.191 | 53.7 | 1000 |
| | 4 | 0.120 | 2.29 | 53.7 | 1000 |

表 3.5: ジュール熱を 8 A 時に約 1 W とした時のジュール熱 (300 K)

| 物質 | 並列本数 | 直径 (mm) | 長さ (m) | J+W(mW)(0.1 A) | J+W(mW)(8 A) |
|---|---|---|---|---|---|
| 銅 | 2 | 0.652 | 0.5 | 95.8 | 3068 |
| | 2 | 0.652 | 1 | 48.6 | 5993 |
| | 4 | 0.652 | 0.5 | 190.8 | 1677 |
| | 4 | 0.652 | 1 | 95.8 | 3068 |

表 3.6: 実際の銅線に照らし合わせた理論値

実際に配線した銅線は長さが 80 cm、断面積 $2.2\times10^{-3}$ cm$^2$、並列本数 2 本で、常温部から 50 cm の中間部分で一旦 150Kring で熱リンクをとる方法にした。この場合の伝導熱及び発生熱、理論的な最大表面温度は

$$J(150-300\ \mathrm{K})\sim 111\ \mathrm{mW}\qquad J(50-150\ \mathrm{K})\sim 180\ \mathrm{mW} \tag{3.29}$$

$$W(8\ \mathrm{A})\sim 3610\ \mathrm{mW}\qquad W(0.1\ \mathrm{A})\sim 0.56\ \mathrm{mW} \tag{3.30}$$

$$T_r(8\ \mathrm{A})=(\frac{\rho LI^2}{2\sigma\sqrt{\pi A}A})^{-4}\sim 108\ \mathrm{K} \tag{3.31}$$

式 3.29の値は本来は同値となるはずなので、温度分布が多少変化して同程度の値になると思われる。電流を 8 A 流している時、発生熱のうち 2260 mW は 150Kring、 1350 mW は 50Kring が吸収することになる。もちろんこれには熱放射を考慮せず、他の構造材に逃げて行く部分もある。また上の計算には抵抗率の温度依存性を考慮していない最大値となっており、実際は低温になると抵抗率はさがり、発生熱は式 3.30の 50% 以下と思われる。

## 3.6 HS— メカニカルヒートスイッチ

ヒートスイッチは saltpill と He tankー熱浴との熱平衡、断熱状態をつくりだすもので、断熱消磁冷凍にはかかせない部品のひとつである。この機構にはさまざまな方法が考案されているが、理研 ADR にはメカニカ (機械式) を採用している。

これは金属部品をスイッチで on、 off することで、 saltpill と直結する金属部と熱接触する機構になっており、初期から使用されていた方法である。図 3.14にヒートスイッチの機構図を示す。 He tank と熱接触させてあるハサミ型の部品があり、これが閉じれば on となって熱接触がおこる。 HS の閉じる力のベクトル方向を上に変えることで、上に引っ張る機構で on、 off ができるようになっている。

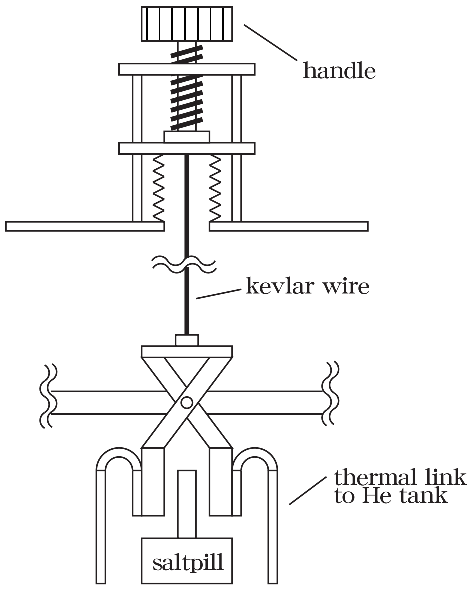


図 3.14: メカニカルヒートスイッチの構造図

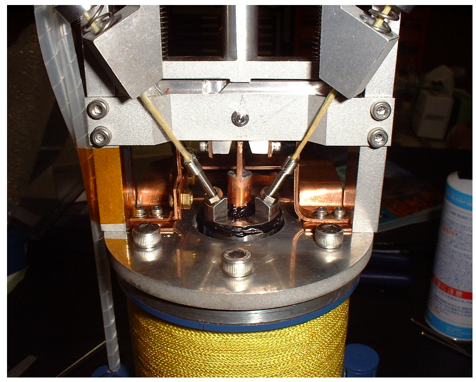

図 3.15: ヒートスイッチと saltpill の熱リンク

ヒートスイッチにはこの他に、ヘリウムなどの熱交換ガスを用いる方法がある。これはガスをスイッチに用いる方法で、メカニカルと違って振動の原因となる危険性がないがこの場合断熱をするときに He を効率よく排気できるかが問題となり、また構造上合計 3 台の真空ポンプが必要となる。

また現在超伝導スイッチが主流になってきている。これは超伝導物質の常伝導、超伝導状態での熱伝導率の違いを利用するものである。 He 温度で十分超伝導になり、熱伝導率が極端に小さい部品を熱浴ー冷媒間におき、熱平衡にしたい時には、これに磁場をかけて常伝導にすることで熱伝導率をあげる。ただ、これにはヒートスイッチ部分に超伝導マグネットによる強磁場が入り込まないように配慮する必要があり、理研 ADR の構造に求められているコンパクト性に欠ける。

### 3.6.1 2K～300K 間をつなぐ構造

2-300K 間は on off をするためにひっぱる機構を作る必要があるが、これは図 3.14にあるようにケブラーを使用した wire で 300 K ふたまでつなげている。ふたにはベローズを用いて上下方向の稼動に対して真空を保てるようになっている。ケブラー wire は 2-300 K 間をつなぐ部品になるので断熱性と強度を考慮して断面積を決定する。

本論文で使用したケブラーは流入熱を考慮して、 1.5‘mm$\phi$ の wire を 4 分割させることで流入熱を ～1-2 mW まで下げている。この時の wire の引っ張り強度は約 20kg(110.8 MPa) と測定されている。これはケブラー wire の本来の強度と比べると 10% 程度と小さく、今後改良の余地ある部品と思われる。

## 3.7 saltpill

### 3.7.1 始めに —

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。

ここでは本 ADR に導入されている saltpill の構造について述べ、さらに宇宙物理実験研究室独自で製作した saltpill(以下、 saltpill2 号機とする) について報告する[§]。

### 3.7.2 saltpill の性能に対する条件 —FAA の場合

ADR の冷媒として FAA(硫酸第二鉄アンモニウム 12 水) を使用するにあたって、求められる saltpill の性能には以下の条件がある。

1. カプセル全体の熱伝導性が優れている
2. 内部に露出される部分は全て耐強酸性である
3. 外圧に対し大気圧から高真空まで耐えられる
4. カプセル全体が 300 K から 100 mK 以下の極低温まで耐えられる
5. 内部で結晶を育てる構造にする。

考えられる苛酷な条件下 (酸、温度、気圧) 全てに耐えられなければ完成されない。その結果、組み立て方法を考慮して saltpill の構造は以下のようになった。図 3.16にこれを示す。

### 3.7.3 saltpill の構造

熱伝導性

上の条件でまず (1) については、 FAA も含めて結晶の熱伝導が極低温で問題となるからである。特に本 ADR の構造上、ヒートスイッチが上側、 detector table が底面側となっているため、磁化熱を含めて上下方向の熱伝導性を良くしなければならない。

この場合、カプセル内に熱伝導の優れた金属を導入するのが望ましい。しかし、磁場の垂直面に対する面積の大きい金属がカプセル内に存在すると、断熱消磁の際に誘導起電力が発生して冷却できな

[§]この ADR に最初に導入された saltpill 1 号機は東芝研究所で製作された溶接型 saltpill で、本論文で特にことわりがないかぎり、冷却試験結果は東芝研究所製 saltpill 1 号機での結果とする。

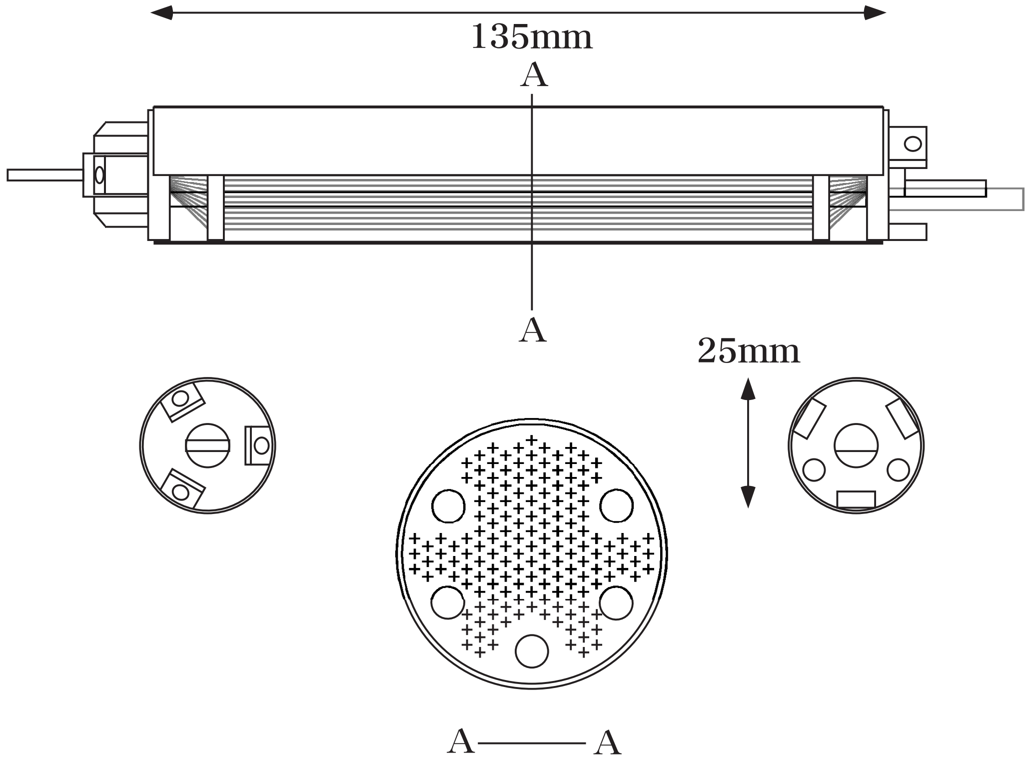


図 3.16: ADR salpill 2 号機の構造図

くなる。よって磁場垂直方向に導線を多く張る手法をとった。これは FAA の結晶内部を走るので、耐強酸製金属でなければならない。よって金線を使用した。これを図 3.17に示す。

図 3.17: ADR salpill 2 号機の金線の構造

使用する金線の直径及び本数は、磁場垂直面に対する全断面積と、熱の流れの time scale の関係できまる。全断面積が大きいと誘導起電力の発生が大きくなる。しかし本数があまりに少なく磁場垂直面に対する金線間隔が大きいと、今度は熱平衡状態に達する時間が長くなり、素子の冷却や温度制御に支障をきたす。よって以下のように考える。

金線の直径を $r$、本数を $n$ とおく。この時の金線の全断面積は $n\pi r^2$ できまる。これが saltpill 自身の断面積の 1% 程度にしたい。これは外筒に SUS を使用した場合、最低限必要な厚さを 0.5 mm 厚として、この外筒の断面積が全断面積の 7-8% だからである。全金属の断面積を 10% 程度にしたい。 saltpill の直径は 25 mm$\phi$ なので、これより

$$D_{Au} = n\pi r^2 \sim \pi\left(\frac{2.5}{2}\right)^2 \times 0.01 = 0.032\ \mathrm{cm}^{\ 2} \tag{3.32}$$

次に熱の流れの time scale は、最も時間のかかるのは磁場垂直方向の金線 — 金線間の FAA の熱のやりとりと思われる。金線の間隔は近似すると、カプセル全断面積を金線本数で割り、これの平方

根と考えられる。よって金線間隔 d は

$$d = \sqrt{\pi\left(\frac{2.5}{2}\right)^2/n} \tag{3.33}$$

結晶の熱伝導率の例として、 CrK ミョウバンを考える。 CrK の熱伝導 $\kappa$ は

$$\kappa = 53 \times T^{\ 3}\ \mathrm{mW/cm-K^4} \qquad (0.16 - 0.29\ \mathrm{K}) \tag{3.34}$$

格子比熱が $C_{\mathrm{L}} \sim 10^{-5}T^3\ \mathrm{J/cm^3K}$、フォノン速度 $v \sim 10^5\ \mathrm{cm/s}$ より、フォノンの平均自由行程 $l$ はフォノンによる熱伝導率の公式より

$$\kappa \sim \frac{1}{3}lC_{\mathrm{L}}v \qquad l \sim 2\ \mathrm{mm} \tag{3.35}$$

よって数 mm 程度の間隔内の結晶は温度が一様とみなしてよいと思われる。ただしこれは単結晶の値であり、これほどの極低温になると $\kappa$ は結晶の大きさに依存してくるので、結晶が小さいと $\kappa$ は数分の 1 に劣化する。また粉末状にすると結晶間の熱伝導が問題となってくる。さらに金線 — 結晶間の熱伝導が問題になることをさけ、結晶は内部で再結晶化させる。

上をふまえ、本論文の saltpill は 0.2 mm$\phi$ の金線を 160 本垂直方向に走らせる構造にした。金線間隔は 1.2-1.4 mm である。このときの断面積は

$$D_{Au} = 160 \times \pi\left(\frac{2.0 \times 10^{\ -2}}{2}\right)^2 = 0.0503\ \mathrm{cm}^2 \qquad \frac{D_{Au}}{D_{all}} = \frac{0.0503}{4.91} = 0.0102 \tag{3.36}$$

よって全表面積に対し 1% 程度の寄与である。金線は図 3.18のように、金線を通すための穴のあいたガラスエポキシの張り板 2 枚で張る形をとっている。穴の位置は図 3.16の A–A である。張り板には 2 枚の距離及び位置を固定するための棒の差し穴が 3 つある。棒は重量、耐強酸性、耐極低温性を考慮してアクリル棒を採用した。これにネジ山を切ってアクリルナットで板を固定する。

図 3.18: 張り板に通した saltpill2 号機の金線

上下方向に延びた金線は束ねられてカプセルの外に飛び出し、熱リンク用銅部品へ半田で接続される。しかし銅および半田は耐酸性が悪く、きれいに硫酸に溶解されてしまう。よって両側ふたの中央にあけた 6 mm$\phi$ の穴から金線を飛び出させ、ここをエポキシ接着剤 (STYCAST 2850FT) ですき間をふさぐ手法をとることにした。ここは saltpill の中で最も難しい箇所で、ピンホールが存在するだけで結晶の析出が起こる可能性があるので十分注意が必要である。

耐強酸性

FAA は結晶成長時に硫酸溶液を使用する。また溶けた時に硫酸化物を生成するため、 saltpill の構成する部品は、内側に面した部分は全て硫酸には溶けない耐硫酸性の材料にしなければならない。

よってカプセルの外枠は強度を考えてステンレス –SUS304 を使用した。ステンレスは Fe を主成分とし、 Cr、 Ni の成分割合を変えてその用途別にあわせた多くの種類があるが、 SUS304 はそのうち最も代表的なもので強度、耐酸性ともに問題無く、手に入りやすい材料である。この場合ステンレスは比較的密度が高いので、重量を考慮して外筒は薄く 0.5 mm 厚にした。

ふたとの接合部分は溶接や銀ロウ付けが最適だが、構造上ふたの中央をふさぐエポキシ部分が加熱されてしまう。 STYCAST 2850FT は限界温度 130 °C で、温度に強いエポキシ接着剤でも 180 °C が限界である。一方ステンレス溶接の際にはステンの融点 $\sim$1400 °C まで加熱される。銀ロウでも 700-900 °C まで加熱する必要があるため、ふたと外筒の接着の際にエポキシが炭化してしまう。この場合、前に述べたように saltpill は 6 本のケブラーひもで吊す形で導入され、 saltpill の垂直方向に対し $\sim$10 N の力がかかる。これに接着部分が耐えられるかどうかも問題となる。

耐外圧性、耐極低温性

あたりまえだがデュワー内は高真空状態のため、 saltpill の内部を大気圧に保つために気圧に耐えられる構造を必要とする。また saltpill は ADR で最も冷える部分なので、構成材料は全て 300 K$\sim$100 mK で壊れないものである必要がある。よって構成部品の接着に使用する接着剤にはエポキシが最適と考えられる。

ちなみに構成した物質の熱膨張率は、表 3.7のようになっている。これをみると、ステンレス – エポキシ間に若干の違いが見られる。

| 部品 | 物質 | 熱膨張率 |
|---:|---:|---:|
| | | × $\frac{10^{-4}\times(L_{293}-L_T)}{L_{293}}$ 単位なし @20 K |
| 外枠 | ステンレス | 29.7 |
| 金線 | 金 | 40-45 くらい |
| 接着剤 | エポキシ | 40 |
| 張り棒 | (ナイロンまたはテフロンなど) | 150-200 |

表 3.7: Thermal expansion rate of saltpill's components

結晶の導入方法

一般の断熱消磁冷凍では、大きな結晶をカプセルに導入したり結晶を粉状にして液状接触媒体 (Apiezon-N など) で練ったものを導入したりする方法が用いられたりしているが、これはカプセルの容積を生かしきれなかったり、熱伝導率に問題があったりする。よって saltpill 2 号機では内部で結晶を育てる方法をとる。この場合、カプセルの 95% 程度をふさいだ状態で結晶導入用の入口を作り、注入後に入口を塞ぐ。

図 3.19に FAA 注入口の構造を示す。 detector table 側に溶液注入口となるパイプが 2 本付けら

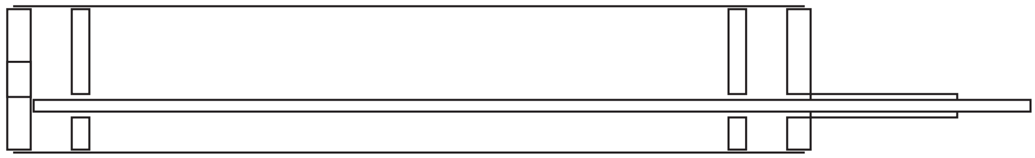

図 3.19: saltpill 内に FAA を育てるための構造

れ、ここから溶液注入用のパイプを差し込む。金線の張り板 (ガラスエポキシ) にも穴があり、ここも通して反対側のふた部分まで通す。これは結晶を底面から徐々に成長させるためであり、仮に中間部分に成長した部分があると、結晶成長後の排液を内部に閉じ込めてしまう。排液は徐々に結晶を破壊してしまうので、これを可能な限り内部に残さないように成長させる必要がある。

部品構成

以上より、 saltpill の構成部品は以下のようになる。

1. 外筒及び上ふた (ヒートスイッチ側)、下ふた (detector table 側)
2. 熱リンク用銅部品 2 つ (ヒートスイッチ側及び detector table 側)
3. 張り板 2 つと張り棒 3 本
4. 溶液注入用パイプ 2 本
5. 金線 (0.2mm$\phi$)
6. FAA

### 3.7.4 ふた部分の密封方法

結晶の熱伝導率は極低温にて極端に低下し、それは金属に比べ 1000 分の 1 以下である。しかし第 3.1.6章に述べたように、 1 K をきるような極低温で熱リンクをとる場合、問題となるのは物質の熱伝導率ではなく固体間の熱接触抵抗である。

温度 $T_{\rm H}$ と $T_{\rm c}(T_{\rm H} > T_{\rm c})$ の接触面を通じて移行する熱量は、

$$\dot{Q} = \beta A(T_{\rm H}^{n+1} - T_c^{n+1}) \tag{3.37}$$

ここで $\beta$ は熱伝導率の変形で (W/cm$^2$-K$^n$) の単位をもつ。 A は接触面積である。 $T_{\rm H} - T_{\rm c} = \delta T$、$\delta T \ll T_{\rm H}$ の場合、

$$\dot{Q} \sim \beta'(n+1)AT^n\delta T = \alpha AT^n\delta T \tag{3.38}$$

例として固体間の熱接触抵抗の実験値を表 3.8に示す。金の熱伝導率は 1 K あたりで 4000 mW/cm-K ほどなので、これより saltpill の場合では金 –FAA 間、金 – 銅間の熱接触、とりわけ接触面積を大きくすることが重要となる。

金 –FAA 間は、 FAA 結晶を直接金線の通る satpill 内で成長させるため、これ以上接触面積の向上はないだろう。問題は金 – 銅間で、これにはネジ圧着か半田などの接触方法があるが、構成材料の

| 接触物体 | 接触媒体 | $\alpha$ | n | 測定領域 | 研究者 |
|---|---|---|---|---|---|
| FAA 単結晶と<br>水晶単結晶 | Apiezon ”J”、または<br>絶縁ニスとトルエン | $1 \times 10^{5}$ | 2.7 | 0.09-0.3 | Wheatley [27] |
| CMNー CMN 単結晶 | 絶縁ニスとトルエン | $1.4 \times 10^{4}$ | 2.4 | 0.05-0.31 | Hart [28] |

表 3.8: 固体間の熱接触抵抗

耐硫酸性とコスト、大きさに対する制限などを考慮するとネジ圧着は不適当となり、かつ金線を直接 saltpill の外部へ露出させる必要がある。

これは saltpill 構造の最も難しい部分で、金線を飛び出さす方法、ここをシールする方法、銅部品と接続する方法、その順序に十分な対策が必要である。

**saltpill 1 号機 — 東芝研究所製の場合**

東芝研究所で製作された saltpill 1 号機は、ふた部分の接着方法として以下の順序でおこなった。

1. 金線と銅部品を半田接着
2. ふたから飛び出した金線のすき間部分をエポキシ接着で埋める
3. ふたと外筒を溶接

この場合、溶接を使用しているため真空に対する強度が最もよく、結晶漏れもまったく生じない。ただし先に述べたように、溶接によるエポキシ接着剤の炭化が生じたため、数台の saltpill を作成して溶接方法の最適化を測っている。

**saltpill 2 号機 — 都立大研究室製の場合**

saltpill 2 号機では溶接方法ではなく、ふたと外筒との接着方法もエポキシ接着にしている。これは溶接方法の最適化を測る必要性をなくすための処置で、部品組み立て以降の作業は全て本研究室で行なわれた。この方法の場合エポキシ接着剤の炭化は免れるものの、ケブラー wire の張力に耐えられるか、カプセルが真空に耐えられるか、結晶洩れが生じないようすき間を作らずに製作できるかが鍵となる。

### 3.7.5 結晶の成長方法

FAA は市販で購入できるものなので、これを溶液にしてカプセル内にて再結晶化させればよい。FAA を溶かし込む溶媒には硫酸 7% 溶液を使用する。

育て方は Wisconsin 大学 X-ray group が作成したマニュアルを参照した。これによると、 FAA を硫酸溶液に 2 : 1 の割合で 37-39°C の状態で溶かし込む。完全に溶けた状態でフィルター付きのロートでカプセル内に流し込む。作成した FAA 溶液の内、約 50% が再結晶化して残りは排液となる。これは注入口から排出する。溶液注入パイプをいれたまま成長させてしまうとパイプがとれなくなるため、これは注入後速やかにとる。一気に成長させてしまうとすき間ができたり、排液を中に閉じ込めてしまうので、少しずつ (5-10 g) 成長させる。

結晶は溶液の割合が factor 1-2 かわっても成長することができる。実際、排液だけでも 1-2ヵ月すれば排液容器内にきれいな 8 面体の結晶が成長する。しかしこの場合、溶液中で結晶化する割合が小さく、結晶中に排液を取り込んでいる可能性が高い。また割合があまりに違うと白い粉状のものが沈澱するだけで結晶にはならない。この点においても、カプセル内に残る排液は可能な限り除去する必要がある。また再結晶化途中の部分も次の溶液の割合を変える可能性があるので次の FAA 注入前に硫酸溶液で溶かし出す。

結晶作成に最も重要なのは温度管理である。特に FAA を溶解させる時の温度は 37-39°C に保たなければならない。もし 39.5°C にしてしまうと FAA の分子を完全に破壊してしまって悪い結晶しかできなくなる。 saltpill は結晶を育てる際にはほぼ BLACK BOX 化しているため、全ての行程は丁寧に行なう必要がある。

# 第 4 章

# 到達温度、保持時間の理論計算と冷却試験結果

第 3章では本 ADR の具体的なシステムを示したが、ここではそのシステムによって見積もられる性能と、主要な断熱消磁試験結果について述べる。冷却試験結果と理論計算値との比較をすることで、製作したデュワーの断熱能力や saltpill の能力、 X 線動作環境としての能力を評価するものである。

まず第 4.1~4.3章で、本 ADR で見積もられる性能の理論計算を行ない、期待される冷凍サイクルの保持時間などを示す。次に冷却試験の具体的な方法を述べ (第 4.4章)、冷却試験結果から冷凍機の性能を導き、これと理論計算値を比較する (第 4.5章)。最後に、本研究室独自に製作した saltpill 2 号機の断熱消磁試験と、 ADR デュワーを横にした状態での試験結果を第 4.6章に示す。

ただし極低温、特に 100 mK 以下における温度測定や流入熱、比熱測定は一般に難しく、特に本 ADR においては実験目的に応じて極低温部の部品、構造材料を変換している。よって断熱消磁試験については冷凍サイクルを中心に述べ、 saltpill の能力についてのくわしい解析は第 5章以降で述べることにする。

## 4.1 熱流入と極低温持続時間の理論計算

上で述べてきた周辺機器の特性と断熱のための配線などの処置から、真空容器の外部及び高温部から、低温部すなわち ADR 本体に流れる熱量が計算され、これより、今回製作した ADR の最低到達温度、持続時間などの性能が実際にどの程度見込まれるものなのかを理論的に算出する事が出来る。

ADR 本体を形づくる要素、部品全ての熱容量などを具体的に計算することはとても困難だが、理論的に考えられる熱流入の種類の中には、振動熱のように現状では測定のしようがない、べつの設定の中での精密測定を必要とするものもあるので、ここではこのようなものに関しては無視することにし、最低どの程度の熱流入が見込まれ、少なくともどの程度の間、最低温度が持続するものと予想できるかを冷却試験前に簡単に見積もるものである。

### 持続時間についての考え方

低温部に流れる熱の種類は、上で述べたように大きく分けて輻射熱、支持材料をつたっての固体伝導熱、機械振動熱、熱伝達用の導体で発生する渦電流などがある。ここで、熱流入に関しては二種類あり、一つは ADR デュワーのもっとも高温すなわち真空容器 (約 300 K) から、 He tank 内に注入されたヘリウム (約 2~ 4.2 K) に流れる熱、もう一つはヘリウムから ADR の中枢、ソルトピルへと流れる熱である。

300(K) の高温部分の熱は熱平衡状態に達するまで低温部へと流れていくが、ヘリウムが存在する限り He tank より内側は低温を保つことができる。よって、高温部から流れる熱の大半は全て、このヘリウムの蒸発及び He tank の温度上昇に使用されると考えて差し支えない。また ADR 中枢に流れる熱はこれより、約 1~2 K に保たれた He tank からの輻射熱や、ケブラーをつたって入る伝導熱を考慮することでよいはずである。

持続時間についてはこれより、ヘリウムがすべて蒸発するまでの時間と、もう一つの detedtor table の温度を保てる時間の 2 種類のうち、短い方を持続時間とする。

ヘリウムがほんの少しでも存在する限り、理論的には、 He tank と ADR 本体との接続部分であるマグネットアダプタはヘリウム温度であり、 ADR 中枢への大半の熱流入は、ヘリウム温度からの流入と考えられる。もちろん実際はヘリウムがある量以下まで蒸発した時点で、 He tank 及び ADR の中枢以外の部分は温度上昇をしはじめるので、温度計を用いての実測をする必要があるが、おそらくこれは分単位でしか変わらないであろう。ヘリウムが完全になくなると、それまでヘリウムが食い止めていた高温部からの熱が全て直接 ADR 本体まで伝わることになり、 ADR 本体の温度は急激に上昇する。急激にと言っても、アルミ合金でできた He tank の熱容量はヘリウムの蒸発熱と比べてかなり大きいので、目に見えてというわけではないが、熱浴がなくなった以上、 ADR 本体への熱流入を食い止めていたものはなくなる。よって、通常は ADR 中枢がある温度だけ上昇するのにかかる時間を持続時間とする考え方が正しいが、ヘリウムがなくなった時点でも最低温度はすぐにやぶれてしまうと予想でき、どちらか短時間に見積もられた方が、この ADR に予想される持続時間と考えられる。

## 4.2 高温部からヘリウムへの熱流入

### 4.2.1 輻射熱

多層断熱方法を利用して実際に熱制御フィルムを巻いた箇所は、簡単には図 4.1のようなかたちになる。

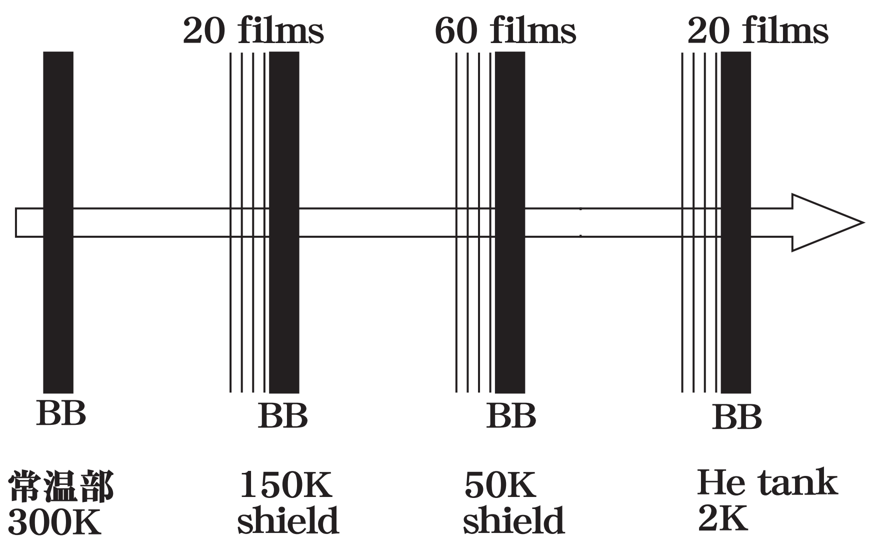


図 4.1: 実際の多層断熱の様子

図 3.2をみてわかるように、デュワーのアルミ合金 radiation shield の部分にも熱制御フィルムを

巻いている為、外側及び内側ガラスエポキシにはそれぞれ合計 20、 60 枚まいていることになる。もちろんこの 130K、内側ガラスエポキシのアルミ合金筒も多層断熱の役割を果たすものなので、結局内側ガラスエポキシには 62 枚あることになる。また He tank には 20 枚である。なお、各黒体の表面積は全て等しいものとする。

まず温度分布がわからない状態として考えてみる。この時常温部を $T_{\mathrm{H}}$、 150K shield を $\mathrm{T}_1$、 50K shield を $\mathrm{T}_2$、 3K の He tank を $T_{\mathrm{L}}$ とおくと、それぞれの黒体間の放射熱 $Q(W)$ は

$$Q_1 = \frac{S_1\epsilon^2\sigma}{(20-1)+2\epsilon} \quad (T_{\mathrm{H}}^4 - T_1^4) \quad \mathrm{(W)} \quad (\text{常温部}300\ \mathrm{K}\rightarrow \mathrm{T}_1) \tag{4.1}$$

$$Q_2 = \frac{S_1\epsilon^2\sigma}{(62-1)+2\epsilon} \quad (T_1^4 - T_2^4) \quad \mathrm{(W)} \quad (T_1\rightarrow T_2) \tag{4.2}$$

$$Q_3 = \frac{S_1\epsilon^2\sigma}{(20-1)+2\epsilon} \quad (T_2^4 - T_{\mathrm{L}}^4) \quad \mathrm{(W)} \quad (T_2\rightarrow T_{\mathrm{L}}) \tag{4.3}$$

ここで $\mathrm{S}_1$ は一番外側の真空容器の全表面積である。計算しやすくするため、定数 $A$、$B$ を次のように定義する。

$$A = \frac{S_1\epsilon^2\sigma}{(20-1)+2\epsilon} \quad B = \frac{S_1\epsilon^2\sigma}{(62-1)+2\epsilon}$$

よって上式は次のように書き換えられる。

$$\frac{Q_1}{A} = (T_{\mathrm{H}}^4 - T_1^4), \quad \frac{Q_2}{B} = (T_1^4 - T_2^4), \quad \frac{Q_3}{A} = (T_1^4 - T_{\mathrm{L}}^4)$$

放射熱 $Q$ がそれぞれの黒体間ですべて等しいとおくと、上の三式の両辺を全て足して、

$$(\frac{2}{A} + \frac{1}{B})Q = (T_{\mathrm{H}}^4 - T_{\mathrm{L}}^4) \quad \mathrm{(W)}$$

よって

$$Q = \frac{AB}{A+2B}(T_{\mathrm{H}}^4 - T_{\mathrm{L}}^4) \quad \mathrm{(W)} \tag{4.4}$$

実際に値を代入すると、 $S_1$=0.818 $\mathrm{m}^2$ より $A$、$B$ は $\epsilon$=0.1 として

$$A = \frac{0.818\times 0.1^2\times 5.67\times 10^{-8}}{19.2} \sim 2.416\times 10^{-11}\ \mathrm{K/W}$$

$$B = \frac{0.818\times 0.1^2\times 5.67\times 10^{-8}}{(61.2} \sim 7.579\times 10^{-12}\ \mathrm{K/W}$$

ここで $\sigma$ はステファン - ボルツマン定数 ($5.67\times 10^{-8}$ W/$\mathrm{K}^4$-$\mathrm{m}^2$) で、これより放射熱 Q は、 $\mathrm{T}_{\mathrm{H}}$=300 K、$\mathrm{T}_{\mathrm{L}}$=2 K として、

$$Q = \frac{2.416\times 10^{-11}\times 7.579\times 10^{-12}}{2.416\times 10^{-11} + 2\times 7.579\times 10^{-12}}(300^4 - 2^4) \sim 37.72\ \mathrm{mW} \tag{4.5}$$

これは、 He の蒸発熱が 728 mW-h/$\ell$ より単位時間当りの He の蒸発量がだされ、

$$\frac{37.72}{728} = 51.8\ \mathrm{m}\ell/\mathrm{h}$$

となる。 He tank にはヘリウムが約 7.1 $\ell$、減圧しても約 4.2 $\ell$ は存在すると考えられるので、よって放射熱だけでは約 80 時間ヘリウムが存在すると見積もられる。もちろんこれは放射熱のみでの考え方なので正しくはない。固体熱伝導なども考えて初めてこれは計算できる。

式 4.1〜 式 4.3より、 $T_1$ 及び $T_2$ を導くことができる。式 4.5の $Q$ を代入して、

$$T_1 = (300^4 - \frac{Q}{A})^{\frac{1}{4}} \sim 284.4 \text{ K} \tag{4.6}$$

$$T_2 = (2^4 + \frac{Q}{A})^{\frac{1}{4}} \sim 198.8 \text{ K} \tag{4.7}$$

これより、冷却が問題なく行われている場合での各部の温度が予想できる。もちろんこれも放射熱のみを考慮した場合なので正確ではない。

実際の支持材料の温度分布は、 vapor cooling による各リング部分の温度による。これは、金属部品からの熱流入が輻射熱よりはるかに大きいためである。これより各部分の温度は輻射熱にほとんど影響なく決まっていると思われる。

冷却試験によって支持材料の ring 部分の温度はそれぞれ、 150Kring で 170 K、 50Kring で 47 K と測定されている。アルミ合金 radiation shield もおそらくこの温度で保たれていると考えられるので、 2-300 K 間の輻射熱はこの radiation shield ごとでキャンセルされると思われる。よって shield ごとの熱制御フィルムは 170-300 K 間で 40 枚、 50-170 K 間で 40 枚、 2-50 K 間で 20 枚と考えることができ、これより見積られる輻射熱は、

$$Q_1 = \frac{0.01}{39.1} \times 0.818 \times 5.67 \times 10^{-8} (300^4 - 170^4) \sim 86.2 \text{ mW} \qquad (300\text{K} - 150\text{K}) \tag{4.8}$$

$$Q_2 = \frac{0.01}{39.1} \times 0.517 \times 5.67 \times 10^{-8} (170^4 - 50^4) \sim 6.22 \text{ mW} \qquad (150\text{K} - 50\text{K}) \tag{4.9}$$

$$Q_3 = \frac{0.01}{19.1} \times 0.440 \times 5.67 \times 10^{-8} (50^4 - 2^4) \sim 0.1 \text{ mW} \qquad (50\text{K} - 2\text{K}) \tag{4.10}$$

おそらくこれが妥当な輻射熱の値であろう。

### 4.2.2 支持材料からの固体伝導熱

固体伝導熱としては、アルミ合金及びガラスエポキシをつたって流れる熱が考えられる。侵入経路は構造図をみれば分かるとおり、真空容器から外側エポキシ、 170Kring、内側エポキシと 50Kring、He tank とつづく。 He tank の上端がヘリウムによって 2 K に保たれているとすると、この経路を伝わって入る熱量、及び各部の予想温度が割り出せる。しかしここでも、 Vapor Cooling によってリングの温度は固定されていると考えられる。よって、各部分への熱流入は決まった値を割り出せる。

下の表 4.1に各部分の物質及び大きさを示す。ここで真空容器及びガラスエポキシをつなぐアルミ合金 raidation shield は熱伝導が非常に良いので考えず、ガラスエポキシ部分のみを考える。

ここでアルミ合金の長さは、ふたの部分では外側と内側で断面積がちがうため、側面の長さにプラス 5 cm することで近似した。

熱伝導の方程式は、以前に示した通り式 3.12で表すことができるが、これはかなり近似したかたちの方程式で、実際の熱伝導の方程式は、

| 番号 | 部品名 | 物質 | 熱の方向 | 断面積 ($cm^2$) | 長さ (cm) | 温度 (K) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 外側ガラスエポキシ | ガラスエポキシ | 垂直下 | 11.64 | 35.00 | 170-300 |
| 2 | 外側アルミ合金 | アルミ合金 | 垂直上 | 11.0 | 39 | ~170 |
| 3 | 内側ガラスエポキシ | ガラスエポキシ | 垂直上 | 9.750 | 35.00 | 50-170 |
| 4 | 内側アルミ合金 | アルミ合金 | 垂直上 | 9.75 | 22 | ~50 |

表 4.1: デュワー各部の特性

$$f = k(T)S\frac{\delta T}{\delta x} = const \tag{4.11}$$

S は材料の断面積、 $x$ は材料の高温側の端を基点とした低温側への距離である。熱のフラックス $f$ は一定のため、全ての場所で ‘同じ値となる。

さて、上の式より温度 $T$ と距離 $x$ との関数が導ける。熱伝導率 $k(T)$ は、 $T$ を横軸にした両対数グラフにすると直線グラフとなるため、 $T$ の関数として $k(T) = A_1T^{A_2}(A_1, A_2$ は定数) と表せる。この関数を代入すれば上の積分式がとける。

実際の物質ごとの熱伝導率は文献に載っている値を参照して導いた [16]。表 4.2に値を示す。

| 材料名 | T=0.1 (K) | 0.4 (K) | 1 (K) | 4 (K) | 10 (K) | 40 (K) | 80 (K) | 150 (K) | 300 (K) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| アルミ合金 | | | 7 | 30 | 82 | 340 | 650 | 800 | 1200 |
| 銅 - ニッケル | 0.06 | 0.3 | 0.9 | 5 | 20 | 120 | 200 | 250 | |
| 軟ガラス | | | 0.15 | 1.15 | 1.9 | 2.6 | 4.6 | | |
| テフロン | 0.0002 | 0.004 | 0.04 | 0.45 | 0.95 | 1.96 | 2.3 | | |
| ナイロン | 0.0005 | 0.0052 | 0.025 | 0.125 | 0.39 | | | | |
| ステンレス | | | 0.59 | 2.5 | 7 | 46 | 80 | 110 | 150 |

表 4.2: 種々の物質の各温度ごとの熱伝導率 (mW/cm-K)
アルミ合金の組成:Al94,Mg4.5,Mn0.7 銅 - ニッケルの組成 Cu70,Ni30

これより、近似曲線から導かれる熱伝導率の関数は、

$$k(T)_{\mathrm{G}} = 0.475T^{0.50739} \qquad \text{(ガラス)} \tag{4.12}$$

$$k(T)_{\mathrm{Al}} = 9.3T^{0.96981} \qquad \text{(アルミ合金)} \tag{4.13}$$

$$k(T)_{\mathrm{SUS}} = 2.8T^{0.741} \qquad \text{(ステンレス)} \tag{4.14}$$

$$k(T)_{\rm tef} = 0.102T^{0.9761} \qquad (\text{テフロン}) \tag{4.15}$$

$$k(T)_{\rm nai} = 0.0226T^{1.237} \qquad (\text{ナイロン}) \tag{4.16}$$

これより、各 ring 間の伝導熱は

$$Q_1 = \frac{11.64}{35}\int_{170}^{300} k(T)_G dT \sim 327\text{mW} \qquad (170 - 300\ \text{K}) \tag{4.17}$$

$$Q_2 = \frac{9.75}{16}\int_{50}^{170} k(T)_G dT \sim 372\ \text{mW} \qquad (50 - 170\ \text{K}) \tag{4.18}$$

$$Q_3 = \frac{9.75}{16}\int_{2}^{30} k(T)_G dT \sim 70\ \text{mW} \qquad (2 - 50\ \text{K}) \tag{4.19}$$

固体熱伝導としては、これのほかに温度計配線の伝導熱、常温部まで延びるヒートスイッチ用ケブラー wire からの流入熱、マグネットコイル配線の熱伝導、 He 注入口 — タワーからの伝導熱が考えられる。

温度計配線の場合、各温度計によって配線の長さが異なるが、大きく見積もりたいため 20 本全て 300 K∼2 K の長さとする。このときの伝導熱 $\mathrm{W}_{Th}$ は、

$$W_{Th} = \frac{3.17\times 10^{-5}(\text{cm}^2)}{130(\text{cm})}\times 0.14(\text{W/cm} - \text{K})(300 - 2)\times 20 \sim 0.203\ \text{mW} \tag{4.20}$$

ヒートスイッチ用ケブラー wire は本 ADR の部品の中で 300K の温度間を結ぶ数少ない構成材料の一つである。これの流入熱は

$$W_{Kevlar} = \frac{1}{2}\times\frac{0.0177(\text{cm}^2)}{15(\text{cm})}\times 3(\text{mW/cm} - \text{K})\times 300 \sim 0.5\ \text{mW} \tag{4.21}$$

またマグネットコイルの伝導熱 $W_{\rm M}$(ADR が作動していない時) は、リード線後の配線で

$$W_{\rm M} \sim 120 - 160\ \text{mW} \tag{4.22}$$

マグネットコイルの配線を説明したときの値と比べて分かるように、コイルに 0.1(A) 流した時の熱の流入は固体伝導熱によるものがほとんどである。この値はコイル配線の銅線部分の流入熱だが、高温超伝導体がヘリウムタンクとの間に入っているため、流入熱はこの High Tc の流入熱と考えられ、

$$W_{\rm M'} \sim 30\ \text{mW} \tag{4.23}$$

タワーの熱伝導は、間にベローズがはいっているため、厳密には断面積の異なる方程式を数個連立する必要がある。しかしベローズは厚さが 0.1 mm 以下で、断熱はほとんどこのベローズがおこなっているとみてよい。

この時、問題なのはベローズの高温側の温度をいくつと定義するかで、単純に考えれば最大値として 170 K を代入してみる。使用しているベローズの断面積は 0.1185 cm$^2$ と見積られるので、これより

$$W(T) = \frac{0.1185}{12}\int_{2}^{170} k(T)_S dT \sim 121\ \text{mW} \qquad (2 - 170\ \text{K}) \tag{4.24}$$

蒸気冷却による断熱から考えればこれよりも流入熱は小さい。

### 4.2.3 ADR マグネットコイルの発生熱

ADR を作動させた際に生じる熱はコイルの位置で考えれば、 He tank 及び ADR 本体を暖める熱と一見思われるが、マグネットコイルへ電流を流すときにはコイル及びリード線は超伝導状態の為、二つともジュール熱が発生しない。よって発生するジュール熱は銅線部分となり、これは外側ガラスエポキシ部分を暖める熱となる。この熱の総量は式 3.30の結果をそのまま使用する。マグネットコイル配線によって発生する熱は式 3.30より約 3.3 W で、上の固体伝導熱と比べてもかなりおおきい。しかしこの熱は直接 He tank を温めるものではなく、また、このジュール熱の発生は ADR 作動時の中でも等温変化の数時間であり、断熱消磁の時には配線の熱伝導の方が支配的になる。よって、この配線がヘリウムおよび冷却に及ぼす影響よりも、むしろ配線の表面温度に注目すべきと考えられる。

もちろん 8 A 流した時の発生熱は、内部温度や断熱に一時的に大きな影響を及ぼすため、等温変化の際には注意が必要である。この熱発生がリード線高温側、低温側、 150Kring に急激な温度上昇をもたらせば、断熱消磁はできなくなる。

### 4.2.4 液体ヘリウムの消費量および持続時間

上で述べたそれぞれの熱の流入より、 He tank 内部のヘリウムがどれくらい持つものなのかをおおまかに導くことができる。

熱の流入の総量は単純に値の和である。式 4.10、式 4.19、式 4.20、式 4.23、式 4.24より、全流入熱 $Q_{all}$(2-300 K) は、

$$Q_{\rm all} \sim 221 \text{ mW} \tag{4.25}$$

よってヘリウムの持ち時間は、

$$\frac{728 \times 7.1}{221} \sim 23.4 \text{ hours} \tag{4.26}$$

この値は式 4.17、式 4.18は含んでいない。これは、式 4.17、式 4.18の計算結果は蒸気冷却による効果をあらわす量であり、この流入熱は蒸気冷却によってキャンセルされる。

式 4.26は He tank の容積から単純計算した値で、減圧時にヘリウムはかなりの量を失う。減圧時のヘリウム消費量は tank 内の全ヘリウム量に対し、 3 K で 27-28 %、 2 K で 37-38 %、 1 K で 45 % に達する。よって実際の持続時間計算に使用するヘリウム量は 60-65 %—4.2-4.6 $\ell$ になる。よって

$$\sim 13.8 - 15.2 \text{ hours} \tag{4.27}$$

上で述べた蒸発時間で注意しておきたいのは、高温部から流入してくる熱がすべてヘリウムの蒸発熱として使われたと仮定して行った計算であり、 He tank 等の温度上昇には一切使われていないとしている。少なくともこれだけの持続時間は期待できる。

## 4.3 ヘリウムから ADR 中枢への熱流入

### 4.3.1 輻射熱

ADR 中枢へかかる輻射熱は、 saltpill をおおう形になる ADR 中央の穴の表面積 $S$ ということになる。穴の直径は 12 cm、側面の高さは 23.5 cm より、

$$S = 3.14 \times 0.12 \times 0.235 + 2(3.14 \times \frac{0.12^2}{2}) = 0.111 \text{ m}^2$$

$$Q = 0.111 \times 5.67 \times 10^{-8} \times 6^{4} = 8.2\ \mu\mathrm{W} \tag{4.28}$$

He tank の温度は、LHe のない場所から上昇しているので、平均 6 K と予想した。これは saltpill へ直接かかる熱であればかなり大きな熱と思われるが、その大部分は HS や超伝導マグネットに隠れているので直接はいかない。He tank 延長筒だけは saltpill に直接輻射がかかるが、この熱は 2.5 K として、

$$Q = (3.14 \times \frac{0.12^{2}}{2}) \times 5.67 \times 10^{-8} \times 2.5^{4} = 25\ \mathrm{nW} \tag{4.29}$$

### 4.3.2 ケブラーその他をつたう伝導熱

ケブラーは合成樹脂でできているので、その熱伝導率は大体テフロンとナイロンの中間をとるものと予想できる。テフロンおよびナイロンの熱伝導率の方程式は、表 4.2より、

$$k(T) = 0.0401T^{2.47646}\ (\mathrm{mW/K-cm})\ (1\ \mathrm{K}以下でのテフロン) \tag{4.30}$$

$$k(T) = 0.025T^{1.70311}\ (\mathrm{mW/K-cm})\ (1\ \mathrm{K}以下でのナイロン) \tag{4.31}$$

使用しているケブラーは 1.5 mm$\phi$ を四等分したものなので、断面積は大きく見積もっても

$$\frac{1}{4} \times \pi(\frac{0.15}{2})^{2} \sim 2.94 \times 10^{-3}\ \mathrm{cm}^{2} \tag{4.32}$$

ケブラーが支えている部分の長さは平均して 3.75 cm より、よってテフロンの場合の伝導熱は、式 4.30より、

$$f_1 = 6 \times \frac{2.94 \times 10^{-3}}{3.75} \times \int_{0.06}^{2} 0.0401T^{2.47646}dT \sim 299\ \mathrm{nW} \qquad (0.06-2\ \mathrm{K}) \tag{4.33}$$

同様にナイロンの場合、

$$f_1 = 6 \times \frac{2.94 \times 10^{-3}}{3.75} \times \int_{0.06}^{2} 0.025T^{1.70311}dT \sim 813\ \mathrm{nW} \tag{4.34}$$

もうひとつの計算方法として、Pobell"Matter and Methods at Low Temperatures" second edition の値がある。ここにある Kevlar49 の値から、4 K-0 K の場合、

$$f_1 = 6 \times \frac{2.94 \times 10^{-3}}{3.75} \times 0.327 = 1.53\ \mu\mathrm{W} \tag{4.35}$$

0.06-2 K の場合、

$$f_1 = 6 \times \frac{2.94 \times 10^{-3}}{3.75} \times \int_{0.06}^{2} 0.039 \pm T^{1.17}dT = 356\ \mathrm{nW} \tag{4.36}$$

値に大きな差が生まれているのは、極低温 0.1 K 以下における熱伝導率が表 4.2においてとても小さいことからくる。上の値より、ケブラーの伝導熱は 500 nW 程度と考えられる。

固体伝導熱としては He tank から detector stage へ配線される NbTi 線の熱がある。NbTi 線は超伝導になるのでとても小さい。Pobell"Matter and Methods at Low Temperatures"の値より、0.1 mm$\phi$ の NbTi 線の伝導熱は、断面積 $\sim 7.85 \times 10^{-5}\ \mathrm{cm}^{2}$ より、4 本で

$$f_{NbTi} = 4\frac{7.85 \times 10^{-5}}{8}(\int_{1}^{4}(0.05+0.26T)dT + \int_{0.06}^{1}(0.15-\frac{0.27}{3}T^{3})dT \sim 84\ \mathrm{nW} \tag{4.37}$$

$(0.06-4.2\ \mathrm{K})$

$$f_{NbTi} = 4\frac{7.85\times10^{-5}}{8}(\int_{1}^{2}(0.05+0.26T)dT + \int_{0.06}^{1}(0.15-\frac{0.27}{3}T^{3})dT \sim 19.3 \text{ nW} \quad (4.38)$$

(0.06 – 2 K)

固体伝導熱はケブラーからのものが支配的なことが分かる。なおこの計算値は FAA の典型的な動作温度、 60 mK への熱流入とした。

### 4.3.3 比熱計算

detector table の熱容量は、大部分が saltpill 中の FAA のものとなるので、 He tank と同様、ここでも detector table の熱容量は FAA のもののみを考え、 saltpill のカプセルや detector のものは無視する。

使用している saltpill の比熱は式 2.10から導出できる。これらは近似計算であって実際の値とは数 % の誤差をつくりだすものの、おおよその見積もりはできる。 saltpill カプセルの重量より、 FAA 結晶の充填量は 89.8 g、 0.187 mol と測定されている。流入熱は式 4.29、式 4.33 ～ 4.38より 0.6-0.8 $\mu$W と考えられるので、持続時間は

$$time(hour) \sim 31 - 42\ h \quad (4.39)$$

### 4.3.4 ADR 中枢の温度上昇の見積もり

温度上昇の見積もりは、単純に比熱を流入熱で割れば良い。これで saltpill が 200 mK まで温度上昇するまでの時間が見積れる。

$$\frac{2.0115\times10^{-5}}{1.1943\times10^{-9}} \sim 11250 \text{ sec} \quad (4.40)$$

$$\frac{2.0115\times10^{-5}}{3.2524\times10^{-9}} \sim 4131 \text{ sec} \quad (4.41)$$

上式より、テフロンでは約 4 時間 40 分、ナイロンでは約 1 時間 43 分かかる。これよりケブラーで支えた saltpill は、 200 mK まで上昇するのに大体 2～4 時間程度かかると予想できる。

## 4.4 冷却実験の方法と手順

### 4.4.1 冷却の基本的な概念

ADR は、冷却原理を説明したカルノーサイクルの図 2.2をみて分かるとおり、 ADR 作動前に 2 K 程度まであらかじめ冷やさなければならない。カルノーサイクルの部分ですでに述べたように、最終温度 $T_f$ は $\frac{T_i}{B_i}$ を小さくすることでより低温に到達できる。 100 mK 以下を達成させるには、この He をポンピングした時の内部温度を出来るだけ低温にし、マグネットコイルの作り出す磁場を効率よく出来るだけ大きくすることでより有利な環境になる。使用するポンピングシステムや ADR デュワーの構造上、 He tank 内部のヘリウムは約 1～1.6 K 程度まで低温にすることができると思われる。またマグネットコイルの限界電流値から見込まれる最大磁場は 4 T である*。 ADR 本体の動作環境や断熱状態を作り出すための種々の構造はすでにのべた。実際に冷却実験を行う為の方法として、高真空状態をつくりだす為の原理とそれに必要な装置、予冷の為の窒素注入、液体ヘリウムの注入を考えなければならない。

*これは AMI 社で測定された限界電流値 -7.82 A での値であり、本 ADR での限界電流とは異なる

冷却の前に —– デュワーの危険性について

極低温を生成する冷凍機は全て内部を高真空状態にするのが一般的だが、忘れてはならないのが真空デュワーの危険性である。一歩間違えればデュワーは爆発物と化すので、ひとつひとつの作業に細心の注意を計りながら実験する必要がある。

### 4.4.2 冷却方法

冷却の際の真空容器やその他の装置の配置を図 4.2及び図 4.3に示す。

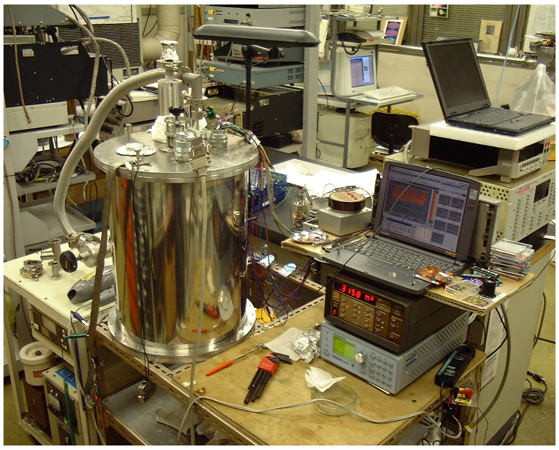

図 4.2: ADR 冷却試験時のデュワー図。右側の装置は温度モニター用 PC など。

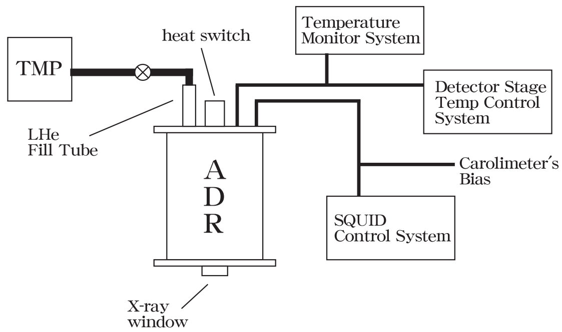


図 4.3: 冷却実験の装置の配置図

冷却方法の手順は

1. 配線、ヒートスイッチ、タワーチェック
2. デュワーポンピング
3. 予冷 窒素注入 ヒートスイッチ ON
4. 窒素排気 He tank 内のヘリウムガスパージ
5. ヘリウム注入 ヘリウムポンピング
6. 等温磁化 マグネットコイル電流開始 (エントロピー減少)
7. ヒートスイッチ OFF マグネットコイル電流減少 (断熱消磁 温度減少)
8. 最低温度到達

ADR のマグネットコイルへ流す電流は、電源装置の部分で示した通りだが、実際の抵抗値は実験毎で若干の違いがでてくるため、実験の際には抵抗値を毎回はかりなおして、限界電流値より電圧調整を十分計画する必要がある。

真空装置

使用する真空装置は SEIKO-SEIKI 製、 HIGH VACUUM PUMPING SYSTEM で、ポンピングは MLI 巻きがはがれてしまわないように低速度で排気するが、真空容器上ふたの真空排気口だけでは口径が小さいため、 X 線入射口からも排気するようにパイプをつなげる場合もある。使用する真空計は BALZERS TPG200(Pirani Gauge) と、 ANELVA 製 NI-10D 広帯域電離真空計を使用した。ピラニゲージは 0.001 mbar が限界値で、これより低い値をフィラメントを用いてよみとる熱イオン真空計を使用する。広帯域電離真空計の限界値は $10^{-10}$ Torr である。

ポンピング開始

配線、ヒートスイッチ、その他 ADR のチェックにクリアすればポンピングを開始する。基本的には上ふたの排気口から行なう。 NW-25 ニップルでポンピングシステムと接続する。

理研 ADR は断熱のために大量の MLI が装着されている。これによりポンピングの際には MLI をやぶらないようにゆっくり減圧する必要がある。

液体窒素注入、排気、ヘリウムパージ

デュワーポンピング開始して 3-5 時間後、 $4.5 \times 10^{-4}$ Torr 以下まで下がれば窒素注入を開始する。ある程度真空度が高くならないと内部または外部に霜が発生し、また、窒素の蒸発速度が早くなるため窒素の消費量が増し、さらにタワーの O ring が凍りついて真空洩れを引き起こす場合もあるので注意する。

予冷のための窒素、そしてヘリウムの注入は He tank からのびたタワ-の注入口から行う。タワ-部分は伝導熱を考慮し、構造上口径が小さいので、そのまま注入しようとしてもなかなか窒素などが落ちずにたまってくれない。よって 500 ml プラスチック容器の口にステンレスパイプ (口径 4.5 mm$\phi$) をエポキシで固定し、反対の底の部分にゴム栓をつけた容器を使う。注入の際にはこのパイプの方をタワ-にさしこみ、ゴム栓をはずして容器に窒素をいれる。ゴム栓をすると窒素の蒸発に伴って内部が加圧された状態になり、窒素の注入速度が重力のみの時より格段に増す。 He tank の容積は約 8 $\ell$ なので、だいたい 10 $\ell$ 前後で満杯になる。

もう一つの注入方法として、底面までとどくパイプをさしこみ、排気口を側面につくった状態でパイプから窒素を注入する。注入には窒素貯蔵タンクからクライオジェットを用いて注入する。あふれるのは目測確認。容易にわかる。

注入の際には蒸発ガスによって注入口に霜や水滴がつく。これはステンレスでできたデュワーといえども表面の劣化を起こすので、たえず拭き取るかキムワイプなどをタワーにおく。蒸発速度によってはタワーの O ring が凍りつき、チャレンジャー号ではないけれども真空洩れを起こす場合があるので、場合によっては注入口をドライヤーなどで暖める。

予冷には 8 時間程度を要する。 HS off の状態で実験を開始しているので、この時点では saltpill の温度は 1 日程度待っても常温に近い。これを窒素温度まで冷却するためにヒートスイッチを on にする。ある程度 HS 部分が冷えてくれれば HS が on になったかがわかるので、窒素注入後 1 時間くらいで on にする†。

†HS に使用しているケプラーはきれやすいため、 on にした際の張力によって切れてしまう場合がある。またあまりに張力が弱いと熱伝導が弱くて saltpill の温度が下がらない。これは本 ADR 最大の難関で、 HS の on off を会得するには相当

窒素をとり除く際には、 He tank の底面までパイプをさしこみ、内部を加圧、もしくは中の窒素を蒸発させて内部の圧力をあげる事で、自然とパイプから窒素が吹き出して来る。

窒素をカラにした後、速やかに He tank 内をポンピングしてヘリウムガスパージする。これは液体ヘリウム注入の際、内部に窒素などの氷が生成されないよう、内部のヘリウム以外の不純物をなくすためである。氷が生成されるとヘリウム温度まで冷却された時、デュワー内で氷が成長してこれが膨張する可能性があり、場合によっては He tank を破壊する危険性がある。液体窒素排気後は He tank 内に不純物が入らないように注意する。減圧中は内部にわずかに残る窒素が冷やされ、 He 底面の温度が 77 K よりさらに下がる。これを調節すると、ヘリウム注入が有利になる。万が一 He tank 内への吸い込み現象 (空気が吸い込まれる) が生じた場合、これは tank 内の空気の一部が凍りついて内部が減圧された状態となり、吸い込んだ空気がさらに凍り付いて氷が成長している証拠となる。これは非常に危険な状態なので、速やかに実験を中止してデュワーを常温にもどす。ピラニーゲージで 1 mmHg 以下になれば十分で、ヘリウムガスでパージする。内部にいれたヘリウムガスは一旦熱収縮するので、パージはわずかに加圧状態になるまで行なう。

ヘリウム注入

ヘリウム注入は、希釈冷凍機用トランスファーチューブを使用する。白い煙がでてくれれば注入口にいれ、底面から 1 mm 程度離して固定する。注入は 5-10 分程度である。

液体ヘリウムはほんのわずかな真空もれが起きても注入は不可能である。これは注入時の熱収縮によって漏れ速度は急激に増し、場合によってはデュワーに霜がつくほど真空漏れが深刻になる。また減圧後の超流動状態となった液体ヘリウムは、ほんのわずかなピンホールからでさえも漏れてくる。ヘリウム温度にも耐えられる真空シールは多数あるが、本 ADR ではインジウムシールを潰す形で真空シールしている。

本 ADR には注入口が一つしかないため、蒸発ガスも全て注入口から排気される。 O ring を凍らせないため、また氷の侵入を防ぐために、ヘリウム注入の際には注入口をドライヤーなどで暖める。これは注入終了後 1 時間程度行なう。注入時はドライヤーの power は最大で、霜のつき具合によって power を下げる。ここで洩れが生じると台無しなので注意を要する。真空装置の切り離しは基本的に液体ヘリウム減圧中、または減圧後だが、ヘリウム注入直後に一旦ポンプと切り離し、内部の真空度を悪くして冷却速度を早めたりする事も可能である。この場合、真空度が悪くて saltpill が完全に冷えず、 detector table が 6K 程度で定常状態に入ってしまうので、再度ポンピングする。 detector table が 5K 程度まで冷却されれば、次の段階に移る。

液体ヘリウム減圧

ターボ分子ポンプが始動するほど真空度はよくならないので、減圧にはロータリーポンプを使用する。注入口 - ポンプ間には真空計とバルブを配する。最初バルブは完全に閉めた状態でポンプを作動させる。 He tank から常に蒸発ヘリウムガスが出ているので、バルブを閉めた途端に内部が加圧されて昇温してしまう。よってポンプ接続とポンピング開始は単時間で行なう。バルブは $^3$He Cryostat 用減圧バルブを使用する。

減圧時に重要なのは減圧速度の調節である。減圧直後ヘリウム表面は激しく蒸発して温度を急激に

な訓練が必要である。数回は実験中止を味わう可能性がある。

低下するが、ヘリウムの底面の方はほとんど温度を下げず、対流でゆっくりさがっていく。ここで表面が早々に下がりすぎると super leak でヘリウム表面が大きくなり、蒸発速度と排気速度の関係か、または表面のみの蒸発で対流がおいつかないのか、底面の冷却がほとんど進まなくなる。だから最初はゆっくり引く必要がある。

目安としては初め減圧されるぎりぎりの状態まで小バルブを開き、そこから 10mmHg/min 程度の減圧速度になるようにバルブを 1/4 回転ずつ開く。 16mmHg 程度まで下がれば、小バルブを 1 回転 /min で開く。小バルブが全開になれば次に大バルブを (1/2) 回転 /min で開く。全て全開になるのに 90 min 程度である。

最低温度は排気速度と配管のコンダクタンスがきめる。

#### 等温磁化

detector table が 3 K 程度まで冷却されれば、マグネットコイルに bias を流し始めて減圧を開始する。モニターには電源電圧、電源電流とともに超伝導配線間の電圧を測定している。基本的にはコイル電圧を一定に保った状態になるよう電源電圧を上昇させ、最大電圧で一定に保つ。磁化によって saltpill は磁化熱が発生し、これが HS 部分の温度も上昇させる。これが He の蒸発熱によって消費され、温度が降下するのを待つ。等温磁化は 60-90 min 程度かかる。

#### ヒートスイッチ off、断熱消磁

HS off の際には HS 部分で機械作動による熱発生が起こるので、できるだけゆっくり行なう。 off はスイッチのバルブが完全に廻らなくなるまで。 off を行なった後速やかに電源電圧を低下させる。すると 20-30 秒程度遅れて detector table の温度が降下し始める。

電圧の低下も基本的にはコイル電圧一定で行なう。現在までの断熱消磁試験で、電圧降下速度に対する到達温度の劣化が確認された実験はないが、余計な誘導起電力を起こさないためにも磁場はゆっくり消す。等温磁化用の電源装置と極低温到達後の温度制御用ソースメータは別々のため、電圧は最終的に 0 mV にする。とはいえ 0 mA にはならないので、 20-30 mA 程度で out put を off にする。消磁時間は 30-40 min 程度。

## 4.5 冷却試験結果

### 4.5.1 減圧液体ヘリウムの到達温度と持続時間

液体ヘリウム減圧時の典型的な温度変化を図 4.4に示す。

バルブを開ける直前は内部気圧が上がるため He tank top が温度上昇し、そのバルブを開けるにつれ全体が温度降下をする。 He tank top 温度が上下に振動していることから、この部分を冷却しているのは液体ヘリウムの蒸発熱ではなく、蒸気冷却によるものだとわかる。バルブは大体 70 min 程度で全開となっている。

これより、本冷凍機の液体ヘリウムは減圧時で 1.7 K と測定された。この時消費される液体ヘリウムの量は全体の 40% と考えられる。またヘリウムの持続時間は典型的な値として約 24 hour と測定されている。この時の液体ヘリウム消費量は 0.175 $\ell$/hour $\cong$ 21.9 g/hour。これより流入熱 $Q_{all}$ は

$$Q_{\rm all} = 728({\rm mW-h}/\ell)\times 0.175 \sim 127.4\ {\rm mW} \tag{4.42}$$

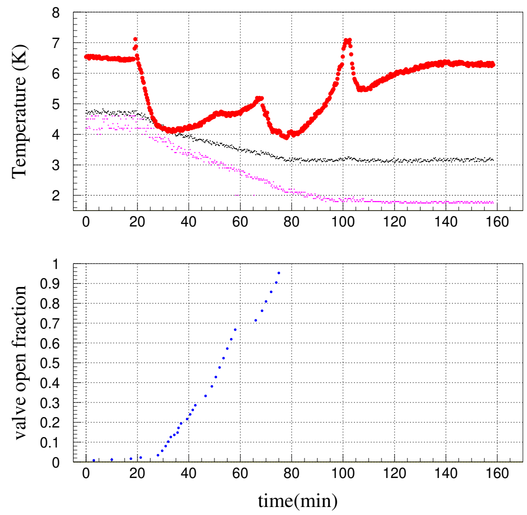


図 4.4: 液体ヘリウム減圧時の典型的な温度変化。 He tank bottom で到達温度 1.7 K。ヒートスイッチは on。

この値は式 4.25で見積もった理論計算値 —221 mW よりとても小さい。実際の減圧時のヘリウム消費量は減圧速度に依存した部分もあり、十分低速で排気速度をあげれば問題ないが、これが速いと蒸発ヘリウムガスが常温部の管材の冷却に消費されてしまい、無駄な消費が増える。それでも最低 22 h の持続が測定されている。

### 4.5.2 Vaper Cooling の性能

第 3.3章の式 3.10を用いて、本 ADR の現在の蒸気冷却の効率を計算してみる。

上の冷却試験結果より、ヘリウム消費量から見積もられる流入熱は ~127 mW。ヘリウムの蒸発潜熱は 20.9 J/g より、消費量は $6.08\times10^{-3}$ g/s。

また各部の温度分布から見積もられる、タワー部分の管壁よりガスに伝達される総熱量は 790 mW。よってエンタルピー差は

$$\delta H = \dot{Q}/\dot{M} \sim 130\ \mathrm{J/g} \tag{4.43}$$

これよりヘリウムガスのエントロピーから、管出口でのガスの温度は 22 K 程度と見積もられる[‡]。150K ring の実測値は 140 K 程度と考えられるから、まだ蒸気冷却が効率良く行なわれていないことを意味する。

現在の温度分布で管壁に同様の流入熱があるとして、管出口のガス温度が例として 100 K になっているとき、見積もられるエンタルピーは ~530 J/g 程度である。この時のヘリウム蒸発速度は ~1.55 $\times10^{-3}$ g/s となり、一時間で 5.5 g —44 m$\ell$/hour、 7 $\ell$ タンクで約 95 時間連続運転が可能な計算となる。

管出口のステンレス温度が仮に 22 K の場合、液体ヘリウム注入口 — タワーからの流入熱が式 4.24を再計算して

$$WT = \frac{0.1185}{6}\int_{2.7}^{22} k_{\mathrm{SUS}}(T)dT \sim 6.7\ \mathrm{mW} \qquad (2.7-22\ \mathrm{K}) \tag{4.44}$$

[‡] 低温工学ハンドブック、付録 I– 図 I-13 の T-s 線図を参照

ここでタワーの低温側の温度は He tank 上部の実測値を使用した。これよりタワーからの流入熱が大幅に減り、理論的な計算値は式 4.25を再計算して

$$Q_{\rm all} \sim 107 \text{ mW} \tag{4.45}$$

これより、タワー部分の高温側の温度を考慮することで、減圧液体ヘリウムの持続時間から見積もられる流入熱の実験値を十分説明できると考えられる。

### 4.5.3 断熱消磁試験結果

典型的な断熱消磁試験として、 2002 年 6 月 28 日の断熱消磁冷却試験の結果を図 4.5、および図 4.6に示す。図には等温磁化および断熱消磁の際の各部分の温度分布と、電流および電圧値を示している。

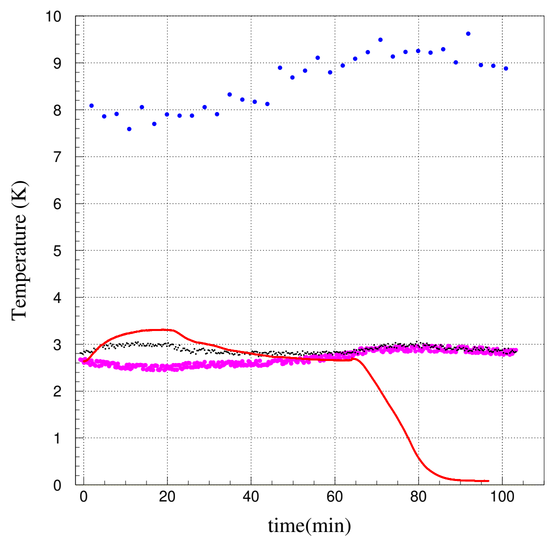


図 4.5: Adiabatic Demagnetization result in 02/06/28.

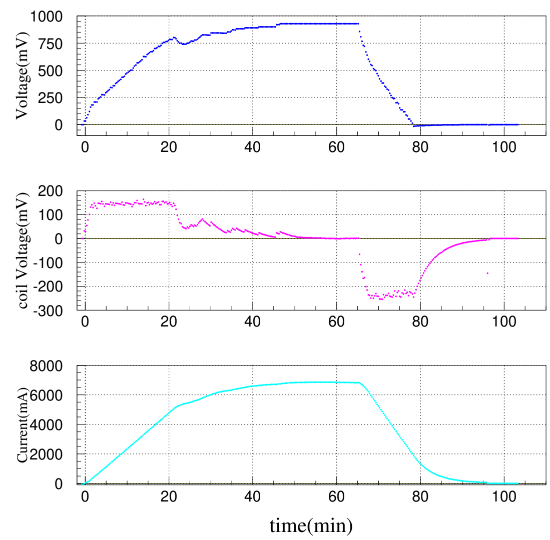


図 4.6: Adiabatic Demagnetization result in 02/06/28. Voltage and Current.

等温磁化の際には磁性体に磁化熱が発生するため、ヒートスイッチおよび高温超伝導リード線 (lead line)、 detector table に温度上昇が見られる。それによって液体ヘリウムの蒸発が促進されて蒸気冷却が向上し、 He tank 上部の温度がさがる。このときのコイル磁場の増加速度は 4 mA/s、 detector table は開始直前に 2.6 K であったのが、最高で 3.4 K 程度まで温度上昇し、 2.7 K まで再冷却されるまで等磁場で約 1000 sec かかっている。

超伝導マグネットコイルに流す電流には KENWOOD DC POWER SUPPLY PDS36-10 (最大出力 360 W、 10 A) を使用し、電圧制御で電流を流している。出力電流は SANWA CL-22AD. DCA-ACA PROBE を使用した。これは電流によって生成される磁場をとらえることで電流を測定する。また電圧モニターには温度モニターと同じく、 YOKOGAWA DA100 DATA ACQUISITION UNIT を使用した (第 3.4章参照)。

使用しているマグネットコイルは自己インダクタンスが大きいため、電圧に対して電流値がすぐにはあわず、指数関数的に漸近していく。これがコイル電圧 (中段、 coil Voltage) に現れている。電源電圧は電源装置の出力電圧を直接みているのに対し、コイル電圧は高温超伝導体以降のマグネット配線の電位差をみている。ここは基本的には電位差は常に 0 V のはずだが、電圧変化時に電位差 — 4 mA/s に対し 150 mV が生じていることがわかる。

### 4.5.4 断熱消磁の効率

表 4.3に典型的な断熱消磁試験の結果を示す。

### 4.5.5 断熱消磁試験

| 年月日 - 回目 | 消磁開始温度 | 最大磁場 | 到達温度 | 磁化時間 | 消磁時間 | 内部磁場 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | K | T | mK | min | min | T |
| 020827-no1 | 3.45 | 3.02 | 69.5 | 150 | 70 | 0.0608 |
| 020827-no2 | 2.91 | 2.91 | 58.2 | 120 | 70 | 0.0582 |
| 020904-no1 | 3.28 | 2.49 | 88.2 | 60 | 45 | 0.0670 |
| 020904-no2 | 3.03 | 3.40 | 66.2 | 90 | 55 | 0.0742 |
| 020904-no3 | 2.98 | 3.20 | 67.5 | 90 | 50 | 0.0725 |
| 020904-no4 | 2.82 | 3.37 | 51 | 75 | 60 | 0.0610 |
| 020917-no1 | 3.1 | 2.73 | 65 | 60 | 40 | 0.0572 |
| 020927-no1 | 3.4 | 2.60 | 76 | 85 | 30 | 0.0580 |
| 021001-no1 | 3.56 | 2.48 | 91.5 | 80 | 30 | 0.0636 |
| 021001-no2 | 3.36 | 3.04 | 62 | 70 | 30 | 0.0560 |
| (021001-no4) | 3.5 | 2.65 | 77.2 | 60 | 40 | 0.0585 |
| 021010-no1 | 3.16 | 2.72 | 67.4 | 66 | 30 | 0.0580 |
| 021010-no2 | 3.4 | 3.25 | 66.2 | 65 | 45 | 0.0634 |
| 021010-no3 | 3.34 | 3.03 | 66.3 | 80 | 45 | 0.0602 |
| 021024-no1 | 3.6 | 2.95 | 74.9 | 66 | 35 | 0.0608 |

表 4.3: experimental results.
021001 の 4 回目は、横に倒した状態での冷却試験結果。

ここで内部磁場とは、常磁性体である FAA が極低温で強磁性となり、内部磁化の発生によって磁気スピンが相互作用を起こしたもので、式 2.32より、

$$b = \frac{B_{\mathrm{H}}}{T_{\mathrm{H}}} T_{\mathrm{L}} \tag{4.46}$$

で求める。式からわかるように到達温度が高いと計算される内部磁場は大きくなるので、本論文では消磁冷凍の効率を表す。表の結果より本 ADR の各特性を解析してみる。

表 4.3より、消磁時間と到達温度、内部磁場の関係を図 4.7及び図 4.8に示す。断熱消磁の際には温度降下とともに熱浴から熱流入がはじまり、エントロピー上昇が起こって最低到達温度がわずかにあがる。これを防ぐには消磁速度をできるだけ早くすることだが、あまり消磁速度をあげると今度は金属材料の誘導起電力が生じる。最も効率のよい消磁速度は

$$Q_c(T) = -Q_{\mathrm{V}}(d\phi/dt) \tag{4.47}$$

ここで $Q_c(T)$ は流入熱で温度の関数になる。また $Q_{\mathrm{V}}(d\phi/t)$ は誘導起電力による発生熱で磁束変化の関数になっている。図 4.7と図 4.8より流入熱および saltpill 中の金属材料による誘導起電力はとても小さく、到達温度がほぼ影響しないことを示している。

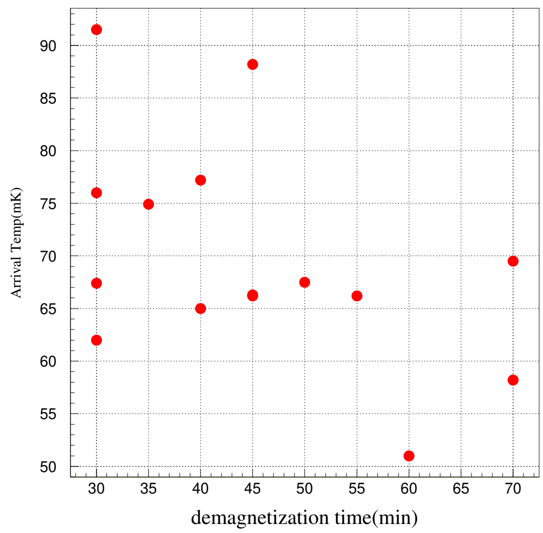


図 4.7: 主要な断熱消磁の際の磁化時間と内部磁場の関係。

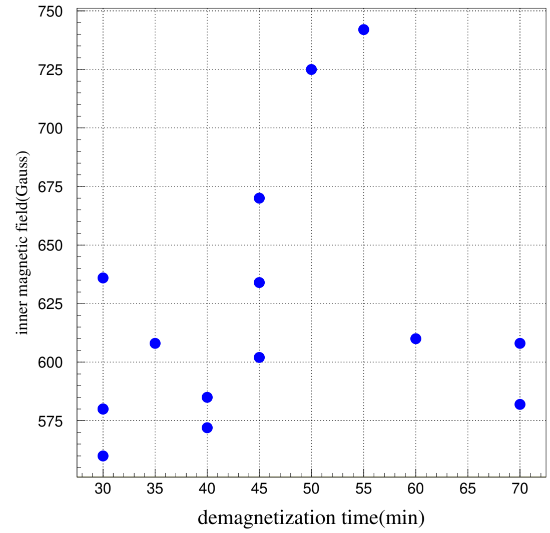


図 4.8: 主要な断熱消磁の際の到達温度と内部磁場の関係。

理論的にこの影響を考えてみると、流入熱は最大で 1 $\mu$W 程度に抑えているので、消磁に 2000 sec かけた場合の流入熱による温度上昇は、 100 mK 近傍での FAA 比熱が ~1 J/K だから最大 2 mK 程度、 +20 Gauss 程度にしかならない。

つぎに図 4.9 ~ 4.11に主要な断熱消磁試験の各パラメータと内部磁場 b の関係グラフを示す。

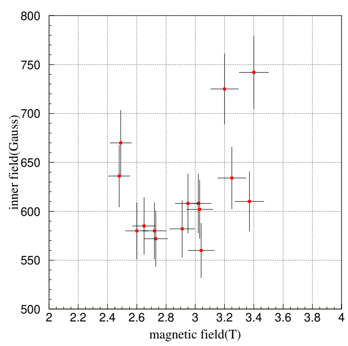


図 4.9: 断熱消磁試験結果の最大磁場と内部磁場の関係。

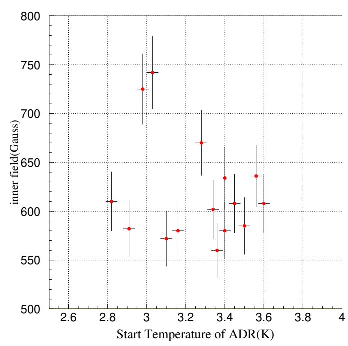


図 4.10: 断熱消磁試験結果の消磁開始温度と内部磁場の関係。

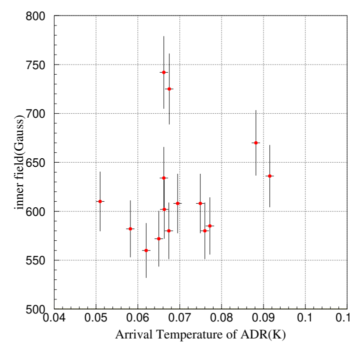


図 4.11: 断熱消磁試験結果の到達温度と内部磁場の関係。

図 4.9 ~ 4.11は左から最大磁場、消磁開始温度、最低到達温度と内部磁場の関係を示す。それぞれに大きな相関はなく、磁性体の磁気スピンが各試験でほぼ完全にそろっている。

ちなみに理論的には強い相関はない。内部磁場というパラメータは磁性体中の局在スピン同士が受ける相互作用であり、ひとつひとつのスピンがまわりから受ける相互作用の平均場が、内部磁場として冷却の際にあらわれる。この大きさは消磁する時の開始温度や最大磁場にはよらない。もしよるとすれば冷却試験時のセットアップ方法が影響してくると思われる。

これより、導入されている saltpill の内部磁場は約 600-650 Gauss と測定された。この場合の磁性体の磁場に対するエントロピー — 温度の関係を図 4.12に示す。図上の曲線は式 2.10を使用した。これより、 600 Gauss と考えた場合、コイル電流を最大 6.8 A、消磁開始温度 2.7 K にした場合で到達

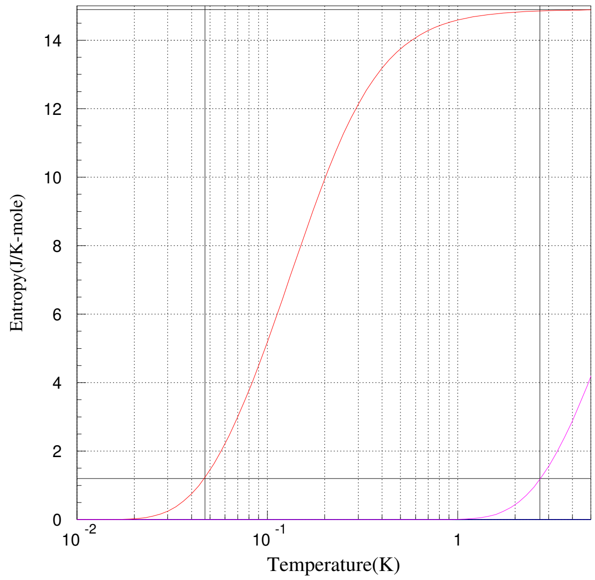


図 4.12: 内部磁場を 600Gauss とした時の温度 — エントロピー曲線。紫が最大磁場。赤は内部磁場のみの場合。

温度 46 mK が期待される。

### 4.5.6 冷媒の比熱及び冷凍能力

磁性体の比熱は式 2.16より、内部磁場を代入することで理論的には得られる。

しかしこれは現実に測定される比熱の値より大きい。FAA の比熱の値は Vilches と Wheatley([26] より) によって研究されているが、この結果から見積もられる内部磁場は ∼200-250 Gauss となり、本 ADR で測定された磁場は最大 2 倍と大きくなる。これは式 2.16を導出するにあたって行なった近似計算によるところが大きい。また saltpill に充填された磁性体の状態によるもの、もしくは冷却の効率に起因するものと思われる。実際の比熱計算は断熱消磁冷却結果からではなく、温度上昇、また温度制御測定の結果から見積もるのが正しいと思われる (第 6章参照)。

また循環運転による吸熱の限界を冷凍能力とする希釈冷凍機と違い、断熱消磁冷凍機の場合は冷媒となる個体を冷凍機内に封入して使用するので、希釈冷凍機とは冷凍能力の示すものが若干異なる。断熱消磁冷凍機の場合、例えば 100 mK を持続した場合、この時の熱容量の総量が求められ、実験時間でこれを割れば冷凍能力 (次元は W) が得られる。よって実験時間が短くてよいなら冷凍能力はいくらでも上げられる。とはいえ現実的には数時間は等温で持続可能でなければならないし、流入熱及び発生熱が大きければその分温度制御も困難になる。

本論文ではよって冷却試験から導いた saltpill の比熱から、求める温度での熱容量を算出し、これに実験時間を考慮した値を冷凍能力として示すことにする。またこの結果をふまえた熱流入の図を付録 Bに示す。

## 4.6 その他の冷却試験

### 4.6.1 saltpill 2 号機の ADR 導入試験

本研究室で設計、組み立て、結晶成長の全般を行なった saltpill 2 号機は、 2002 年 7 月に全行程を完了させて導入試験をおこなった。以下ではこの冷却試験結果について述べる。

#### ADR 導入試験 –02/07/31

部品組み立てと結晶成長が終了し、 7 月 31 日に初試験を行なった。図 4.13に完成した saltpill 2 号機の写真を示す。

図 4.13: figure of saltpill no2.

完成した saltpill 2 号機は結晶重量 85.44 g であった。カプセルの容積は 55.6 $cm^3$、 FAA の密度は 1.723 $g/cm^3$ なので、カプセルには 95.8 g 充填可能である。これより見積もられる充填率は 89.2 %、また全体の質量は 190.2 g となった。東芝研究所性の saltpill 1 号機では結晶重量 89.8 g(充填率 99.5 %)、全重量 218.5 g なので、全重量については軽量化に成功したものの、充填率が悪い結果となっている。これは成長速度を速くしすぎて、すき間が生じているためと思われる。

全体の接着、密封に使用したエポキシ接着剤§は高真空、極低温でも使用できる接着剤だが、 He ほどの小さな分子は通してしまう。実際、結晶成長前に行なったリークディテクターを用いた常温リーク試験では、 4 回のエポキシ塗り直しを行なったにもかかわらずリークが確認された。この時の試験結果はターボポンプ (リークディテクターより後方) 到達真空度 $2.5 \times 10^{-6}$ Torr@0.5 hour、ディテクターは fine mode、バルブ全開で He 真空度 $3.8 \times 10^{-10}$ Pa-$m^2$/s、反応時は大体 1 ケタ真空度が上昇した。ただしこの時のリーク試験は内部をポンピングして行なったので、逆圧力で低温になる本番の状態ではこの結果がそのまま反映しない。

表 4.4に初試験での断熱消磁試験結果を示す。

2 回の断熱消磁試験で 100mK を切ることが出来なかった。この時のセットアップでは He tank 底面にある、 detector table 及び信号読みだし系を保護する延長ふたの温度を測定するため、中央の 100 mm$\phi$ 穴を開けたまま試験していた。 saltpill 1 号機でも同様のセットアップで 220-250 mK しかいかなかった。この radiation shield 不具合の影響も考えられる。ちなみに saltpill 1 号機にて、延長ふたの中央穴をふさいで同様の試験を行なったところ 100 mK に通常通り到達した。

よってこの時の試験結果では、 saltpill の状態がどうだったかは完全には考察できない。

§STAYCAST 2850FT

| | 消磁開始温度 | 最大磁場 | 到達温度 | 内部磁場 | 磁化時間 | 消磁時間 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| no1. | 3.1K | 3.14T | 400mK | 4050Gauss | 70min | 50min |
| no2. | 3.5K | 3.51T | 320mK | 3210Gauss | 140min | 60min |

表 4.4: Result of Adiabatic demagnetization with saltpill no2.

結晶析出

図 4.14から図 4.17に、実験前後の saltpill 2 号機の様子を示す。

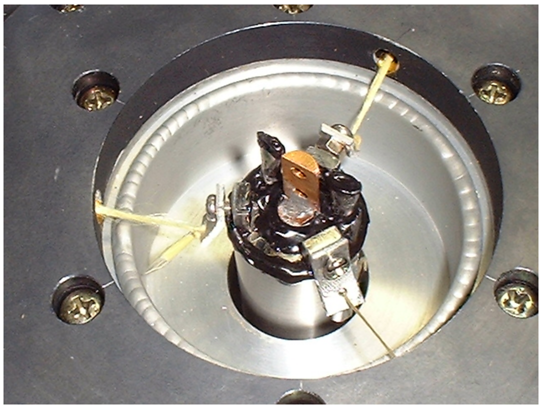

図 4.14: figure of saltpill no2. before the experiment

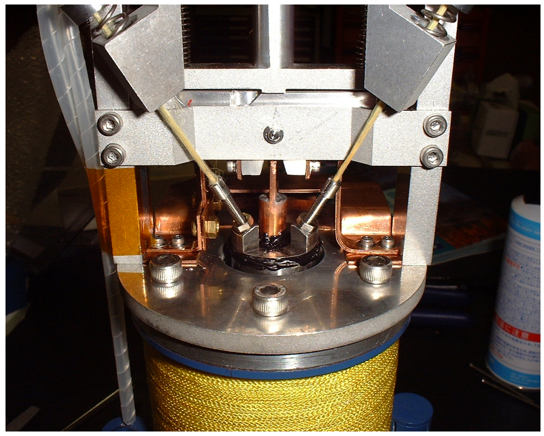

図 4.15: figure of saltpill no2. before the experiment

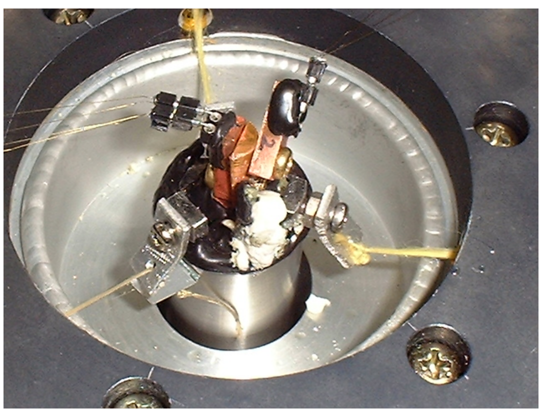

図 4.16: figure of saltpill no2. after experiment

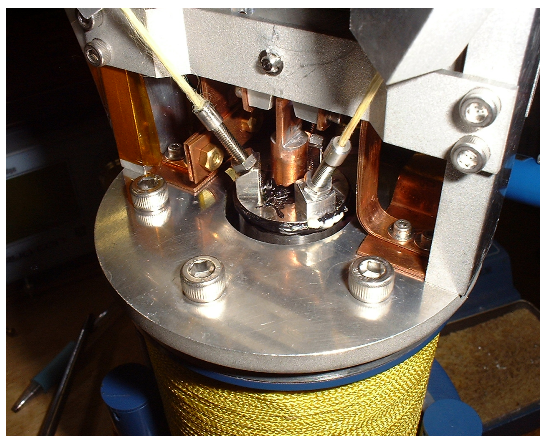

図 4.17: figure of saltpill no2. after experiment

実験終了後、 saltpill 2 号機の両側面と注入口の片側から結晶漏れが確認された。白い部分が漏れた FAA 結晶である。水が抜けた半粉状になっている。おそらくふたと外筒の接着部分が冷却時の熱収縮に耐えられなかったと思われる。内部が減圧したことによって結晶中の水が抜け、これが結晶をわずかに溶かしながら外部へ析出してきたのだろう。

カプセル修理 (1)— エポキシ接着の改良

その後のカプセル修理試験で、組み立て方法の順序によるふた — 外筒部分接着の不完全が原因とわかった。 saltpill 2 号機の組み立ては

1. ふた中央から金線を飛び出させる
2. 金線と熱リンク用銅部品を半田付けする
3. 金線の飛び出したふた中央をエポキシで埋めて保護する。
4. ふたと外筒をエポキシ接着する。

この順序で行なうと半田付けした銅部品は完全にエポキシ接着剤によって保護され、硫酸による溶解はほぼ免れる。しかしふた — 外筒部分の接着は、エポキシを上塗りした形となり強度がほとんどないことがわかった。これの解決にはエポキシをふたと外筒のすき間にしっかりといれる必要がある。

カプセル修理 (2)— 溶接式への改良

溶接式の場合問題となるのは、先に述べたように構成材料、特にエポキシ接着剤がステンレスの溶接温度に耐えられないことで、これにはカプセルのプロトタイプで繰り返し予備試験を行ない、最適な温度、加熱時間を調べる必要がある。

これの解決方法としては、組み立て順序の変更というのがある。カプセル内に金線などの部品をいれ金線をふたから飛び出させたあと、銅リンクとの半田付けの前にふた — 外筒同士の溶接を行なう。これはエポキシ接着が溶接後になるので炭化は完全に防止できる。しかし今度はこれはふた中央のエポキシ接着が問題となる。溶接後には内部から中央を見れないため、今度はここが上塗りがちになってしまい、銅部品が酸に溶けてしまう危険性がある。このプロセスでは (1) の方法と同様に、見えず手の届かない部分へいかにエポキシ接着剤を注入するかが課題となる。

### 4.6.2 デュワーを横にした状態での冷却試験

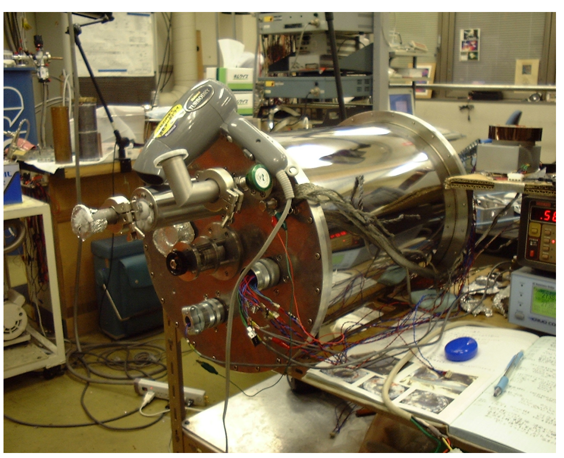

図 4.18: ヘリウム注入後、横に倒した状態の ADR デュワー

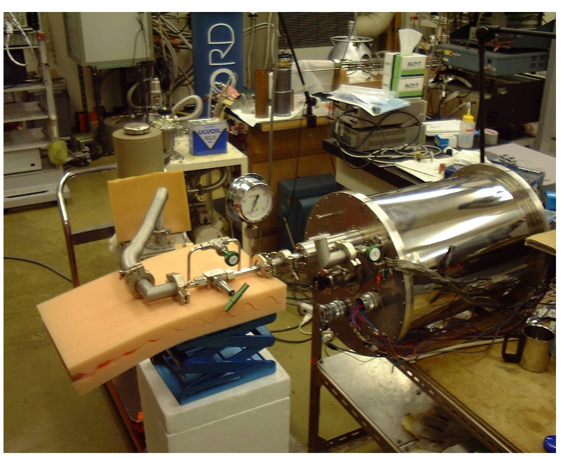

図 4.19: デュワーを横にした状態での断熱消磁試験の図

ADR はその冷却方法に重力を必要としないため、液体ヘリウムがこぼれない限り 360 度回転が可能である。本 ADR の場合、液体ヘリウム注入口が上ふたに付けられているため、基本的には横でも冷却可能である。 X 線入射窓はデュワーの真下にとりつけるため、横に倒した状態で冷却することで、 X 線発生装置からの平行な X 線をあてられるビームラインにつなげることができる。

しかし現実的に横に倒す場合として次のような問題をクリアしなければならない。

(1) どのタイミングで横にするか (液体ヘリウム導入前か後)

液体ヘリウムをいれた後に横に倒すと大量に液体ヘリウムが蒸発し、実験不可能なのではないか。また横にしてからだと液体ヘリウムをどういれるか。この場合専用のヘリウム転送用チューブ —transfer tube が必要になる。

(2) 超伝導マグネットが大電流にもつか (特に高温超伝導体)

本 ADR の超伝導マグネットは液体ヘリウムに直接全体を浸しているのではなく、底面から熱リンクさせて冷却している (だからほんのちょっぴりでも液体ヘリウムがあれば原理的には冷える)。これを横に倒すと底面にある液体ヘリウムの量が面積的に減るため、冷えにくくなる可能性がある。またマグネット配線は NbTi のコイルから一旦高温部からの流入熱をキャンセルさせるために高温超伝導体につながり、銅線につづいて常温部につながっている。この高温超伝導体と超伝導 NbTi 線との接続部分が冷えないと NbTi は超伝導にならず、またここの温度によって最大電流、すなわち断熱消磁の際の最大磁場が決まる。そしてこの接続部分は注入口に近く、横に倒す際は液体ヘリウムがこぼれないようにするために注入口は上にするので、液面から遠ざかって冷えない可能性がある。

(3) ヒートスイッチが冷えてくれるか

ここもマグネットと同様の原理で冷やしているため。

(4)saltpill が断熱になってくれるか

saltpill は断熱を作り出すために 6 本のケブラー wire で 6 方向から吊った形を採用している。これは強力なバネを使用して大きなテンションをかけてつり上げているが、デュワーを動かすことでやはり若干動く (普通の状態から ADR をさかさまにすると 1mm 程度)。これが横にすると周りと接触してしまう危険がある。

(5) その他システムの問題 (温度モニターなど)

上の事柄を考慮しながら、液体ヘリウム注入をしてから横に倒す方法をとった。最初若干ヘリウムの蒸発速度が増したものの、断熱消磁までスムーズに行われた。

| 回数 | 消磁開始温度 | 最大磁場 | 到達温度 | 内部磁場 b | 磁化時間 | 消磁時間 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | (K) | (T) | (mK) | Gauss | min | min |
| no1. | 3.86 | 2.04 | 168 | 890 | 30 | 25 |
| no2. | 3.5 | 2.65 | 80 | 606 | 60 | 40 |

表 4.5: Experimental results when ADR was laid on 021001

1 回目はあまり冷えず、 100 mK 切ることができなかった。これは最大磁場をかけていた時間が短く、磁性体の磁気スピンが揃い切れてなかったと思われる。 2 回目に十分時間をかけることで 100 mK 以下の到達を確認している。横にしたことによる流入熱変化は特になし。これを表 6 に示す。

| 温度 | | A | B | 1 mK 温度上昇時間 (2 回目) | 1 mK 温度上昇時間 (4 回目) |
|---|---|---|---|---|---|
| (mK) | | h:m:s | h:m:s | second | second |
| 87 | | 9:56:23 | 22:34:11 | | |
| 88 | | 10:11:21 | 22:51:26 | 900 | 1035 |
| 89 | | 10:27:14 | 23:07:08 | 953 | 942 |
| 90 | | 10:41:06 | 23:22:13 | 832 | 905 |
| 91 | | 10:55:13 | 23:37:30 | 847 | 917 |
| 92 | | 11:09:15 | 23:52:05 | 842 | 875 |

表 4.6: Time scale of temperature rise with the laid ADR

A: Temperature - time relation after no2 Adiabatic Demagnetization.

B: Temperature - time relation after no4 Adiabatic Demagnetization(laid ADR).

少なくとも、横にしても ADR は問題なく動作するようである。温度制御の試験はまだ行われていないが、確認のため今後試験する予定である。

# 第 5 章

# 温度制御

ここでは本論文で構築した温度制御のプログラムと、それを使用しての温度制御試験について述べる。 PID model を使用したこの温度制御では今のところ 100 mK で揺らぎが rms=10 $\mu$K 以下を実現しており*、現時点ではプログラムの問題ではなくむしろ温度モニター上の測定ノイズで揺らぎは決まっている。

将来的には rms=1$\mu$K を達成したい。これはカロリメータのエネルギー分解能に対する温度揺らぎの寄与がほぼ無視できるとともに、 ADR の原理より、 1$\mu$K レベルでカロリメータの動作温度を設定できることになり、カロリメータ開発の大きな武器となる。

## 5.1　カロリメータ動作環境としての温度安定性

X 線マイクロカロリメータは基本的に、 X 線の光電吸収による素子の温度変化を検出するので、素子自身の温度に揺らぎがあるとこれは信号検出上のノイズになる。素子自身のもつ熱的揺らぎを最小限に食い止めるために、カロリメータは 100 mK 以下という極低温状態にするが、この温度の絶対的変化もまたノイズになり、これを取り除くのも分光性能向上の必須条件である。単純計算で、100 mK を動作温度とするカロリメータを考えると、 1 eV@6 keV の分光性能を要求した場合、動作温度は rms で 7.1 $\mu$K が要求される。少なくともこれ以下の温度制御ができなければならない。

希釈冷凍などの場合、極低温部を冷却する冷媒は温度制御できず、ある一回の冷却で最低温度は決まった値となる。よってこのような冷却装置の場合、実験素子をのせている detector stage にヒーターを取り付けて、冷媒、 detector stage の温度を測定しながらヒーターを制御して要求する温度に保つ。また希釈冷凍の場合は冷媒に液体を使用するため、常に対流が生じて温度に大きな揺らぎが生じる。

断熱消磁の場合、冷媒に固体を使用しているため、冷媒全体の熱伝導性を良くしておけば温度の揺らぎは最小限に食い止められる。また断熱消磁冷凍はその原理より、冷媒自身の温度制御が可能で、基本的には温度をモニターしながら超伝導マグネットを制御するだけで設定温度に保つことが可能である。これらのことから、温度制御に関しては断熱消磁はとても大きな利点を数多く持っていると言える。

*03/01/20 現在、 rms=8.13 $\mu$K@70 mK。

## 5.2 温度制御、温度安定化の原理

### 5.2.1 断熱消磁冷凍での冷媒温度制御

現実として完全なる断熱状態などは実現できないため、断熱消磁で最低温度に到達した後 (実際は消磁してる最中からだが) の冷媒は、エントロピーが上昇し等磁場曲線上にそって温度が上昇していく。だがこの時超伝導マグネット電流を 0 A にしていなかった場合、電流をさげることで温度がまた下がる。温度上昇にあわせてマグネット電流を下げてやれば、ほぼ等温状態を作り出すことができる。

図 2.3は、断熱消磁後にマグネット電流を残しておき、等温に保とうとした場合の基本的な温度 - エントロピーグラフである。図にあるギザギザが設定温度での揺らぎとなる。超伝導マグネットの電流が 0 になると、もうそれ以上温度を一定に保つことができないため断熱消磁をしなおす必要がある。これが等温持続時間 – 連続運転時間の限界値の一つとなる。

### 5.2.2 温度制御に求められる測定装置の性能

rms で 7.1 $\mu$K 以下での温度制御が最低でも必要なため、温度をモニターする抵抗ブリッジには当然これだけの性能で抵抗測定が行なわれなければならない。これは使用している温度計の性能にもよる。極低温における温度変化に敏感な抵抗変化をもつ温度計を使用すれば、当然抵抗ブリッジに求められる性能も甘くなる。

極低温部に使用している RuO(酸化ルテニウム) 温度計 1kΩ 型は 100 mK 以下で以下のようなキャリブレーション関数をもつ。抵抗ブリッジには Cryo Con model 62 を使用した。

$$T = 1/\{A + B\times \log R + C\times(\log R)^{2} + D\times(\log R)^{3} + E\times(\log R)^{4}\}^2 \tag{5.1}$$

$$A = -343.6708、\ B = 86.35922、\ C = -1.705856、\ D = -0.9599732、\ E = 0.06222591$$

この式から計算すると、 100 mK 近傍では 1 Ω の変化で 28 $\mu$K (0.2 Ω で 5.5 $\mu$K、 0.05 Ω で 1.23 $\mu$K) の変化を意味する。これより、 rms=7.1 $\mu$K を目指すには最低 rms=0.26 Ω 程度が必要となる。さらに rms=1 $\mu$K を目指すには rms=0.04 Ω 以下が要求される。

次に電源装置だが、これは設定する温度にするために必要なマグネット電流と、その後のエントロピー変化によって要求される性能は大きく変化する。だが参考のため、エントロピーが一定と考えた場合 —$\frac{B}{T}$=const と考えた場合の温度変化に対する磁場の変化は、 100 mK において 0.1 T としたとき 10‘$\mu$K で 0.1 Gauss、 1 $\mu$K で 10 mGauss となり、これを超伝導マグネットの特性 0.513 T/A に対応させるとそれぞれ 19.5 $\mu$A、 2.0 $\mu$A となる。これが電流装置に求められる性能である。エントロピーが上昇すると必要な磁場が減少し、磁場変化に対して温度が敏感になってしまうが、その分冷媒 – 磁性体の磁気比熱が減少して電流一定にした場合の温度上昇が早くなってしまう。そのため単位時間あたりの電流変化が大きくなるので、結局このエントロピー上昇による温度制御への要求が order 変化したころで温度制御は破錠すると考えられる。

上の条件より、理研 ADR には温度制御用として、温度モニター用に Cryo Con model 62 を使用する。また本論文では極低温温度制御用の電流装置として KEITHLEY 2400 Source meter を使用した (以下、 k2400 と省略する)。

Cryo Con 62 の分解能は表 5.1のようになっている。測定 bias によるジュール熱を考慮して、 100 $\mu$V range を基本にする。このときの分解能は 0.01 Ω 以下で、これは rms=1 $\mu$K を目標としても十分な性能といえる。

| Voltage Bias | Min. Resistance | Max. Resistance |
|---|---|---|
| 333 $\mu$V | 0.2 Ω | 3.5 MΩ |
| 100 $\mu$V | 0.06 Ω | 1.0 MΩ |
| 33.3 $\mu$V | 0.02 Ω | 1.0 MΩ |

表 5.1: Voltage Bias Selections

また表 5.2に、 k2400 の特性を示す。温度制御は電圧制御にするか電流制御にするかどちらかだが、電圧では超伝導マグネットの自己インダクタンスが大きいため、求める電流値になるのに時間差が生じる。また分解能に関してはどちらでもほぼ変わらないので、本論文では電流制御とする。

| Bias(Voltage) — | MaX. Resistance | Min. Resistance | Programming Resolution |
|---|---|---|---|
| 100.0 mA | 105.0 mA | -105.0 mA | 5 $\mu$A |
| 1.0 A | 1.05 A | -1.05 A | 50 $\mu$A |
| 20.0 V | 21.0 V | -21.0 V | 500 $\mu$V |
| 200.0 V | 210.0 V | -210.0 V | 500 mV |

表 5.2: KEITHLEY2400 SourceMeter Line Specifications. MAX OUTPUT POWER is 22 W

ここで、 100 mA range では分解能 5 $\mu$A より、 2.5 $\mu$K の制御が限界のようである。 1 A range ではさらにこれが劣化する。設定温度によっては 1 A range でなければならない高温の場合があり、これは温度制御上の壁となりうる。

なお、測定されている温度揺らぎと実際の揺らぎでは、測定上のノイズの方が十分大きいとする。

### 5.2.3 PID model

断熱消磁での温度制御は、簡単にいえば温度をモニターし、これと設定温度との差を考慮してマグネット電流を制御すれば良い (図 5.1)。本論文ではこれをデジタル方式で制御する。即ちブリッジから pc 上で温度をモニターし、これからプログラムを走らせて設定温度になるべき電流をマグネットに流す。この方法として PID model を使用する。 PID model とは Proportional Integral Differencial model の略で、低温での温度制御に広く用いられている。

$$Power = k\{P(T - T_{\mathrm{set}}) + \frac{C}{i}\int_0^i P(t)dt - D\frac{dT}{dt}\} \tag{5.2}$$

この 5.1式は PID model での基本となる方程式で、ヒーターの出力を制御する場合の式になっている。ここで、

- $P$ : proportional or gain coefficient
- $T$、$T_{\rm set}$ : current and target temperature
- $P(t)$ : power output of the controller from over the last$i$seconds
- $C$ : constant (units of watt)
- $i$ : integral coefficient (units of seconds)
- $D$ : differencial coefficient

使用している値、変数の定義からみて各項は、 $\frac{C}{i}\int P(t)dt$ が I(s) 前から現在までの平均出力、 $\frac{dT}{dt}$ が平均温度変化、 $(T - T_{\rm set})$ が設定温度と現在の温度との差となる。つまり制御系と極低温部の、温度についての情報と出力についての情報を全てパラメータとして代入している。これに $P$、$C$、$D$、さらに $k$ といった定数をかけることで各パラメータのスケールに補正をかけている。

平均温度、平均出力及び平均温度変化をだすための data 取得時間は測定上の装置自身がもつ分解能、ノイズなどによって最低限必要な時間があるが、これがあまり長いと今度は温度に振動が生じることになる。また極低温のため、ヒーター出力による detector stage の温度の反応に時間差が存在するので、これがどの程度のものかも考慮する必要がある。

さて、これを本 ADR に当てはめた場合、式 5.2を変形させて次の様な形が考えられる。

$$I(t) = I(t-1) + \Big(A(T - T_{set}) + B\frac{dT}{dt} + C\frac{dI}{dt}\Big) \tag{5.3}$$

これは $t$ 秒時の電流 $I(t)$ を決定する方程式で、式 5.1と同様に $(T - T_{set})$ が温度差の平均値、 $\frac{dT}{dt}$ が温度変化の平均値からのパラメータを表す。これにさらに $\frac{dI}{dt}$ という電流変化の平均値をパラメータとして加えている。 $A$、$B$、$C$ は各パラメータの scaling factor。

超伝導マグネットに流す電流はあまり大きな変化をさせると負担がかかり、また ADR では温度を一定にしたい場合、大きな time scale では一定の電流減少を行なう形になるため、平均出力のパラメータは使用せずに単に 1 秒前の電流値を代入することにする ($I(t-1)$ の部分)。

## 5.3 Lab Windows

図 5.1に、温度制御のための構成図を示す。温度をモニターするブリッジ装置、及び超伝導マグネットの電流装置の制御を PC 上で手動、自動操作させるために、本論文では Lab Windows を使用した。これは GBIB コマンドを用いて PC からの命令を測定装置に送るシステムで、 PC 上の Lab Windows のパネルを作成することで現在の測定装置の状況や、モニターまたは制御している値を PC 上で確認、制御ができる。

温度モニターに関しては、本研究室の希釈冷凍機の温度モニターに使用していた LTC-21 用の panel、コマンドを修正して使用した。 Cryo Con 62 の制御はレンジなどの設定を手動で行なう方式にとどめ、 Lab Windows では抵抗値モニターのみとした。

温度モニターの panel を図 5.2に示す。

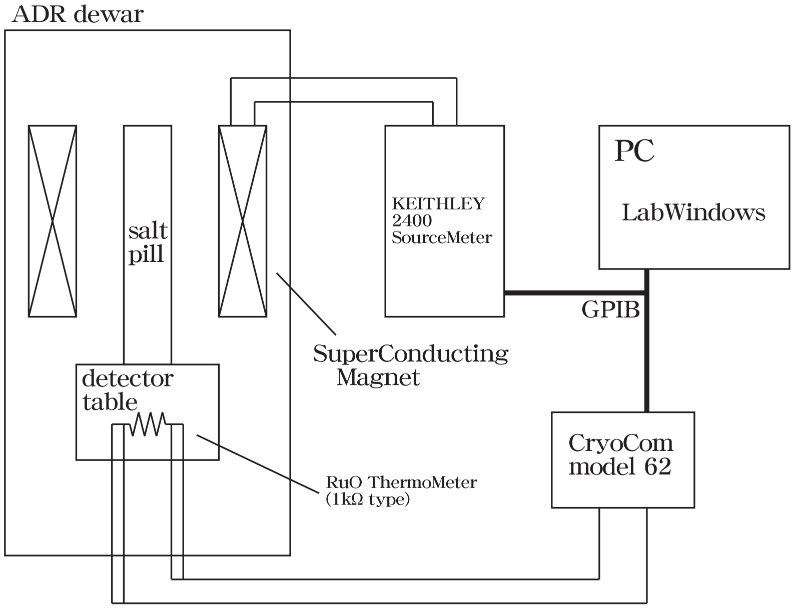


図 5.1: 温度制御の構成図

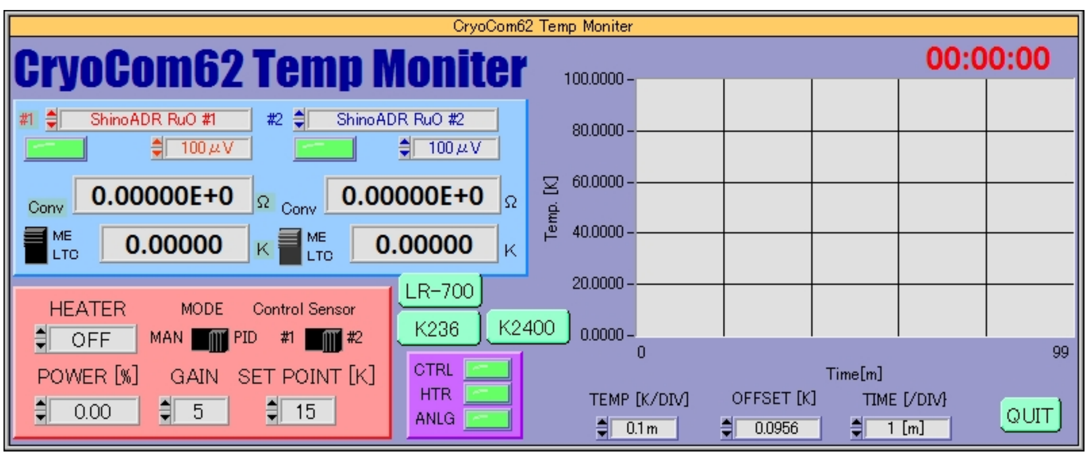


図 5.2: CryoCom62 panel(Lab Windows)

panel 左がボタンと測定された値を表示する部分、右が測定された温度のグラフを表示する部分である。。 panel 左側のうち、上半分は CryoCom62 が測定した抵抗温度計の抵抗値と、その値から換算した温度の値 (温度計を 2 つモニターできる)。下半分左側はヒーター制御用の部分で、本論文では使用していない。また中央にある k2400 というボタンで、 k2400 の操作 panel が表示できる。

次に電流モニター、制御用の panel を図 5.3に示す。

panel 上左側において、左上に Cryo Con 62 の測定値から換算した現在の温度、下方の左右にそれぞれ k2400 の現在の電流値、電圧値を示す。一番下の右にあるボタンは k2400 の電流 OUT PUT ボタンである (STAND BY と表示されているボタン)。

中央上に温度制御の設定温度を示す (SET TEMPERATURE と表示された部分)。初期設定では 100 mK を代入させてある。中央に並んだ 4 つの source は、それぞれ温度制御の data 取得時間と Scaling factor を示している。 Scaling factor については後で詳しく述べるが、これは設定温度や各実験における断熱消磁時のエントロピーによって変化するので、 panel 上で随時変更できるようにしてある。これらを設定後、右上にある大きなボタンで温度制御の開始、終了をおこなう。

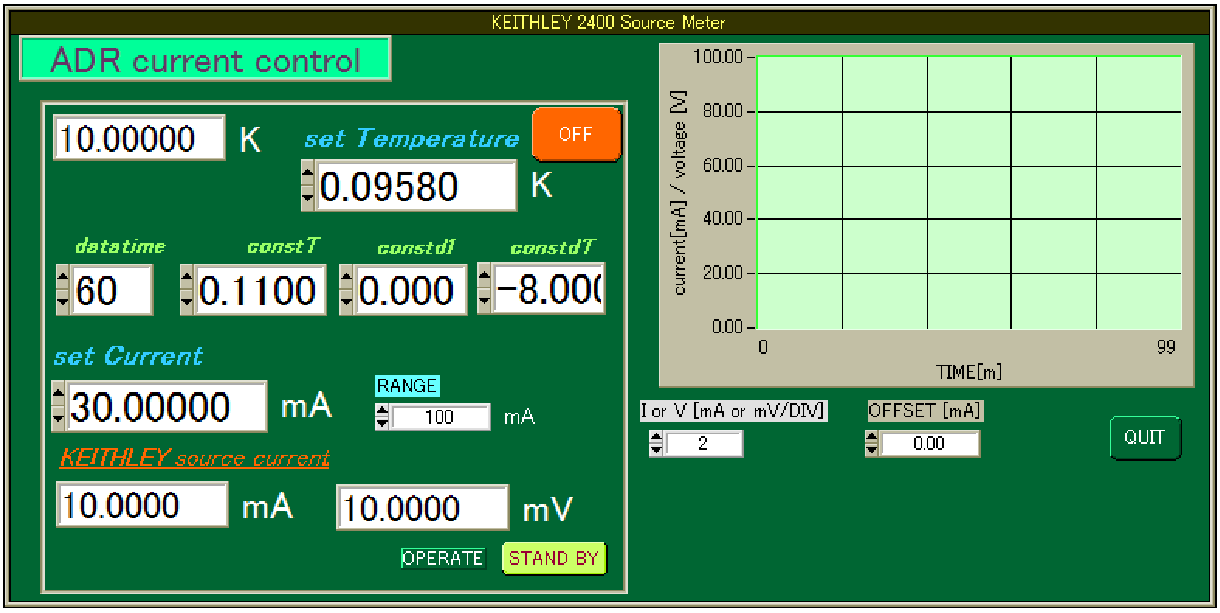


図 5.3: k2400 panel(Lab Windows)

なお、中央の 4 つの source のすぐ下にあるのは設定電流、および電流 range で、ここで電流値とその range を手動で変えられるようになっている。これはプログラムの不具合による温度のずれや、手動で設定温度近傍にもっていきたいときに使用する。 panel 上右側にあるのは出力電流、測定電圧値のグラフである。

### 5.3.1 k2400 SourceMeter 用プログラム

K2400 SourceMeter 制御用 program には 2 種類あり、主に panel 上でイベント (設定温度の値を変えるなど) が生じたときのそのイベントにあわせてはしらせる program、初期化、終了時と MainTimer にあわせて常にはしる program があり、それぞれ K2400_Comm.c、 K2400.c と命名してある。またそれぞれで使用されている factor を他の program で使用できるようにするなど、補助的な役割をするものとして K2400_Comm.h、 K2400.h がある。

program 上ではまず、 MainTimer にあわせて 1 秒ごとに計測した data より、現在までの data 取得時間分の平均温度と平均温度変化を出す。 panel 上に表示している目標温度および各 Scaling factor は随時追跡し、これらを方程式に代入して現在の電流値を決定する。

data 取得時間が短すぎると計測系ノイズによる影響が大きくなる。逆にこれが大きすぎると温度変化に敏感でなくなり、温度および電流値に振動を引き起こす原因となる。

K2400 が出した電流値に見合った温度に detector table がなるには数秒の time lag が存在する。これが問題となる場合には data 取得時間からくる平均温度、平均温度変化の算出方法を改良していく必要がある。なお、プログラムの主要部分は付録 A に示す。

### 5.3.2 温度計測系のノイズ測定

まずは温度制御試験の前に、温度モニターのみでどの程度のノイズが生じているかを測定した。方法は、 4 端子法で抵抗測定している温度計測系配線の常温部コネクタを切り離し、ここに 6.8 kΩ の金属皮膜抵抗を取り付けた。極低温部測定用 RuO 温度計のキャル関数より、 6800 Ω で 95.643 mK

を示す。Cryo Con 62 の GND は ADR に落とした。マンガニン線によるノイズは入らないものの、常温部分のみでも最低どの程度のノイズが生じているかを測定した。測定時間はすべて約 30 分、1800-2000 data である。

Cryo Con 62 には DISPLAY-Tc(測定値のノイズを抑えるための積分時間設定) があり、0.5 s-1 s-2 s-4 s-8 s-16 s-32 s-64 s の設定ができるが、まずは 4 s と 32 s で行った。DISPLAY Resolution は FULL に設定した。結果を図 5.4から図 5.5に示す。図内に sigma を表示しているが、これより積分時間 4 s では rms=13 $\mu$K、32 s にしても rms=4 $\mu$K のノイズがすでにあらわれている。これ以上は装置自身の能力よりも、配線のノイズ低下を目指す方が重要と思われる。

32s のデータではノイズにわずかな周期性がみられる。GND の問題と思われる。

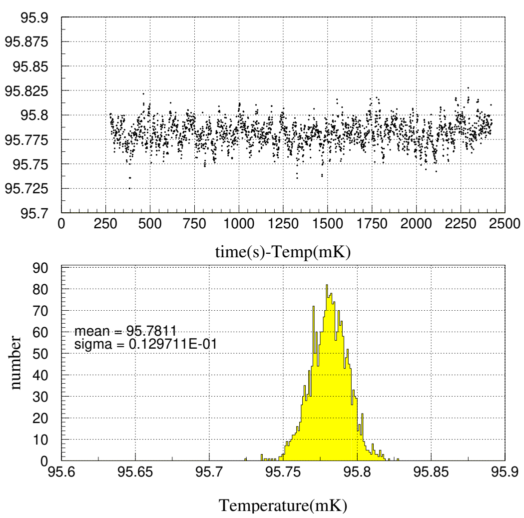


図 5.4: 温度モニターのノイズ測定。DISPLAY-Tc が 4s の場合。

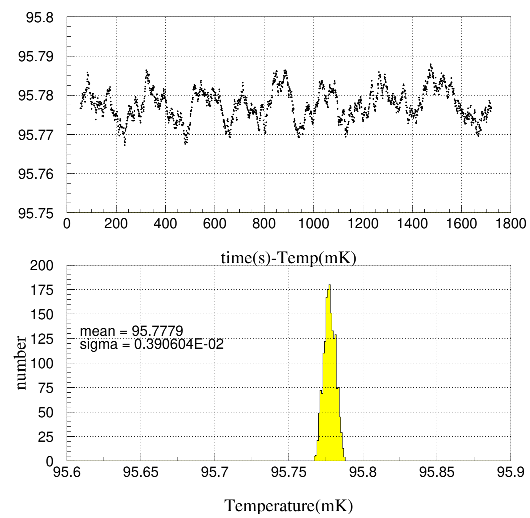


図 5.5: 温度モニターのノイズ測定。DISPLAY-Tc が 32s の場合。

### 5.3.3 温度制御試験 -02/11/13

一回目の温度制御試験結果を 02/11/13 に行った。この時の目的は各 Scaling factor の最適化とその変化に対する温度変化、そして data 取得 time の変更による影響である。おこなった各パラメータと結果を表 5.3に示す。なお Cryo Con 62 の DISPLAY Tc は 4 s で設定した。$T_1$、$T_2$ は計測される平均温度、平均温度変化それぞれの平均値をだすための data 取得時間である。この時は特に問題なかったため $T_1$、$T_2$ は同値とした。

PID model の場合、Scaling factor が最適値からずれていると振動を起こす。よって数分ほど様子をみて修正を行う。表 5.3は factor を最適値と予測して得た data である。プログラムの問題で、設定温度と平均温度に差が生まれており、たとえば 100 mK を目標とした場合、40 $\mu$K 程度下の値を panel に入力する必要があるらしい。またどの程度下の値を入力しなければならないかは目標温度によって異なる。

なお、$C$ に値を入力すると振動が生じてしまった。この値の最適値を模索するのは後にする。

no1-3 は 100 mK 一定を目標として $A$ を変化させて見たものである。$A$ は 20-40 % 程度の変化は温度制御に特に影響のないようである。

no5-7 は 80 mK 一定を目標として、data 取得 time による影響を見たものである。これが短くな

| 番号 | data 取得時間 $T_1(T_2)$ (second) | $A$ | $B$ | $C$ | 測定時間 (second) | 設定温度 (mK) | 平均温度 (mK) | rms ($\mu$K) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| no1. | 60s(60s) | 0.1 | -8.0 | 0.0 | 760s | 99.96mK | 100.00mK | 12.4$\mu$K |
| no2. | 60s(60s) | 0.13 | -8.0 | 0.0 | 360s | 99.96 | 100.00 | 12.73 |
| no3. | 60s(60s) | 0.11 | -8.0 | 0.0 | 310s | 99.96 | 100.00 | 12.65 |
| no4. | 60s(60s) | 0.1 | -8.0 | 0.0 | 1600s | 109.97 | 110.00 | 14.2 |
| no5. | 60s(60s) | 0.11 | -8.0 | 0.0 | 7400s | 79.99 | 80.000 | 13.6 |
| no6. | 45s(45s) | 0.15 | -8.0 | 0.0 | 1600s | 79.99 | 79.999 | 12.4 |
| no7. | 30s(30s) | 0.18 | -8.0 | 0.0 | 2500s | 79.99 | 79.998 | 13.6 |

表 5.3: Temperature Control Result on 02/11/13

るにつれて $A$ を大きくしなければ振動が大きくなっている。 $B$ は -8.0 でほぼ最適値らしい。

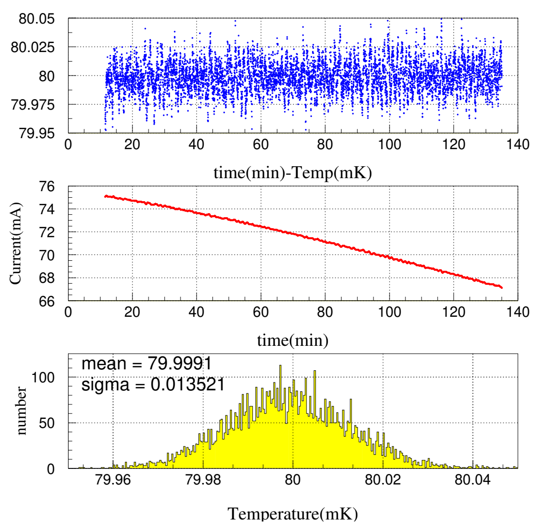


図 5.6: 2 時間制御させた際の結果。 rms=13.6$\mu$K。

図 5.6は 2 時間以上制御させた no5 の data である。 2 時間の制御で大きなブレは見当たらない。中段は時間に対する電流値の変化で、 1 時間当たり 4 mA の変化である。これより、 75 mA から温度制御を開始した場合、持続時間は単純計算で 19 h@80 mK となる。もちろんこれは強引だが、エントロピー上昇を考慮しても 15 h 程度は 80 mK が持続可能と考えられる。表 5.3より、適当な設定で rms=12-14 $\mu$K の制御が可能と思われる。これは温度モニターのみで生じる揺らぎ =13 $\mu$K にほとんど一致する。すでに測定系のノイズが壁となっていることがわかる。

### 5.3.4 温度制御試験 -02/11/23

rms=10 $\mu$K 以下の温度安定性を目指し、 DISPLAY-Tc=8s に設定して温度制御試験を行なった。温度モニターの測定積分時間をあげれば測定ノイズは小さくなる。しかしその分温度変化に対してモニター上のタイムロスが生じ、変化に対する電流制御が遅くなる。これらを考慮して DISPLAY-Tc=8s が限界とした。

| 番号 | data 取得時間 $T_1(T_2)$ (second) | $A$ | $B$ | $C$ | 測定時間 (second) | 設定温度 (mK) | 平均温度 (mK) | rms ($\mu$K) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| no1. | 60s(15s) | 0.112 | 5.5 | 0.0 | 800s | 100mK | 100.02mK | 8.8 |
| no2. | 60s(15s) | 0.112 | 5.7 | 0.0 | 900s | 100 | 100.02 | 9.44 |
| no3. | 60s(15s) | 0.112 | 5.7 | 0.0 | 1400s | 119.98 | 120.00 | 11.0 |

表 5.4: Temperature Control Result on 02/11/23。 DISPLAY-Tc=8s。

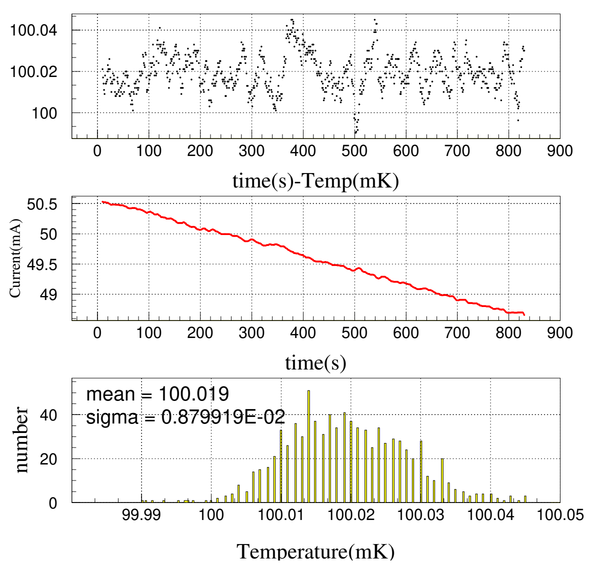


図 5.7: DISPLAY-Tc=8s で制御させた際の結果。 rms=8.8$\mu$K。

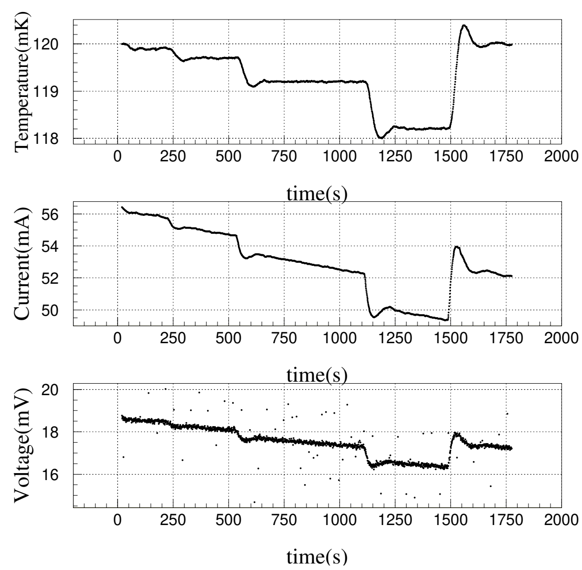


図 5.8: 設定温度を動かした時の変化の time scale。

図 5.7に制御結果を示す。 data 取得時間は $A$、$B$ それぞれでわかれた形にしなければ安定せず、それぞれ 60 s、 15 s で固定した。結果 100 mK で rms=8.8 $\mu$K となった。 10 $\mu$K 以下の安定性はだせたものの、このレベルでの制御には Scaling factor を 1 % 程度の精度で代入しなければ安定しない。

また図 5.8は、 PID model の設定温度を代えた場合の、その温度に安定するまでの time scale をみたものである。 0.1-2 mK 程度の変化であれば、 2-4 分程度の時間で安定する。ただし現在の PID model では振動は免れず、 2 mK の設定温度変化に対し 300 $\mu$K 程度の振動が最初に入っている。

# 第 6 章

# detector table と入射窓

ここではカロリメータの導入部分となる detector table について述べる。カロリメータは温度計の一種なので、熱的なノイズは高分光性能の大きな妨げとなり、導入部は可能な限り光の侵入のない空間にする必要がある。これは意外に容易ではなく、ほんのわずかな光の洩れ込みで性能は大きく変わってしまう。使用する shield も可能な限り等温にしなければならず、冷媒 – 磁性体の熱容量も考慮して、大きさにも制限つけざるを得ない (第 6.1章)。

また TES-ETF 型マイクロカロリメータは超伝導体を使用するため、電場、磁場にも影響を受ける。 ADR はその冷却原理に磁場を用いるため、カロリメータ素子への磁場の影響も抑える必要がある。

さらに本 ADR では、外部 (300K 部分) からの X 線源の導入も目指している。これには高温部からの光の侵入を効果的に防ぎ、かつ X 線に対する大きな透過率を持たさなければならない。これらの条件を全て満たす事は動作環境構築の大きなネックの一つと考えられる (第 6.2章)。

本論文では理論的に要求される detector table の性能より、これのプロトタイプを試作した (第 6.3章)。これに入射窓を含めた導入試験を行ない、さらにこれを動作環境とした時の ADR の性能評価 — salt-pill の比熱、冷凍能力などを示す (第 6.4 ∼6.5章)。

## 6.1 detector table 製作上の留意点

### 6.1.1 熱リンク

極低温実験部としてまず重要なのは、冷媒の温度を正確に実験素子に伝える事である。第 3.1章で述べたように、極低温で熱リンクを取るのに妨げとなるのは物質の熱伝導度ではなく、材料ごとの境界接触抵抗である。無酸素銅の熱伝導率は 0.1 K において 100 mW/cm-K という高い値を持ちうるが、接触部分の熱伝導度は 1∼10 mW/K$^2$ 程度が限界と考えられるので、この値以上の物質を使用すれば用は足りる。これ以上は接触部分の圧着度を上げるか、接触面積を上げるしかない。

上の事柄からすると、構造は可能な限り部品数の少ない、一体型の方が良い。しかしこれも構造や実験上限界があるので、最低限の部品数にする。

### 6.1.2 radiation shield

カロリメータのみならず、極低温実験において高温部からの熱流入は実験の正確性を低下させる。図 6.1.2は極低温部用温度計を直接 saltpill にネジ圧着した場合 (黒の四角) と detedtor table のプ

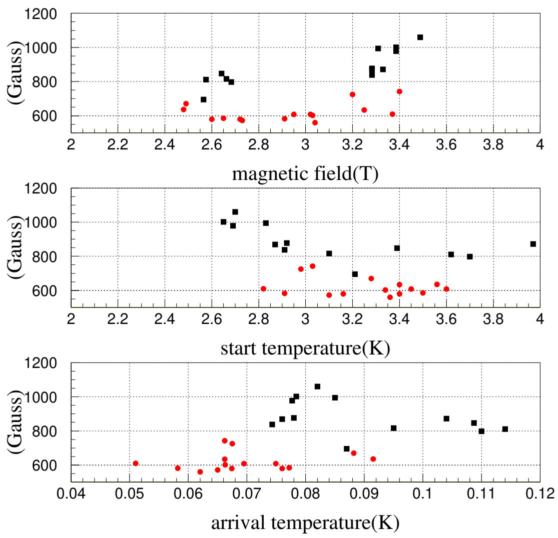


図 6.1: 左 : detector table プロトタイプ導入前と導入後の冷却試験の比較。黒 (四角) : 導入前。赤 (丸) : 導入後

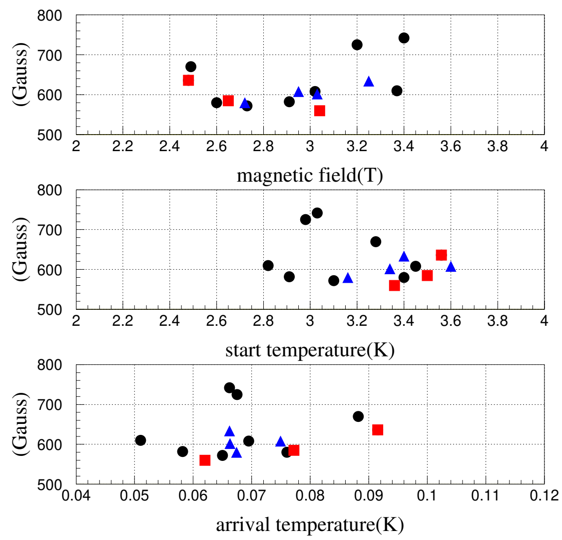


図 6.2: 右 : 主要な冷却試験結果と入射窓導入時の冷却試験の比較。赤丸及び青の三角が入射窓導入後

ロトタイプ (第 6.3章参照) を導入した後の断熱消磁試験結果である。縦軸は 3 列とも内部磁場というパラメータにしていて、本論文では冷却の効率をあらわす。

式 4.46より、内部磁場は低い方が断熱消磁の際の効率がよいことをあらわすが、図 6.1.2をみて明らかなように、 detector table のプロトタイプを導入した後の方が、効率よく断熱消磁が行なわれているようにみえる。これは saltpill に直接とりつけている時には radiation shield や配線系の熱リンクも無い状態なのに対し、 detector table の中に温度計を取り付けた時には、温度計が 100 mK の radiation shield 内にあるので、流入熱の影響をほとんど受けずに saltpill の温度を正確に計測しているからと思われる。

detector table に侵入して来る流入熱は具体的には輻射熱と配線系の流入熱で、これは前に述べたように式 4.28から式 4.38で算出された程度の量である。このうち配線系は table の shield 側面で table と熱リンクされるため、よって測定素子と table 間に温度勾配を生じさせてしまうのは radiation のみとなる。

だが 100mK 程度の温度領域では、密封状態を作り出したつもりでもまだ radiation の影響が起こり得る。しかし断熱消磁試験の結果ではもはやその影響はほとんど解析できず、完全に shield できているかは、カロリメータ動作試験で長期ランニングをさせてその変化を解析して行なうべきだろう。

### 6.1.3 磁気 shield

ADR はその冷却原理に磁場を使用する。 SQUID shield の原理の部分で述べた通り、これはわずかに detector table にも侵入してくるため、超伝導体を使用する TES 型カロリメータとしてはこれをしっかり shield する必要がある。

第 7.3章でのべるが図 7.9の結果のとおり、 detector table には中央部分で最大 100Gauss、 100mK 以下の素子動作時でも 2-3Gauss はかかる。最大 100Gauss 時は等温磁化の際中なので最大 5K 程度まで極低温部の温度が上昇すると考えられる。よって、超伝導 shield は 5K での臨界磁場が 100Gauss

以上の必要がある。また ADR はその原理として温度制御のために磁場を変化させるので、 100mK 以下の時、数 Gauss の磁場変化をベースライン以下にする shield を導入する必要がある。

これは基本的には SQUID 用に設計された磁気 shield と一緒の概念でよい。 SQUID は磁界に対する感度として $\sim 10^{-11}$Gauss という脅威的な能力を持っているが、実際いま使用されている SQUID shield はこのレベルまで磁気 shield が可能な事を意味する。

しかし detector table の場合、素子 –table 間の熱伝導度を大きく必要がある。超伝導体という、熱伝導率の低い物質で素子全体を磁気 shield しながら、熱伝導度の大きな物質で冷媒と熱リンクをとるという、相反する条件をクリアしなければならない。

## 6.2 入射窓の理論

本 ADR は実験方法として、将来的には外部からさまざまなエネルギーの X 線を検出器にあてられるよう、常温部から極低温部まで X 線が通る入射窓を導入する。これはマイクロカロリメータの開発において多波長の X 線、カウントレートの違いなどに対する検出器の応答特性を効率よく研究可能にするためである。しかし X 線以外の電磁波、特に長波長のものは主に二つの好ましくない効果をもたらす。ひとつはいうまでもなく検出器にノイズを作り出し、また検出器を温めてしまうこと。例えば波長 1 mm 以下のものは主にノイズをもたらし、 1 mm 以上のものは検出器を温めてしまう。特に 2 $\mu$m-2 cm の 300 K から赤外線輻射は $10^{-9}$ 以下まで弱める必要がある。

輻射熱を抑えるには radiation shield を導入するのが常識だが、この場合 X 線透過率が問題となる。 X 線に対し十分な透過率を持たせながら、かつ熱的ノイズを取り除く filter を確立しなければならない。

### 6.2.1 detector table 部分の入射窓

detector table に使用する入射窓には磁気 shield の役割を考慮すると臨界温度、臨界磁場より、Al、 Nb、 Pb の 3 種類が考えられる。この 3 物質を候補として考えてみる。

#### 磁気 shield

磁気 shield の役割も兼ねた detector table の入射窓を考えてみる。

超伝導体の臨界磁場は温度の関数となり、臨界磁場 $H_c(T)$ は、

$$H_c(T) = H_c(0)[1 - \Big(\frac{T}{T_c}\Big)^2] \tag{6.1}$$

例えば Nb の場合、 $H_c(0)$=1944 Gauss で遷移温度 $T_c$=8.4 K より、よって 5 K の時で $H_c(5)$ = 1255 Gauss と計算される。 detector table にかかる最大磁場は等温磁化時で 100 Gauss と測定されているので、この時点では Nb を選択するのが最適と考えられる。

Pb の場合、 $H_c(0)$=803 Gauss で遷移温度 $T_c$=7.193 K から、 5 K の時で 415 Gauss となり、Pb でもクリアしている。 Al は遷移温度 1.2 K なのでこの条件は満たしていない。

次に磁場の侵入長だが、これは最低限必要な shield の厚さを決定するパラメータとなる。侵入長 $\lambda(T)$ も温度の関数で

$$\lambda(T) = \lambda / \Big(1 - (\frac{T}{T_c})^q\Big)^{1/2} \tag{6.2}$$

q の具体的な値はまだ不明だが、典型的な値として λ=100 nm として q を 1 とすれば最大がでる。この時 Nb では 5 K で 167 nm、 Pb では 181 nm となる。 Nb か Pb を使用する場合は 1 $\mu$m もあれば十分らしい。

#### 熱伝導率

熱伝導率は超伝導体のため格子比熱のみになり大きく低下する。 Nb の場合 1K では 100 mW/cm-K、 0.1K では 0.18 mW/cm-K 程度。一応関数に直すと power-law で

$$k_{\mathrm{Nb}}(T) = 100 \times T^{\ 2.744} \qquad (\mathrm{mW/cm-K}) \tag{6.3}$$

格子比熱は理論的には $\propto T^3$ なのでこんなものだろう。さて 3 K からの輻射から考えられる流入熱は、面積を半径 3 cm として 28.3 cm$^2$。この場合半径 1 cm 以内に流入する輻射熱が作り出す温度上昇と考えると輻射は 0.14 nW(放射率は 0.1 とする)。厚さを $t$ と置くと断面積は最小で 3.14 × 2 cm × $t$ とおく。すると温度勾配を 100 mK 程度とおくと

$$\frac{3.14 \times 2(cm) \times t}{2(cm)} \times \int 0.20.1 100 \times T^{\ 2.744} \delta T = 0.14\ \mathrm{nW} \tag{6.4}$$

上式を満たす t は 7.7 × 10 $^{-7}$cm=7.7 nm。もう少し厚くしてもよいと思われるので、仮に 0.1 $\mu$m の厚さにすると高温側を $x$ とおいて

$$\frac{3.14 \times 2(\mathrm{cm}) \times 10^{\ -4}}{2(\mathrm{cm})} \times \int x 0.1 100 \times T^{\ 2.744} \delta T = 0.14\ \mathrm{nW} \tag{6.5}$$

この場合 $x$=0.1024 K と計算される。温度勾配については 0.1 $\mu$m もあれば十分と考えられる。

Pb、 Al の場合でも 1K での熱伝導率はほとんど変わらない。熱伝導率を考慮した場合、入射窓の熱接触をどうしっかりとるかが問題であろう。

#### X 線透過率

だが detector table のふたの場合、 X 線の入射窓としての考慮も必要である。すなわち超伝導体に対する X 線の透過率を考慮しなければならない。

X 線が物質に光電吸収、また散乱した場合を考える。この時の相互作用は原子散乱計数 (atomic scattering factor) を用いて表せる。波長 λ に対する散乱断面積は、

$$\mu_a = 2 \times r_{\ 0} \times \lambda \times f_{\ \ 2} \tag{6.6}$$

$r_0$ は古典電子半径 ($r_0$=2.82 × 10 $^{-13}$)。エネルギー $E$ に対する波長は

$$\lambda = hc/E = \frac{4.14 \times 10^{\ -15}(\mathrm{eV-s}) \times 3 \times 10^{\ \ 10}(\mathrm{cm/s})}{E(\mathrm{eV})} \tag{6.7}$$

よって厚さ $d$ の物質に対するエネルギー $E$ の X 線透過率は

$$T = \exp\left(-n \times \mu_{\ a} \times d\right) \tag{6.8}$$

$n$ は単位体積当りの原子数。例えば Al の場合、原子量 26.98 g/mol、密度 2.699 g/cm$^3$ より、アボガドロ数 6.022 × 10 $^{23}$ (1/mol) を用いて、

$$n = \frac{2.699}{26.98} \times 6.022 \times 10^{\ \ 23} = 1.000 \times 10^{\ 21}(1/\mathrm{cm}^3) \tag{6.9}$$

$f_2$ は物質と X 線のエネルギーに依存した係数で、実験的に求められている。本論文では B.L.Henke の論文 data を使用した。これによると、例えば Al に 6030 eV の X 線を入射させた時の $f_2$ は 0.420。よって 1 $\mu$m の Al に 6030 eV の X 線を入射させた時の透過率は、

$$T = \exp(-0.02937) = 0.971 \tag{6.10}$$

表 6.1に、各パラメータの時の各エネルギーの透過率を示す。また透過率グラフを図 6.2.1~ 図 6.2.1に示す。

| 物質 | 厚さ | 密度 | 原子量 | X-ray energy | $f_2$ | 透過率 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | cm | g/cm$^3$ | g/mol | eV | | |
| Al | $1\times10^{-5}$ | 2.699 | 26.98 | 1010 | 0.763 | 0.984 |
| Al | $1\times10^{-5}$ | 2.699 | 26.98 | 6030 | 0.420 | 0.998 |
| Al | $1\times10^{-4}$ | 2.699 | 26.98 | 1010 | 0.763 | 0.85 |
| Al | $1\times10^{-4}$ | 2.699 | 26.98 | 6030 | 0.420 | 0.971 |
| Nb | $1\times10^{-5}$ | 8.57 | 92.9 | 1010 | 10.31 | 0.938 |
| Nb | $1\times10^{-5}$ | 8.57 | 92.9 | 6030 | 4.13 | 0.996 |
| Nb | $1\times10^{-4}$ | 8.57 | 92.9 | 1010 | 10.31 | 0.527 |
| Nb | $1\times10^{-4}$ | 8.57 | 92.9 | 6030 | 4.13 | 0.957 |
| Pb | $1\times10^{-5}$ | 11.35 | 207.2 | 1010 | 27.81 | 0.925 |
| Pb | $1\times10^{-5}$ | 11.35 | 207.2 | 6030 | 13.92 | 0.993 |
| Pb | $1\times10^{-4}$ | 11.35 | 207.2 | 1010 | 27.81 | 0.460 |
| Pb | $1\times10^{-4}$ | 11.35 | 207.2 | 6030 | 13.92 | 0.936 |

表 6.1: each parameter's transmission of each elements.

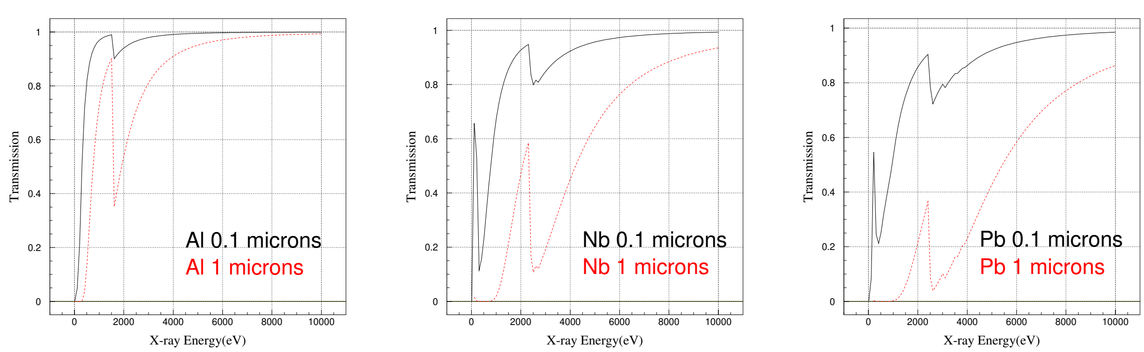


図 6.3: 各物質における X 線透過率。左から Al、 Nb、 Pb の場合。黒の実線は 0.1$\mu$m、赤の点線は 1$\mu$m。

Nb の場合 0.3 keV あたりと 3.3 keV あたりに吸収ができる。 0.1 $\mu$m の時の透過率は 6 keV で 0.97。 1 $\mu$m では 0.75。よってこの点でいえば 0.1 $\mu$m 程度が望ましい。これに磁気侵入長を考慮すれば Nb0.5 $\mu$m くらいが適当だろうか。

Pb の場合も磁気 shield の能力を考慮して 0.5 $\mu$m 程度であろう。 Al の場合は磁気 shield の役目は特に求めることはできないので、熱伝導率と X 線透過率を考慮して 0.1-0.2 $\mu$m が適当と思われる。

### 6.2.2 IR-UV Blocking filter

先に述べたように、 300 K からの熱的ノイズは検出器の劣化をもたらすため、多層断熱を応用した filter を入射窓に導入する。この概念図を図 6.4に示す。

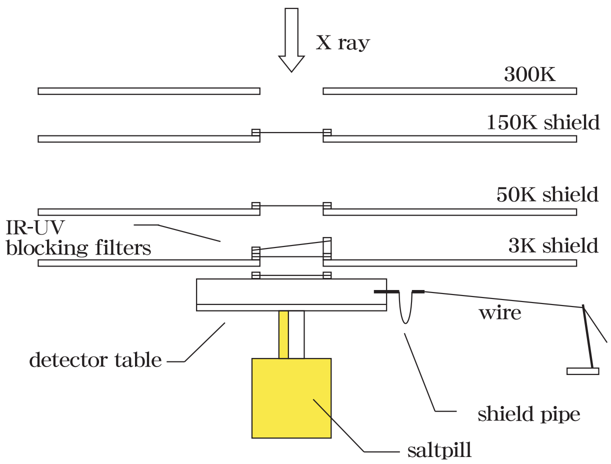


図 6.4: 入射窓の構造図。図にはないが 300K 部分は、ベリリウム窓か X 線ビームラインに直接コネクタでつながる。

本 ADR の底部には常温部から極低温部までに 150Kshield、 50Kshield が VCS— 蒸気冷却として入り、さらに He tank 底面にある 3K shield が入っている。ここに Blocking filter として Al 蒸着した熱制御フィルムをいれたのみの部分をつくって入射窓とする。この時の filter の厚さと穴の大きさは X 線透過率と熱流入による温度勾配で決定する。

例として、直径 1 cm の大きさのアルミナイズドマイラが受ける輻射熱と、これによる温度勾配を簡易計算してみる。断面積は蒸着されたアルミを 0.1 $\mu$m、マイラを 5 $\mu$m 厚とする。

簡単に考えるため、中央の直径 3 mm 部分が受ける輻射の熱量が直径 3 mm-1 cm 間の伝導熱に等しいとかんがえてみる。すると 300 K から 150 K への輻射熱は $\sim$3 mW、 Al の熱伝導率は 150 K で 2500 mW/K-cm をもちうるので、この時の中央 3 mm$\phi$ の温度上昇 $\Delta T$ は

$$\frac{9.4\times10^{-6}(\mathrm{cm}^2)}{0.7(\mathrm{cm})}\times2500(\mathrm{mW/K-cm})\Delta T = 3(\mathrm{mW}) \qquad \Delta T \sim 90\ \mathrm{K} \quad (150-300\ \mathrm{K}) \tag{6.11}$$

同様に 150K から 50K、 50K から 3K へは

$$\frac{9.4\times10^{-6}(\mathrm{cm}^2)}{0.7(\mathrm{cm})}\times8000(\mathrm{mW/K-cm})\Delta T = 0.20(\mathrm{mW}) \qquad \Delta T \sim 1.9\ \mathrm{K} \quad (50-150\ \mathrm{K}) \tag{6.12}$$

$$\frac{9.4\times10^{-6}(\mathrm{cm}^2)}{0.7(\mathrm{cm})}\times15000(\mathrm{mW/K-cm})\Delta T = 2.5(\mu W) \qquad \Delta T \sim 12\ \mu\mathrm{K} \quad (3-50\ \mathrm{K}) \tag{6.13}$$

この計算はあまりに単純だが、ここまで小さければ温度上昇の心配はない。 150K shield については 2 枚にする必要があるかもしれない。

注意しておきたいのは 3K shield の filter で、 filter に対し直角方向の入射光は影響を受けること無く極低温に侵入する場合がある。よってこれを防ぐために、カロリメータ導入の際は角度を数度変えた 3 枚の filter を 3K shield に導入する。

## 6.3 detector table の設計

上で述べた事柄より、本 ADR では次のような detector table のプロトタイプを製作した。これを図 6.5に示す。

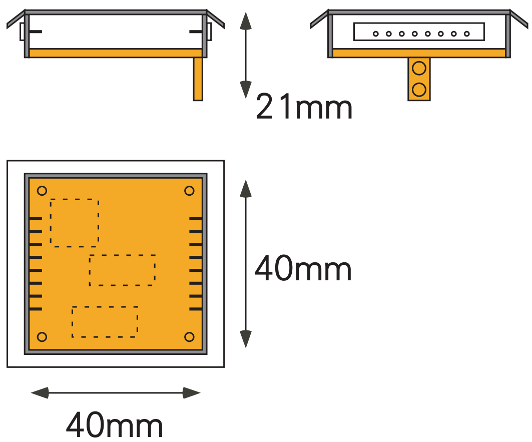


図 6.5: detector table プロトタイプの構造図

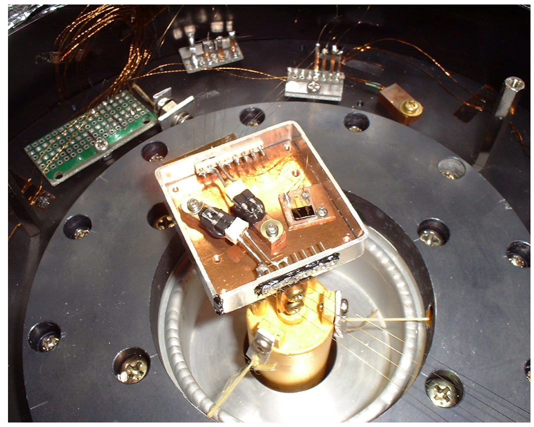

図 6.6: 極低温部に導入したプロトタイプ。 RT 測定時 (第 6.4.1章参照)。

この detector table は 0.2mm 厚の無酸素銅を table とし、側面として 1 mm 厚のアルミ板を table にエポキシ接着剤*で接着している。配線系は側面にエポキシ接着した IC ソケットを通して中に入る。フタも 1 mm 厚のアルミ板を使用し、銅の table とネジ圧着される。

また磁場の影響を考慮し、全体に 0.1 mm 厚の Nb 板を覆える形にした。これは saltpill との熱リンク部分と IC ソケット部分以外の table 全体を覆う形でネジ圧着される。 radiation shield としての機能を考慮して、フタだけはアルミ板が外側にくるようにした。

アルミは 1.2 K で超伝導になってしまうため、本来は構成部品を全て無酸素銅にするのが最適だが、 saltpill の総重量 218.5 g 以下にしたいため、側面などにはアルミを採用した。アルミを使用することで radiation shield の役目も果たす。結果、 detector table プロトタイプは table 面積 40 × 40 mm、高さ 13.5 mm、総重量 49.4 g となった。

## 6.4 冷却試験

本章の始めに図 6.1.2で示したように、断熱消磁試験では dtector table プロトタイプを導入したことで見かけ上の断熱消磁の効率がよくなった。温度計にかかる radiation を取り除くことができているからと思われる。

次に図 6.1.2に、入射窓を導入した際の断熱消磁試験結果を示す。導入した入射窓の構造は図 6.7にあるようにリング (18mm$\phi$ の真鍮ナット) を使った圧着式にした。デュワーポンピングの際の、内部の気圧差によって破れる危険性を考え、まずは 9$\mu$m 厚の比較的厚いアルミ蒸着マイラフィルムを使用した。 detector table にはまだ導入しなかった。

図 6.1.2の中で、赤丸は MLI 用アルミ蒸着フィルムに 18 mm$\phi$ の穴をあけたもの、青の三角は、これにさらに Al radiation shield に 10 mm$\phi$ の穴をあけ、 blocking filter としてアルミ蒸着フィル

*STAYCAST 2850FT

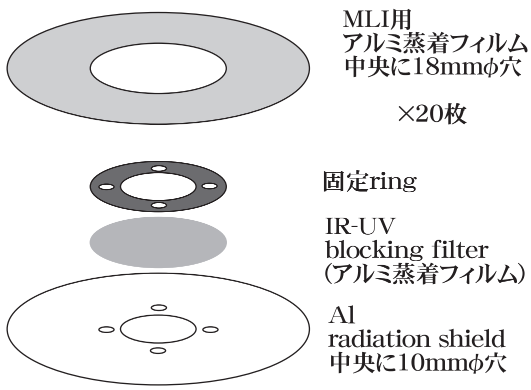


図 6.7: 導入した入射窓の構造図。実質の入射窓の大きさは 10mm$\phi$。

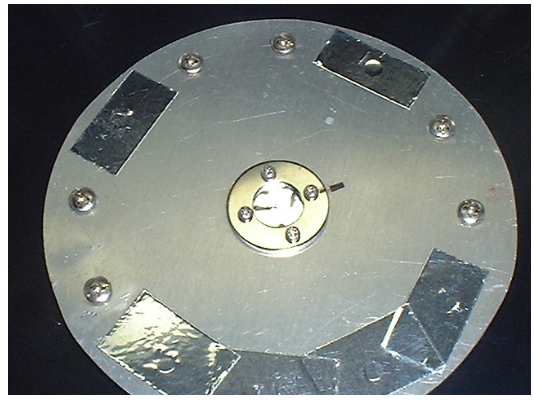

図 6.8: 3K shield の中央に導入した Blocking-Filter。0.1$\mu$m 厚の Al 蒸着された 9$\mu$m 厚マイラフィルムを使用。

ムを導入したものである。両方において断熱消磁の効率に大きな変化はない。入射窓導入による断熱消磁への影響はほぼないといえる。

しかしこれは逆に、断熱消磁試験ではもはや入射窓の性能評価ができないことを意味する。よって次に、 TES-ETF 型マイクロカロリメータの温度計となる TES 部分 — 超伝導 2 層薄膜の超伝導遷移温度測定をすることで、 detector table プロトタイプ、及び入射窓の性能を評価する。

### 6.4.1 超伝導 2 層薄膜の超伝導遷移温度測定

TES-ETF 型マイクロカロリメータは、 X 線入射の際の微小な温度変化を捕えるための温度計として、チタンと金の超伝導 2 層薄膜を使用している。 2 層薄膜にした際に生じる近接効果を利用することで、膜圧比を変えることで超伝導遷移温度をコントロールすることができる。マイクロカロリメータは熱的ノイズを低くしたり、その動作点を最適値にするために遷移温度を自由に制御できる方が望ましい。

この Ti/Au 超伝導 2 層薄膜の遷移温度は 100 mK 近傍なので、よって遷移温度を測定することで detector table 及び入射窓の性能評価を行なった。以下、この超伝導遷移温度測定を RT 測定と呼ぶ。

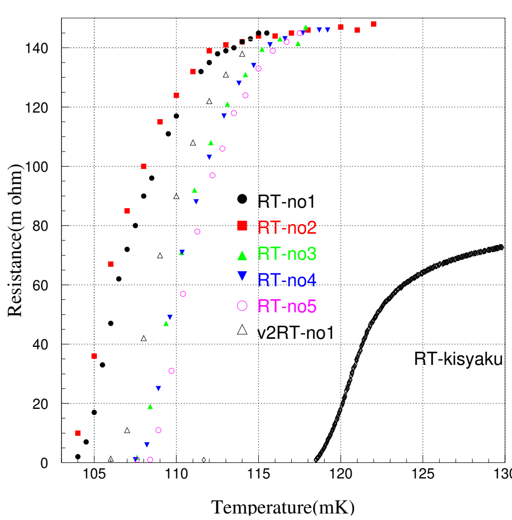


図 6.9: RT results in 02/08/09

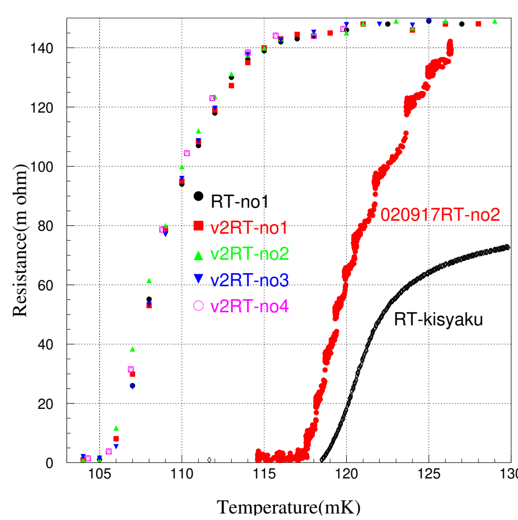


図 6.10: RT results in 02/09/04 and 02/09/17

まず図 6.9は、単純に 3 mm 厚の OFC(無酸素銅) を台にした table で、 50 nm/120 nm の Ti-Au2 層スパッタ薄膜の超伝導遷移測定 (RT 測定) をしたものである。 radiation shield がほとんどないため、測定の度に遷移温度が 5-7 mK 変化してしまっていることがわかる。なお、同様のスパッタ薄膜から切り出したチップが宇宙科学研究所の希釈冷凍機にて RT 測定されており、これを RT-kisyaku という data で同時に plot しておく。こちらとは測定したチップが異なるため、超伝導直前の抵抗のみ異なる。宇宙科学研究所の希釈冷凍機は混合器内の液体ヘリウムに直接浸した形で測定しているため、温度計のキャリブレーション関数の問題もあって ±2mK 程度の誤差は生じているものの、おそらくこのあたりが正しい遷移温度と考えられる。

これに対し図 6.10は、 shield をつけた場合の超伝導測定である。 02/09/04 に行なった実験では、radiation shield のついた detector table プロトタイプを Nb shield なしで導入した。 shield が入ったことで薄膜 –table 間の温度差を解消し、 2 回の断熱消磁で 5 回の超伝導遷移測定を行ない、 300$\mu$K 程度の範囲でほぼ同一直線上を走っている。

さらに 02/09/17 には、この detector table 全体に 0.1mm 厚の Nb 板で覆い、ネジで固定した。これによって radiation はさらに効果的に取り除かれ、遷移温度が上昇した結果となっている (図 6.10の 020917RTno2 という data)。

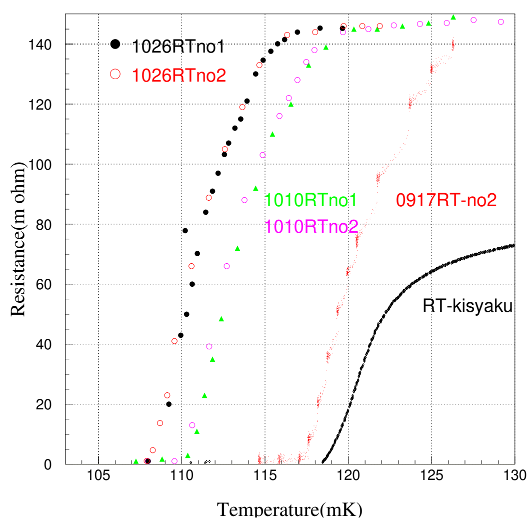


図 6.11: 入射窓導入による RT 測定の変化。導入によって遷移温度が 10mK 程度変化している。 2 日とも 2 回の測定でほぼ同一直線上。

次に入射窓導入による影響をみる。図 6.11は、 150K、 50K、 3K のアルミ radiation shield にそれぞれ 10 mm$\phi$ の穴をあけ、 blocking filter としてアルミ蒸着フィルムを導入したものである。図中の 10 月 10 日の data では、これにより遷移温度が 10 mK 程度変化してしまった。入射窓にすき間が生じていたこと、ふたにすき間が生じてしまったなどが考えられる。

ただし理論計算上ではこの上昇を説明できない。仮に、 2 層薄膜が単純に 10 mK の温度差を持ったと考えた場合、 100 mK 下での 2 層薄膜 —detector table 間の境界熱接触抵抗を比較的小さい 0.1 mW/K$^2$cm$^2$ と考えて、 2 層薄膜の大きさが 5 × 4 mm より、例え黒体輻射と考えても 1 K 以上からの輻射が無ければこれだけの温度差にはならない。 2 層薄膜を囲む detector table のふたがこれだけの温度をもつとは考えにくい。

側面のアルミ板が温度勾配を持ったとも考えられる。 2 層薄膜の抵抗を測定するための配線は detetor table 内で NbTi 銅被覆線を使用し、 2 層薄膜とアルミ側面の IC ソケットを結んでいる。 NbTi の直径は 0.067 mm$\phi$、そのまわりの銅被覆は 0.097 mm$\phi$ より、 4 本で銅部分の断面積は 1.97 × 10 $^{-4}$ cm$^2$。銅は 100mK 近傍で 100 mW/K-cm という高い熱伝導率を持ち得るので、 100 mK 下での 2 層薄膜—detector table 間の境界熱接触抵抗を 0.1 mW/K$^2$cm$^2$ と置くと、アルミ側面と detector table との温度差 $\Delta T$ は

$$\frac{1.97\times 10^{-4}(\mathrm{cm}^2)}{2(\mathrm{cm})}\times 100(\mathrm{mW/K-cm})\Delta T$$

$$= 0.5(\mathrm{cm})\times 0.4(\mathrm{cm})\times 0.1(\mathrm{mW/K}^2\mathrm{cm}^2)\times 0.01^2 = 2\times 10^{-6}\ mW$$

$$\Delta T \sim 0.2\ \mathrm{mK} \tag{6.14}$$

よってアルミ側面と 2 層薄膜が 0.2 mK の温度勾配を持つこと、即ちアルミ側面が detector table と 10 mK 程度の温度勾配を持っていたとすれば説明できないこともない。アルミ側面への流入熱は detector table へ導入される配線系、すなわち NbTi 線ホルマル被覆 (0.1 mm$\phi$) の 2 K からの流入がある。これは第 4章の式 4.38ですでに求めているが、この RT 測定時には 12 本導入していたので、配線による流入熱は ~80 nW となる。アルミは超伝導状態では熱伝導率は 0.1 mW/K-cm と小さく、アルミ側面と detector table との温度勾配は

$$\frac{1.6}{1}\times 0.1(\mathrm{mW/K-cm})\Delta T = 80\ nW \qquad \Delta T \sim 0.5\ \mathrm{mK} \tag{6.15}$$

配線ではここまでの勾配は考えられない。特に配線流入熱によるアルミ側面 — detector table の温度勾配が存在したとしても、入射窓導入によって影響がでたことを説明していない。またアルミ側面への流入熱として輻射熱も考えられるが、これも 10 mK の温度勾配を作り出すのに 10K 以上の高温部からの輻射がなければならない。

最後に図 6.11中で 10 月 26 日の data は、 3K shield 部分の blocking filter が機能していないのを考慮して、この filter をはずして Al 板でふさいだ状態で RT 測定したものである。この測定では、filter をはずしたにもかかわらず遷移温度が元に戻らなかった。すき間をつくっていたのか、 150K、50K shield も完璧ではない可能性がある。 RT 測定は同じセットアップで測定をすれば、一度デュワーを 300 K まで昇温しても再現性のあることは確認されているが、これについて系統誤差を求める測定が必要かもしれない。

**RT 測定においての、超伝導 2 層薄膜の磁場からの影響**

超伝導 2 層薄膜は超伝導体のため、いうまでもなく ADR の作り出す磁場に影響される。特に遷移温度測定では臨界温度を臨測定するため、超伝導臨界磁場は限りなく小さいはずである。第 7.3章で詳しく述べるが、本 ADR では 100mK 程度の温度で、 detector table へ 2-3 Gauss の磁場を作り出す。また温度制御のためにこれは連続的に変化する。これが RT 測定に対して影響をもっている可能性がある。

これを調べるには磁場がどの程度かかっているかを知るのが適当だが、しかし 100 mK 程度の極低温において 2-3 Gauss の磁場を測定するのは一般に難しい。極低温ではジュール発熱が問題となるため、 bias を大きくすることで感度の良くなる磁束計 (ホール素子など) は使用できない。極低温で作

動する磁界計測システムとして最適なものに SQUID 磁束計があるが、本 ADR ではこれはまだ動作を確立できていない。よって磁場の影響についての考察はここでは伏せる。

## 6.5 比熱計算

### 6.5.1 磁性体比熱と流入熱の測定

第 2章で説明したとおり、磁性体の比熱は近似計算かもしくは分子場近似を用いることで出すことはできるが、これには誤差が大きく入るため、実際の測定値を使用する方がよい。図 2.4を見るかぎり、 FAA($FeNH_4$ alum) は 100 mK で 3.3 J/K-mol、 60 mK で 5 J/K-mol の比熱をもつ。

さて、本 ADR に導入している saltpill の比熱を知るにはまず流入熱を測定する必要がある。一般には比熱測定は熱伝導度のわかっている物質を使って、温度変化の時定数から見積もる ([29] 参照)。試料の比熱を $C$、温度 $T$、温度 $T_0$ の時の試料と熱浴との熱伝導度を $G$ とおく。試料に加える熱量 $P$ に対して次のつりあいの方程式、

$$CdT = Pdt - G(T - T_0) \ \Rightarrow\ \frac{dT}{dt} = \frac{P - G(T - T_0)}{C} \tag{6.16}$$

ただし初期状態では $P = Pi(P_i$ は試料の温度を $T = T_i$ に保つために初期状態で加えている熱量)、$P = P_i + P_e(Pe$ は試料の温度を $T = Tf$ まで上昇させるために $t$ 秒だけ加えた熱量)) が成り立つ。初期状態では式 6.16は、

$$0 = P_i - G(T_i - T_0) \tag{6.17}$$

温度下降時 ($P = P_i$ を加えている状態) の温度変化曲線 $T(t)$ に対し、式 6.17の解

$$T = T_i + (T_f - T_i)\times exp{-}t/\tau \tag{6.18}$$

をフィットさせ、 $T_f$、 $\tau(= C/G)$ を決定する。次に $P = P_i{+}P_e$ を加えているプロセスでは、式 6.16の解は

$$T = T_i + \frac{P_e}{G}(1 - exp{-}t/\tau) \tag{6.19}$$

このプロセスの終状態が式 6.18につながるので、

$$T_f = T_i + \frac{P_e}{G}(1 - exp{-}t/\tau) \tag{6.20}$$

わからないのは $G$ の中の $C$ だから結局

$$C = P_e\tau(1 - exp{-}t/\tau)/(T_f - T_i) \tag{6.21}$$

が成り立つ。実際の $C$ は試料 + 試料を載せる台の比熱の和になるので、台の比熱はバックグランドとしてあとで差し引く必要がある。

しかし本 ADR の磁性体の場合、熱容量が 100 mK 近傍で 5(J/K-mol) 程度になるためこのような測定は容易ではない。また流入熱も detector table の設計方法で変化してくる。よって熱負荷のある場合とない場合との、 1 mK 温度上昇する time scale をみることで測定してみる。

ある温度 T での物質の比熱を $C(T)$、流入熱を $P(T)$ とおく。ヒーターを使って発熱させた場合の発生熱平均値を $W$ とおくと、これらの関係は単純な 2 次方程式で

$$C(T)\times 0.001 = s1(s)\times P \qquad C(T)\times 0.001 = s2(s)\times(P + W) \tag{6.22}$$

$s1$ はヒーターをたかない場合の、 1 mK 温度上昇するのに要する時間。 $s2$ はヒーターをたいた場合の、 1 mK 温度上昇するのに要する時間である。ヒーターの出力した値を知っていれば、温度上昇の time scale をみることでその温度での比熱と流入熱が大体わかる。

測定は 8 月 29 日に行なった。この時の detector table プロトタイプには 0.1mm 厚の Nb shield はつけていない。測定方法は、ヒーターとして抵抗温度計を 4 端子法で接続し、 detector table に導入した。これに KEITHLEY 236 Source Measure Unit を使って定電流を流し電圧を測定した。測定値から計算される抵抗には配線系の抵抗も含まれる。そこで 4 端子法で配線されたうち、抵抗温度計の同じ bias 側につけられた配線の往復抵抗値を測定しておき、これの 2 分の 1 を配線抵抗とした。

測定された温度上昇の time scale と、それによって導かれた比熱を表 6.2に示す。

| 温度 (mK) | 時間 ヒーターなし (s) | 時間 ヒーターあり (s) | ヒーター 発熱量 ($\mu$W) | 流入熱 ($\mu$W) | 磁性体比熱 (J/K) |
|---|---|---|---|---|---|
| 73-74mK | 1620 | 440 | 1.7 | 0.63 | 1.02 |
| 74-75mK | 1450 | 440 | 1.7 | 0.74 | 1.06 |
| 75-76mK | 1330 | 400 | 1.7 | 0.73 | 0.97 |
| 76-77mK | 1290 | 390 | 1.7 | 0.73 | 0.945 |
| 77-78mK | 1230 | 405 | 1.7 | 0.83 | 1.02 |

表 6.2: 比熱測定結果。

ヒーターにかかった電圧は 30 $\mu$A で 67 mV 一定と測定された。この時の配線抵抗は $V_+$—$I_+$ 間で 183.82 Ω、 $V_-$—$I_-$ 間で 174.43 Ω であった。この場合極低温部に導入されたヒーターの作動時の抵抗 R は

$$\left(\frac{182.82 + 174.43}{2} + R\right)i = v \qquad R = 1876.1\ \Omega \tag{6.23}$$

よって発熱量は $Ri^2 \sim 1.7\ \mu$W 程度と計算される。表 6.2より、 70-80 mK で saltpill の比熱は 0.95-1 J/K と測定された。 saltpill に充填された磁性体の量は 89.9 g、 0.187 mol と測定されているので、これよりモル比熱は 5.1-5.3 J/K-mol となる。図 2.4を見る限り、この値はほぼ問題ないと思われる。

流入熱については 0.6-0.8 $\mu$W と測定された。式 4.29、式 4.33 ∼ 4.38より理論計算値で 0.6-0.8 $\mu$W と考えられたので、これもほぼ正しい値と思われる。ただし上の測定は 70-80 mK のみなので、今後違う温度で測定する必要がある。

### 6.5.2 等温保持時間と冷凍能力

現在の ADR が、比熱において問題ない値をもつことがわかったが、冷却の際の低温保持時間は比熱ではなく図 6.12のような斜線部分の熱容量として考える。 $T_L$’ K という一定温度にして冷却したい場合、磁性体の吸熱できる総量は図 6.12の斜線部分に等しいので、これが ADR の実質上の冷凍能力を表す。

ADR は希釈冷凍機などのような循環運転方式ではなく、必要な低温保持時間を決めることで初めて冷凍能力が決まる。第 5章において、図 5.6の結果から、 80 mK を外部電流 75 mA の状態から制

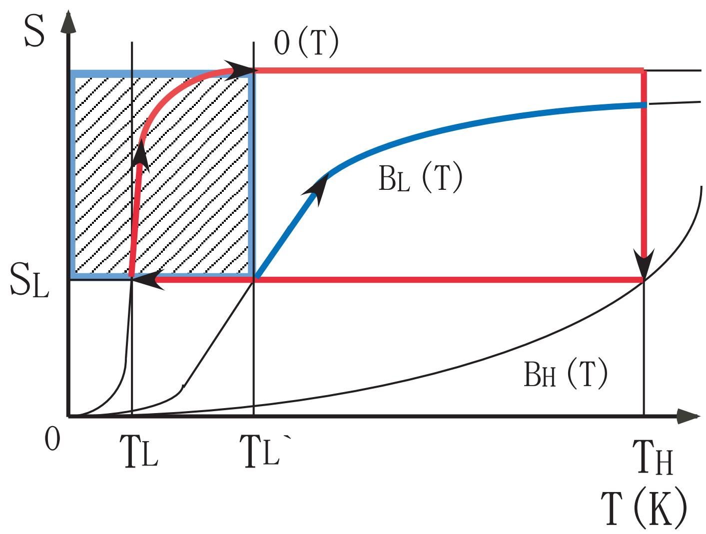


図 6.12: 断熱消磁冷凍機の、等温にした場合の熱容量。図の斜線部分。

御した場合、保持時間はエントロピー上昇を考慮して 15 hour@80 mK と述べた。これは熱負荷をかけない状態で行なったもので、 saltpill を温めるのは流入熱しかない。よってこの場合の保持時間は、冷凍能力を 0.6-0.8 $\mu$W と設定した場合、となる。

上の単純計算では、 80 mK での冷媒が吸熱できる総量は 0.03-0.04 J となる。この総量は決まった値なので、これより保持時間を 5 時間に設定すれば、冷凍能力は 1.8-2.4 $\mu$W、 3 時間にすれば 3-4 $\mu$W となる。

### 6.5.3 エントロピーから見積もられる冷凍能力

参考に、冷凍サイクルからエントロピーを見積もり、保持時間と冷凍能力を求めてみる。典型的な値として消磁開始温度を 2.7 K、最大磁場を 3.5 T とした場合、磁性体エントロピーは式 2.10より、 1.2 J/K-mole を得る。磁性体の内部磁化を、冷却試験で見積もられた値、 600 Gauss と仮に置くと、この内部磁化のみの場合のエントロピーは、 80 mK で 3.8 J/K-mole。よって 80 mK を保持する時の、 saltpill の吸熱できる総量は

$$0.187(mole)\times(3.8-1.2)\times0.08 = 0.04 \text{ J} \tag{6.24}$$

実験値と大体合う。図 6.13及び表 6.14は、ここで述べたエントロピー計算グラフと、これから求まる冷凍能力である。グラフで紫は最大磁場、青は 80 mK 到達直後の外部磁場 1000 Gauss の曲線、赤は内部磁化 600 Gauss でのエントロピー曲線を表す。

## 6.6 まとめ

detector table については、本来ならば実際にカロリメータを導入し、 X 線検出を行なった上で性能評価をするべきである。本論文ではカロリメータによる X 線検出までは到らず、外部 X 線入射もできなかったことはとても残念である。

最も実験を困難にしていたのはこの detector table である。第 6.3章で示したこのプロトタイプを使用した断熱消磁試験で冷却の効率は大きく変わった。また本論文中では示さなかったが、、 2 つの

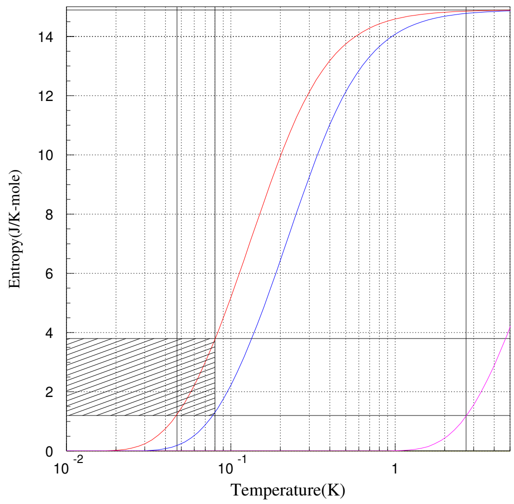


図 6.13: 典型的な冷凍サイクルでのエントロピー曲線。

| 設定温度 (mK) | 冷凍能力 ($\mu$W) | 保持時間 hours |
|---|---|---|
| 60 | 0.6-0.8 | 3.9-5.2 |
| 60 | 1 | 3.1 |
| 80 | 0.6-0.8 | 13.8-18.5 |
| 80 | 1 | 11.1 |
| 100 | 0.6-0.8 | 26-34.6 |
| 100 | 1 | 20.7 |

図 6.14: エントロピーから計算される各温度での冷凍能力

温度計を導入すると表示される温度が異なる問題が起こり、結局これは温度計の導入方法によって 2 温度計間に温度勾配が生じていたことがわかった。

この章ではどうしても理論が先行しすぎて実際の冷却実験が追い付いていない形となってしまった。特にカロリメータ開発の大きなネックと思われる磁場の影響はまったくできていない。これは SQUID の導入によって初めて実現する。今後は磁場を直接測定することで性能評価を行なう。

# 第 7 章

# SQUID system

マイクロカロリメータはその高いエネルギー分解能を実現させるため、信号読みだし系にも低ノイズが要求される。また TES-ETF 型マイクロカロリメータはその動作原理より、低インピーダンスの信号増幅器が最適であり、これにはジョセフソン接合を利用した SQUID が最も有効と考えられる。

この章では本 ADR に導入された SQUID AMP の system について述べる。第 7.1章で SQUID の一般的な原理と理論、第 7.2章で SQUID を動作させるのに必要な磁気遮蔽の理論について述べる。またホール素子を用いた磁場測定試験 (第 7.3章) より、 shield に要求される性能を見積もり、 SQUID shield を自作した。この shield を使用しての SQUID 導入試験結果を第 7.4章に示す。

## 7.1 SQUID の動作原理

SQUID とは、超伝導量子干渉計:Super QUantum Interference Device) の略で、超伝導の量子性を利用した装置である。 SQUID には大きく分けて dc-SQUID と rf-SQUID とに分類される。それぞれ dc 域あるいは rf 帯の信号を扱う SQUID というような印象を受ける名ではあるが、これはバイアス方式の違いに由来した命名であり、扱う信号の周波数とは無関係である。

rf-SQUID はジョセフソン (Josephson) 接合を 1ヶ所持つ超伝導リングを利用しており、そのリングには通常 rf 帯 (20 $\sim$ 30 MHz) の循環交流電流を流して動作させる。これに対し dc-SQUID は、 2 つのジョセフソン接合を直流電流でバイアスして用い、接合を揃えるのは難しいが感度が高いという特徴を持つ。本論文では、エネルギー分解能を追求するために、より低ノイズである dc-SQUID を用いる。

### 7.1.1 dc-SQUID の原理

dc-SQUID 素子は図 7.1 のように並列した 2 つのジョセフソン接合からなる構造を持つ。接合を流れるジョセフソン電流は接合両端の位相差によって決まるが、 2 つの接合の位相差は独立ではなく、ループを貫く磁束によって制限を受ける。

図 7.1 の添字 $i$ $(i = 1, 2)$ の接合面での位相を $\theta_{\mathrm{ia}}$、 $\theta_{ib}$ としてそれぞれの接合面での電流を求めると、

$$I_{\mathrm{i}} = I_0 \sin(\theta_{\mathrm{ia}} - \theta_{\mathrm{ib}}) = I_0 \sin \Delta\theta_{\mathrm{i}} \tag{7.1}$$

のように位相差に依存した電流が流れる (直流ジョセフソン効果)。ループにかけるバイアス電流を $I_{\mathrm{B}}$

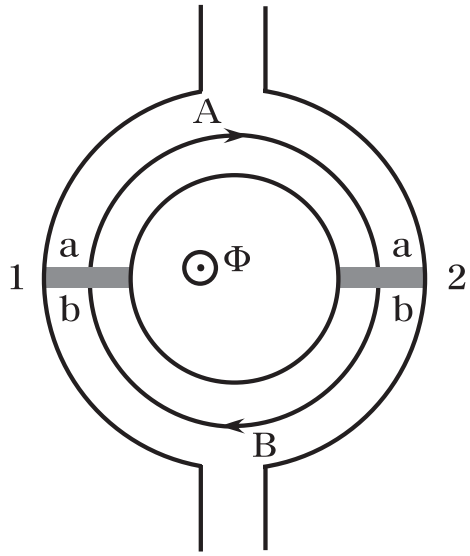


図 7.1: dc-SQUID 素子の模式図

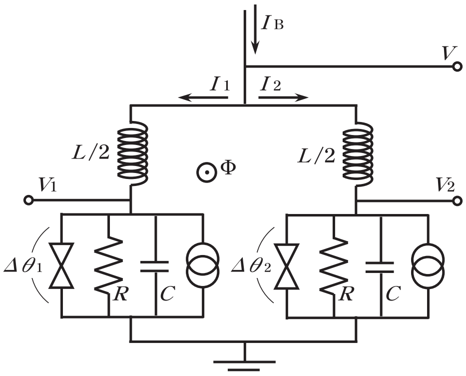


図 7.2: dc-SQUID 素子の等価回路

とすると、

$$I_{\mathrm{B}} = I_1 + I_2 \tag{7.2}$$

となる。超伝導ループ内を貫く磁束は時間的に一定に保たれ、その磁束は超伝導量子磁束 $\Phi_0$ の整数倍しか許されない。電荷 $e$ と Planck 定数 $h$ を用いて、

$$\Phi_0 \equiv \frac{h}{2e} = 2.0678 \times 10^{-15} \qquad \text{[Wb]} \tag{7.3}$$

である。これを用いて、図 7.1 のように積分路 A、 B を取ると、

$$(\theta_{1\mathrm{a}} - \theta_{1\mathrm{b}}) - (\theta_{2\mathrm{a}} - \theta_{2\mathrm{b}}) = \Delta\theta_2 - \Delta\theta_1 = 2\pi\frac{\Phi}{\Phi_0} \tag{7.4}$$

の制限がかかる。ループを貫く磁束 $\Phi$ は、外部磁束 $\Phi_{\mathrm{ext}}$ とループの自己インダクタンス $L$、ループの循環電流 $J = (I_1 - I_2)/2$ を用いて、

$$\Phi = \Phi_{\mathrm{ext}} + LJ \tag{7.5}$$

と表すことができる。

簡単のため、 $L = 0$ のときをまず考える。式 7.1 ~ 7.5 より、

$$I_{\mathrm{B}} = 2I_0 \cos\left(\pi\frac{\Phi_{\mathrm{ext}}}{\Phi_0}\right)\sin\left(\Delta\theta_{\mathrm{i}} - \pi\frac{\Phi_{\mathrm{ext}}}{\Phi_0}\right) \tag{7.6}$$

となり、外部磁束 $\Phi_{\mathrm{ext}}$ に対し上式を満たす $I_{\mathrm{B}}$ の最大値は、

$$I_{\max} = 2I_0 \left|\cos\left(\pi\frac{\Phi_{\mathrm{ext}}}{\Phi_0}\right)\right| \tag{7.7}$$

で与えられる。つまりこの並列接合の超伝導臨界電流はリングを貫く外部磁束により周期的に変動する。

式 7.7 では外部磁束により臨界電流は 0 から $2I_0$ まで変化するが、自己インダクタンス $L$ を考慮すると一般には 100% の変調は受けない。式 7.1 の sin 項を、 $-\pi/2 < \theta < \pi/2$ の領域で、

$$I_{\mathrm{i}} = I_0 \sin\Delta\theta_{\mathrm{i}} \sim \frac{2}{\pi}I_0\Delta\theta_{\mathrm{i}} \tag{7.8}$$

と近似すると、式 7.1 ~ 7.5 より、

$$I_{\mathrm{i}} = \frac{1}{2}I_{\mathrm{B}} \pm \frac{\Phi_{\mathrm{ext}}}{L + \frac{\Phi_0}{2I_0}} \tag{7.9}$$

となる。ここで復号は $i$ によって異符号をとる。 $\beta$ を、

$$\beta I_{\mathrm{max}} \equiv \frac{2LI_0}{\Phi_0} \tag{7.10}$$

と定義すると、 $\Phi_{\mathrm{ext}} = \Phi_0/2$ での臨界電流の減少は、

$$\delta I_{\mathrm{max}} = \frac{2I_0}{1+\beta} \tag{7.11}$$

となる。このほか、素子の対称性、 2 つの接合の臨界電流の揃い具合なども変調の様子に影響を与える。

$I_{\mathrm{B}} > 2I_0$ の直流電流でバイアスするとき、臨界電流が変化することによって、外部磁束の変化に対して出力が変化することになる。従って、磁束 / 電圧変換器として利用することができるのである。これが dc-SQUID の原理である。

素子の近くにコイルを巻けば、そのコイルを流れる電流によって、素子を貫く磁束を変えることができるので、電流 / 電圧変換器として用いることも可能である。 SQUID 素子を電流 / 電圧変換器として用いる際、最大の利点となるのは超伝導コイルを用いて SQUID 素子へ入力してやることで、入力はフローティングとなり測定する電流を全く乱さない点である。

磁束 / 電圧変換係数 $(\mathrm{d}V/\mathrm{d}\Phi)$ は次のようにして大まかに評価できる。変換率が大きいのは $I_{\mathrm{B}} \sim 2I_0$ としたときであり、このとき $\Phi = 0$ に比べ $\Phi = \Phi_0/2$ では、式 7.10 に相当するだけの電流が常伝導電流として接合を流れることになる。素子のインピーダンスを $R/2$ と近似すれば、両者での電圧差は $(R/2)\delta I_{\mathrm{max}}$ である。従って、

$$\frac{\mathrm{d}V}{\mathrm{d}\Phi} \sim \frac{R}{\left(1+\frac{1}{\beta}\right)L} = \frac{2I_0 R}{(1+\beta)\Phi_0} \tag{7.12}$$

となる。例えば、 $R = 1$ [Ω]、 $L = 1$ [nH]、 $I_0 = 1$ [$\mu$A] とすると、式 7.12 は

$$\frac{\mathrm{d}V}{\mathrm{d}\Phi} \sim 5 \times 10^8 \quad [\mathrm{V/Wb}] \tag{7.13}$$

$$= 2 \quad [\mu\mathrm{V}/\Phi_0] \tag{7.14}$$

という値になる。

### 7.1.2 FLL: Flux Locked Loop

SQUID 素子は外部磁束に対して周期的な特性を持つため、動作点が少しずれただけで増幅率が大きく変動する。また、入力信号が大きくなると出力は入力に比例しなくなり、ついには折り返しが起きてしまう。そこで線形性を持たせるために図 7.3 のようなフィードバックモードで用いるのが一般的である。

dc-SQUID の一般的な構成を図 7.4 に示す。 SQUID 素子は入力コイル及びフィードバックコイルに磁気的に結合している。フィードバックコイルにはフィードバック電流と共に一定振幅の $f_m =$ 数百 kHz の変調電流が流される。素子の出力インピーダンスは低いので、トランスあるいは変調周

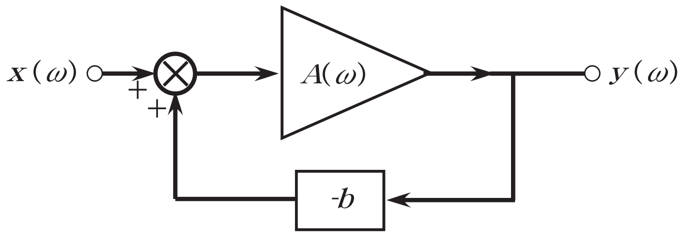


図 7.3: フィードバック回路図

波数に共鳴する直列共振回路で昇圧しインピーダンス整合を取ったうえで前置増幅器と結合させる。前置増幅器の出力は電流を参照信号としたロックイン増幅が行われ、さらにその出力は抵抗 $R_{\mathrm{FB}}$ とフィードバックコイルにより SQUID 素子にフィードバックされる。

SQUID を貫く磁束が一定に保たれるようにフィードバックをかけることから、磁束固定ループ (FLL: Flux Locked Loop) と呼ばれる。

このとき、フィードバック量 $b$ は、フィードバックコイルと SQUID との相互インダクタンスを $M_{\mathrm{FB}}$ として、

$$b = \frac{\Phi_{\mathrm{FB}}}{V_{\mathrm{out}}} = \frac{M_{\mathrm{FB}}}{R_{\mathrm{FB}}} \tag{7.15}$$

と表すことができる。

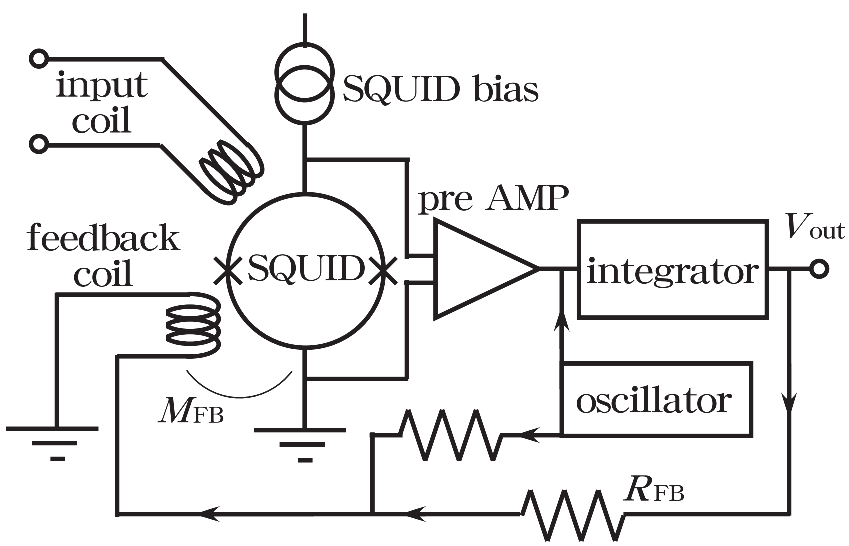


図 7.4: Flux Locked Loop。 FLL のフィードバック機構

SQUID の FLL が通常のフィードバックと大きく異なる点は、増幅度 $A$ が入力に対して周期的に変わることである。従って、フィードバックの安定点が無数に存在することである。もし、フィードバック制御がきかない程速くてしかも大きなノイズが SQUID にかかると、その前後で $\Phi_0$ の整数倍だけ異なった安定点に対してフィードバックがかかってしまうことがある。この異なった動作点で安定してしまうことをフラックスジャンプと呼び、一般にはフラックスジャンプ量は知り得ないので、その前後で測定が連続ではなくなる。

このように外来ノイズに対して、単にノイズが増えるだけではなく、本質的に正常の動作をしなくなってしまうという性質があるので、 SQUID の使う上でノイズの除去には細心の注意が必要となってくる。

### 7.1.3 dc-SQUID のノイズ

ジョンソンノイズ

dc-SQUID にはシャント抵抗の熱雑音に由来する固有雑音がある。熱雑音はリングの両端の電圧 $V$ と循環電流 $J$ に揺らぎを与える。 $I_0$、つまり常伝導金属リングであれば両者の間に相関はなく、電圧性 $S_{\mathrm{V}}^0$ はシャント抵抗が並列に入っており、電流性 $S_{\mathrm{V}}^0$ は直列に入っていることから、それぞれのスペクトルは、

$$S_{\mathrm{V}}^0 = 4k_{\mathrm{B}}\frac{R}{2}T = 2k_{\mathrm{B}}RT \tag{7.16}$$

$$S_{\mathrm{J}}^0 = \frac{4k_{\mathrm{B}}T}{2R} = \frac{2k_{\mathrm{B}}T}{R} \tag{7.17}$$

となる。 SQUID では循環電流 $J$ の揺らぎは $\delta J$ が磁束の揺らぎを与えることとなる。また、 $V$ が磁束の関数であることから両者には相関があり、簡単のため、

$$\delta V = \delta V^0 + \frac{\mathrm{d}V}{\mathrm{d}\Phi}L\delta J \tag{7.18}$$

とすると、 $\delta V$、 $\delta J$ のスペクトルを式 7.16 、 7.17 で近似することで、

$$S_{\mathrm{V}} \sim 2k_{\mathrm{B}}RT\left(1+\left(1+\frac{1}{\beta}\right)^{-2}\right) \tag{7.19}$$

と表される。

ショットノイズ

低温にて動作させることでジョンソンノイズは限りなく小さくなるが、そのような極限では通常無視されている量子力学的な揺らぎに基づくノイズが顔を出し始める。温度が $k_{\mathrm{B}}T < eV$ となるような状況では主要なノイズはジョンソンノイズではなく、トンネル接合部のショットノイズになると考えられる。

ショットノイズは周波数依存性を持たないホワイトノイズであり、ノイズスペクトルとして表すならば、

$$S_{\mathrm{V}} = eI_0R^2 \tag{7.20}$$

と書くことができる。

ノイズ等価パワー

以上のことからノイズスペクトルは、読み出し系の回路で決まる遮断周波数よりも低い周波数領域ではほぼ一定であり、ノイズ等価電流 $i_{\mathrm{n}}$ は典型的に数 $\mathrm{pA}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ である。定電圧バイアス下でカロリメータを動作させる際、 SQUID ノイズのノイズ等価パワーはノイズ等価電流 $i_{\mathrm{n}}$ を用いて、

$$\mathrm{NEP}_{\mathrm{readout}}^2 = \left|\frac{i_{\mathrm{n}}}{S_{\mathrm{i}}}\right|^2 \tag{7.21}$$

として与えられる。

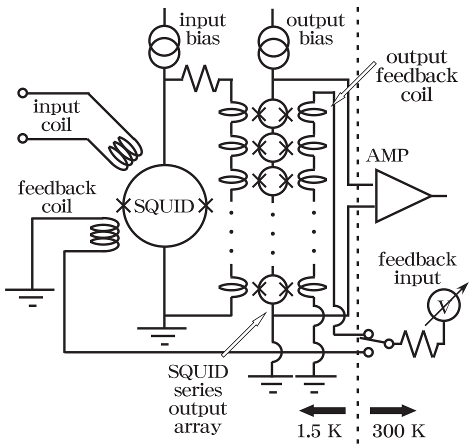


図 7.5: TSS AMP の回路図

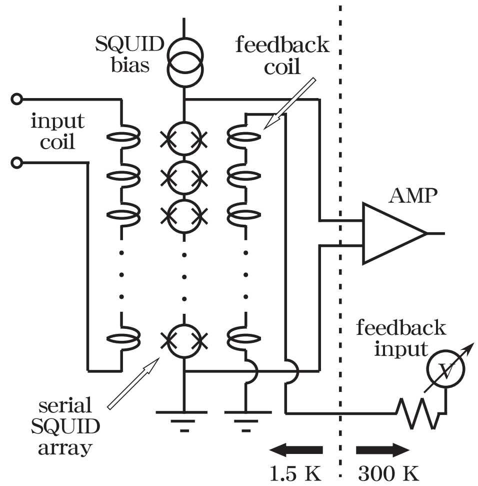


図 7.6: SSA AMP の回路図

### 7.1.4 SQUID AMP—200 Serial SQUID ARRAY AMP

本論文では読み出し系として SQUID AMP を使用した。SQUID 素子自体の利用可能な周波数帯域は dc ~ GHz と非常に広いが、低ノイズにするためロックイン増幅などの複雑な回路系によって、周波数帯域が制限されてしまう。そこで最近実現されてきたのが SQUID アンプである。

SQUID アンプは図 7.5 、図 7.6 のように、信号を複数のコイルを用いて数十 ~ 数百の直列に並べた SQUID へと入力し、それらの出力電圧の和をとることで信号を増幅する。多数の SQUID が直列に並んでいるため、単体の SQUID に比べて電流電圧変換パラメータ — ゲインが数十 ~ 数百倍に大きくなっており、インピーダンス整合がとり易くなっている。このため SQUID アンプの周波数帯域は単体 SQUID よりも遥かに向上する。さらに低温環境で信号を増幅できるので、室温に置かれた増幅器によるノイズの影響が小さくなる。

このうち TSS(Two Stage SQUID AMP) は図 7.5 のように初段のインプット SQUID と、後段の SQUID アレイという構造になっている。インプット SQUID からの出力をさらに複数のコイルを用いて後段の SQUID アレイへと入力し、それらの出力電圧の和をとり信号を増幅させる。

これに対し SQUID ARRAY は図 7.6 のように入力電流を複数のインプットコイルを用いて、SQUID アレイに入力し、直列に並んだ SQUID の出力電圧を足し合わせる構造をしている。

TSS のように初段・後段の 2 段階の増幅ではなく、知りたい情報 (信号) の最も近いところで、磁束 / 電圧変換と増幅を行うのでノイズの寄与が小さくなる。ただし、増幅度を大きくしようと SQUID アレイの数を多くすると、その分 SQUID の特性が揃い難くなり、接合の弱い部分があったりするとそこの周りで磁束のトラップが起こるなどの問題もある。

### 7.1.5 200 Serial AQUID ARRAY AMP の特性

本論文で導入した SQUID AMP は液体ヘリウムほどの極低温での使用を前提として開発された、セイコーインスツルメンツ株式会社 (SII : Seiko Instruments Inc) 製 200 SSA AMP である [31]。SQUID 基盤はガラエポでできており、SQUID AMP 素子及び主要な配線は基盤上の 0.5 × 0.5mm の $S_i$ ウェハ上に蒸着されている。一つ一つの SQUID 素子はそれぞれ SQUID ワッシャー、フィードバックコイル、インプットコイルからなっており、配線は全て Nb 配線となっている。よって SQUID は少なくとも Nb の超伝導遷移温度、9.23 K 以下で動作させる必要がある。SQUID ワッシャーに

はシャント抵抗がはいる。この他素子にはそれぞれ磁気トラップをキャンセルさせるためのヒーターがついている。

200 SSA の性能を表 7.1に、および配線図を図 7.7に示す。 SQUID 駆動装置で駆動させた時のゲインは 50 kV/A で、これより電流分解能は 10 pA/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ が見込まれる。

| パラメータ | SSA |
|---|---|
| 入力コイル | |
| 　自己インダクタンス $L_{\mathrm{in}}$ | 40 nH |
| 　相互インダクタンス $M_{\mathrm{in}}$ | 90 pH |
| フィードバックコイル | |
| 　相互インダクタンス $M_{\mathrm{f}}$ | 90 pH |
| | |
| $\Delta V$ | 6 mV |
| $(\frac{\partial V}{\partial \Phi}$ | 9.4 mV/$\Phi_0$) |
| | |
| ゲイン $G(= M_{\mathrm{in}}\frac{\partial V}{\partial \Phi})$ | 820 V/A |
| 磁束ノイズ (10kHz) | $0.45\mu\Phi_0/\sqrt{Hz}$ |
| 電流分解能 (FLL 作動時) | 10 pA/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ |

表 7.1: SQUID 素子パラメータ


図 7.7: 200 Serial SQUID Array AMP の基盤上配線図

## 7.2 磁気遮蔽

### 7.2.1 外来磁気ノイズ

SQUID を使用する場合問題となるのは、その固有雑音のみならず環境からのノイズである。空間に常に存在する磁気 — 地磁気、測定装置、建物の構造物などのノイズは典型的な値で表 7.2くらいだが、これが作り出す影響は SQUID の固有雑音よりも桁違いに大きく、 SQUID の性能を十分発揮させるにはまず外部からのノイズをカットする必要がある。

上に示していないものでも、クライオスタット中の部品にも磁化率をもつものはある。ステンレスなどの合金は磁化率を自身がもち、真鍮やスタイキャスト中には強磁性不純物を含む場合が多い。これ以外に避けられないものとして測定機器からくるノイズがある。この場合は高周波ノイズを出すこ

| 原因 | n | 磁化 M | 典型的な r | B(T) |
|---|---|---|---|---|
| 地球磁場 | 3 | $1.3\times10^{22}$(Tcm$^3$) | $6\times10^{8}(cm)$ | $5\times10^{-5}$ |
| 自動車 | 3 | $1.5\times10^{2}$ | $>10^3(cm)$ | $5\times10^{-7}$(r=10(m) として) |
| 小型工具 | 3 | 0.2 | 6 × >10(cm) | $2\times10^{-4}$(r=10(cm) として) |
| (ドライバーなど) | | | | |
| トランジスター、IC など | 3 | $1.6\times10^{-5}$ | >10(cm) | $1.6\times10^{-8}$(r=10(cm) として) |
| 建物の構造物 | 2 | $2\times10^{10}$(pTcm$^2$) | 1∼100(m) | $2\times10^{-8}$(r=10(m) として) |
| 直径数 cm の配管 | | | | |

表 7.2: 種々の原因による磁場、及び B=M/r$^n$ とした時のパラメータ。
ベクトル方向は考えていない。

とが多く、これを冷凍機中の配線がアンテナとなって拾う場合があり、個々の配線に shield を必要とする場合がある。

### 7.2.2 種々の磁気遮蔽方法

磁気遮蔽としては主に 4 つの方法が考えられる。

#### 高透磁率材料

一様な磁場中に高い透磁率の物質でできた球殻を置くと、磁力線は磁気インピーダンスの低い球殻部に集まり、球内部に磁場の弱い空間が作られる。球殻の外半径、厚さ、比透磁率をそれぞれ $r$、$t$、$\mu'$ とした時、外部磁界 $B_{\text{out}}$ の時の球内部の磁界 $B_{\text{in}}$ は

$$B_{\text{in}} = \Big(1 + \frac{2(\mu'-1)^2}{9\mu'}\Big)\frac{B_{rmout}}{1-(1-t/r)^3} \sim \frac{Kr}{\mu' t} \qquad (K=3/2) \tag{7.22}$$

K は形状からくるパラメータで、無限長の円筒では K=2 となる。 $\mu$ は外場の関数なので環境によって材料の効果は異なり、 100 Gauss 以上では飽和磁束密度の大きな純鉄など、 100 Gauss 以下ではパーマロイやミューメタル合金などが好ましい。一般に多層にすると効果が倍増する。高透磁率材料の場合注意しなければならないのは、低温にするとほとんどのものが特性が悪くなり、この影響の少ないパーマロイ — クライオパームも生産されている。また高透磁率材料は機械的衝撃にも劣化する。

#### 超伝導体の shield

マイスナー効果を利用した遮蔽が超伝導体 shield で、これは高透磁率材料を使用した場合よりも遮蔽能力が高く極低温部に導入可能なのが特徴である。あたりまえだがこの shield は外磁場が動作温度の臨界磁場以下でなければ意味がない。超伝導体中に侵入する長さは磁気侵入長と定義され、これ以上の厚さがあれば問題ないが、超伝導 shield の場合はこの臨界磁場の問題と、どうしても必要な配線用の穴などのすき間をどれだけなくせるかがネックとなる。

この他、強磁性体でない金属をいれることで交流磁場などの磁場変化を妨げる方法や、コイルを導入して外磁場を相殺するよう操作する方法などがある。

このうち本 ADR では磁気 shield として高透磁率材料と超伝導体を使用した。次にこの shield に求められる性能を計算するための予備試験と、実際に導入した shield の設計について述べる。

## 7.3 ホール素子を用いた ADR 周辺の磁場測定

断熱消磁ではその原理より冷却の際に強磁場を必要とする。その大きさは最大で 4 T にもなり、 X 線検出器が導入される detector table、 SQUID などの信号計測系導入部分にもその影響がある。このため基本的には超伝導マグネットに補償コイル (バッキングコイル。磁場をキャンセルする部分) がまかれ、断熱消磁の磁場を減少させている。とはいえ完全に消すことは出来ず、温度制御の際の磁場制御もわずかながら検出器や計測系にかかることになる。

ASTRO-E2 に搭載される半導体カロリメータは磁場には影響されないが、 TES 型カロリメータは磁場によって超伝導遷移温度や遷移幅が変わる可能性が考えられる。さらにマグネティックカロリメータでは、外磁場をかけることでその磁気スピンを揃え、 X 線入射の際の磁気変化を検出する。よって ADR の detector 部分にかかる磁場のシールドは次世代検出器開発の重要項目の一つと考えられる。

また検出器の信号検出に使用する SQUID system は磁場のトラップによってその性能が著しく劣化する。ここでは SQUID 導入部分及び detector table にどれほどの磁場が存在するかを測定する。

測定には F.W.BELL 社製の極低温用ホール素子、 BH-700 を使用した。素子の感度はバイアス 200 mA で 50 mV/kGauss。ホール素子の測定には bias として HEWLETT PACKARD E3616A、電圧測定には KEITHLEY2001 MULTIMETER を使用した。

#### detector table の磁場測定試験

まず detector にかかる磁場強度を測定するため、 2002/05/15 に detector table の中央部分にホール素子を導入した。素子の抵抗は 6K 程度の冷却時で約 3 m$\Omega$ (4 端子法、 bias は 1 mA) で、定格電流 200 mA では 120 $\mu$W のジュール熱が発生してしまい、断熱消磁が不可能である。よって測定時の素子 bias を 10 mA にした。この時の素子感度は 2.5 mV/kGauss、ジュール熱は 0.3 $\mu$W。

導入時のホール素子の様子を図 7.8に示す。熱流入を考慮して、温度計配線と同じくベリリウム銅の板でテンションをかけている (図 3.11を参照)。

磁場の測定結果は図 7.9の通りである。横軸はマグネット磁場 (T)。縦軸は測定磁場 (Gauss) である。磁化が黒点、消磁時が赤点。このグラフより、磁場のもれは約 0.26 %、最大磁場の時でも 100 Gauss 程度と考えられる。ちなみにこのプロット点を直線で結ぶと y 切片が 8-9 Gauss 出来るが、これはホール素子の offset と考えられる。

#### SQUID 導入部分の磁場測定試験

次に SQUID 導入部分となる He タンクの底面 (中心から約 90 mm) にホール素子を固定して冷却した。測定結果は図 7.10である。磁化が黒点、消磁時が赤点。きれいに磁化、消磁で直線上にのっている。磁場のもれは最大磁場時で 900 Gauss 程度。約 2.25 % と見積もられた。これより、 SQUID shield には臨界磁場 900 Gauss 以上の物質を必要とする。また断熱消磁後、カロリメータ動作温度として 200 mK を考えた場合*、 saltpill に必要な磁場は 1000-1200 Gauss と見積もられ、この時 SQUID

*これはカロリメータの性能によるが、ここでは最大値を考えている

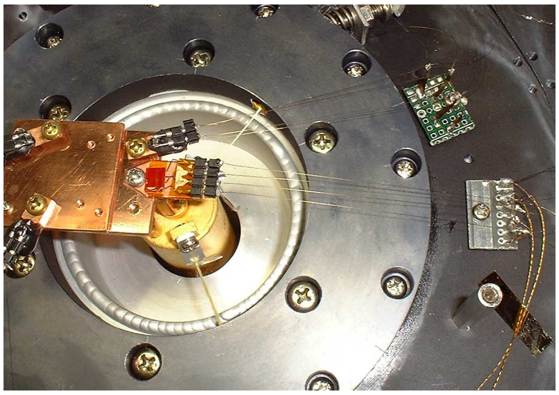

図 7.8: 極低温部に導入したホール素子。極低温部に 3mm 厚の銅板をのせ、温度計 2 つ、さらにヒーターと同時に導入している。

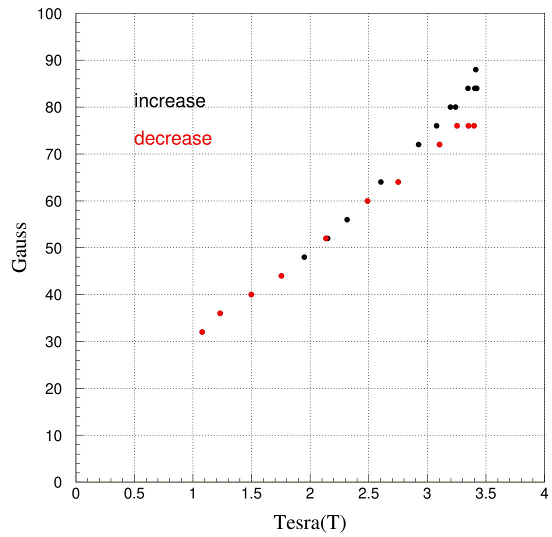


図 7.9: 02/05/15 に行なった detector table 周辺の磁場測定結果。黒 : magnetization、 赤 : demagnetization

shield にかかる磁場は 22-27 Gauss となる。

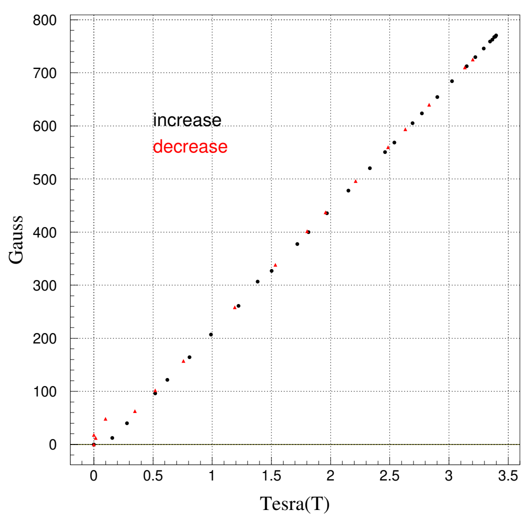


図 7.10: 02/07/07 におこなった SQUID 導入部分の磁場測定結果

## 7.4 SQUID shield

上のホール素子を用いた磁場測定結果を含め、 SQUID shield には以下の条件を考えた。

- パーマロイと超伝導 shield で 2 重 shield にする。
- 超伝導 shield は臨界磁場 900Gauss 以上、転移温度 1.7K 以上。
- 着脱可能

- 磁場方向に対して垂直方向に配線系統のすき間を作る。極力これは小さく。
- トラップキャンセル用にヒーターを導入する。

### 7.4.1 shield の条件

上の条件において超伝導 shield には 1.7 K 以上で超伝導になるものが要求される。これは、 SQUID shield を導入する He tank 底面は最低温度 1.7 K なので、この温度で最低でも超伝導になってなければならない。一般に臨界磁場といった場合、これは 0 K での臨界電流から計算される値なので、 2-5 K 周辺での臨界磁場が 900 Gauss 以上でなければ意味がない。

超伝導体の臨界磁場は温度の関数となり、臨界磁場 $H_c(T)$ は、

$$H_c(T) = H_c(0)\Big(1 - \Big(\frac{T}{T_c}\Big)^2\Big) \tag{7.23}$$

例えば Nb の場合、 $H_c(0)$=1944 Gauss で遷移温度 $T_c$=8.4 K より、よって 5 K の時でも $H_c(5)$=1255 Gauss と計算される。 He タンク底面のうち SQUID 導入箇所は最大 900 Gauss 程度なのでこれで問題ない。

次に磁場の侵入長だが、これは最低限必要な shield の厚さを決定するパラメータとなる。侵入長 $\lambda(T)$ も温度の関数で

$$\lambda(T) = \lambda(0)/\Big(1 - \Big(\frac{T}{T_c}\Big)^q\Big)^{1/2} \tag{7.24}$$

$q$ の具体的な値はまだ不明だが、典型的な値として $\lambda(0)$=100 nm として $q$ を 1 とすれば最大がでる。この時 5K では 167 nm で、 1 $\mu$m もあれば全く問題はない。これより超伝導 shield には Nb を使用する。

しかし超伝導 shield のみの場合、磁場をトラップしてしまう可能性が高い。 shield の内部をあらかじめ低磁界にしておくのが有利である。よって超伝導 shield の周りをパーマロイ shield で覆う。パーマロイとは Fe、 Ni、 Co を基本として製作される高導磁率合金で、合金周辺の磁場、特に内部の磁界を小さくすることができ、一般に電磁遮蔽用合金として使用されている。求められる性能としては、透磁率飽和磁束密度が高くかつ残留磁気、保磁力が小さく固有抵抗の大きいものである。また本論文では極低温において使用するため、低温ではその能力が低下してしまう通常のパーマロイではなく、低温用のクライオパームが望ましい。

またトラップが起こった場合、超伝導体 shield および SQUID 素子を一旦超伝導から常伝導に戻し、トラップしないように超伝導遷移するまでこれを繰り返す手段をとると、最適な状態が作れ実験効率があがる。これには単純に、抵抗を shield と熱リンクをとった部分に導入すればよいが、これはアンテナの役目をして逆にノイズの原因になる場合もあるので注意が必要である。

shield はまったくすき間のない、ピンホールレベルの穴さえない状態が最もよいが、 SQUID 用配線が出入りするためこれにも限界がある。また性能向上のため shield は着脱可能にする。

### 7.4.2 製作した SQUID shield

上で述べた事柄より、本論文で設計した SQUID shield を図 7.11及び図 7.12に示す。

shield は He tank と強い熱リンクをとらせるために無酸素銅の台にのせる。 SQUID からみて Nb の超伝導 shield の周りをパーマロイで覆う。全体の構成はほぼ 4 点ネジ止め式である。磁場を入りにくくさせるよう、 Nb の台は 2 段式にし、磁場がまっすぐ入らないようにしている。厚さを稼ぐために Nb 板の間に無酸素銅をかぶせ、ネジ止めはできないのでうすくエポキシ接着とした。

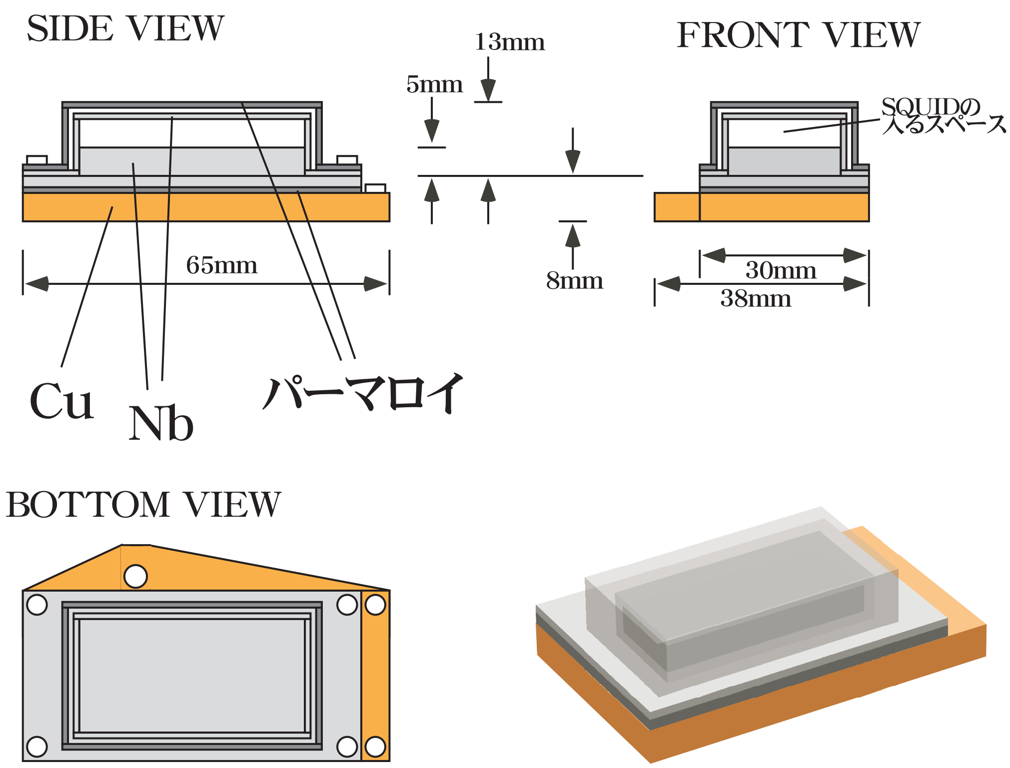


図 7.11: ADR's SQUID shield assembly.

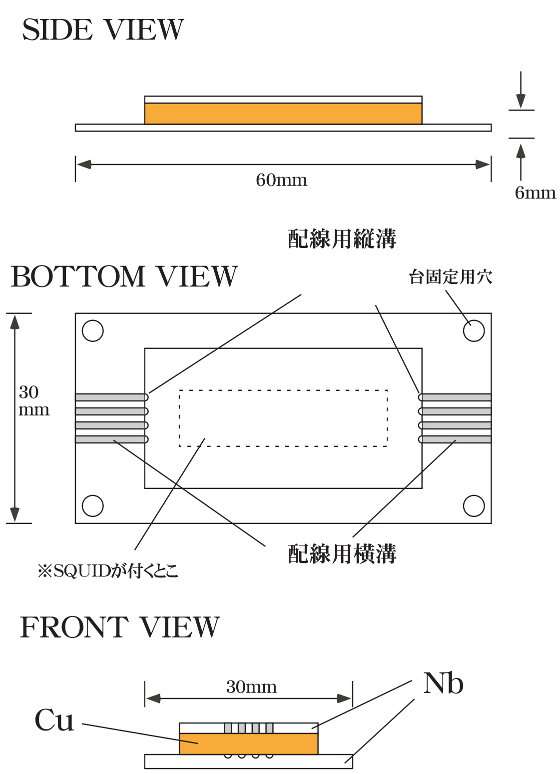


図 7.12: ADR's SQUID shield Nb table.

台には配線導入用に溝が入っている。各ツイストペア配線は半田 shield を介し、He tank 周辺の磁気遮蔽を行ない導入される。おそらく溝部分の処理は shield 性能をきめる重要な部分なので十分注意する。†

†SQUID ののる台の部分も shield と呼べる部分だが、本論文では shield といった場合、台にのせる、SQUID を上か

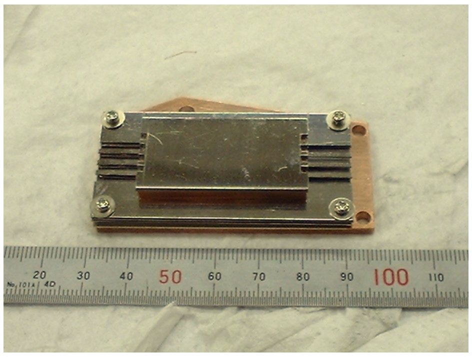


図 7.13: ADR's SQUID shield. Nb table.

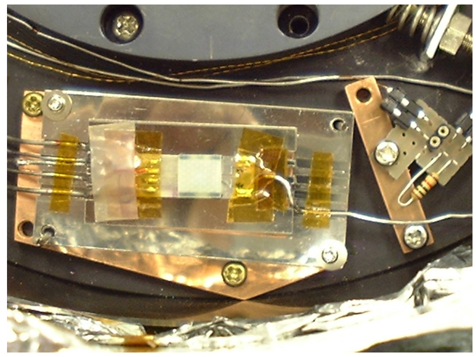

図 7.14: ADR's SQUID shield mounted in 02/12/25.

設計した SQUID shield の前に、まずは shield を自作してみた。これを図 7.13に、及び導入の様子を図 7.14に示す。 Nb はとても高価で溶接、半田付けができないためとても加工が困難である。よって 0.5 mm 厚の Nb 板を重ねる形で台を製作し、また 0.1 mm 厚の Nb 板を下り曲げていくとで shield を製作した (図 7.15)。

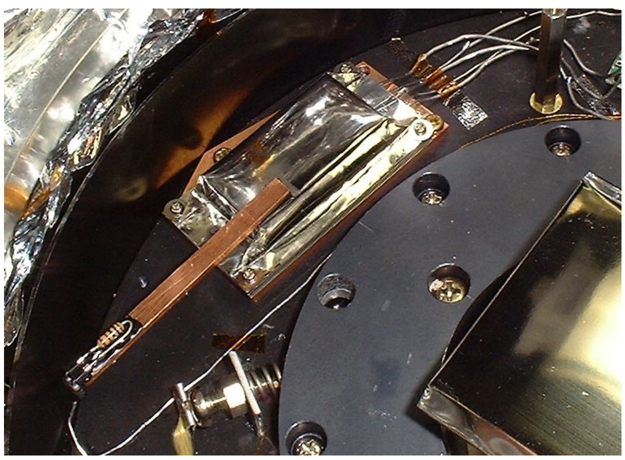

図 7.15: 導入した Nb の自作 shield。 0.1mm 厚。銅の棒をエポキシ接着し、金属皮膜抵抗をヒーターとして取り付けている。

### 7.4.3 冷却試験と SQUID system の現状

現在の SQUID は自作の Nb、パーマロイ shield で磁気遮蔽しており、現状としてはトラップを解除するヒーター機構を確立するのが先決である。

02/12/30 に行なった SQUID 冷却試験の $\phi$-V 特性とノイズパワースペクトルを示す。

波形モニターには Tektronix TDS3012 オシロスコープを用いて測定した。 SQUID 駆動装置から見積もられるこの 200 SSA の $\phi$-V 特性は、本来ならば $\sim$1 V の振幅を持つはずだが、 SQUID の磁気トラップが原因で 130 mV の振幅しか得られなかった。

また HEWLLET PACKARD 3670A FFT アナライザを用いて測定モードでのノイズ測定を行なった。この結果を 7.17に示す。 SQUID の電流分解能から見込まれるノイズは 0.5 $\mu\mathrm{V}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ なの

ら覆う形になる箱型のものを指す。

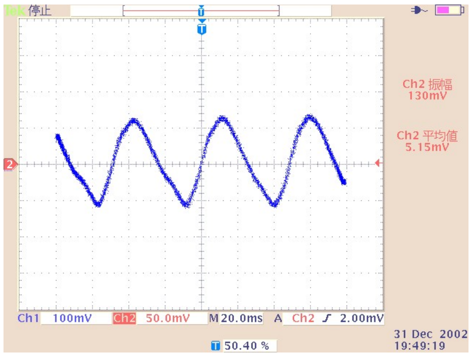


図 7.16: $\phi$-V 特性。 02/12/30.

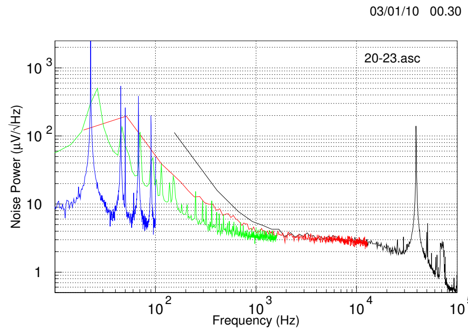


図 7.17: ノイズパワースペクトル。 02/12/30.

に対し、測定されたノイズは $\sim$3 $\mu$V/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ 程度と factor 6 ほど大きい。配線系からのノイズの寄与も考えられるが、 $\phi$-V 特性がまだ小さいことによる影響の方が大きいと思われる。 measure mode に入ることは出来、カロリメータの信号検出は可能な形になっているものの、まずは $\phi$-V 特性が本来の性能になるまで磁気トラップをなくす必要がある。

# 第 8 章

# ADR の現状と課題

### デュワー性能

冷却試験結果より、減圧した液体ヘリウムの保持時間は約 24 hour@7$\ell$ を達成した。この時の 300 K から 1.7 K へのデュワー流入熱は 127.4 mW と計算され、これは理論計算値 221 mW より小さかった。これは、本 ADR で使用している蒸気冷却のシステムから予測される温度分布を考慮することで十分説明できた (第 4.5章、特に式 4.45など)。

### 断熱消磁冷凍サイクル

現在の冷凍サイクルは常温から 100mK 以下の極低温へ達するのに約 18 時間である。このうち常温でのポンピングに 4 時間、窒素予冷に 8 時間、液体ヘリウム冷却及びヘリウム減圧に 4 時間、断熱消磁に 2 時間となっている。極低温部への各部品の導入方法に大きな問題はなく、断熱消磁毎で冷却効率が大きく変わることはない (図 4.7、図 4.8参照)。

今のところ典型的な値として、消磁開始温度 3 K、最大磁場 3 T で、到達温度 6-70 mK を達成している。断熱消磁の際の効率を表す、磁性体中の局在スピン同士の相互作用の大きさであるパラメータ — 内部磁場は、本 ADR の saltpill では 600-650Gauss と測定された (第 2章の式 2.6など、また図 4.9 ～ 図 4.11など)。これより消磁開始温度 2.7 K、最大磁場 3.5 T の時の断熱消磁を行なえば到達温度 46-50 mK が期待できる (図 4.12)。

### 極低温部流入熱と比熱計算、保持時間の見積もり

ヒーター稼働時と稼働していない時の温度変化を測定し、冷媒の比熱と流入熱を見積もった。その結果、流入熱は 0.6$\sim$0.8 $\mu$W、比熱は $\sim$1 J/K と測定された (表 6.2など)。設計から見積もられる理論値が 0.6$\sim$0.8 $\mu$W、また期待される比熱が $\sim$1 J/K なので、この点からも断熱消磁の効率はほぼ問題なく動作していることがわかった。この時、流入熱のみの場合では 60mK を 3.9-5.2 時間、100 mK を 26-34.6 時間保持できると期待できる (図 6.12、表 6.14など)。

### 温度制御による温度安定性

PID model を使用してデジタル式の温度制御プログラムを構築した。これは PC 上で Lab Windows を使って温度モニター、超伝導マグネットの電流制御を自動で行なうシステムで、現在温度揺

らぎは rms=8.14 $\mu$K@70mK (図 8.1)、2 時間の温度制御で rms=13.6$\mu$K@80mK を達成している (図 5.6)。目標は 1 $\mu$K だが、今のところ温度モニター上のノイズが限界となっている (第 5.3.2章)。

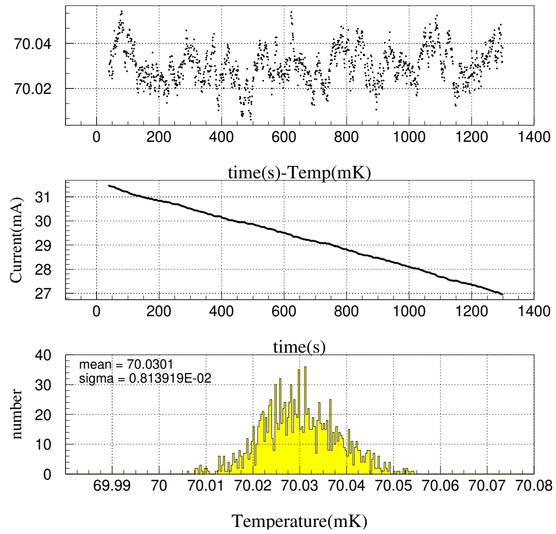


図 8.1: 03/01/20 に行なった温度制御結果。rms=8.14$\mu$K。

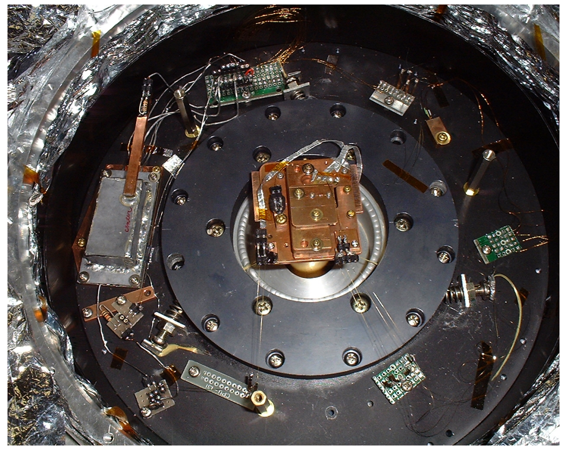

図 8.2: TES 型マイクロカロリメータ導入図。左は Nb shield に変わって導入した Pb shield。

#### 自作の saltpill 2 号機

カロリメータ開発にはその動作温度にあわせて冷媒を自由に変えられるのが望ましい。そこで本論文では研究室独自で saltpill 2 号機を設計、組み立て、及び冷却試験を行なった。FAA 型の saltpill 2 号機は製作がとても難しく、耐強酸性、耐高真空性、耐極低温性、熱伝導性のどれかひとつでも欠ければ冷媒として機能しない。saltpill 2 号機では耐極低温性に問題があった。組み立て上、外筒と両側ふたはエポキシで接着する方法をとったが、冷却試験ではここから結晶の析出が起きてしまった。現在これのシール方法を検討中である (第 4.6章)。

#### SQUID system の現状

カロリメータの信号読みだし系として、1.7 K の He tank 底部に 200 Serial SQUID Array Amp を導入した。また、磁気遮蔽のための SQUID shield を自作し、冷却試験をおこなったところ SQUID が動作することを確認した。

しかし SQUID 本来の性能を引き出すに到っておらず、ADR に導入した 200 Serial SQUID Array は、駆動装置の性能より $\phi$-V 特性が $\sim$1V 期待できるが、現在 $\phi$-V は 130mV と 10% 程度である。また SQUID の電流分解能から見込まれるノイズは 0.5$\mu$V/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ なのに対し、測定されたノイズは $\sim$3$\mu$V/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ 程度と factor 6 ほど大きくなっている。配線系からのノイズの寄与も考えられるが、磁気トラップによって、$\phi$-V 特性がまだ小さいことによる影響の方が大きいと思われる (図 7.16など)。自作 shield の磁気遮蔽の確立が課題である。

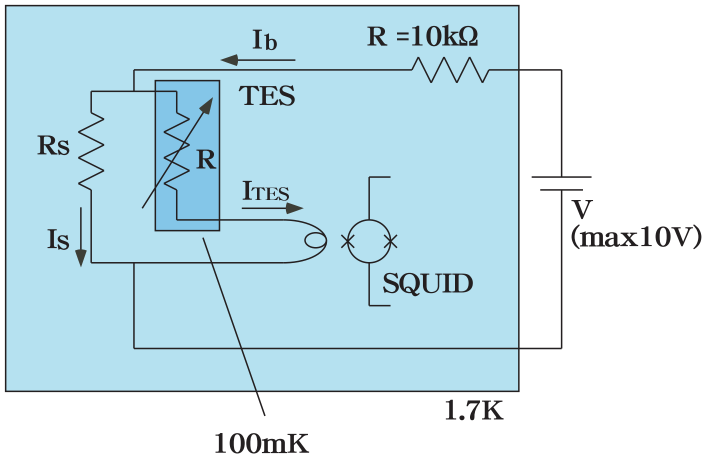


図 8.3: TES マイクロカロリメータを動作させるための回路図

**TES 型マイクロカロリメータ導入試験**

本論中には実験結果を示せなかったが、現在 TES 型マイクロカロリメータを導入した X 線検出試験を行なっている。 TES は SII(セイコーインスツルメンツ) が製作した SII-32CDb (Ti=50 nm、Au=120 nm の 2 層薄膜。希釈冷凍機にて転移温度 138 mK と測定) を導入した。回路図を図 8.3に示す。 TES に流れる bias を微調整できるよう bias 抵抗 10 kΩ が入り、また TES の bias を疑似的に定電圧にするため、 TES に並列にシャント抵抗 ∼10 mΩ が入っている。この場合、 TES に流れる bias は、 TES の抵抗を $R$、シャント抵抗を $R_s$ と置くと、

$$I_{\mathrm{TES}} = \frac{R}{R+R_s}\frac{V}{10\mathrm{k}\Omega}$$

また、 SQUID shield の性能を評価するため、 Nb shield の代りに Pb shield を新たに導入した。

2003/01/19 の冷却試験では、 2 回の断熱消磁でいずれも 60 mK 程度まで到達し、 TES の転移温度以下まで正常に冷却できた。しかし TES の配線に大きな残留抵抗が残ってしまい、残念ながら X 線検出はできなかった。また SQUID input に大きなノイズが生じていたため、この原因を見つけ除去する必要がある。

# 付録 A

# 温度制御のプログラム

本論文で使用した KEITHLEY2400 Source Meter の温度制御用プログラムの主要部分を示す。これは k2400.Comm.c 中の、出力電流制御を行なっている部分である。

```
double constA, constB, constC;                       /* Scaling Factor を定義 */
double constT, constdI, constdT;                     /* 各平均値 */
double p_settemp;                                    /* 設定温度 */
double current;                                      /* 出力電流 */
double averageT, averageI, averagedI, averagedT; /* 補正後の各平均値 */
char command[80];


int ii, aa; /* 各パラメータの平均値を算出。 HISTORY_SIZE 秒数分を平均 */
   for (ii = 1; ii + 1 < HISTORY_SIZE; ii++) {
     averageT = averageT + temp_history[HISTORY_SIZE - ii];
     averageI = averageI + source_history[HISTORY_SIZE - ii];
     source_history[HISTORY_SIZE - ii] = source_history[HISTORY_SIZE - ii - 1];
     temp_history[HISTORY_SIZE - ii] = temp_history[HISTORY_SIZE - ii - 1];

     }

   for (aa = 1; aa + 1 < HISTORY_data; aa++) { /* HISTORY_SIZE 秒数分を平均 */
     dt_history[HISTORY_data - aa] = dt_history[HISTORY_data - aa - 1];

     }

     current = k2400data.source * 1.0e3;
     while (current > 0){ /* current が 0~A 以上で働く */
        averageT = 1.0e3 * averageT / (HISTORY_SIZE - 2); /* 各平均値を補正 */
        averagedI =1.0e3 * (averageI / (HISTORY_SIZE - 2) - k2400data.source)
```

```
        * 2 / (HISTORY_SIZE);
        averagedT =1.0e3 * (temp_history[0] - temp_history[HISTORY_data -1])
        / HISTORY_data;
        GetCtrlVal (pK2400, P_K2400_CONST_A, &constA);/*~Scaling Factor を panel 中
から読み込む ~*/
        GetCtrlVal (pK2400, P_K2400_CONST_B, &constB);
        GetCtrlVal (pK2400, P_K2400_CONST_C, &constC);
        GetCtrlVal (pK2400, P_K2400_SETTEMP, &p_settemp);/* 設定温度を読み込む */
        constT = constA * (1.0e3 * p_settemp - averageT);
        constdI = - constB * averagedI;
        constdT = - constC * averagedT;
        current =k2400data.source * 1.0e3 + constT + constdI + constdT;
        /* current は 100mA range。出力電流の値を出す */
        sprintf(command, ":SOUR:CURR:LEV %f", current * 1.0e-3);
        /* 1A range */
        sendcmd(k2400, command);
        printf("%f, %f, %f, %f\n", current, 1.0e3 * p_settemp - averageT,
        averagedI, averagedT);
        return;
     }
}
```

また k2400.c 中の、出力電流値、温度を読んでいる部分を下に示す。

```
double source_history[HISTORY_SIZE];
double temp_history[HISTORY_SIZE];
double dt_history[HISTORY_data];

void K2400_Update_Panel (void)
{

  int i;
  for (i = 1; i < HISTORY_SIZE; i++) {
    source_history[HISTORY_SIZE - i] = source_history[HISTORY_SIZE - i - 1];
    temp_history[HISTORY_SIZE - i] = temp_history[HISTORY_SIZE - i - 1];
    }
        source_history[0] = k2400data.source;
        temp_history[0] = ltc.sens[0].temp;
        dt_history[0] = ltc.sens[0].temp;
```

```
        SetCtrlVal (pK2400, P_K2400_CURRENT, k2400data.source*1000.0);
        SetCtrlVal (pK2400, P_K2400_VOLTAGE, k2400data.measure*1000.0);
        SetCtrlVal (pK2400, P_K2400_TEMP, ltc.sens[0].temp);
}
```

i の限界値を示す HISTORY_SIZE は、 k2400.h 中で定義する。また dT の平均値を算出するときの平均時間 HISTORY_data も k2400.h 中で定義する。

# 付録 B

## デュワー内の熱流入計算値

ADR デュワーの流入熱を図 B.1に示す。

チャート式に書いているので、デュワーのどの部分からの流入熱がどの程度あるかがひと目で分かる。値は 2003 年 02 月 04 日現在のもので、論文内の値とは少し異なる部分もある。またデュワーには改良の余地ある部品が多数存在するので、計算値の具体的な導出方法を論文内から参考にしながらみていただきたい。

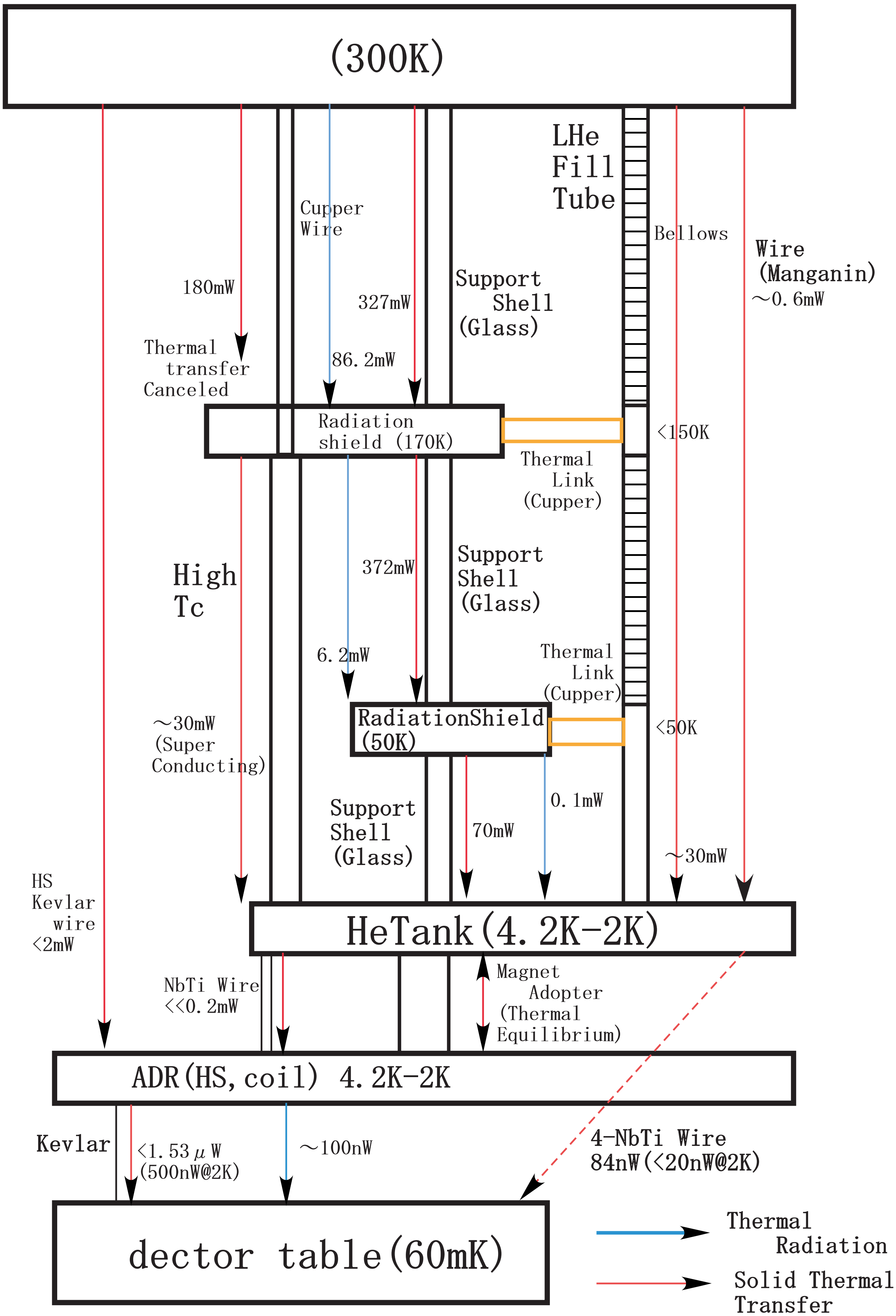


図 B.1: ADR デュワーの流入熱計算値

# 付録 C

# 謝辞

本研究ではさまざまな研究機関のたくさんの方々に大変お世話になり、また大変御迷惑をおかけました。ここで少しながら感謝の気持ちを延べたいと思います。

本研究室の大橋先生には学部時の卒業研究から面倒をみていただき、僕の沢山のわがまま、数々の失敗をその多大なる包容力と温かい目で支えていただきました。人からのアドバイスに目もくれず、一人もくもくと装置をいじくる僕は先生の目にはどう写った事でしょう。ここでお詫びします。石田先生には研究に対する熱意、学問のなんであるかをたくさん学ばせていただきました。研究しているもの、X 線天文がなんであるか、どんな姿勢で研究を行うべきか、石田先生ほど熱意をもって心意気を解いてくれた方はいませんでした (お酒の席でだったりしますが、、、)。また学振の申請などでは天文学の知識の乏しい僕に対して時には厳しく、また手とり足とり教えていただきました。さらに研究材料などについては、お忙しい中突然の質問にも多くの助言をいただきました。大変感謝しています。

山崎先生にはどんな質問にも驚くような幅広い知識でやさしく教えていただきました。僕のあまりの知識のなさにあきれる事なく (あきれていたでしょうがそれを表にだすことなく) ひとつひとつ丁寧に教えていただきました。ゼミでの「∼でここでエイッとやるんだよ」という説明がなつかしいです。宇宙研での御健康とますますの御発展をお祈りしております。そして石崎先生、本研究で無茶、横暴ともいえたのではないかという僕の実験に本当にたくさんのフォローを頂きました。僕がなにか新しいアイデアを考えた時、実験結果の考察の末にいきづまった時、最初に相談して助言を頂くのは必ず石崎先生でした。石崎先生の助力なしには、ただでも遅かった研究がさらにさみしい結果になっていた事でしょう。深く感謝しています。

秘書の川上さん、高嶋さんには旅費や研究材料購入の件で大変お世話になりました。金銭的なことに神経の乏しい僕を影から支えていただいたことに深く感謝します。

僕の修士論文となったテーマは、理化学研究所宇宙放射線研究室の三原さんが設計、製作した冷凍機がメインとなりました (先生というべきだろうか、、、)。僕が冷凍機の整備をし出したのは卒研時の 12 月で、ちょうど 2 年間の研究になります。その間三原さんには本冷凍機の整備にあたってこの上ない技術と知識を頂きました。超伝導マグネットを故障させてしまった時の、まったく絶望的な状況を覆したその集中力と技術には神々しささえ僕には感じられました。また多忙な研究のさなか、突然来所する僕に対し貴重な時間を割いて何度も研究議論をしていただきました。とても楽しい、やりがいある実験テーマを与えて下さった事に大変感謝しています。そして長期にわたってしまった冷凍機の整備に、僕のあまりの力のなさに心からお詫びいたします。

理化学研究所のスタッフと学生の皆様には、打ち合せにもゼミにも出席しない僕をいつも温かく迎えていただきました。また専門外の実験の質問にも多くの助言、助力を頂きました。成果が出次第すぐにでも皆様の前で報告会を開きたかったのですが、僕の力不足をお詫び致します。

宇宙科学研究所の X 線天文グループには天文学のトップをいく研究機関とはなんであるかを教わりました。満田先生、藤本先生には僕のたくさんのわがままで大変御迷惑をおかけしました。また竹井君には実験において多くのアドバイスを頂き、また突然の来所にも関わらず沢山の助力をいただきました。同級生にもかかわらずその高い研究レベルは驚かされるばかりでした。

本研究室のメンバーにはとても恵まれた 2 年でした。久志野さんにはいつも厳しい御意見をいただき研究の目指す方向を解いて頂きました。また研究以外の場でも、その人柄で楽しい修士生活を送ることができました。石川さんとは何度研究について大激論におつき合いしていただいたことでしょう。また目からウロコのアドバイスには何度も助けられました。影井さんの研究室の姿と助言はとても身のひきしまるもので、その姿は僕の修士生活の目標の一つでした。広池さんにはいつも優しい口調で僕の質問に答えて頂きました。およそ研究生らしからぬその容姿も研究室の雰囲気を大いに盛り上げたものでした。

佐藤君と井上君、古賀君にも研究のみならず普段の研究室生活で大変お世話になりました。反面教師とまではなっていないだろうなとは思いますが、こんな知識のない先輩ですいません。これから修士論文頑張って下さい。古谷君には共同研究者として冷凍機の研究を一緒にしてもらいました。僕の教え方が下手でとまどうことが多かったことでしょう。ごめんなさい。社会人になってからもご活躍を期待しています。

同級生の森田さんと早川君は、僕の研究室生活で何にも代えがたい財産です。この 2 年間、夜遅くに 3 人で語る時間は研究以上に大切なものにも感じられ、修士生活でとても貴重であり、一番の楽しみの一つになっていました。また修士生活にあたって二人の研究スタイルは、僕にとって最も身近な、そして最も大きい目標であり、日々の研究の栄養剤でした。面と向かっては決して言えないので、紙面ながら深く感謝致します。

その他大勢の方々、お名前をあげればきりがありません。修士論文を書くにあたってお世話になった方々、御迷惑をおかけしてしまった方々に対し、深い感謝とお詫びを申しあげたいと思います。 2 年間本当にお世話になりました。ありがとうございました。

# 参考文献


[1] K.D.Irwin, “PHONON-MEDIATED PARTICLE DETECTION USING SUPERCONDUCTING TRANSITION-EDGE SENSORS”, *Ph.D.thesis, Stanford University*, (1995)

[2] K.D.Irwin, “An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection”, *Appl.Phys.Lett.***66**, 1998 (1995)

[3] K.D.Irwin, G.C.Hilton, D.A.Wollman, and John M Martinis, “ X-ray detection using a superconducting transition-edge sensor microcalorimeter with electrothermal feedback”, *Appl.Phys.Lett.***69**, 1945 (1996)

[4] K.D.Irwin, G.C.Hilton, D.A.Wollman, and John M Martinis, “Thermal-response time of superconducting transition-edge microcalorimeters”, *J.Appl.Phys.***83**, 3978 (1998)

[5] A.T.Lee, P.L.Richards, S.W.Nam, B.Carera, and K.D.Irwin, “A superconducting bolometer with strong electrothermal feedback”, *Appl.Phys.Lett.***69**, 1801 (1996)

[6] S.H.Moseley and J.C.Mather, “Thermal detectors as x-ray spectrometer”, *J.Appl.Phys.***56**, 1257 (1984)

[7] 影井 智宏, Ti-Au 薄膜を用いたマイクロカロリメータによる X 線検出, 東京都立大学, (2001)

[8] 藤本 弦, SQUID を用いた X 線マイクロカロリメータの信号検出システムの開発, 東京都立大学, (2000)

[9] 大島 泰, TES X 線マイクロカロリメータと SQUID アンプ読み出し系, 東京大学, (2000)

[10] 木村 逸郎・阪井 英次 訳 (Glenn F. Knoll), 「放射線計測ハンドブック」, 日刊工業新聞社, (1991)

[11] 橋本 巍洲, 「磁気冷凍と磁性材料の応用」, 工業調査会, (1987)

[12] 黒沢達美, 「基礎物理学選書 9 物性論」, 裳華房, (1970)

[13] 石井 力・木村 忠正 訳 (H.Ibach, H.Lüth), 「固体物理学 新世紀物質科学への基礎」, シュプリンガー・フェアラーク東京, (1998)

[14] 恒藤 敏彦, 「超伝導・超流動」, 岩波書店, (2001)

[15] 権藤 靖夫, 「薄膜」, 共立出版, (1992)

[16] 田沼 静一,「低温」, 共立出版, (1988)

[17] 岡村 迪夫,「解析ノイズメカニズム」, CQ 出版社, (1987)

[18] 鈴木 雅臣,「新・低周波 / 高周波回路設計マニュアル」, CQ 出版社, (1988)

[19] 鈴木 雅臣,「定本 トランジスタ回路の設計」, CQ 出版社, (1991)

[20] 鈴木 雅臣,「定本 続 トランジスタ回路の設計」, CQ 出版社, (1992)

[21] 小林 俊一,「物性測定の進歩 II –SQUID, SOR, 電子分光 –」, 丸善, (1996)

[22] 国立天文台 編,「理科年表」, 丸善, (2001)

[23] SES データセンター,「科学衛星 ASTRO-E 中間報告書」, 宇宙科学研究所, (1998)

[24] X 線マイクロカロリメータ開発グループのページ, http://www.astro.isas.ac.jp/~tes/

[McCammon et al.(2002)] McCammon, D. et al. 2002, apj, 576, 188

[Friedrich et al.(2001)] Friedrich, S. et al. 2001, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 467, 1117

[Wollman, Irwin, Hilton, & Martinis(1997)] Wollman, D. A., Irwin, K. D., Hilton, G. C., & Martinis, J. M. 1997, American Physical Society, Annual March Meeting, March 17-21, 1997, abstract #C20.05, 2005

[25] Astro-E SWG Washington 2/5/97 - RLK

[26] Vilches, O. E. & Wheatley, J. C. 1966, Physical Review, vol. 148, Issue 2, pp. 509-516, 148, 509

[27] Wheatley, J. C. & Griffing, D. F. & Estle, T. L. 1956, Rev. Sci. Instrum. vol. 27, (1956) pp. 1070,

[28] Hart Jr, H. R. & Wheatley, J. C. 1958, Bull. Inst. Intern. Froid, Annexe Suppl. 1958-1, 311 (1958)

[29] Fagaly, R. L. & Bohn, R. G. 1977, Review of Scientific Instruments, Volume 48, Issue 11, November 1977, pp.1502-1504, 48, 1502

[30] http://lheawww.gsfc.nasa.gov/docs/xray/astroe/ae/photos/aeph-fmdewar.html

[31] Morooka, T. & Tanaka, K. & Chinone, K. 2002, IEEE. trans. appl. superconductivity. vol 12. no3. sep. 2002

[32] Mendoza, E. Les Phėnomenes Cryomagnetiques 27 (Collège de France, Paris, 1948)

[33] Kurti,N. & Robinson, F. N. H. & Simon, F. & Spohr, D. A. Nature 178 (1956) 450

[34] Anderson, A. C. & Salinger, G. L. & Wheatley, J. C. Rev. Sci. Instrum. 32 (1961) 1110

[35] Connolly, J. I. & Roach, W. R. & Sarwinski, R. J. Rev. Sci. Instrum. 36 (1965) 1370

[36] Miedema, A. R. & Potsma, H. & van der Lugt, N. J. & Steenland, M. J. Physica 25 (1959) 509