修士論文

ASTRO-H 衛星搭載 軟X線分光器 SXS 用 超流動ヘリウム流出抑制システムの開発

石川 久美

指導教官：大橋 隆哉

首都大学東京大学院 理工学研究科 物理学専攻

2010年 1月

概要

本修論では2014年打ち上げ予定のASTRO-H衛星に搭載する軟X線精密分光装置(Soft X-ray Spectrometer, SXS)のための、超流動ヘリウムの流出を抑制システムを開発した。SXSは50 mKという極低温で動作させることで、5.9 keVの入射X線に対し半値幅7 eV以下という非常に優れたエネルギー分解能を実現するX線マイクロカロリメータである。SXSは2005年に打ち上げられた「すざく」衛星搭載XRS (X-Ray Spectrometer)検出器の後継機である。しかし、XRSは軌道上でのヘリウム消失事故によって観測を実現できなかった。そこでSXSではジュールトムソン冷凍機1台およびスターリング冷凍機4台によってヘリウムの寿命を3年から5年へと伸ばしつつ、ヘリウムがなくても観測が可能な構成とする。SXSが搭載する約30 Lのヘリウムの温度は軌道上で1.15 Kであり超流動状態にある。期待されるヘリウム蒸発量は25 μg/sであり、これは過去の宇宙ミッションの中で最小である。すなわち超流動ヘリウムが配管壁を伝って流出する、いわゆるフィルムフローによる損失を抑える必要がある。同時に、打ち上げ直後の冷凍機をonする前の状態でのタンク温度は約2 K、流量は3 mg/sと予想され、定常状態とは2桁も異なる流量にも対応する必要がある。

そこでSXSではXRSの経験を基に、porous plug、orifice、heat exchanger、knife edge deviceという4つのコンポーネントから成るシステムを採用する。porous plugは無重力下においてヘリウムの液相と気相の分離を行い、要求される流量のガスを排気する。SXSでは2つの排気量に対応するため、2種類の異なるporous plugを持ち、打ち上げ直後のみ大排気量用を用い、定常状態では小排気量を用いる。しかし定常状態のporous plugであっても、ガス以外にも微量の液体ヘリウムがフィルムフローとなって、50 μg/sほど流出するため、後段に配置した3つの部品でフィルムの流量をほぼ0 μg/sまで抑えることを狙う。まずorificeと呼ばれる細い配管(SUS製、内径1.4 mm、長さ3 cm)でフィルムの流量を幾何学的に8 μg/s程度まで抑える。次にヘリウムタンクと強く熱接触したheat exchanger (熱伝導度の良い無酸素銅製の中空筒)でフィルムをほぼ全て蒸発させ、潜熱でタンクを無駄なく冷却する。最後に、knife edge device (シリコン製)の曲率半径10 nm以下の原子レベルに鋭いエッジ部分で残ったフィルムを止める。本研究ではこれら4つのデバイスの設計と開発、および性能評価試験を行った。

デバイスの設計はXRSの経験に基づいて行った。まずporous plugはXRSよりもヘリウム蒸発量が少ないことから、XRSと同じか、それより小さいサイズにすることを検討し、候補品の流量試験を行った。正確な流量テストを知るにはフィルムを除去しなくてはならない。そこでorificeおよびheat exchangerをXRSのデザインに基づき住友重機械工業で試作し、porous plugと組み合わせて試験した。knife edge deviceはシリコン基板からマイクロマシン技術を用いて自ら作成した。フィルムを止めるエッジの数をXRSよりも効率よく行うため、10から28へと増やし、デバイスのサイズも7 mm角から10 mmへと増やすことを検討している。設計を変更したことによる強度への影響を見積もるための温度サイクル試験も行った。製作したデバイスは電子顕微鏡および原子間力顕微鏡で評価し、エッジの曲率半径が要求値の10 nm以下を満たすことを確かめた。

以上のように開発したシステムを評価するため、私は住友重機械工業と協力して試験系の流量測定・フィルム量測定を行った。流量試験では、まずporous plug単体で様々なヘリウムタンク温度での蒸発量を測定し、XRSスペア(直径8.9 mm、厚さ6.3 mm、焼結ステンレス製)のporous plugで、タンク温度1.3 Kで約150 μg/s、2 Kで約2 mg/sという結果を得た。さらにorificeおよびheat exchangerを付けてテストした所、タンク温度1.1 Kでの流量は40 μg/sにまで下がったものの、以前として定常状態の要求値よりも大きかった。つまりXRSと同じporous plugではSXSで必要とされる大・小排気量を達成できない可能性が高い。またorificeとheat exchangerを取り付けた状態で、フィルム量の抑制を確認する試験を行ったところ、1.3 Kでのフィルム量は1 μg/s以下という結果が得られた。すなわちorificeとheat exchangerによりフィルムが抑制されていることが確かめられた。今後はサイズや材質などを工夫して、SXSの大・小排気量を満たすようなpourous plugを完成させる予定である。

流量測定に加えてknife edge deviceの温度サイクル試験も行った。シリコン製のknife edge device

を熱伝導の似たインバー製のフランジにエポキシ接着剤で固定し、熱ストレスでデバイスが破損しないかをチェックする。私は 300 K から 77 K の温度サイクル試験を立ち上げ、SXS の冷却速度および冷却回数を考慮したテストを行った。特にデバイスと熱浴との熱伝導度を調整し、300 K から 77 K へ約 3 時間かけて冷却するようにした。2 回のサイクルを行った結果、デバイスの破損は見られず、問題ないと思われることを確認した。冷却回数を増やして信頼性を上げる必要があるが、これは本デバイスを他の orifice、heat exchanger と合わせて流量試験するための足がかりとなる。

今後はこれらの地上試験を通じて、SXS の porous plug およびフィルム抑制装置の設計を決定すると共に、SXS のプロトタイプモデルで実際の軌道上での環境を模擬したテストを行い、打ち上げモデルの製作へと進む予定である。

目 次

第 1 章 はじめに **9**
1.1 X 線天文学 9

第 2 章 ASTRO-H 衛星搭載 SXS 検出器 **13**
2.1 ASTRO-H 衛星 13
2.2 精密分光 14
2.3 X 線マイクロカロリメータ 14
2.4 「すざく」XRS (X-Ray Spectrometer) 15
2.5 ASTRO-H SXS (Soft X-ray Spectrometer) 15
2.6 XRS と SXS の冷却システム 17
2.6.1 XRS 冷却システム 17
2.6.2 XRS での事故と教訓 22
2.6.3 SXS 冷却システム 22
2.7 本修士論文の目的 27

第 3 章 SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム **29**
3.1 超流動ヘリウム 29
3.1.1 熱機械効果 30
3.1.2 フィルムフロー 31
3.2 SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム 31
3.2.1 要求 31
3.2.2 概念設計 32
3.3 Porous plug 32
3.3.1 歴史 32
3.3.2 原理 34
3.3.3 SXS porous plug 36
3.4 Orifice 38
3.5 Heat exchanger 40
3.6 knife edge device 41
3.7 contamination filter 42

第 4 章 knife edge deveice の開発と評価 **45**
4.1 半導体微細加工技術 45
4.1.1 シリコン基板 45
4.1.2 フォトリソグラフィー 46
4.1.3 エッチングと保護膜 48
4.2 knife edge device の製作方法 52
4.2.1 酸化膜付け 53
4.2.2 表面フォトリソグラフィー 56

4.2.3 BHF による酸化膜のエッチング . . . 60
4.2.4 KOH エッチング . . . 60
4.2.5 裏面フォトリソグラフィーと D-RIE . . . 62
4.2.6 ピラニア洗浄 . . . 69
4.3 デバイスの評価 . . . 69
4.3.1 光学顕微鏡および SEM による観察 . . . 69
4.3.2 AFM による観察 . . . 70
4.4 今後の課題と現状 . . . 72

第 5 章 knife edge device の接着・冷却試験 77
5.1 目的 . . . 77
5.2 窒素タンクじゃぼ漬け試験 . . . 77
5.3 首都大 ^{3}He クライオスタット . . . 77
5.4 冷却速度の最適化 . . . 79
5.5 接着・冷却試験 . . . 81
5.5.1 解決：真のインバーフランジ . . . 84
5.5.2 インバーフランジでの熱サイクル試験 . . . 84
5.5.3 今後の予定 . . . 84

第 6 章 試作した超流動ヘリウム流出抑制システムの性能試験 87
6.1 目的 . . . 87
6.2 試験セットアップ . . . 87
6.3 冷却手順 . . . 89
6.4 porous plug 単体試験 . . . 90
6.4.1 セットアップ . . . 90
6.4.2 ヒステリシス . . . 92
6.4.3 試験 1：XRS スペア . . . 92
6.4.4 試験 2 : SHI 小流出量 porous plug 試作品 . . . 93
6.5 porous plug + フィルム抑制システム試験 . . . 94
6.5.1 セットアップ . . . 94
6.5.2 リーク問題 . . . 94
6.5.3 試験：XRS スペア + orifice + heat exchanger . . . 97
6.6 今後の予定 . . . 101

第 7 章 まとめと今後の予定 103
7.1 まとめ . . . 103
7.2 今後の SXS 開発予定 . . . 104

付 録 A 製作のまとめ 105
A.1 完成したデバイスのまとめ . . . 105

付 録 B 測定結果表 107
B.1 試験系シール部分のまとめ . . . 107
B.2 XRS spare porous plug + orifice + heat exchanger . . . 107
B.2.1 タンク温度 1.1 K 排気量試験 . . . 107
B.2.2 タンク温度 1.1 K フィルム量測定 . . . 107

B.2.3 タンク温度 1.3 K 排気量測定 107
B.2.4 タンク温度 1.3 K フィルム量測定 108
B.2.5 液面高さの違い ∼XRS spare 単体試験の怪 108
B.2.6 ヘリウム飽和蒸気圧と温度。 109
B.2.7 porous plug 下流とタンク底温度計校正データ 109

第1章　はじめに

1.1　X線天文学

紀元前から行われてきた天体観測は、近年まで可視光によるものがほとんどであった。しかし観測技術の発展と共に、電波や赤外、X線、γ線といった可視光以外の電磁波を捉えることが可能となり、宇宙物理学は目覚しい発展を遂げた。例えば図1.1はかに星雲を異なる波長域で見たイメージで、このように同じ天体を異なる波長で観測することにより、天体で起きている物理現象を詳細に研究することができるようになったのである。中でもX線は宇宙における高エネルギー現象を解明するのに役立つ。

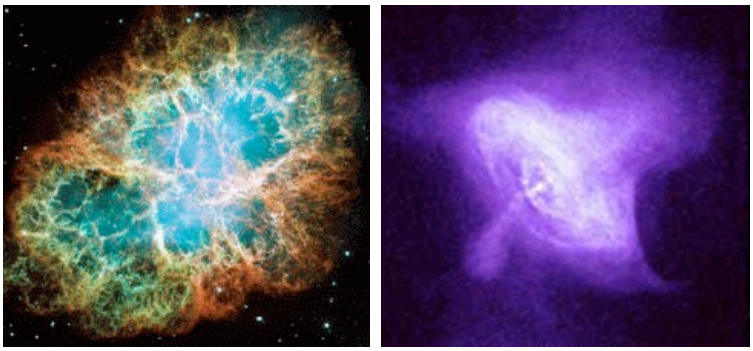


図 1.1: 超新星残骸である「かに星雲」を可視光 (Hubble 衛星) と X 線 (Chandra 衛星) で見たイメージ。波長によって全く異なるイメージが得られることが分かる。X 線イメージでは、中心に X 線源であるパルサーがいることが分かる。

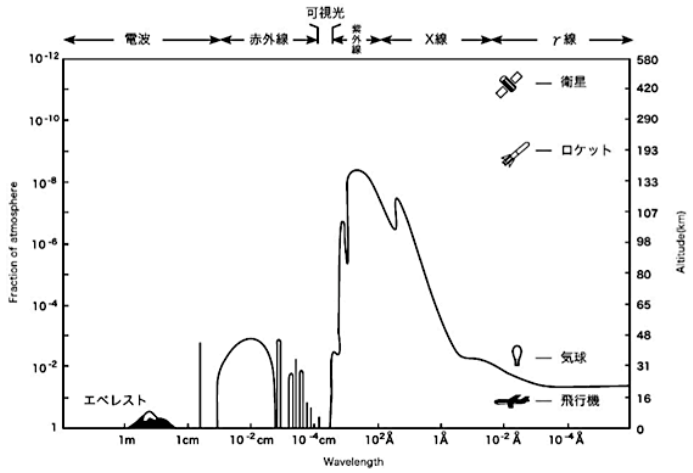


図 1.2: 宇宙からの様々な波長の電磁波が、どこまで地上に届くかを表した図。可視光と赤外線の一部、電波の領域に谷があり、これらの電磁波は地上に届く。それ以外は、大気の吸収を受けて、地上にはあまり届かない。

X 線は 1885 年 Wilhelm Röntgen によって発見された約 0.1 から 100 keV のエネルギー帯の電磁波の一種である。X 線が太陽から出ていることは 1950 年代には知られていたが、図 1.2 に示すとおり、X 線は地球の厚い大気によって吸収されてしまうので、本格的な X 線観測は衛星やロケット技術が発達した、1960 年代に開始された。はじめて太陽以外からの天体の X 線を検出は、1962 年 Riccardo Giacconi および Bruno Rossi らによって打ち上げられたロケットによるものであった。月面で反射された太陽 X 線を観測する予定が、偶然にもそれまで知られていなかった天体からの X 線を検出したのである。その天体は後にさそり座 X1 と名付けられ、全天で最も明るい X 線源であることが分かっている。この発見以降、多くの気球や X 線天文衛星が打ちげられ、現在までに様々な天体が X 線を出していることが分かった。図 1.3 にこれまでの衛星およびロケット打ち上げのまとめを示す。Giacconi はこの発見により X 線天文学の発展に貢献したことが認められ、2002 年にノーベル賞を受賞している。

日本の X 線観測は小田稔が考案した「すだれコリメータ」によって、さそり座 X1 の位置を同定することに成功したことから始まった。このコリメータは、2 層のすだれ状のコリメータを検出器の上に置くことで、入射 X 線の角度による強度変化を感知し、方向を知るという仕組みであり、X 線撮像の難しい > 10 keV 以上の太陽 X 線観測でもこの原理に基づく装置が今も使われている。すだれコリメータは 1979 年に打ち上げられた日本の第一機目の X 線天文衛星「はくちょう」に世界で初めて観測衛星に搭載され、次々と新しい X 線源の位置を決定することに貢献した。「はくちょう」以降も、最新の技術による新しい発見を求めて次々と天文衛星が打ち上げられ、最近では 2005 年に第 5 番目の「すざく」の打ち上げが成功した。

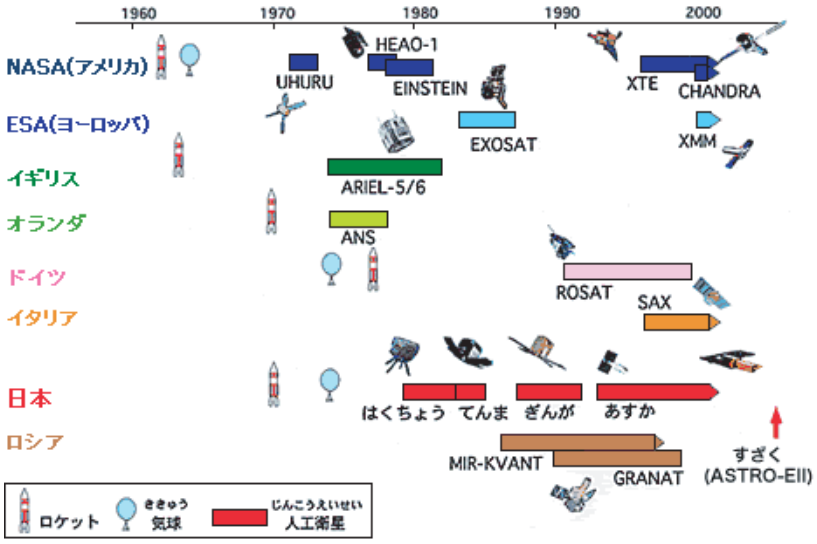


図 1.3: 世界の宇宙 X 線観測の歴史。

X 線による代表的な観測対象はブラックホールや中性子星、白色矮星などの高密度天体や銀河団といった巨大な天体、数千万度から数億度という超高温プラズマ、巨大なエネルギーを放出する超新星爆発など、地上ではほとんど再現不可能な極限状態の物理現象を持つ天体である。また宇宙から等方的でほぼ一様な X 線も観測され、宇宙背景 X 線放射と呼ばれている。これは ROSAT 衛星による月の X 線イメージ (図 1.4 左) を見れば分かるように、太陽 X 線を反射していない月面より背景の宇宙の方が X 線で明るく光っていることからも見て取れる。これは広がった天体によるものか、遠い点源の重ね合わせによるものかという議論があったが、日本の「あすか」衛星やアメリカの Chandra 衛星などによって、遠方にある活動銀河核 (中心に巨大ブラックホールを持つ銀河) からの放射の重ね合わせでほぼ説明できることが明らかとなっている。さらに、近年ではおおよそ高エネルギー現象とはほど遠い存在に思われがちな太陽系内の惑星や彗星、衛星からの X 線も検出されるようになってきた (図 1.4 右)。今では金星や地球、火星、木星、土星といった系内のほとんどの惑星から X 線が検出されている。

このように X 線観測は現在まで、飛躍的な成長を遂げてきた。これは過去の衛星から、現在稼働中の Chandra 衛星 (アメリカ) や XMM-Newton 衛星 (ヨーロッパ) 、そして日本のすざく衛星に至る中で、検出器や望遠鏡の性能が格段に向上してきたためである。X 線天文学のさらなる進歩のためには技術開発を行い、新発見が可能な装置を搭載した衛星を打ち上げる必要がある。そこで日本では「すざく」に続く新たな宇宙 X 線天文衛星 ASTRO-H の開発が進行中である。

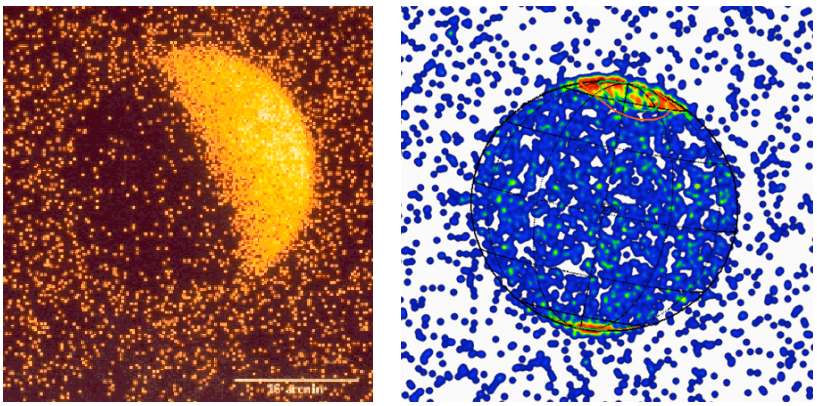


図 1.4: 左は月の X 線イメージ。右側の光っている面が太陽 X 線が月面で反射している部分で、反対側の面は周りよりも暗くなっている。右は Chandra 衛星による木星の X 線イメージ。極付近はオーロラで、赤道付近は太陽 X 線の散乱で光る。

第2章　ASTRO-H衛星搭載 SXS 検出器

2.1　ASTRO-H 衛星

ASTRO-H は 2014 年打ち上げ予定の日本の第 6 番目の X 線天文衛星である。図 2.1 に外観と搭載される検出器を示す。0.3~600 keV という広いエネルギー帯域を 4 種類の搭載機器によってカバーする。搭載する 4 つの観測システムを表 2.1 に示す。ASTRO-H の大きな特徴は X 線マイクロカロリメータを用いた軟 X 線に対する精密分光力と硬 X 線望遠鏡による集光・撮像能力である。これらの能力によって例えば、銀河団の進化を知ることができ、宇宙構造の成り立ちや進化を理解することに役立つ。銀河団の高温ガスの運動速度や、非熱的エネルギーの測定から銀河団の総エネルギーを知ることが可能となり、さらに距離ごとの銀河団の総エネルギーを観測することで、銀河団の進化を宇宙論の予想と比較できるようになる。またその他にも、ブラックホールの近傍にある物質の運動を測定することでブラックホール重力の効果を知ることや、超新星残骸の膨張速度を知るなど、地上では実験不可能な極限状態における物理の理解を深めることができる。

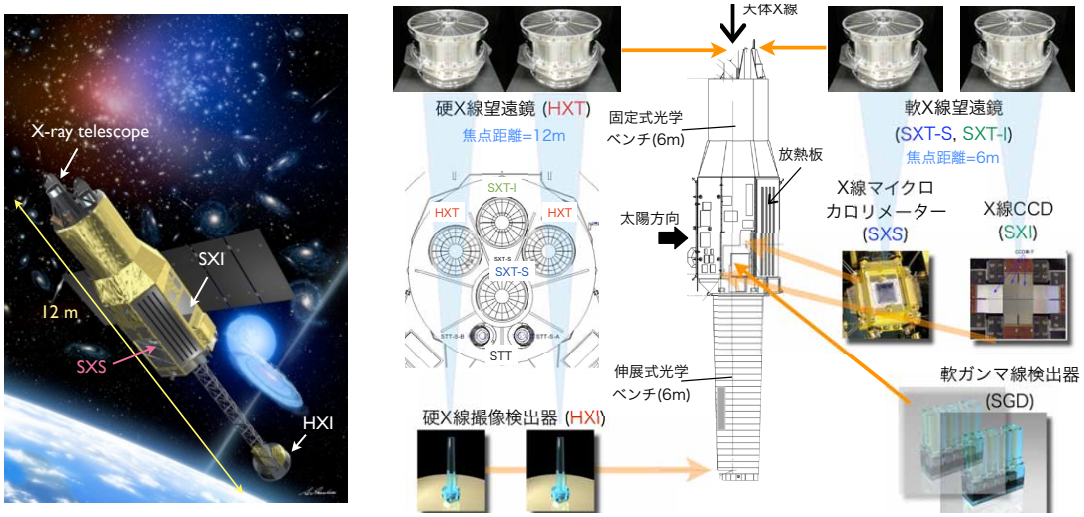


図 2.1: 左：ASTRO-H 衛星の外観。右：各検出器の配置。

表 2.1: ASTRO-H の観測システム

システム名	検出器名	エネルギー帯 [keV]
硬 X 線撮像システム	硬 X 線イメージャー (HXI) + 硬 X 線望遠鏡 (HXT)	5–80
軟 X 線分光システム	X 線マイクロカロリメータ (SXS) + 軟 X 線望遠鏡 (SXT)	0.3–10
軟 X 線撮像システム	X 線 CCD (SXI) + 軟 X 線望遠鏡 (SXT)	0.5–12
軟ガンマ線検出器	軟ガンマ線検出器 (SGD)	10–600

2.2 精密分光

ASTRO-H を始めとする X 線天文衛星に要求される主性能の一つが分光能力である。例えば精密なプラズマ診断を行うためには、エネルギースペクトル上で各輝線の微細構造を十分に分離できる必要がある。光学的に薄いプラズマから出る、異なる電離状態の鉄輝線などを分解できれば、輝線強度比からプラズマの温度や密度といった物理状態を精度良く決定できる。またエネルギーのドップラーシフトや輝線幅からは、天体の運動について知ることができる。例として銀河団の高温ガスの熱運動の速度は数 100~1000 km/s であり、6.7 keV の輝線に対して ~ 20 eV のエネルギー分解能があれば 1000 km/s 程度の速度を知ることができ、~ 2 eV あれば 100 km/s 相当の速度が分離できるため、銀河団の内部構造を知るのに大きく役立つ。図 2.2 に 2 eV のエネルギー分解能で得られるスペクトルのシミュレーションを示す。

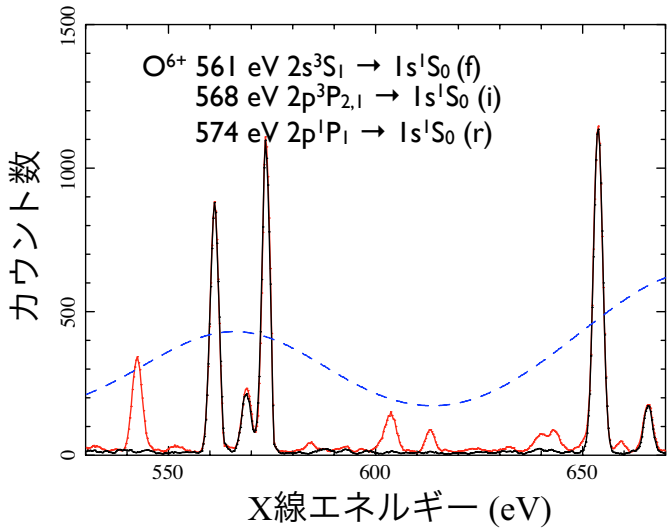


図 2.2: Warm Hot Intergalactic Medium と呼ばれる、銀河団同士を結ぶ宇宙の大規模構造に沿って存在すると思われる希薄なプラズマからの放射シミュレーション。2 eV のエネルギー分解能を持つ X 線マイクロカロリメータ (実線) と典型的な半導体検出器で見た場合 (点線) を比べた。

従来の X 線天文衛星で広く使われているのが半導体検出器 (X 線 CCD など) である。X 線の光電吸収によって生じた電子ホール対を電気的に読み出すことで、X 線のエネルギーを決定することができ、さらにピクセル化することで優れた撮像能力を持つ。しかし電子数の揺らぎによって、エネルギー分解能は理論的に 5.9 keV の入射 X 線に対し約 120 eV となる。

さらにエネルギー分解能がより良い分光法としては、回折格子があり、これは米 Chandra 衛星や欧 XMM-Newton 衛星に搭載されている。X 線のエネルギーを回折によって、位置情報に焼き直すことで、エネルギー分解能は 1 keV 以下の入射 X 線に対し、約 2 eV を達成できる。しかし、広がった天体には使用が困難であり、また位置情報を読むことから、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くなる。さらに、光を分散させるため、検出効率が低いことも欠点である。以上のことから、回折格子による分光観測は実質上、エネルギーの低い軟 X 線の明るい点源に限られる。

2.3 X 線マイクロカロリメータ

観測天体や X 線のエネルギーによらず、高いエネルギー分解能を持つ分光器が X 線マイクロカロリメータである。X 線マイクロカロリメータとは、入射エネルギーを素子の微小な温度上昇として読み

取る検出器で、X 線を吸収するための吸収体、温度を読み取るための温度計、吸収した熱を逃がす熱浴から成る。図 2.3 に構造の概略図を示す。エネルギー E の X 線が吸収体に入射すると、素子の温度は $\Delta T = E/C$ だけ上昇する。ここで C は吸収体と温度計の熱容量の合計値である。吸収された熱は C/G (G は熱浴との熱伝導度) の時定数で指数関数的に熱浴へと逃げて、素子は元の温度に戻る。

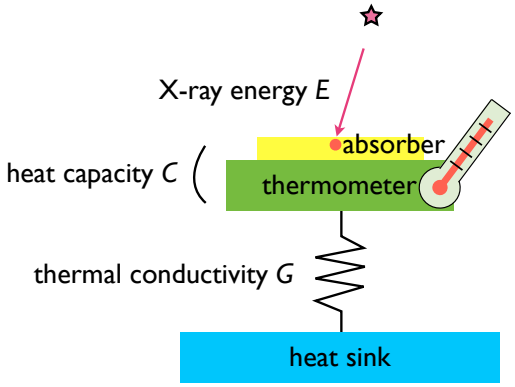


図 2.3: X 線マイクロカロリメータの概略図。

現在、最も一般的な X 線マイクロカロリメータは、温度変化を電気抵抗値の変化として読み出す抵抗温度計方式である。抵抗温度計での一般的なエネルギー分解能は

$$\Delta E_{\mathrm{FWHM}} = 2.35\sqrt{\frac{4k_{\mathrm{B}}T^2C}{|\alpha|}}\sqrt{\frac{n}{2}} \tag{2.1}$$

という式で表される。ここで α は温度計の感度を表す無次元量であり、$\alpha = d\log R/d\log T$ と定義される。半導体温度計では、α は負の値で典型的に $-7 \sim 0$ である。また、n は熱伝導度の温度依存性 ($G = KnT^{n-1}$、ただし K は定数) による項で、$3 \sim 5$ の値を取る。熱容量の温度依存性も考慮すると ($C \propto T^3$)、式 (2.1) からエネルギー分解能は温度に強く依存することが分かる。そのため、極低温 (~ 100 mK) で動作させることが高いエネルギー分解能を得るためには必須となる。

2.4 「すざく」XRS (X-Ray Spectrometer)

X 線マイクロカロリメータは 2005 年 7 月に打ち上げられた日本の「すざく」に世界で初めて衛星搭載された (1)。図 2.4 左が「すざく」に搭載された X 線マイクロカロリメータ XRS (X-Ray Spectrometer) であり、6×6 ピクセル並んでいる。XRS の温度計はリンとホウ素をドープしたシリコンで作られている。図 2.4 右に示す。さらに温度計の端には SU8 というポリマーの円柱を配置し、その上に 1 ピクセル当たり 624×624 μm サイズの吸収体を付けて、図 2.4 中央のような形になる。吸収体は X 線の吸収効率が良く、吸収した X 線をより速く熱に変えて素早く拡散させることができ、なおかつ比熱が小さい方が良い。そこで XRS では水銀テルルを採用した。その結果、軌道上で 7 eV のエネルギー分解能を達成した (図 2.5)。XRS の諸元を表 2.2 にまとめる。しかしながら、XRS は軌道上でのヘリウム消失という不慮の事故のため、打ち上げ後 1ヶ月あまりで機能停止となり、宇宙観測には至らなかった。

2.5 ASTRO-H SXS (Soft X-ray Spectrometer)

そこで私の所属する日本の X 線マイクロカロリメータグループは、米欧と共同で、2014 年打ち上げ予定の X 線天文衛星 ASTRO-H に新しい X 線マイクロカロリメータ SXS (Soft X-ray Spectrometer) を

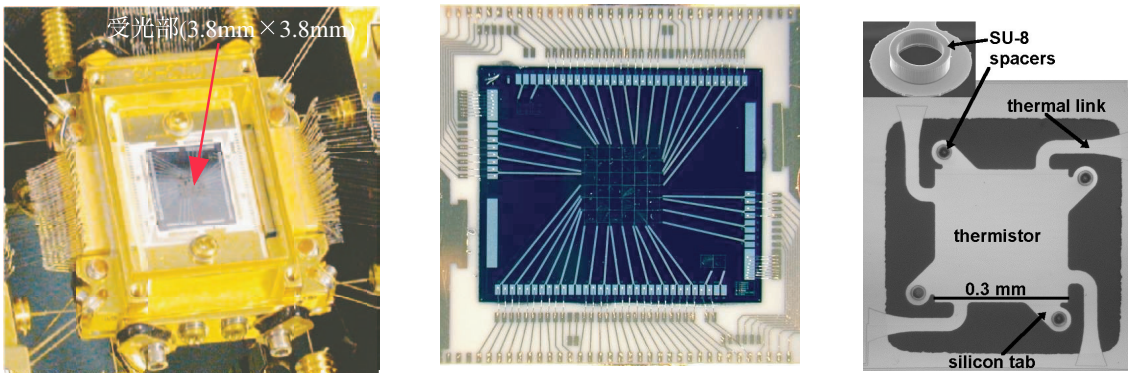


図 2.4: 左：XRS の写真。中央：左図の拡大写真。中央が X 線受光面になっており、周りに配線が伸びている。右：温度計 1 ピクセルの拡大図。

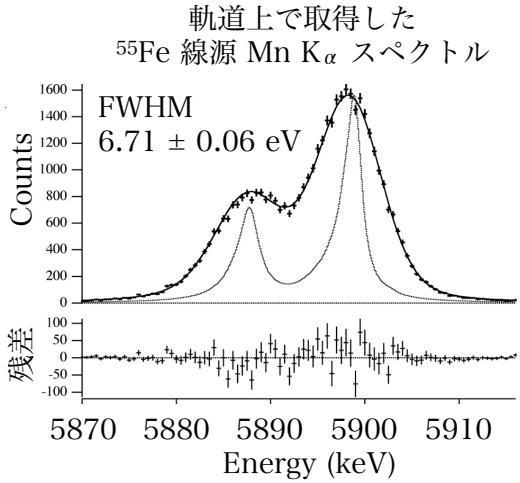


図 2.5: 軌道上で XRS が取得した、校正用の線源 ^{55}Fe からの Mn K_α のスペクトル。

搭載し、世界初の宇宙観測を目指している (3)。SXS は XRS と同じ半導体温度計型カロリメータであるが、性能をより強化する。図 2.6 は XRS、SXS の性能を回折格子と比較したものである。SXS および XRS は回折格子に比べ、エネルギー分解能は ∼ 2 keV 以上で勝り、有効面積では広いエネルギー帯で勝っていることが分かる。XRS と比較すると、エネルギー分解能、有効面積ともに SXS は勝っていることが分かる。これはいくつかの素子と冷却系の改良によるものである。半導体型カロリメータは低い温度で動作させればさせるほど、比熱が小さくなり、エネルギー分解能が良くなるため (式 2.1)、SXS では XRS の時よりも動作温度を 10 mK 下げて、50 mK とする。さらに、XRS の吸収体として用いていた水銀テルルにカドミウムを注入することで、比熱を水銀テルルの ∼ 1/4 に抑えることで、地上実験で 6 keV の入射 X 線に対し、4.2 eV という XRS を凌ぐエネルギー分解能が得られている (2)。また、比熱を抑えることで素子の大きさも巨大化できるため、有効面積も XRS に比べて大きくなる。表 2.2 に SXS の性能をまとめた。

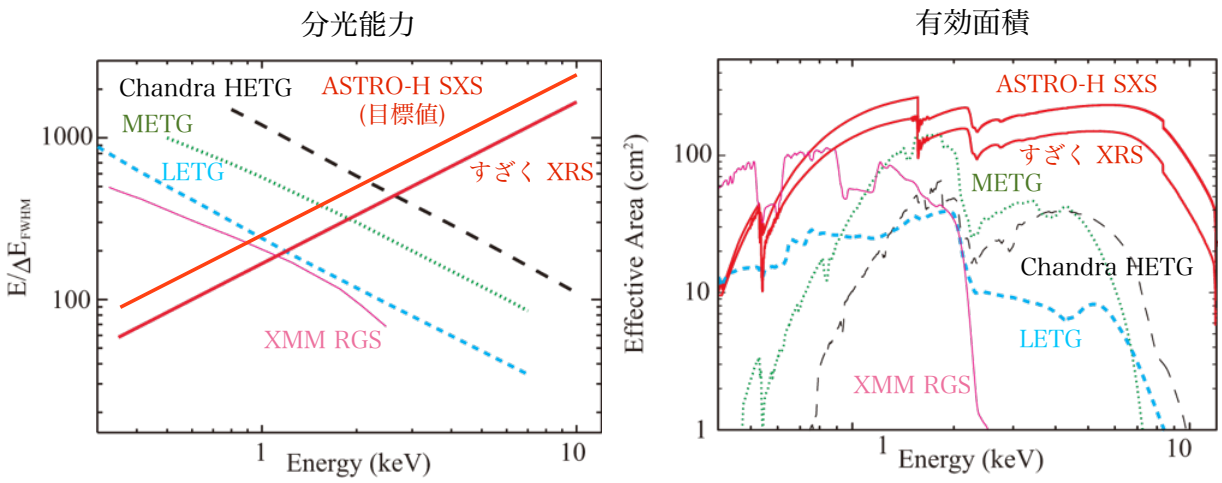


図 2.6: 左：入射エネルギーに対する分光能力 (エネルギーを分解能で割ったもの) の比較。右：入射エネルギーによる有効面積の比較。有効面積は X 線望遠鏡の面積、冷凍機の入射窓の透過率、および検出器の検出効率を考慮したもの。

表 2.2: XRS および SXS の設計値。

	「すざく」XRS	ASTRO-H SXS
エネルギー分解能 (FWHM)	7 eV	要求 7 eV/目標 4 eV
有効面積 @ 6.7 keV	130 cm^2	230 cm^2
視野	2.9'× 2.9'	2.8' × 2.8'
吸収体サイズ	624 × 624 × t8 μm	814 × 814 × t8 μm
アレイサイズ	6 × 6	6 × 6
動作温度	60 mK	50 mK
寿命	2.5~3 年	要求 3 年/目標 5 年

高いエネルギー分解能を持つ SXS による宇宙観測をなんとしても実現するためには、SXS の検出器部分だけでなく、軌道上で ~ 50 mK という極低温を安定して供給する冷凍環境、信頼性の高いヘリウム排気系が重要であり、SXS 成功の鍵である。これは冷凍機環境の寿命がそのまま SXS の寿命に直結するためである。

2.6 XRS と SXS の冷却システム

XRS よりも高いエネルギー分解能を目指し、SXS では検出器そのもの改良に加え、50 mK という極低温での動作を目指し冷却系も強化している。そこでまず、XRS の冷却システムについて紹介し、次に SXS の冷却システムと改良点について述べる。

2.6.1 XRS 冷却システム

XRS の冷却システムを図 2.7 および図 2.8 に示す。検出器ステージは断熱消磁冷凍機 (Adiabatic Demagnetization Refrigerator, ADR) と液体ヘリウムにより 60 mK に冷やされ、その外側は固体ネオンによって 17 K に保たれている。ネオンやヘリウム蒸気は外側は 3 層の vapor-cooled shield (内側から、

IVCS、MVCS、OVCS) を冷やし、外部からの熱侵入を防ぐ。さらに OVCS はスターリング冷凍機によって ∼ 130 K に安定に冷やされる。

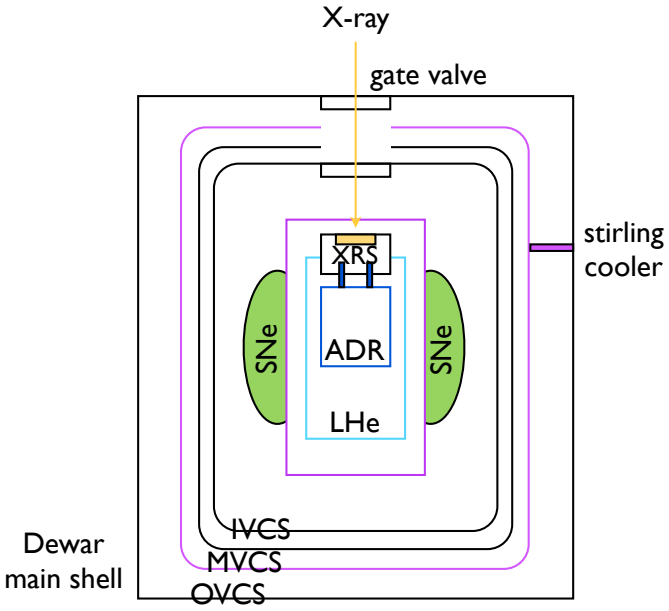


図 2.7: XRS デュワーの概略図。

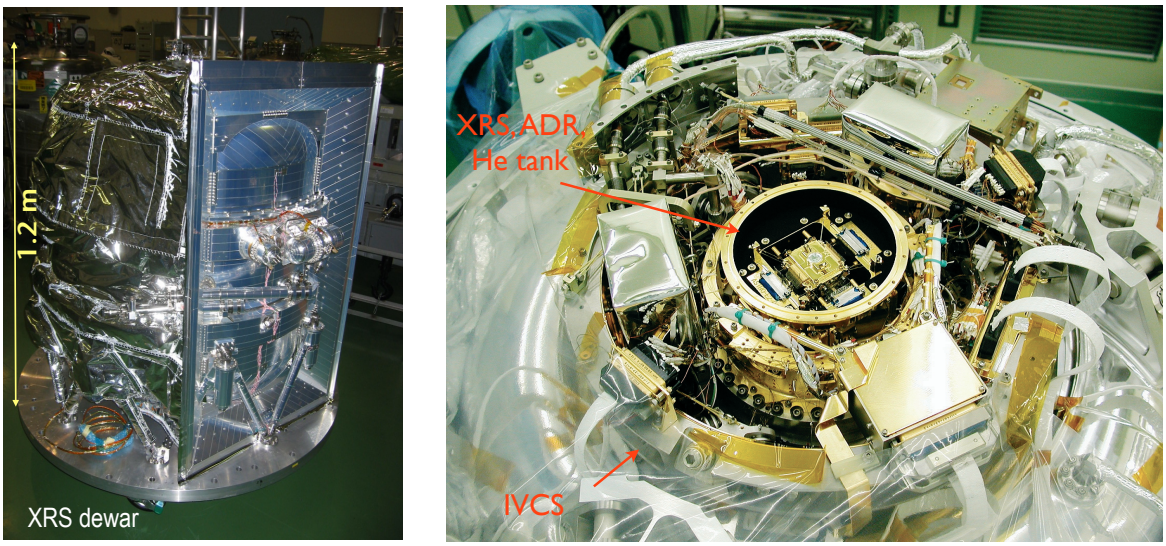


図 2.8: 左：XRS デュワーの全体写真。右：デュワー内部の拡大写真。

Adiabatic Demagnetization Refrigerator (ADR)

ADR は冷媒として常磁性塩 (XRS では鉄ミョウバン) を使用し、磁場を与えて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凍機である。XRS 用 ADR の写真を図 2.9 に示す。到達可能な温度は、主に使用されている磁性体の種類、体積、磁場といったパラメータで決まり、到達可能温度は数十 mK から数 μK に達する。冷凍サイクルは以下の通りである。

1. 低温熱浴 ($T_{\rm H}$) と磁性体は熱平衡状態にあり、磁性体には磁場ゼロの状態。磁性体のスピンはバラバラの方向を向いている。

2. 磁性体に磁場をかけて、エントロピーを下げ、スピンを整列させる。磁性体のエントロピーは熱として熱浴へと逃げ、温度は変化しない等温変化となる。

3. 磁性体の温度が熱浴と平衡状態に達した状態で、熱浴とヒートスイッチにより切り離し、断熱状態にして少しずつ磁場を取り去る。断熱状態なので磁性体自身のエントロピーは変化せず、結果として温度が下がる。そして磁場を完全に除去した際に、最低到達温度 ($T_{\rm L}$) に達する。なお磁場を完全に除去する ($B = 0$) 前に、少し磁場を残した状態に ($B = B_{\rm L}$) しておくと、ヒートスイッチや検出器ステージなどからの熱流入と釣り合うように、磁場を調整して下げることで、目的の温度を mK の精度で保つことができる。

4. 磁場が 0 になった状態で、磁性体と熱浴を結ぶヒートスイッチを閉じて、1 の状態に戻す。

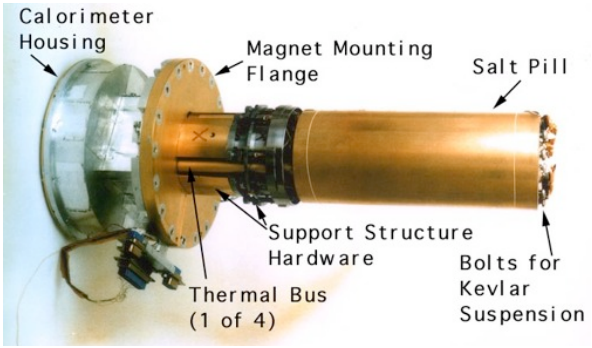


図 2.9: NASA/GSFC が製作した XRS ADR の写真。

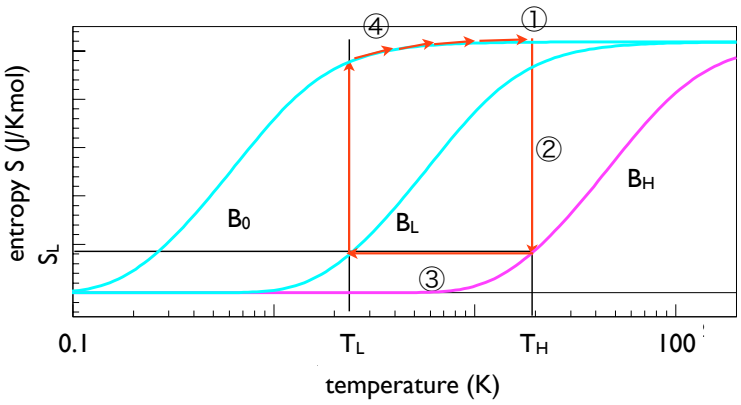


図 2.10: ADR の冷却サイクル中の温度とエントロピーの関係。

100 mK 以下まで安定した冷却サイクルが行える冷凍機としては、ADR 以外にも ^{3}He–^{4}He 希釈冷凍機がある。これは ^{4}He に ^{3}He を希釈し、^{3}He 濃厚層と ^{3}He 希薄層の 2 層に分離させ、エンタルピーの差をつけ、^{3}He 濃厚層から希釈層へと ^{3}He を混合させることで冷却を行うものである。冷凍サイクルに磁場などの影響をほぼ受けないことから、地上での極低温実験においてよく使われている。しかし、液を 2 層に分離させる必要があることから無重力である宇宙空間での使用は難しいとされてきた。そのため、XRS では ADR が採用された。最近では無重力下で使用できるように工夫が施された宇宙用の希釈冷凍機も登場し、2007 年に打ち上げられたプランク衛星で 100 mK まで冷やす冷凍機として使用された実績がある。しかし、冷却サイクルに重力を必要としないことや XRS の実績から SXS でも ADR を使用する予定である。

液体ヘリウム

ADR の最低到達温度および冷却能力は、使用する磁性塩の性質以外にも消磁開始温度、つまり熱浴の温度と与えられる最大磁場による。XRS では最大 2 T の磁場を与え、熱浴を 1.3 K 以下にすることで 60 mK を作り出す設計とした。熱浴を 1.3 K 以下に保つため、XRS では液体ヘリウムを減圧することで $\sim$ 1.3 K を作り出すした。搭載した容積は 30 L で、ヘリウムタンクへの熱流入は $\sim$ 1 mW である。ここから予測される液体ヘリウムの寿命、すなわち XRS の寿命は $\sim$ 2.5 年となる。

超流動ヘリウムは、宇宙において最も手軽に低温環境を作り出す方法として実績のある手法である。それ自身が低い温度であるため安定した冷却を続けることが可能で、XRS でも液体ヘリウムを注入して、減圧することで超流動ヘリウム化してタンクに封じ切り、宇宙に打ち上げた。

固体ネオン

XRS のデュワーは地上試験中や打ち上げ中にも内部の冷却環境を保持するために真空断熱状態となっているものの、近地球軌道を周回するため地球からの熱放射を受けることで外側のシールドから内側への熱入力となり、液体ヘリウムは少しずつ蒸発していくことになる。そこで熱入力を抑え、液体ヘリウムすなわち XRS の目標寿命を達成するために、固体ネオンのデュワーによってヘリウムタンクの外側を冷やした。固体ネオンは 27 K の液体の状態でネオンタンクに 120 L 充填され、ネオンタンク周りに配置された配管へ液体ヘリウムを通すことで、打ち上げ前に地上で液体を固化し、打ち上げ後は宇宙の真空を利用して減圧し、$\sim$ 17 K にネオンタンクを冷却してヘリウムタンクへの熱流入を防いだ。また、ネオンタンクへの熱流入により昇華したネオンガスは、顕熱を利用して外側のシールドを冷やしながら宇宙に排気された (4)。

一段式スターリング冷凍機

固体ネオンの使用により、ヘリウムタンクへの熱流入は目標値を下回る結果が得られ、今度はさらに外側からの熱流入による固体ネオンの寿命 ($\sim$ 2 年) が XRS の寿命を決めることになった。そこでなるべく信頼性高く、固体ネオンの寿命を伸ばす手段として、OVCS を機械式冷凍機で $\sim$ 130 K に冷やし、固体ネオンへの熱流入を防ぐ方法が取られた。機械式冷凍機が予想通りの性能を発揮すれば、固体ネオンの寿命は $\sim$ 3.5 年であり、仮に事故で機械式冷凍機が動かなくなったとしても、固体ネオンの寿命は $\sim$ 2 年保たれるため、観測は可能である。

使用された機械式冷凍機は「かぐや」衛星用に開発されたものと同じ型の一段式スターリング冷凍機であった。これは GM(Gifford MacMahon) 冷凍機と並んで $\sim$ 100 K まで冷却する機械式冷凍機として、よく使われるものであり、共にガスの圧縮、膨張を繰り返すことで冷やす。GM 冷凍機は通常 2 段の冷

却ステージを持っており、一段目は 30~100 K 程度の温度域で動作し、数十 W の冷却能力を持つ。二段目は 4~20 K で動作し、数 W の冷却能力を持っている。超伝導磁石の冷却に最も多く使用されており、信頼性と低価格が長所としてあるが、場所を取る上に重い。一方、スターリング冷凍機は図 2.12 のように、ピストンによる気体の圧縮・膨張のサイクルを通して冷却を行い、コンパクトな構造を持てるため冷却効率が高い。重さも軽いため (XRS で使用された一段式スターリング冷凍機は 4.2 kg)、宇宙用冷凍機としてよく用いられている。圧縮するガスは顕熱の大きなヘリウムガスが使用されており、XRS でもヘリウムガスが使われている。この際、注意すべきことは打ち上げの振動など何かの衝撃でスターリング冷凍機内のガスがシールド間の真空断熱部に漏れだし、熱交換ガスとして働く恐れがあることである。

図 2.11: 二段式スターリング冷凍機の例。写真は住友重機械工業で作られたもので、左側の筒がコンプレッサーで、右側がコールドステージ。

図 2.12 にスターリングサイクルの概略図を示す。具体的には、

1. ガスを圧縮し、熱交換部へ注入する。圧縮時の熱は周りの高温部に捨てるので等温変化。
2. 圧縮されたガスは熱交換部で冷やされる。
3. 圧縮部と膨張部のピストンを等体積変化させ、熱交換部で冷やされたガスを膨張部へ入れる。
4. 膨張部のピストンを動かすことで、ガスを膨張させ低温部から熱を奪い、最低到達温度まで冷却する。
5. 膨張し、冷えたガスを等体積変化せせ、圧縮部へ戻す。この時、今度は熱交換部でガスを温めて初めの状態に戻す。

といった手順を繰り返すことで連続的に低温側から熱を奪うことができる。

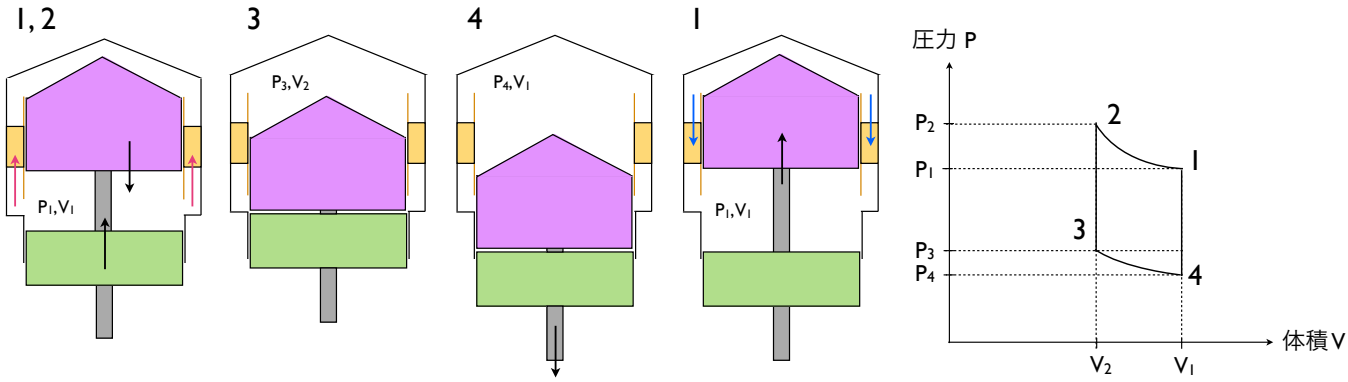


図 2.12: 左：スターリングサイクルの概略図。位相の異なる左右のピストンを振動させることで冷却する。右：サイクル中に圧力と体積の関係。

2.6.2 XRS での事故と教訓

以上のように XRS は目標寿命 ∼ 3 年と 60 mK という低温を達成するために、デュワー内に温度勾配を付けて、徐々に温度を下げることで熱侵入を防ぐ設計となっていた。ここで大事なのが、デュワー内部の熱伝導を抑えるために真空断熱部 (main shell) の真空度をできるだけ下げることである。そのため打ち上げ前、main shell 内は ∼ 10^{-9} Torr 以下になるよう排気弁から排気され続け、高真空を保った状態で排気弁を閉じて打ち上げられた。打ち上げ直後にはヘリウム排気とネオン排気が行われ、宇宙へと排気することで、予定通りヘリウムタンクは ∼ 1.2 K 以下、固体ネオンシールドは 17 K に保たれたため、XRS の冷却は成功したと思われた。

ヘリウムとネオンの排気弁は真空断熱容器の外側から衛星内部へ捨てられる設計となっており、そこから宇宙空間へ排出される予定だった。しかし、衛星内から宇宙空間へ、予想通りに排気が行われなかった結果、わずかにガスが衛星内部に留まり、真空断熱容器内の排気を行うための弁 (main shell vent valve) を開けたところ、逆に、衛星内部に残留していた排気したはずのヘリウムガスやネオンガスが真空断熱容器内に入り込み、真空度が悪化するという事故が生じた。

図 2.13 にガスの侵入経路を示す。main shell へと侵入したガスはシールド間およびヘリウムタンク、固体ネオン同士の熱交換ガスの働きをするため、結果として、ヘリウムタンクへの熱流入が多くなり、蒸発ガス量がさらに増え、さらにガスが回りこむという正のフィードバックがかかることとなった。結果、打ち上げからおよそ 1ヶ月あまりで液体ヘリウムは消失し、XRS による宇宙観測は実現されなかった。仮に main shell の排気弁を開けなかったとしても、天体を観測するための入射窓 (gate valve) を開けた時点で同じことが起きていたと予想される。

この事件から得られた教訓は、main shell へのガス侵入による真空度の悪化は、たとえ微小であったとしても液体ヘリウム消失につながる致命的な出来事になるということである。また真空度の悪化につながった原因として、宇宙空間は自然の真空ポンプとなり、衛星内に残された留まったガスはすぐに宇宙へ排気されるだろう、という考えに基づき、ヘリウム排気弁やネオン排気弁を衛星内部に設置したことが直接の原因として報告されている。

2.6.3 SXS 冷却システム

XRS の教訓を生かし、SXS では以下の点に注意して冷却系デザインを行った。図 2.14 に SXS 冷却系のダイアグラムとデュワー断面の概略図を示す。検出器は 2 段 ADR によって 50 mK に冷却され、ADR および検出器からの排熱は液体ヘリウムで吸収される。ヘリウムタンクは必要に応じて 3 つ目の ADR で冷却され、外側にはジュールトムソン冷凍機とによって ∼ 4.5 K に冷やされたシールドが存在する。

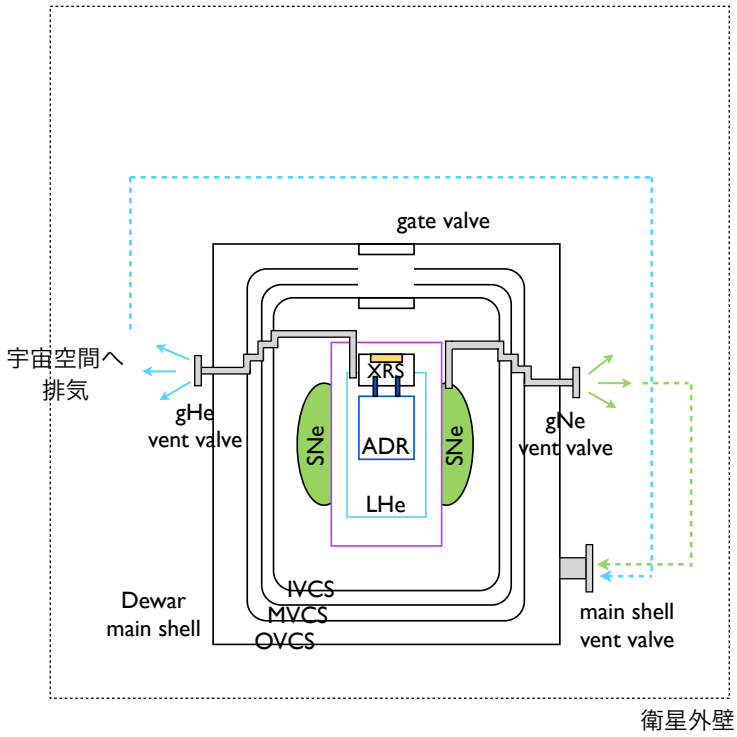


図 2.13: main shell 内にガスが逆流する様子を表した図。

さらに外側には vapor-cooled shield が XRS と同様に 3 つ存在し (内側から、IVCS、MVCS、OVCS)、ヘリウム蒸気によって冷やされる。また MVCS と OVCS は二段スターリング冷凍機によって、~ 100 K と ~ 20 K に冷やされている。

このようにしてデザインした SXS は以下のようにして、XRS と同様の事故を防ぐ。第一に、ヘリウムガスは衛星外へと配管を伸ばして排気し、逆流による影響も考慮した上で、軌道上で考えられるあらゆるヘリウムの排気量範囲で main shell への侵入した場合のリーク量を $< 10^{-8}$ Torr とする。第二に、万が一デュワー外にヘリウムがあったとしても、main shell へ侵入しないように、main shell 排気弁は XRS と違い開けない。開けるのは、液体ヘリウムが消失した後だけである。第三に、天体を観察する際に開ける必要がある gate valve もリークタイトなデザインになっており、開ける前はもちろん、開けた後もデュワー内の真空度を保てるようにデザインする。第四に、たとえ万が一 XRS の時のように液体ヘリウムがすべて消失した場合でも、天体観測ができるように液体ヘリウムの冗長系としてジュールトムソン冷凍機が搭載され、無冷媒運転が可能なデザインとしいる。

このように SXS は要求する最低到達温度は 50 mK と目標寿命 ~ 5 年を達成するために、XRS よりも複雑な冷却システムとなっている。図 2.15 に定常状態での熱フローチャートを示す。

XRS との違いという観点からシステムを見ると、まずヘリウムタンクの外側のシールドは固体ネオンの代わりに ^{4}He ジュールトムソン冷凍機によって ~ 4.5 K に冷やす。これは液体ヘリウム消失後も SXS による観測ができるようにするため以外にも、地上での固体ネオン保存のための打ち上げ前オペレーションを簡単かつ安全にするというメリットがある、一方で新たな開発要素を取り込むというリスクも存在する。同様に ADR も一段から二段+一段式に変更した。50 mK 達成用の二段式は、XRS よりも低温に冷やす目的であり、NASA/GSFC で地上で既に実績がある。三つ目の ADR はヘリウムタンクを ~ 1.2 K に冷やしており、ヘリウムが消失した後でもタンクを冷やし、ジュールトムソンへの負荷を減らして、無冷媒運転を可能にするため、取り付けられた。機械式冷凍機は冗長系になっており、どれか一台が故障しても観測は可能である。

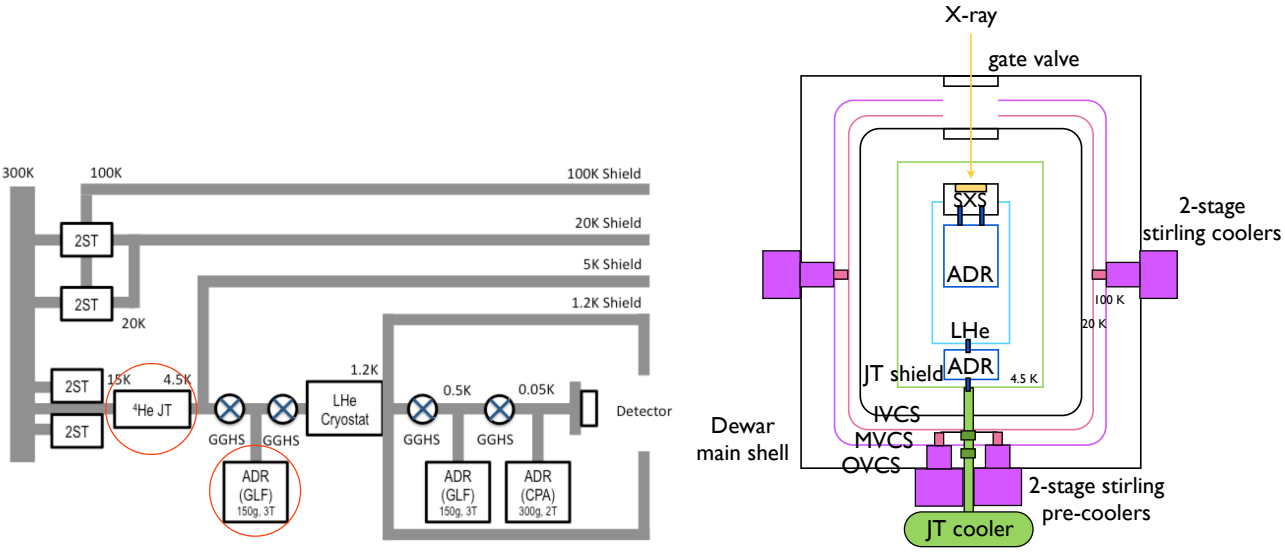


図 2.14: SXS デュワーデザイン。左：熱的ダイアグラム。右：構造模式図。

以上の機械式冷凍機は全て住友重機械工業株式会社にて製作される。スターリング冷凍機は XRS に用いられたものを改良した 2 段式であり、2006 年打ち上げの「あかり」衛星での打ち上げ実績があるものをさらに改良する。ジュールトムソン冷凍機は日本の国際宇宙ステーション実験棟 SMILES (2009 年打ち上げ) に用いられたものを改良して使用する。

ジュールトムソン冷凍機

ここでは SXS の鍵となる技術の一つであるジュールトムソン冷凍機の原理について説明する。冷凍機の外観写真を図 2.16 に示す。これはジュールトムソン効果を利用した冷凍機であり、図 2.17 左のように小さな穴にガスを通すことで、分子間力ポテンシャルによってガスを冷却することができる。図 2.17 左のように、圧力 P_1、温度 T_1 のガスを小さな穴を通して反対側の部屋に移動させ、圧力 P_2、温度 T_2 としたとすると ($P_1 > P_2$)、内部エネルギーの差は $U_2 - U_1 = P_1V_1 - P_2V_2$ と書ける。ここで $U_2 + P_2V_2 = U_1 + P_1V_1$ から、ジュールトムソン効果はエンタルピー一定の過程であることが分かる。

この時のガスの温度降下は、

$$T_2 - T_1 = \int_{P_1}^{P_2} \left(\frac{\partial T}{\partial P}\right)_H dP \tag{2.2}$$

と表せられ、

$$\mu = \left(\frac{\partial T}{\partial P}\right)_H \tag{2.3}$$

をジュールトムソン係数と呼び、$\mu > 0$ のとき穴を通してガスを噴出させると温度降下が起きる。逆に $\mu < 0$ のとき、温度上昇が起きる。理想気体の場合、$\mu = 0$ となるが、実在気体では μ がある固有の値を持つ。

この理由はガスの分子間に働く分子間力である。図 2.17 右に、分子間距離とポテンシャルエネルギーの典型例を示す。分子間の距離が r_0 より小さい場合は強い斥力が働き、大きい場合には微弱な分子間引力 (ファン・デル・ワールス力) が働くジュールトムソン効果では、注入するガスの温度と圧力によって、ガス分子のポテンシャルエネルギーが決まり、そのガスが小さな穴を通って低圧側 (P_2) へ吹き出すと、分子間の平均距離が大きくなる。注入するガスの温度と圧力が高い場合、密度が高く、衝突頻度が大きいため、分子同士に斥力が働く領域に入り込んでる時間が長く、吹き出しによって分子間距離を大きく

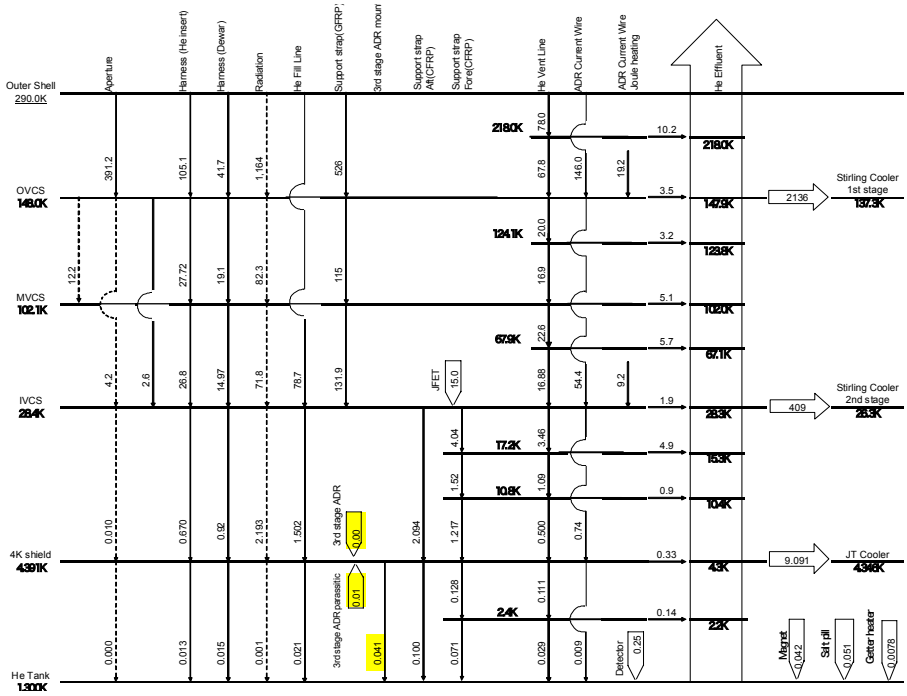


図 2.15: 液体ヘリウムが残っている間は ADR の 3 段目を動作させない場合の各コンポーネントからの熱フローチャート。

したときにポテンシャルエネルギーが下がる。つまりそのエネルギーが分子の運動エネルギーに与えられ、ガスの温度が上昇する。反対に、吹き出しによって平均距離が大きくなり、分子間のポテンシャルエネルギーが上がるのであれば、そのエネルギーは分子の運動エネルギーを奪って供給されることになるので、ガスの温度が下がる。噴出したガスの温度が上昇するか下降するかの境界温度をジュールトムソン効果の逆転温度と呼ぶ。分子間力は微弱なため、この効果が顕著に見られるには注入するガスの温度と密度がある程度低くなくてはならない。また冷却後到達可能な温度は、当然ガスの種類にも依存し、分子間力を効率的に働かせるため分子量もしくは原子量が小さい方が好ましい。代表的なガスの逆転温度と最低到達温度をまとめた表を表 2.3 にまとめた (5)、(6)。

ASTRO-H のジュールトムソン冷凍機では、スターリング式冷凍機を予冷機として用い、20 K まで冷やす。また注入するガスには ^{4}He ガスを用い、最低到達温度は $\sim$ 4.5 K となる。^{3}He ガスを用いると $\sim$ 2 K まで冷却できることから、SXS の設計当初は ^{3}He ジュールトムソン冷凍機の使用を考えたが、2009 年時点での技術実装レベルを考え、SMILES で実績のある ^{4}He を使用することに決めた。

表 2.3: ジュールトムソン効果の逆転温度と最低到達温度のまとめ

	^{3}He	^{4}He	N_2	H_2
逆転温度 [K]	< 46	46	621	215
最低到達温度 [K]	~ 2.5	~ 4.5	~ 110	~ 30

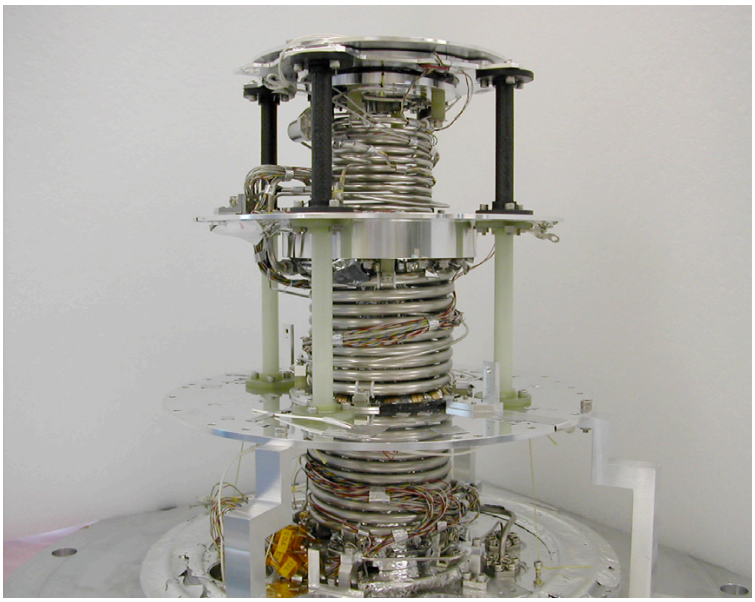


図 2.16: SHI 製のジュールトムソン冷凍機の外観。らせん状の管が、膨張前の高圧ガスと膨張後の低圧ガスを熱交換させる熱交換器。らせん状の管の内側に、ガスを予冷するための二段式スターリング冷凍機が接続されている。

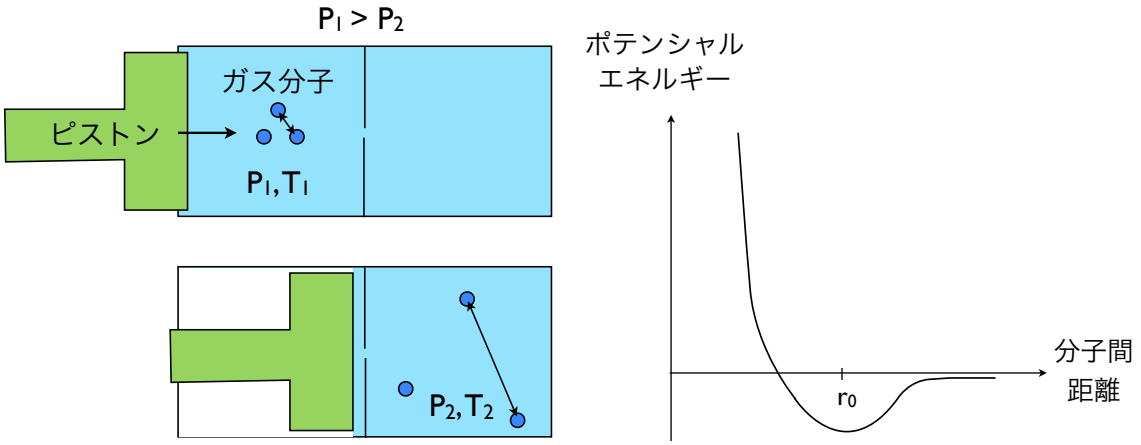


図 2.17: 左図：ジュールトムソン効果、右図：原子間ポテンシャル

ヘリウム排気管

既に述べたように、XRS と同様の事故を防ぐために SXS ではヘリウムの排気管を衛星の外側まで引き伸ばし、ガスを確実に宇宙空間へ排気する。図 2.18 にデザインを示す。ガスの排気から生じるトルクによって、衛星に特定の方向へのモーメントを与えることを避けるため (「あかり」衛星では観測された)、ガスの排気パイプは一本では無く、T 字に分けることでトルクを相殺させる。さらに排気したガスが内側へ戻ることを防ぐため、排気管内での圧力損失をできるだけ小さくするように、シミュレーション計算を用いて、配管の径や出口の大きさなどを最適化している最中である (7)。SXS の衛星側を囲むのは reflector room とよばれる反射材であり、衛星内部から容器への熱侵入を防ぎ、反対側は宇宙空間にさらすことで容器からの輻射熱を鏡の反射を通じて、宇宙へ逃がすような構造としている。

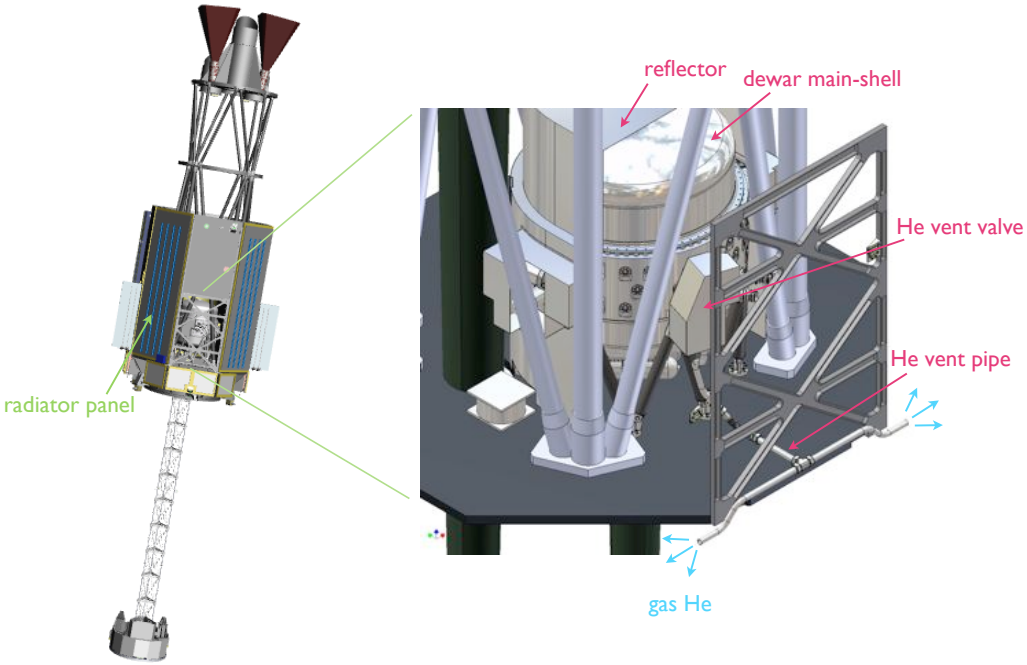


図 2.18: 左：ASTRO-H 衛星の全体像。右：SXS 近傍の拡大図。

2.7 本修士論文の目的

以上述べた通り、SXS では XRS に比べ、より優れた性能を信頼性高く実現するために、できるかぎり最適化したやや複雑な冷却系を採用している。さまざまな開発項目がある中で、最も重要といってもよいのが、信頼性の高いヘリウム排気系であることは言うまでもない。そもそも宇宙でヘリウムを使う場合には、重力がないために、排気ラインから超流動ヘリウムを通さず、ガスのみを流出させる必要がある。SXS ではこのガス流量が従来の宇宙ミッションの中で最小であり、そのような排気系は慎重にデザインし、実証しなくてはならない。加えて、超流動状態のヘリウムでは、たとえ気体と分離をしたとしても、微量のヘリウムが配管を伝わって逃げ出し損失する、いわゆるフィルムフローが避けられず、これが存在すると必要とされる寿命に大きなインパクトが生じる。そこで本修士論文ではこの SXS の心臓部とも言うべき超流動ヘリウム流出抑制システムの設計と開発を行った。

以下ではまず第 3 章で、超流動ヘリウム排気系の基本設計と原理について述べる。次に第 4 章ではマイクロマシン技術を用いて自ら製作した部品である knife edge device の製作と評価について述べ、第 5 章では衛星環境を模擬して自ら構築した熱サイクル試験の構成と結果について述べる。さらに第 6 章では住友重機械工業 新居浜工場で行った排気試験系の構成と結果について述べ、最後に第 7 章で今後の展望についてまとめる。

第3章　SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム

ASTRO-H 衛星 SXS の限られた液体ヘリウム (30 L) の目標寿命 5 年を達成するためには、(1) 超流動液体ヘリウムと気体を分離するための宇宙用のヘリウム相分離システム、および (2) 超流動ヘリウムの流出によるフィルムフローを抑制するシステムが必要になる。本章ではまず超流動ヘリウムの基本的な性質を紹介した後、SXS 超流動ヘリウム流出抑制システムへの要求、設計と原理について述べる。

3.1　超流動ヘリウム

^{4}He ヘリウムは沸点が低く、大気圧で 4.2 K 以下で液体として存在する。カピッツァやアレン、マイスナーらはこの ^{4}He の温度をさらに下げて行くと、2.2 K 近傍で超流動性を示すことを発見した。同時に、この温度では密度が最大になり、比熱にはとびが見られることがカメルリング・オネスによって見出された。図 3.1 に液体ヘリウムの密度と比熱を示す (8)。比熱にはとびが見られ、その形からこの温度を λ 点を呼ぶ。λ 点以下では ^{4}He は超流動という特殊な性質を示す。

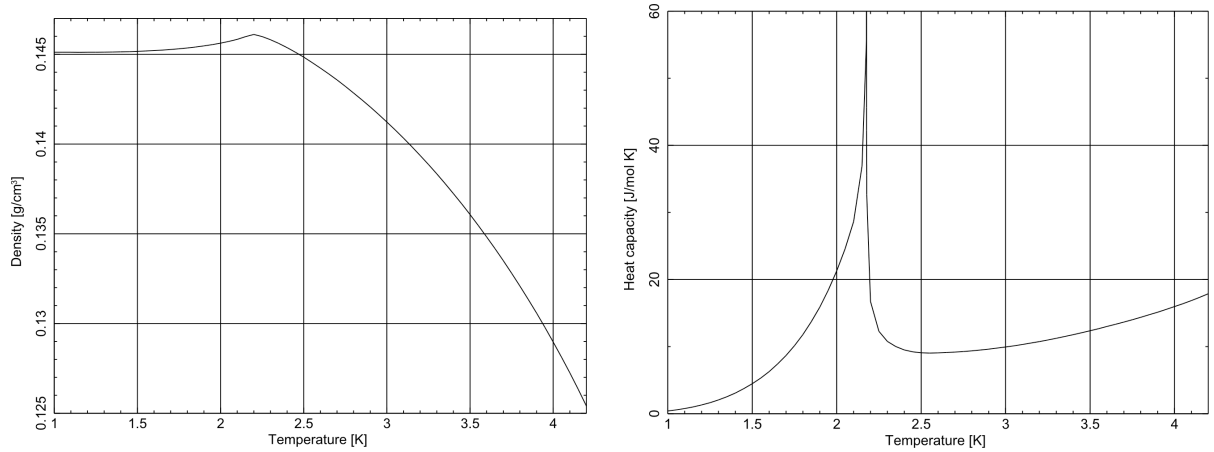


図 3.1: 左:^{4}He ヘリウムの密度-温度関数。右: ^{4}He ヘリウムの比熱-温度関数。

超流動性は以下のような実験で確かめられる。1 μm 以下の小さな孔の空いたフィルターを液体ヘリウムの容器の底に取り付けておくと、λ 点以上の常流動状態では液は漏れてこないが、λ 点以下になると小さな孔を通り抜けて液が漏れてくる。すなわち超流動ヘリウムには粘性がほとんど無いと考えられる。しかし超流動ヘリウム中で円筒を回転させ、その減衰を観測するとある有限の粘性を持つ現象が観察される。そこで有限の粘性を持ちながら毛細管を通り抜けるという矛盾が生じた。これをうまく説明するのが 2 流体モデルである。

2 流体モデルでは、λ 点以下での ^{4}He にはボース凝縮に起因する粘性のない超流動成分と粘性を持つ励起状態の常流動体が存在すると考える。今、それぞれの密度を ρ_s と ρ_n とする。すると超流動成分はエントロピーが 0 であり、常流動成分がエントロピーを担う。それぞれはお互いに独立で相互作用をせず、v_s と v_n で運動すると考えられるので、全密度 ρ は

$$\rho = \rho_s + \rho_n \tag{3.1}$$

と書くことができる。

超流動成分と常流動成分の比は実験から図 3.2 に示す通り、温度の関数となる。具体的には超流動体に対する運動方程式はオイラーの運動方程式より、

$$\rho_s \frac{\partial v_s}{\partial t} = -\frac{\rho_s}{\rho}\nabla P + \rho_s S \nabla T \tag{3.2}$$

と書ける。P は圧力、S はエントロピー、T は温度である。常流動成分に対してはナビエ-ストークスの方程式より、

$$\rho_n \frac{\partial v_n}{\partial t} = -\frac{\rho_n}{\rho}\nabla P - \rho_s S \nabla T + \eta_n \nabla^2 v_n \tag{3.3}$$

となり、η_n の粘性による項が加わる。

2 流体モデルは超流動ヘリウムの粘性をうまく説明できる。毛細管では常流動成分は粘性でうごきが鈍るが、超流動成分は粘性なしで自由に流れることができる。一方、円筒を回転させる実験では、円筒にまとわりつく常流動成分が液中の常流動成分と相互作用を持つため減衰がおきる。この時、超流動成分は何の作用も受けずに静止していると考えられる。このように 2 流体モデルに基づき、超流動成分のみを選択的に通過させるような物質 (細かい粉末など) あるいは現象をスーパーリークと呼ぶ。

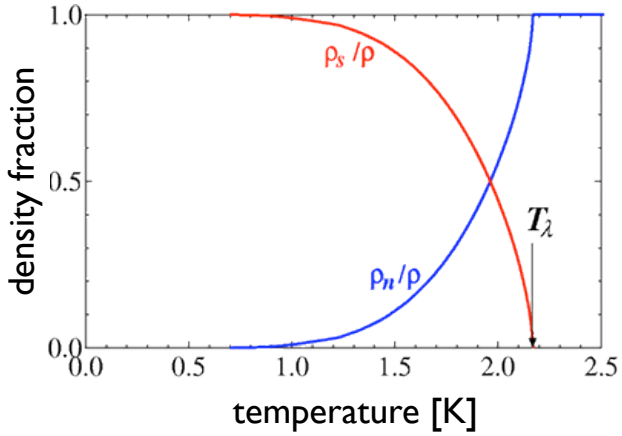


図 3.2: ^{4}He ヘリウムの超流動成分と常流動成分の温度依存性の実験値。

3.1.1 熱機械効果

超流動ヘリウムを入れた容器に超流動成分のみが通れるような細かい穴 ($< 1\ \mu$m) の開いたフィルター (すなわちスーパーリーク) を排気ラインに取り付け、フィルターを通して超流動ヘリウムを流出させると、タンクに残った液体の温度は上昇し、通過した液体の温度は降下する現象が観察されている。これは 2 流体モデルと図 3.2 より理解できる。すなわち、フィルター後の液体は ρ_s/ρ が増加するため温度が下がる。一方、フィルター前の液体は ρ_n/ρ が増加するため温度が上がる。

このようにフィルター前後で温度差が生じるため、化学ポテンシャルの差を埋めるように、超流動成分が高温側へ移動し、常流動成分となり、平衡状態に達する。2 流体モデルの式 (3.2) より、平衡状態 $\partial v_s/\partial t = 0$ とすると

$$\frac{\Delta P}{\Delta T} = \rho S \tag{3.4}$$

となる。すなわち温度差をつけると、圧力差が生じることが分かる。逆に圧力差が生じれば、温度差を付けることもできることも理解できる。このような現象を熱機械効果と呼ぶ。

熱機械効果の大事な点は、超流動ヘリウムは常に高温側に流れたがるということである。すなわち、通常のデュワーの排気ラインでは低温から外の高温側に排気ラインが伸びるため、重力がない宇宙ではデュワーに特殊な工夫をしない限り、液体が排気ラインを通じて自発的に蒸発が生じ、全損へと繋がりうる。

3.1.2 フィルムフロー

超流動ヘリウムはフィルム状で壁を這い上がることが知られている。これをフィルムフローと呼ぶ。例えば、全く穴のない二つの容器に超流動体を入れると、超流動体が壁をはい上がりその液面がひとりでに一致してしまうということが起きるが、これはフィルムフローのためである。図 3.3 に例を示す。中空にある容器から自発的にフィルムが移動し、下の液面へと移動する様子が見て取れる。

図 3.3: 左：フィルムフローの略図。右：フィルムフローの写真。

フィルムが壁に吸着するのは壁と超流動体との間の分子間力 (ファンデルワールス力) によるものであり、ヘリウム原子は軽いため、重力に逆らって配管を上ることができる。壁の高さが高くなっても、壁に吸着したヘリウムの厚みは液面からの高さの関数としてゆっくりとしか変化しない。壁に吸着後にフィルムが移動するのは、超流動体が容器の内外にある液の重力ポテンシャルの差を利用するサイフォンのような作用をするためである。この時、フィルムの流れる速度は液面の高さ、つまり圧力の差とは無関係にほぼ一定である。

3.2 SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム

3.2.1 要求

§3.1.1 で説明した通り、無重力下では超流動ヘリウムは自発的に高温部へと移動し、損失しうるため、液体と気体を分けて気体のみを排気するような対処が必要になる。その際にはフィルムフローの影響を最小限に留めなくてはならない。SXS における要求は以下の通りである。

- (1) 宇宙での定常運用 (ヘリウム温度 1.15 K かそれ以下) において、ヘリウムの流出量 25 μg/s を安全に排気できること。

- (2) 打ち上げ直後の機械式冷凍機が off の状態 (ヘリウム温度 ∼2 K) において、ヘリウムの流出量 ∼ 3 mg/s を安全に排気できること。
- (3) フィルムフローによる余計な損失を $\lesssim$1 μg/s に抑えること。

第一の要求は SXS の熱フロー計算に基づくもので、この平均流量で 30 L の超流動ヘリウムを 5 年間持たせることができる。第二の要求は ASTRO-H が打ち上げ前および直後に、電源を off しなければいけない時間帯があることに基づくものである。第三の要求は余分な損失としてのフィルムフローを定常流量に対して、十分小さく抑えることから来る値であり、値は XRS の同システムの実績から来る。

3.2.2 概念設計

以上の要求を満たすため、SXS の超流動ヘリウム流出抑制システムを「すざく」XRS の経験に基づきシステムをデザインした。図 3.4 に排気系の概略を、図 3.5 に定常状態用の SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム部分を示す。本システムは 4 種類のデバイスから成る。

第一が porous plug (多孔質プラグ) と呼ばれるヘリウムの相分離プラグであり、タンクの排気ライン出口に取り付ける。これは無重力下でタンク内の超流動ヘリウムと気体を分ける働きをする。ただし一つの porous plug で対応できる流出量範囲には制限があるため、§3.2.2 の要求 (1), (2) を満たすため 2 つの異なる porous plug を持つことをベースラインとして考えている。図 3.4 に示す通り、大排気量用の porous plug (PP-L) の下流には cryo valve が取り付けてある。打ち上げ後に機械式冷凍機を on することで、タンクへの侵入熱が減り、流出量が減った時にはこのバルブを閉じ、定常排気用の porous plug (PP-S) のみから排気を行う。

さらに定常運用ではガスの流出量が小さいため、フィルムフローが大きな影響を及ぼす、そこで第二から第四の部品を PP-S の下流のみに取り付ける。第二が径を細く絞った配管 (orifice) である。配管径を小さくすることでフィルムフローがつたう配管の内側の表面積を減らし、フィルムフローを抑制する。第三が heat exchanger で、これは大きな熱伝導度を持ち、ヘリウムタンクと熱接触させることでフィルムフローを蒸発させ、蒸発の潜熱によってタンクを冷却する。第四が knife edge device であり、原子レベルに鋭いエッジでの表面張力によって、残りのフィルムフローを止める。

このような構成は XRS のものとほぼ同じであるが、XRS ではこれら全てを NASA/GSFC が担当していたのに対し、SXS では全て日本側が担当する点が異なる。またデザインは基本的に同じであるが、PP-L を持つ可能性がある点や、施工上の取り付け易さ、フィルムフローのさらなる低減などから、各デバイスに若干のデザイン変更を施している。これは Appendix にまとめた。

予想される超流動ヘリウムのフィルムによる流出量が、それぞれの部品を足すことでどのように変化するかを予想値と最悪値について表 3.1 にまとめた。以下ではそれぞれのデバイスの原理とデザインおよび表の値の根拠について述べる。

3.3 Porous plug

3.3.1 歴史

宇宙という無重力下では、タンク内で液相と気相の境界面が不定のため、超流動ヘリウムタンク上方に単純に排気配管を取り付けると、液体ヘリウムが簡単に流出してしまうことになる。そこで無重力下で、液相と気相を分離し、気体ヘリウムだけを選択的に排気できるような工夫が研究された。これまでに二つの方法が考えられており、一つは、同心円状に二つの径の違うシリンダーをわずかに距離を離して入れ子状に置き、二つのシリンダーが重なる距離をコントロールして流量を調整しつつ、液体の流出を防ぐものである。この方法は、ガス流量をコントロールできる利点があったが、構造が複雑で加速や

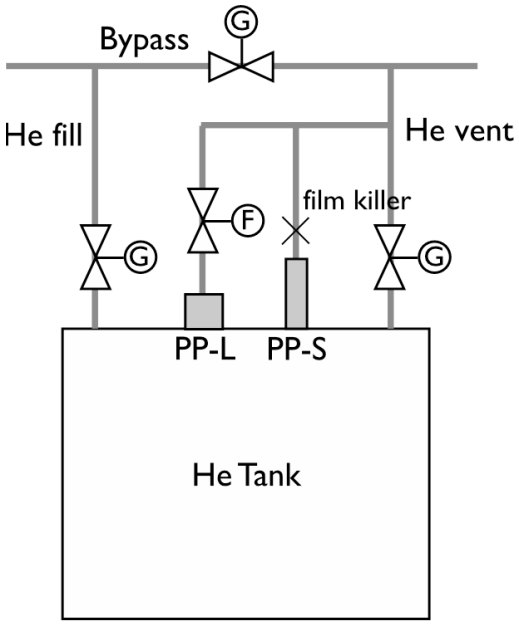


図 3.4: SXS 低温ヘリウム排気系の概略図。F は Flight Valve (軌道上で閉動作を行うバルブ)。G は Ground Valve (地上で開閉を行うバルブ) を表す。

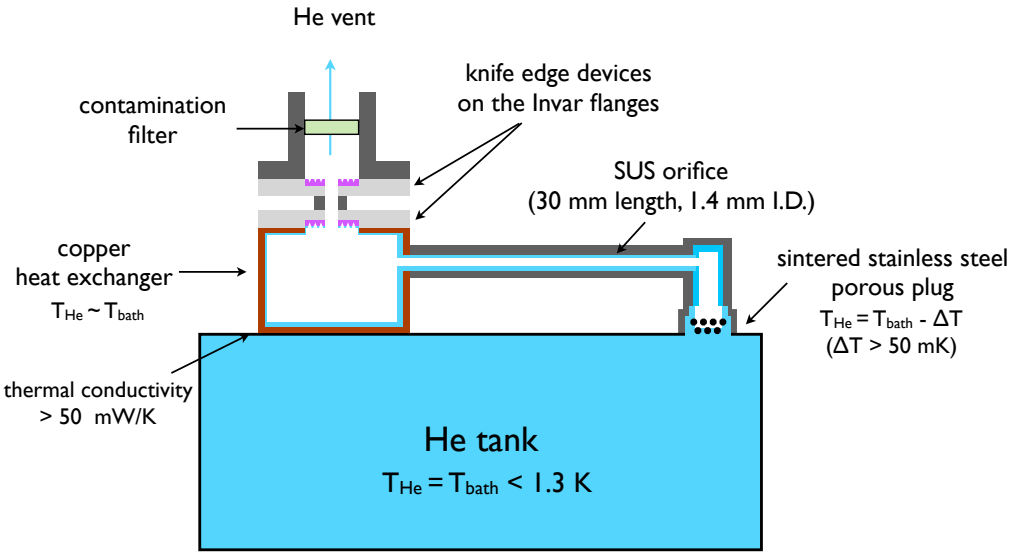


図 3.5: SXS 超流動ヘリウム流出抑制システム (定常運用のための部分) の概略図。

表 3.1: 各デバイスの下流での期待されるフィルムフローの流出量。

	流出量 [μg/s]	
	期待値	最悪値
1. Porous Plug	<8	30
2. Orifice	<8	8
3. Heat Exchanger	∼0	<8
4. Knife Edge Device	∼0	∼0

振動に敏感であるため、衛星搭載用として不向きであった。もう一つの方法は、多孔質媒体で作られたプラグ、すなわち porous plug を使用するものである。こちらは可動部分がない単純な栓であるため、取り扱いの手軽さから宇宙用として広く採用されている。

porous plug による相分離の研究は、1970 年代後半から 1980 年代前半にかけて広く行われ、1983 年の米 IRAS (InfraRed Astronomical Satellite) 衛星で初めて宇宙で使用された。その後も超流動ヘリウムを使用する多くのミッションで使用され、日本でも 1995 年打ち上げの IRTS (InfraRed Telescope in Space) および、2006 年打ち上げの「あかり」衛星で使用された経験がある。表 3.2 にこれまでに porous plug を使用した衛星についてまとめた。

表 3.2: porous plug を使用した過去の代表的な衛星のまとめ。

打ち上げ [年]	衛星名	ヘリウム容積 [L]	寿命 [年]	排気量 [mg/s]
1983	IRAS	500	0.83	2.8
1989	COBE	600	0.83	3.3
1995	IRTS	90	0.08	5.2
1995	ISO	2300	2.5	4.2
2003	Spitzer	337	>5	<0.31
2004	GP-B	2300	1.4	7.6
2005	Suzaku	30	3	0.046
2006	Akari	170	1.5	0.52
2009	Herschel	2500	3.5	3.3

3.3.2 原理

porous plug は、sintered alumina や sintered stainless steel といった多孔質媒体から製作し、穴のサイズは典型的に 1 ∼ 10 μm 程度である。図 3.6 に porous plug の電子間力顕微鏡による観察例を示す。穴径がスーパーリークよりも大きいことから分かる通り、超流動ヘリウムの常流動成分は porous plug を通って移動できる。

相分離は以下の原理で説明ができる。まず超流動ヘリウムが porous plug を通ってタンクから下流側へ流出すると、porous plug の下流表面付近で porous plug 内のヘリウムの蒸気圧で決まる圧力と、外側の排気ラインの圧力に差があるため、蒸発が生じる。すると蒸発潜熱によって porous plug 下流表面付近の温度が下がる。既に述べたように超流動ヘリウムの超流動成分は熱機械効果によって高温側へ移動する性質があるので、超流動成分はタンク側に戻り、常流動成分のみが移動し、蒸発し、温度差が付き続ける。このように超流動成分はタンクへと押し戻されることになるため、結果として、液体の流出

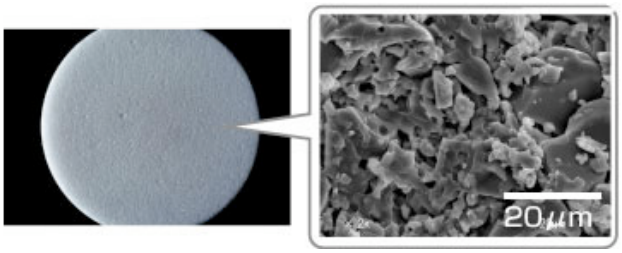


図 3.6: porous plug の電子間力顕微鏡による観察例。

を防ぎ、ガスのみを逃がすことができる。

ここで注意すべき点として、porous plug は場合によっては相分離を起こせないということである。その理由はいくつか考えられる。まず第一が porous plug の穴の径が大きい場合であり、この場合、熱伝導によって下流に熱が伝わるため、必要な温度差が生じず、相分離が行えない。porus plug の材質が熱伝導の悪い alumina や stainless から成るのも同じ理由による。これは適切な穴の径と材質を選ぶことで避けうる。第二が小流量の極限の場合であり、仮に蒸発量が少なく、温度差が付かない場合、同様の理由で超流動成分が逃げ出す。これには様々な原因が考えられる。代表的な例としては、なんらかの理由 (例えば、検出器の電源 off の状態で冷凍機を運転した場合) で過渡的に定常状態よりもタンクへの流量が小さくなった場合や、ヘリウムタンクを冷やすための ADR でタンクを冷やしすぎてしまった場合が考え得る。第三がそもそも軌道上でヘリウム排気弁を開けた際に、すでに porous plug 全体が濡れていた場合である。これは無重力下ではありうるため、衛星で porous plug を用いて排気をする場合は、ロケットの加速中、つまりヘリウムがタンク底に溜まっている間に排気弁を開けるのが定石であり、SXS でもそのようにする予定である。ちなみに XRS は打ち上げ後、約 4 分後のロケット加速中に排気バルブを自動制御で開けた。

なお porous plug の相分離が行われず下流側の温度がタンクよりも高い場合、つまり通常の排気ラインの場合、超流動ヘリウムは温度が高い方へ流れる性質があるため、タンク内の超流動ヘリウムは porous plug を素通りして下流側へ流れ出し、瞬間的にタンク内のヘリウムは失われうる。これを発見者の名にちなんで Castles catastrophe と呼ぶ。SXS では porous plug を正しく設計することで、これはなんとしても避けなくてはならない。

ここで porous plug　を通過する全ヘリウム流出量 $\dot{M}$ を見積もってみる。これは常流動成分 $\dot{M}_n$ と超流動成分 $\dot{M}_s$ の和であるため、

$$\dot{M} = \dot{M}_n + \dot{M}_s = \rho v A = (\rho_n v_n + \rho_s v_s) A \tag{3.5}$$

となる。ここで A は porous plug の断面積、v は平均速度を示しており、$v = (\rho_n v_n + \rho_s v_s)/\rho$ である。porous plug 内での熱輸送は常流動成分によって運ばれるため、熱量 Q は、

$$Q = \rho S T (v_n - v) A \tag{3.6}$$

と表せる。この熱によって、porous plug の下流に流れてきた流量 $\dot{M}$ が全て蒸発すると、

$$Q = \lambda \dot{M} \tag{3.7}$$

になる。λ はヘリウムの潜熱である。式 (3.6) と式 (3.7) から、

$$\dot{M} = \frac{\rho S T (v_n - v) A}{\lambda} \tag{3.8}$$

となり、式 (3.5) を代入すると

$$\dot{M} = \frac{A \rho S T v_n - S T \dot{M}}{\lambda} \tag{3.9}$$

と書ける。この式 (3.9) を $\dot{M}$ について解くと

$$\dot{M} = \frac{A \rho S T v_n}{\lambda + S T} \tag{3.10}$$

になる。ここで、porous plug の浸透率 (permeability) として

$$K = \frac{v_{\mathrm{n}} \eta_{\mathrm{n}}}{(\Delta P / l)} \tag{3.11}$$

を導入すると式 (3.10) は、

$$\dot{M} = \frac{\rho ST}{\lambda + ST}\frac{AK}{\eta_n}(\Delta P/l) \tag{3.12}$$

となり、これが porous plug を通過する全流量を表す式となる。η_n は常流動成分の粘性、ΔP は porous plug での圧力差、l は porous plug の厚さを表す。ヘリウム温度 T を決めれば、ρ と S、η_n は一意に決まるので、要求される流量に対して、$AK\Delta P/l$ の値を見積もることができる。つまり、porous plug の形状や浸透率に制限をつけることができる。大事な点として、ΔP が大きいほど流量が多くなることが分かる。既に述べたようにこの ΔP に応じて蒸発が起きるため、ΔP は porus plug での温度差 ΔT と比例関係にあることが予想され、実験でも確かめられている。つまり SXS のような小流量を実現するには、単純には面積が小さく A かつ長い l を持った porous plug として、適切な ΔP すなわち ΔT が付くようにデザインするのが良い。参考のため、衛星で使われた porous plug を流れるヘリウム蒸発量と porous plug のパラメータの関係を表 3.3 にまとめる。

表 3.3: 衛星で使用された porous plug のパラメータ。

衛星	蒸発量 [mg/s]	タンク温度 [K]	材質	直径 [cm]	l[cm]	K [cm^2]
IRAS	2.77		SUS	1.95	0.635	1e-9
COBE	3.32		SUS	3.30	0.635	1e-9
SIRTF(Spitzer)	0.33	1.2	SUS	3.81	0.635	1.4e-9
すざく	0.0046	1.2	SUS	0.89	0.63	0.17e-10
あかり	0.5&5	1.5	alumina	0.2	0.5	

注意すべき点として、porous plug を使ったとしても微量のフィルムフローの流出を止めることができない。実際にヘリウム流出量が非常に大きい「あかり」衛星ではこれは問題にならなかった。ただし、「すざく」や ASTRO-H SXS では寿命に深刻な影響を与えうる。そこで大事になるのが、ΔT である。できるだけ効率よくフィルムフローの流出を止めるには、ある程度より大きな ΔT が必要となる。よって、XRS では流出量 $\dot{M} = 40$ μg/s (ヘリウム温度 1.2 K) の時に、$\Delta T > 50$ mK が付くように設計された。図 3.7 に「すざく」のときの地上試験の結果を示す。式 (3.12) の通り、流量が多いほど、またタンク温度が低いほど、porous plug 下流の温度は下がることが分かる。蒸発量が 40 μg/s、ヘリウム温度が 1.2 K のとき、porous plug 下流側の温度は 1.15 K となっており、$\Delta T > 50$ mK は達成されていることが分かる。XRS では軌道上 (ADR を運転する以前の状態) で、ヘリウムタンク温度 $\sim$ 1.15 K、蒸発量 32 μg/s、ΔT $\sim$80 mK を達成した。

3.3.3 SXS porous plug

SXS の定常状態では XRS よりもさらに蒸発量が減ると予想されるため、同じ porous plug では ΔT >50 mK の要求を満たすことは難しくなると思われる。また打ち上げ直後の初期運用では $\sim$ 3 mg/s を達成しなくてはならない。この際には流量が大きいことからフィルムフローは問題にならない。表 3.4 に porous plug への要求値をまとめた。

そこで「あかり」と「すざく」の経験を考え、以下の 2 つの方法を考えた。1 つ目は定常運用と初期運用それぞれに対応した、PP-S および PP-L porous plug を 2 つ持ち (図 3.4 を参照)、cryo valve を用いて、初期運用が終わり次第、小流量のみに切り替える方法である。この方法は「あかり」で実績があり、「あかり」PP-L の流量は SXS PP-L とほぼ同等であるため、PP-S のみ開発すれば良いというメリットがある。

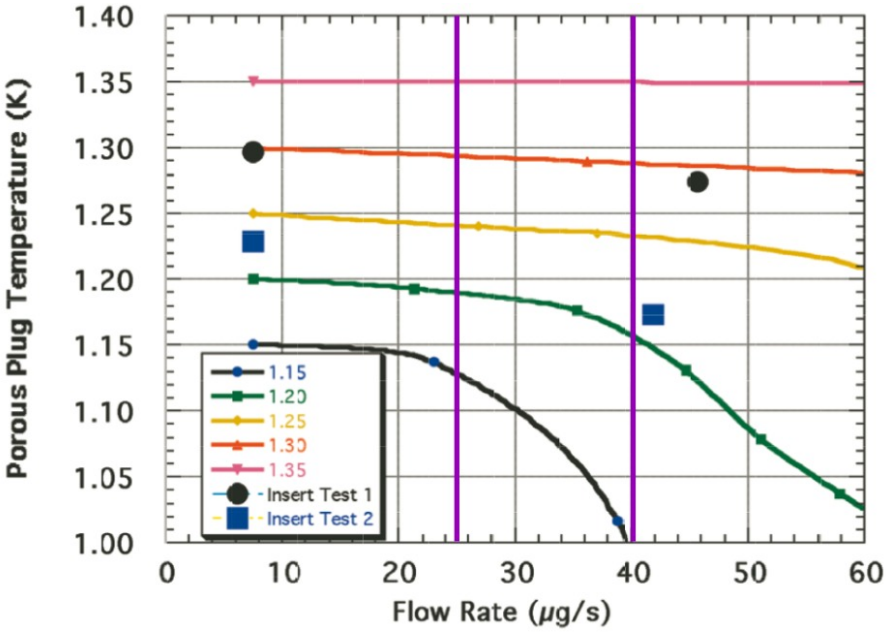


図 3.7: XRS porous plug の地上試験での結果。横軸はヘリウム流出量、縦軸は porous plug 下流の温度。色の違う線は異なるヘリウム温度での測定を表す。紫の線は、XRS と SXS の定常運用での流量を示している。

表 3.4: SXS porous plug への要求値のまとめ。

	定常運用	初期運用
ヘリウムタンク温度 [K]	$\lesssim$1.15	$\sim$2
排気量 [μg/s]	$\sim$25	$\sim$3000
温度差 ΔT[mK]	$>$50	

この場合、PP-S の候補は 2 つあり、一つは住友重機が開発する sintered alumina の porous plug であり、「あかり」の実績を持つ。実際に「あかり」用の porous plug で開発された中には、100 μg/s 級のものがあることが分かっており、これを適宜サイジングすることで要求値の 25 μg/s を満たすことができると考えられる。もう一つは NASA/GSFC が持つ XRS spare であり、sintered SUS porous plug である。前節で述べた通り、XRS の定常運用での流出量は軌道上で 32 μg/s とわずかに SXS よりも高いが、25 μg/s でも十分な ΔT が実現できる可能性がある。

もう一つの方法は定常および初期運用でヘリウム温度に差があることを利用して、最適な 1 つの porous plug を搭載する方法である。これは実質的に図 3.4 の PP-L へのラインをなくしたものに相当する。式 (3.12) や図 3.7 からも分かる通り、porous plug は温度が上がると同じ温度差でも流量が増える傾向を示す。すなわち、流量範囲が大流量まで対応できる可能性がある。その候補が、やはり XRS spare である。仮に小流量の要求を満足した場合、大流量の要求も十分な流出量の余裕を持って流せるようであれば、1 つの porous plug でまかなえることになり、この場合はシステムを簡便化し、cryo valve からのリーク (過去の打ち上げ実績から可能性は低い) のリスクを防ぐことができる一方で、対応できる流量範囲は最初のオプションよりも明らかに狭まるため、特に定常運用で予想外に小流量となった場合に、porous plug が濡れて、超流動ヘリウムが漏れ出す危険性も考えうる。

本修論の第 6 章ではこれら 2 種類の porous plug サンプルについて、流出量の測定試験をして考察を

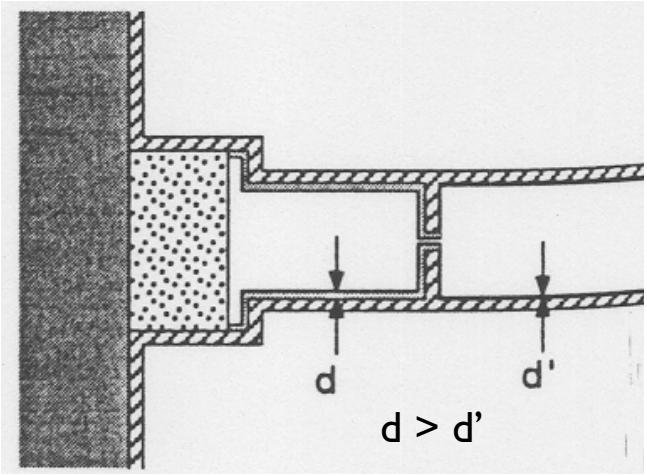


図 3.8: porous plug の後ろに orifice を付けた場合のフィルムの状態を表す模式図。

行ったので後で詳しく述べる。

3.4 Orifice

porous plug からわずかに流れ出すフィルムフローを抑制するために、PP-S の下流には、まず初めに orifice と呼ばれる細い配管を取り付ける。配管内のフィルムフローの量は、

$$\dot{m}_{\rm film} = \rho_s C v_c (d - d_0), \tag{3.13}$$

のように表すことができる。ここで、ρ_s は超流動ヘリウム密度、d はフィルムの厚さ、d_0 はフィルムフロー不活性層の厚さで、大体 0.36 nm となっている。さらに C は最も細い配管の周囲長で、v_c は超流動ヘリウムの臨界速度である (9)。臨界速度 v_c は、温度が 1.3 K でフィルムの厚さが 1.0 nm $< d <$ 35 nm の範囲のとき、d に反比例する。つまり、$v_c d$ は、

$$v_c d = 1.25 \times 10^{-4}\ [\mathrm{cm}^2/\mathrm{s}] \quad \text{for } 2\ \mathrm{nm} \lesssim d \lesssim 35\ \mathrm{nm}. \tag{3.14}$$

と書ける。すなわち式 (3.13) と式 (3.14) から、フィルムフローの流出量は、最も細い配管の周囲長 C に比例することがわかる。

XRS で使用した直径 8.9 mm の porous plug では、同じ径の配管を用いたとして、上の式から 50 μg/s のフィルムフローが出ると予想される。これは SXS の定常運用での流出量の 2 倍に達するため、寿命は 1/3 になってしまう。そこで porous plug の後ろに径が小さい配管を取り付けることで C を小さくし、フィルムフローを抑制する。XRS では内径 1.4 mm の orifice を使用していた。この場合、式 (3.14) から orifice を出るフィルムフローは 8 μg/s に抑えられる。

SXS は XRS に比べて要求されるヘリウム蒸発量が約半分となっているため、単純に考えれば orifice の径も半分にして、フィルムフローの量を半分に抑えられれば理想的である。しかし、XRS の半分として内径を 0.7 mm にした場合のリスク (配管が詰まる、製作の困難さ、構造の強度) を考え、この時点での 8 μg/s のフィルムフローは容認し、後段のデバイスでフィルムを抑制することに決めた。よって SXS でも XRS と同様に内径 1.4 mm を採用する予定である。

今、orifice によってフィルムフローの量が減るということについて考えて見る。フィルムの状態を考えると、流出量が減ったことで、orifice の下流側のフィルムは図 3.8 のように、上流側より薄くなって

いると考えられる。一方でフィルムとガスのポテンシャルエネルギーは平衡でなければならない。今、温度 T_P のヘリウムガスの化学ポテンシャルは Frenkel–Halsey–Hill 関係から

$$u_{\rm vap}(P, T_{\rm P}) = -k_{\rm B} T_{\rm P} \ln \left[\frac{P_{\rm svp}(T_{\rm P})}{P} \right] \tag{3.15}$$

と記述される。一方で、フィルムの化学ポテンシャルは

$$u_{\rm film}(T) = -\frac{\Gamma}{d^3} + \frac{1}{2}\frac{\rho_s}{\rho} m v_s^2 - \frac{m\sigma(T)}{\rho r_s} \tag{3.16}$$

と表される。ここで $k_{\rm B}$ はボルツマン定数、P は圧力、$P_{\rm svp}$ は飽和蒸気圧、Γ はファン・デル・ワールス定数を表し、v_s は超流動ヘリウムの速度、m はヘリウム原子の質量、σ は表面張力を示している (9)。

フィルムが薄くなるということは、orifice 内に温度勾配ができるということになる。式 (3.16) から分かるように、フィルムの厚さ d が小さくなると、$u_{\rm film}$ も小さくなる。このエネルギー損失を補うために、もし仮に orifice での熱伝導が良いと、d を増やそうと上流 (例えば porous plug 付近) で、熱侵入によってガスが蒸発し、そのガスが orifice で凝縮することで温度が上昇し、orifice の上流と下流で温度差 $\Delta T_{\rm or}$ がつくことになる。つまり余計なフィルムフローの損失に繋がる。

今、上流で蒸発するフィルムの量は orifice の熱伝導度を $G_{\rm or}$、 ヘリウムの潜熱を λ (1 K 付近で ∼90 J/mol=20 J/g) として、

$$G_{\rm or} \Delta T_{\rm or} / \lambda \tag{3.17}$$

で表される。orifice 内での film の蒸発は潜熱の無駄になるため避ける必要があるので、これらの関係から orifice の熱伝導度は小さくしなければならない。XRS では 2 μg/s (40 μW の潜熱に相当) 以下のフィルムロスを目標に orifice の熱伝導度の上限を $G_{\rm or} \sim 1$ mW/K とした (9)。SXS でも同様の要求を orifice に課している。

この要求を満たすため、orifice の外径は強度が問題にならない範囲であまり大きすぎず、またある程度長くなくてはいけない。長さがあまり長すぎても、圧力損失が問題になる可能性がある。以上を考慮して SXS の orifice は熱伝導度の低いステンレスとし、外径 3.18 mm、内径 1.4 mm、長さ 30 mm とする。ここから予想される $G_{\rm or}$ は ~ 0.7 mW/K であり、要求を満たす。

圧力損失は以下のように見積もられる。簡単のため直管での圧力損失 $\Delta P_{\rm or}$ を考えると

$$\Delta P_{\rm or} = \zeta \frac{\dot{M}}{2\rho_g A_{\rm or}^2} \tag{3.18}$$

と表せられる。ここで ζ は損失係数、$\dot{M}$ は流出質量、ρ_g はヘリウムガスの密度、$A_{\rm or}$ は断面積を示す。損失係数 ζ は以下のように定義される。

$$\zeta = \frac{64}{Re} \frac{L_{\rm or}}{d_{\rm or}} \tag{3.19}$$

Re はレイノルズ数で、$d_{\rm or}$ と $L_{\rm or}$ は orifice の直径と長さを指している。ここで、$d_{\rm or}$ を 1.4 mm、$L_{\rm or}$ を 30 mm とした場合、タンク温圧が 1.3 K での圧力損失 ΔP は 0.05 Pa と見積もられ、ノミナルな場合のタンクの圧力、つまり 1.3 K でのヘリウムの飽和蒸気圧 ~ 160 Pa (1.1 K では ~ 40 Pa) と比較すると無視できるくらい小さい。すなわち現在のデザインでは問題にならない。

なお SXS ヘリウム排気系一般について言うと、熱入力に対して、圧力損失の大きすぎる場合、十分な流出量でヘリウムガスが排気されず、本来ヘリウムガスによって冷やされるべき vapor shield が温まり、結果的にヘリウムタンクへの熱入力が大きくなって、ヘリウムの流出量がさらに多くなるという悪循環に陥る危険性がある。その場合、タンク内圧が大きくなって、爆発する危険がある。SXS では仮にこうした状態がおきても、作業者や衛星への被害を最小限に食い止めるため、デュワーにはバーストディスクと呼ばれる安全弁が取り付けてある。もちろんこの部分はもろに main shell に直結しているため、思いがけず開いた場合には、ヘリウム全損なだけでなく、そこからの熱侵入により SXS 観測不可能な状況になりうるので細心の注意が必要である。

3.5 Heat exchanger

heat exchanger は orifice から流出してくるフィルムフローを ΔT を使って蒸発し、潜熱によってタンクを冷やす役割を果たしている。§3.3 で述べたように、porous plug の下流の温度は上流にあるタンクの温度よりも低く、温度差を ΔT がついている。orifice の熱伝導度が十分小さくフィルムの温度が porous plug の下流の温度のままであり、かつ heat exchanger の温度がヘリウムタンクと同じであった場合、heat exchanger にたどり着いたフィルムは ΔT だけ低い温度を持っていることになり、蒸発する。このとき大事なのは heat exchanger の熱伝導度と蒸発させるのに十分な ΔT が得られていることである。

orifice から流出する最大 8 μg/s のフィルムを全て蒸発させるために必要な熱伝導度を考えてみる。1.1 K でのヘリウムの潜熱は、図 3.9 から ~ 81 [J/mol] ($= 81/4$ [J/g]) であり、8 μg/s のヘリウムを全て蒸発させるためには、$81/4 \times 8 = 160$ μW 必要である。仮に 50 mW/K の熱伝導度が得られた場合、ΔT がわずか 10 mK であったとしても heat exchanger で 500 μW のエネルギーが与えられるので、フィルムフローは完全に蒸発すると考えられる。そこで XRS では heat exchanger とタンクの熱伝導度を >50 mW/K とした。これを満たすために XRS では、heat exchanger として無酸素銅でできた中空のシリンダーを使用し、凹凸のあったタンク表面の平滑性を補い、熱接触を良くするためにインジウム製のワッシャーを挟み、ねじ止めの際にそれを押しつぶすようにして、熱接触良く 3 カ所を固定した。その結果、50 mW/K 以上の熱伝導度が得られたと考えられている。

SXS でも XRS と同様の要求値を設定し、無酸素銅でできた中空シリンダーを heat exchanger として使用することを検討している。タンクへの固定には規定トルクが 200 Ncm となっている 6 本の M4 ネジを使用することを考えている。このとき熱接触を良くするために、表面は JIS 規格で 1.6S (面粗さ標準偏差 1.6 μm) にまで接触する両面を滑らかにする。heat exchanger とタンクの熱伝導度は予想が難しいが、参考までに図 3.10 を載せておく。ただしこの図に Al (タンク)-Cu (heat exchanger) の熱伝導度はない。実際に要求通りの熱伝導度が得られているかどうかは、第 6 章でフィルムフローの量を測定して判断する。

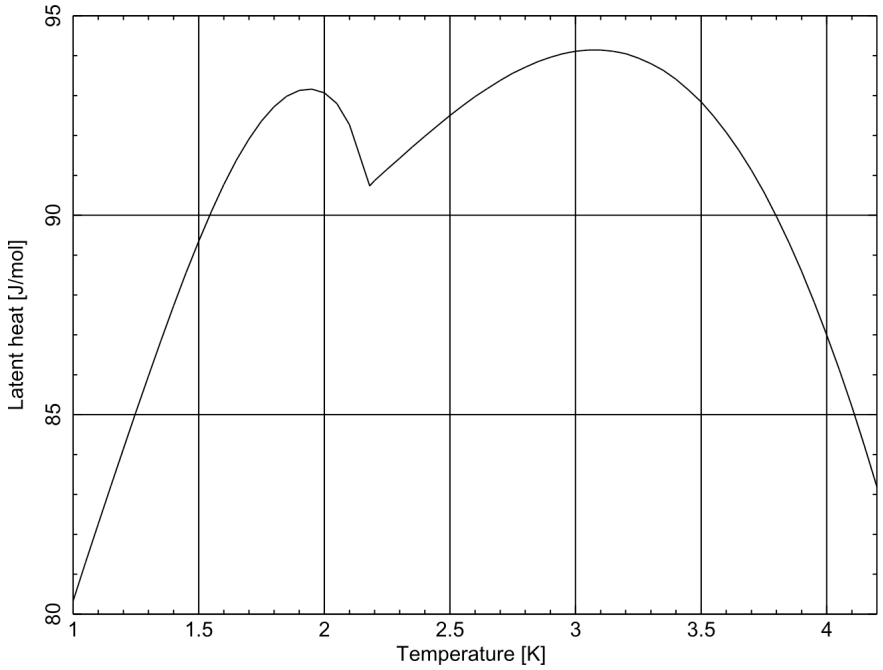


図 3.9: 液体ヘリウムの潜熱。

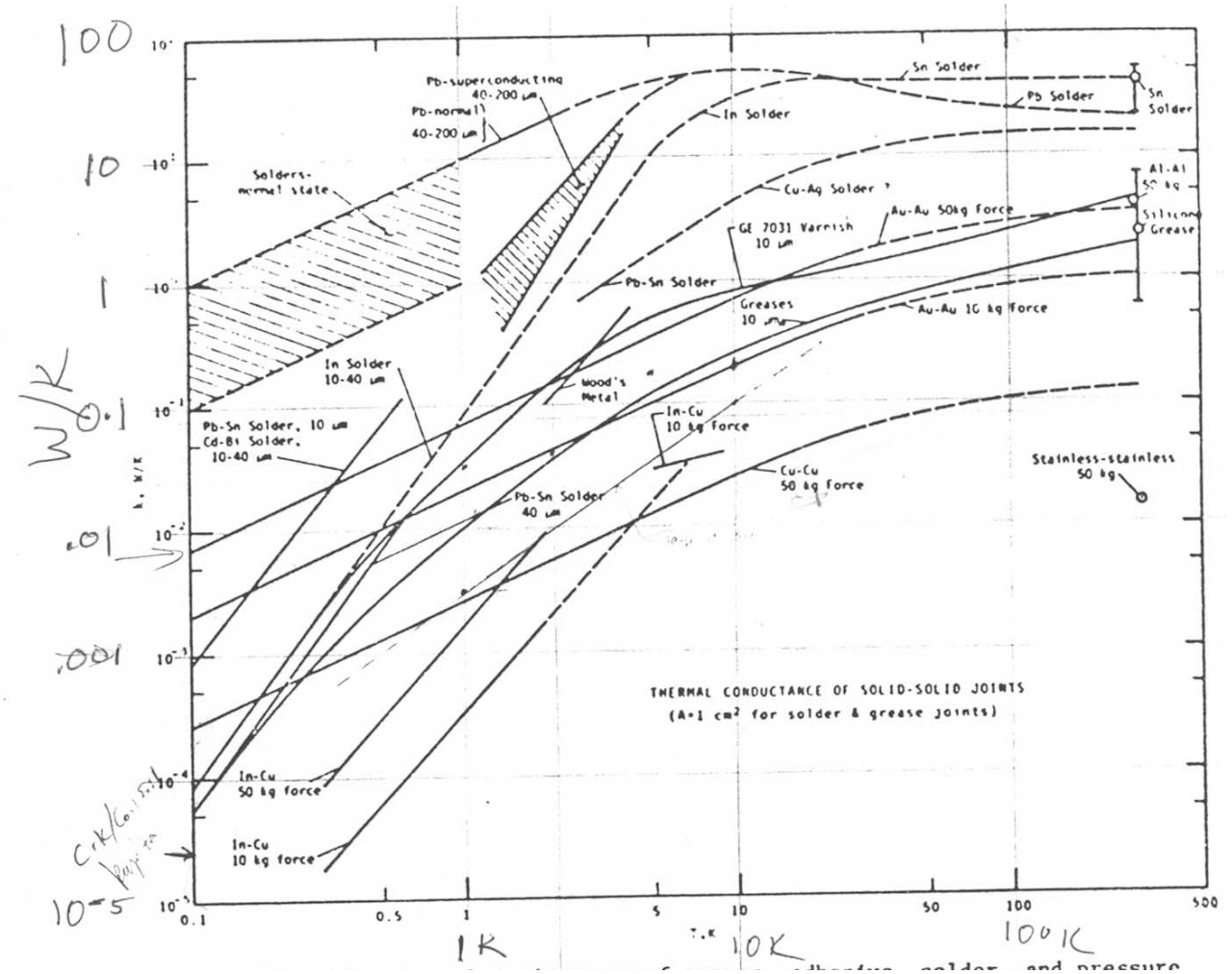


図 3.10: 材質ごとの熱伝導度。

3.6 knife edge device

knife edge device はフィルムフローの流出を抑制するための最後のデバイスである。今、フィルムの厚さ d は式 (3.15) と式 (3.16) が釣り合いにあることから、

$$d = \left[\frac{\Gamma}{k_{\rm B} T \ln(\frac{p_{\rm svp}(T)}{p}) - \frac{m\sigma}{\rho r_{\rm s}}} \right]^{1/3} , \tag{3.20}$$

のように書くことができる。ここで p はガスおよびフィルムの平衡にある圧力、T は温度、$r_{\rm s}$ はフィルムフローの曲率半径の関数である。$k_{\rm B}$ はボルツマン定数で、$p_{\rm svp}$ は飽和蒸気圧、m はヘリウム原子の質量を示している。

上の式から分かるように、曲率半径 $r_{\rm s}$ が小さければ小さい程、表面張力でフィルムを薄くできる。そのため、knife edge device は原子レベルに鋭いエッジを持つことで、そのエッジにフィルムを這わせ、フィルムを薄くする。図 3.11 に概念図を示す。フィルムの厚さ d を 0.1 nm 以下まで減らすために要求される曲率半径は $r_{\rm s} < 10$ nm である。

knife edge device は原子レベルに鋭いエッジが求められることから、マイクロマシン技術の一つ、シリコン結晶異方性エッチングを用いて作る。エッジ数を増やすため、2 枚のデバイスをフィルムフローに対して直列になるようにフランジに取り付けて使用する。図 3.12 に SXS の概念図および XRS のも

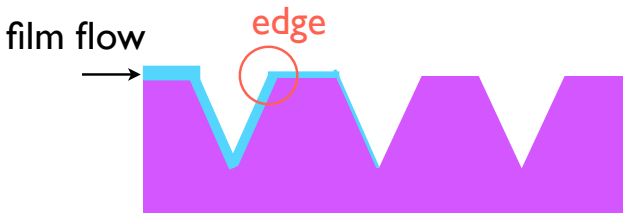


図 3.11: エッジによってフィルムが薄くなる様子を表す概念図

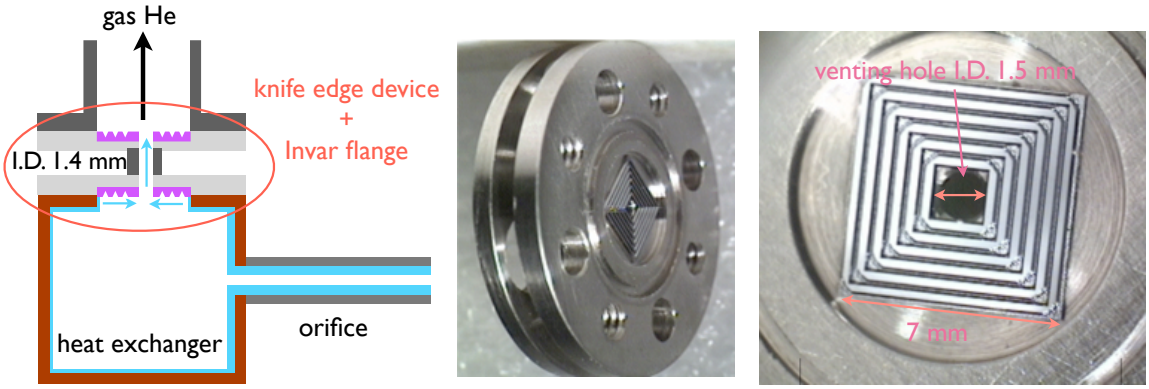


図 3.12: 左：knife edge device の概略図。中および右：XRS の時に使用した knife edge device をマウントしたフランジ。

のの写真を示す。ここでフランジ間は直径 1.4 mm の配管で繋げるようなデザインになっており、下流からの熱伝導度を抑える。仮に熱伝導度が良い場合、たとえエッジで止まったとしても、熱流入によって蒸発して、下流で再凝縮した場合、§3.4 で述べた orifice と同様に余分なフィルムフローの損失に繋がるからである。

そこでフランジの材質としては熱伝導度が低く、かつシリコン製のデバイスを接着することから、シリコンと熱収縮率が近いことも要求される。以上の要求から、フランジの材質には XRS と同様にインバーを採用する予定である。インバーの熱伝導度を図 3.13 に示す。このフランジの接続部の細い配管 (ked orifice と呼ぶ) は、内径 1.4 mm、外径 3.4 mm、 長さ 1.6 mm であり、予想される熱伝導度は 0.2 mW/K と、要求値の 1 mW/K を満たす。

またシリコンとインバーの線膨張率を図 3.14 に示す。どちらも 1 K あたりの線膨張率は 0 に近い。knife edge device のデザインについては §6.3 で詳しく述べる。

3.7 contamination filter

以上のようにフィルムフロー抑制には細い配管が欠かせない。ただしこれは小さな粒子によるコンタミで簡単に塞がれてしまうリスクを持つ。このリスクを SXS では XRS 同様以下の方法で抑える。まず porous plug の上流側からのコンタミは porous plug 自体がフィルタとなり抑えるため、1 ∼ 10 μm 以上の汚染物は通過できないようになっており、内径 1.4 mm の配管を詰まらせる危険性は低い。一方、排気系下流からのコンタミ防止には、knife edge device すぐ下流に 100 μm 程度の大きさの汚染物を取り除くフィルターを取り付ける。このフィルターは目の大きさ以外に、熱伝導度が良いことが要求される。なぜなら温度差が生じた場合、配管の下流のガスが凝縮し、凍り付く危険性があるためである。以

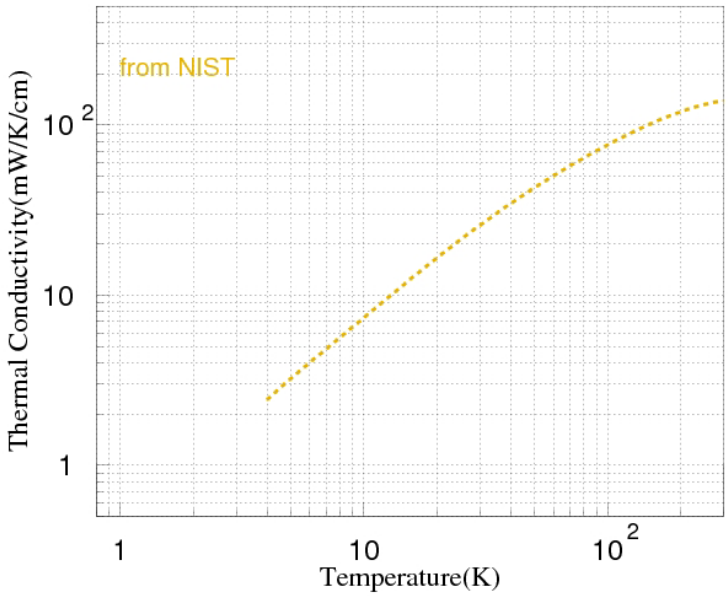


図 3.13: インバー熱伝導度。

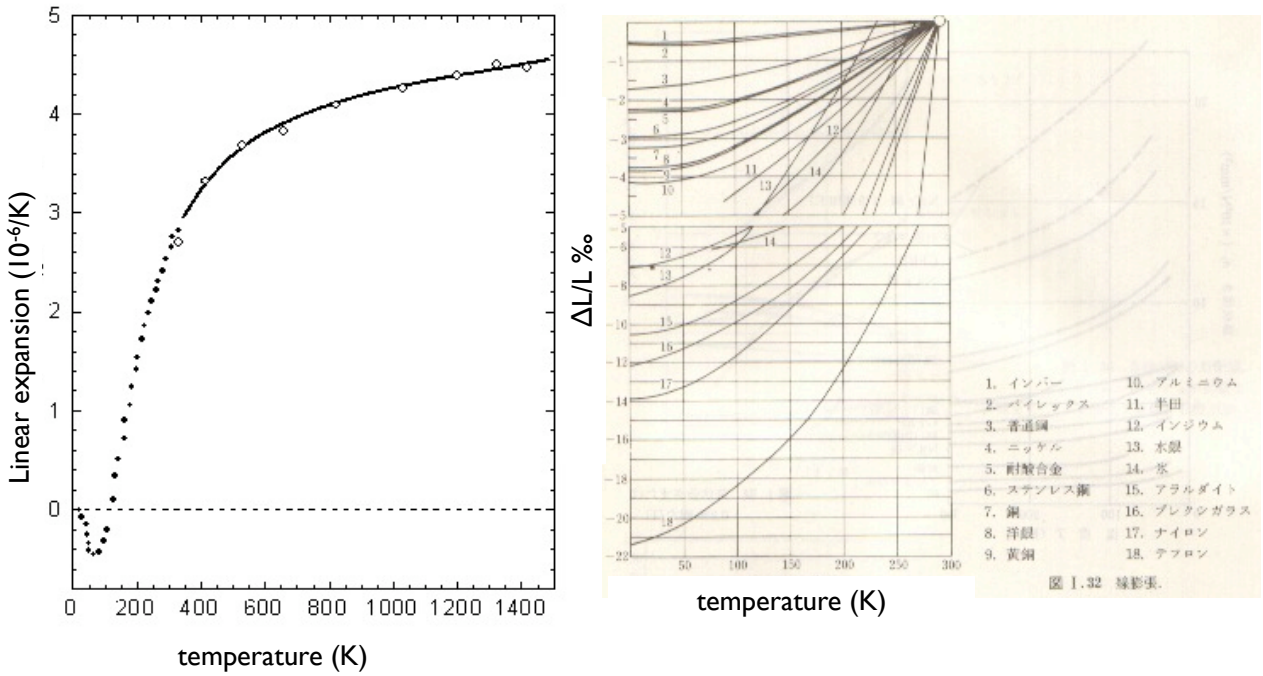


図 3.14: シリコン (左) とインバー (右) の線膨張率。

上の点から、XRS では sintered brass filter が使用された。SXS では入手性から sintered bronze filter (気孔率 25~43%) を採用する予定である。

第4章　knife edge deveice の開発と評価

§3.6 で述べたように、knife edge device は原子レベルに鋭いエッジにおける表面張力でフィルム厚を薄くし、フィルムフローを抑制するデバイスである。要求されるエッジの曲率半径は <10 nm であり、私はそれを満たす knife edge device の開発と評価を行った。本章では、まず始めに knife edge device を製作する上で必要となる微細加工技術の基本について紹介した後、実際のデバイス製作とその評価について述べる。

4.1　半導体微細加工技術

半導体微細加工技術は半導体デバイスを製作するために用いられ、近年、世の中のニーズに合わせたデバイス製作のために大きく成長してきた技術である。基板となる半導体としてはゲルマニウムが用いられることもあるが、主にシリコンが用いられており、電子産業に使われている半導体の 95% はシリコンである。その理由は、地球上のシリコン量が多いという経済的な理由や、室温での動作に優れている点などが挙げられる。そのためシリコン技術は半導体技術の中でも特に進歩している。そこで、ここではシリコン基板に用いられる技術について述べていく。

4.1.1　シリコン基板

基板となるシリコン単結晶はシリコン原料を溶かした融液から結晶を成長させることで作られる。シリコンの原料は珪石と呼ばれる純度の高い砂 (SiO_2) であり、石炭や木材などの炭素と一緒に炉で加熱することで、

$$\mathrm{SiC(固体) + SiO_2(固体) \rightarrow Si(固体) + SiO(気体) + CO(気体)} \tag{4.1}$$

という反応が起きる。ここで得られるシリコンは金属シリコンと呼ばれ、98% くらいの純度で、これを細かく砕いて塩酸を用いて 300 °C で処理をすると、

$$\mathrm{Si(固体) + 3HCl(気体) \rightarrow SiHCl_3(気体) + H_2(気体)} \tag{4.2}$$

のように三塩化シラン ($SiHCl_3$) が得られる。$SiHCl_3$ は室温では液体で、沸点が 32 °C である。これを蒸留することで純度を高め、高純度の $SiHCl_3$ を H_2 で還元し、

$$\mathrm{SiHCl_3(気体) + H_2(気体) \rightarrow Si((固) + 3HCl(気体)} \tag{4.3}$$

として半導体として用いられるシリコンが得られる。この多結晶シリコン原料を使って単結晶を成長させる主な方法としてチョクラルスキー法というのがあり、これは高純度の多結晶シリコンを融かした石英るつぼに、適当な結晶方位の種結晶を接触させ、徐々に引き上げる (大抵は数 mm/min) ことで冷却して、大きな単結晶を得る方法である。図 4.1 に、シリコン単結晶の例を示す。目指す不純物濃度を得るために、融液に不純物を添加する。p 型シリコン基板であれば B (ホウ素)、n 型シリコン基板であれば P (リン) がよく用いられる。通常、不純物濃度は抵抗率 (Ω·cm) で表され、濃度が高いほど抵抗率が低くなる。チョクラルスキー法で成長させた場合、p 型 (B ドープ) で 0.005–50 Ω·cm、n 型 (P ドープ) で 1–50 Ω·cm が典型的な値となっている。ただ、これらの値は半導体検出器や基板上の電気回路などを

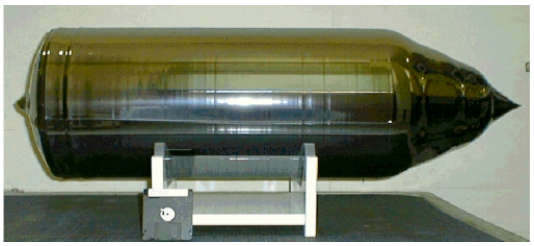


図 4.1: チョクラルスキ法で成長させた直径 30 cm のシリコン単結晶

製作するときは考慮する必要があるが、シリコンを単なる構造体として使用する場合は気にしなくても良い。次に成長させたシリコン単結晶をウェハ状に切り出す。まず、直径を一定にするために単結晶の側面を研磨する。その際、結晶の方位を示すために一つあるいは二つの平面を軸に平行に研磨して出す。二つの側面の内、狭い方の面が結晶の方位性を示す。この面を orientation flat (通称、オリフラ) と呼び、このオリフラによって製作の際に結晶方向を目視で確認することができる。一般的な精度は $\pm 2^\circ$ である。オリフラ加工をした後、ダイアモンドカッターによってウェハに切り出され、両面を研磨することで、平坦度 ± 2 μm 程度に仕上がる。ウェハの厚さは主に 100∼1000 μm 程度となり、厚さのばらつきは一般に 5∼10 μm である。

4.1.2 フォトリソグラフィー

フォトリソグラフィーとは、ウェハの上に塗布した感光材 (フォトレジスト) をパターン状に露光し、それを現像することでレジストをパターニング (印刷) することである。図 4.2 に一般的な工程を示す。ここで重要なことは、作業は全てクリーンルーム内で行わなければならない点である。基本的に微細加工はクリーンルーム内で行う必要があるが、特にリソグラフィーはダスト管理に気を使わなければならないプロセスの一つである。なぜならリソグラフィーの際、ウェハやパターンを描いたマスクにゴミが付着していると、ゴミがパターンと共に転写されることになり、デバイスの欠陥に繋がる恐れがある。つまり、欠損の無いリソグラフィーはデバイス製作の要であり、そのためにはクリーン度の高いクリーンルームが必要になる。クリーンルームのクリーン度はダストの大きさと数によって等級が決まっており、英式表示とメートル式がある。英式では、1 ft^3 あたりの 0.5 μm より大きな粒子の数で表す。メートル式では、1 m^3 あたりに存在する 0.5 μm より大きな粒子数の常用対数で表示する。例えば、1 ft^3 あたりに 0.5 μm 以上の大きさの粒子が 100 個あった場合、そのクリーンルームはクラス 100 のクリーンルームとなる。

デバイスを製作するにあたり、まず初めに用意しなければならない物がパターンが描かれたマスクである。パターンのデザインは、あとのプロセスを考慮した上で、CAD (Computer Aided Design) を利用して図面を描く。そのデジタルデータは電子ビーム描画装置を用いてマスク原板に電子露光される。マスク原板は、低い熱膨張係数と短波長に対する高い透過率、機械的強度が高いことから石英板が広く用いられる。我々のグループで使うマスク原板の標準的サイズは、$15 \times 15 \times 0.6$ cm^3 (6 インチ角) となっている。原板の変形によるパターンの位置誤差を防ぐために、ある程度の厚みが要求される。実際のマスク原板は石英板に遮光材が成膜されている。遮光材料として代表的なものにエマルジョン (写真乳剤) と金属薄膜が用いられ、それぞれエマルジョンマスク、ハードマスクと呼ばれる。エマルジョンはゼラチンに臭化銀 (AgBr) の微粒子を分散させたもので、露光・現像を行うと Ag が還元析出して黒化像になり、同時に未露光部が消失するというもので、白黒写真と同じ原理である。エマルジョンの厚さは数 μm 程度であり、実用的な最小パターンもその程度の大きさとなってしまう。一方、ハードマスクの遮光材料として一般的なものが Cr (クロム) である。Cr は遮光性が高く、安定で、形成後の残留応力が小

さいなどの特徴からよく用いられており、エマルジョンマスクよりもさらに微細なパターンが可能である。石英板上に Cr 膜を蒸着し、電子ビーム用のレジストが塗布された状態で販売されている。マスクの製作工程は電子ビーム描画装置での露光、現像、ベーク、Cr のエッチングという流れで行われる (遮光材としてエマルジョンを使用した場合は現像まで)。なお、マスク表面に異物が付着すると不要な遮光部となって精度低下やパターン欠陥の原因となるので、製作したマスクの管理も重要である。

パターンの転写には紫外線を照射する露光装置を用いる。露光装置の性能を示す値の一つに解像度があり、正確に転写できる最小寸法を表す。露光法には等倍転写法と投影法があり、ここでは等倍転写法について説明する。等倍転写には、マスクとウェハを接触させる密着法とわずかに離して露光する近接法がある。密着法は、ウェハ上のレジストとマスクを密着させ、光をマスク越しに一定時間照射するので、解像度は ~ 1 μm と高い。しかし、ゴミの影響を受けやすいという欠点がある。例えばマスクやレジスト上にゴミがあった場合、密着させる度にマスクにキズが入ったり、ウェハに欠損ができたりする可能性がある。一方、近接法はマスクとウェハを 10~50 μm 離して光を照射するためキズや欠損の心配はない。ただし、距離があるためパターンの端で回折が生じ、解像度は 2~5 μm と悪くなってしまう。

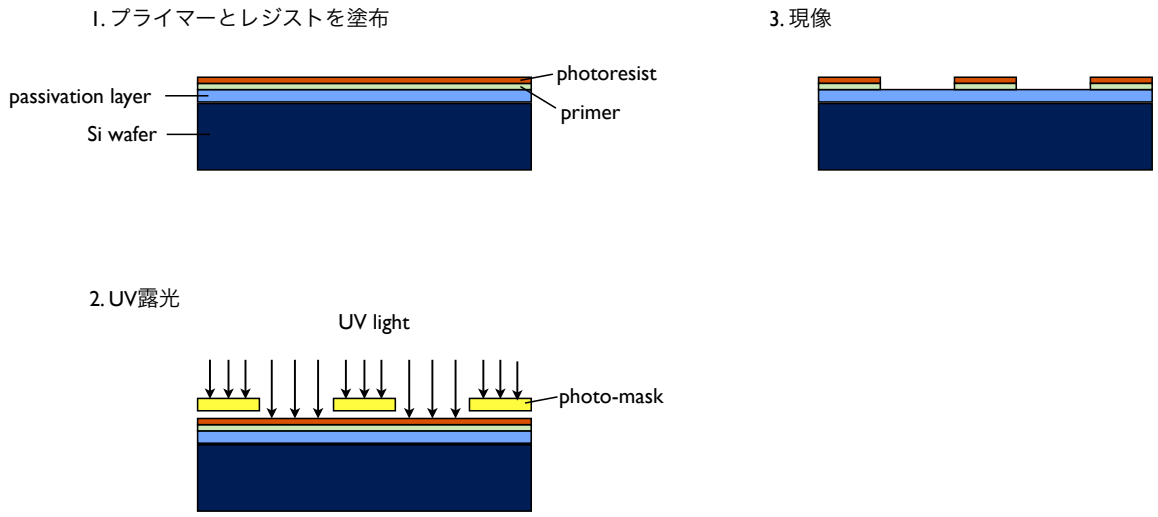


図 4.2: ポジ型レジストを使った場合の一般的なフォトリソグラフィーの流れ

フォトレジストはポジ型とネガ型があり、ポジ型は現像すると光があたった部分が溶け、ネガ型は逆に光があたった部分が残る。ポジ型レジストの主成分は、感光性物質やベース樹脂、有機溶剤となっている。感光性物質ジアゾキノンは紫外線にあたると変質してケトンになり、さらに水と反応することでカルボン酸になり、アルカリと容易に反応して溶解する。したがって現像液は、主に TMAH (TetraMethyl Ammonium Hydroxide) から成るアルカリ性の混合液を使用する。ネガ型レジストは感光性物質と結合したポリマーから成る。感光性物質に光が当たると、そのエネルギーがポリマーに伝わり、架橋反応が起きる。架橋反応によりポリマー同士が結合し、現像液に溶けにくくなるので、露光部分が残る。基板への密着性や化学的耐性、プラズマ耐性がポジ型より優れている反面、架橋反応によってレジストが膨張するので解像度の点でポジ型に劣る。

シリコン基板にパターンを転写する際は、レジストとシリコン基板の密着性を高める必要がある。そこで密着性向上材 (プライマー) として、ヘキサメチルジシラザン (HMDS) をシリコン基板に塗り広げ、基板表面を炭化水素基 (-CH_3) に置換することで疎水性にする。基板上に均一の厚さで塗り広げる方法として、スピンコートとスプレーコートがある。スピンコートは回転する基板上に液を滴下して、遠心力と液の粘性・濡れ性を利用して液を基板上に広げる方法で、このときの膜厚 t は回転数 ω によって決

まり、

$$t \propto \frac{1}{\sqrt{\omega}} \tag{4.4}$$

が成立することが知られている。ただし膜厚は液の粘度にも大きく依存する。また、すでに凹凸のあるシリコン基板に対してはスピンコートすることはできない。その際に用いられる方法がスプレーコートである。しかしスピンコートと比べると平坦度が低いため、スピンコートが主流である。

次にレジストを均一に塗布した基板を軽くベークし、レジスト中の有機溶媒を揮発させ除去することで密着性を高める。ただし、現像液中の溶解速度はベーク条件に依存するためベーク時間の最適化が重要である。ベーク温度が低いか時間が短いと、現像速度は大きくなるもののコントラストは低下し、鮮明で精度の高いパターンは得られにくくなる。また、温度が高すぎると熱的に感光と同じ反応が起こってしまったり、レジストが硬化したりして溶解速度が異常に遅い、あるいは溶解しなくなる場合があるので注意が必要である。ベーク後は基板を露光装置に位置を定めてセットし、露光する。ポジ型の場合は露光部分が現像液に溶け出すので、基板を現像液に浸し、現像終了後は純水で洗って乾かす。現像時間が長いとパターンの端がだれてしまい、丸みを帯びるのでベーク時間や露光時間を最適化して、現像時間を決定させる。ただし、最終的な現像終了の判断は時間ではなく、目視による。

以上が一般的なフォトリソグラフィーの工程になるが、後のプロセスによっては現像後にポストベークもしくはハードベークと呼ばれるベークを行う。これはレジストをより硬化させて保護膜としての機能の向上をはかるものであるが、熱によりレジスト形状が変化する恐れもある。

4.1.3 エッチングと保護膜

フォトリソグラフィーによって作られたパターンに従って、シリコン基板上の保護膜やシリコン基板そのものをエッチングすることで構造体を形成する。保護膜をエッチングした場合、パターニングされた保護膜がシリコン基板に対するマスクになり、シリコンのエッチングにより構造を製作できる。対象となる物質によってエッチャント (エッチングをする溶液、あるいはガス) が異なり、エッチャントごとにパターン用の保護膜も考える必要がある。エッチング方法には大きく分けて二種類あり、エッチャントに溶液を使用するウェットエッチングとガスを使用するドライエッチングがある。また、それぞれ方向に依存する異方性エッチングと依存しない等方性エッチングがある。

ウェットエッチングでは、エッチャントが対象物の表面に到達し、表面で化学反応が起こり、できた生成物は拡散で運び去られるということが起きる。そのため、エッチャントの撹拌や液温によってエッチング速度が変わる。エッチング方法も基板をエッチャントに浸すものと吹き付けるものがある。吹き付ける方法では、常に新しいエッチャントを供給できるため、高いエッチング速度と均一性が得られる。浸す場合は、均一な反応とエッチング速度を保つために、溶液の撹拌が必要になる。一方で、それほど特別な設備を必要としないため容易に行えるという利点がある。

シリコンの等方性エッチングには、硝酸 (HNO_3) とフッ酸 (HF) の混合液を純水か酢酸 (CH_3COOH) で薄めたものを使用することが多い。反応式は

$$Si + 4HNO_3 \rightarrow SiO_2 + 2H_2O + 4NO_2 \tag{4.5}$$

となる。HNO_3 が Si を酸化することで酸化シリコン (SiO_2) が作られる。そのためエッチング後はシリコン基板の表面に薄い酸化膜ができることになる。この SiO_2 は HF で

$$SiO_2 + 6HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2H_2O \tag{4.6}$$

となって溶かされる。シリコンの異方性エッチングは結晶面によるエッチング速度の違いによって起きるので結晶異方性エッチングと呼ばれる。原子番号 14 のシリコン原子は 4 価の電子をもち、その 4 本の肢が互いに共有結合して結晶を作り、これをダイヤモンド結晶構造と呼び、格子定数は a=5.43 Å で

ある。図 4.3 に示したシリコンの結晶構造を見ると、ダングリングボンド (未結合肢) は (100) 面では 2 本なのに対し、(110) 面と (111) 面では 1 本である。これは (111) 面が (100) 面よりもエッチングされにくいことを意味している。また (111) 面のバックボンド (背面の固体原子と結合した肢) は 3 本なのに対し、(110) 面では表面に露出した 2 本のボンドとバックボンドが 1 本であるために (111) 面よりもエッチングされやすい。したがって 3 つの結晶面のエッチング速度を $R_{(100)}$、$R_{(110)}$、$R_{(111)}$ とすると、$R_{(100)} > R_{(110)} > R_{(111)}$ となる。

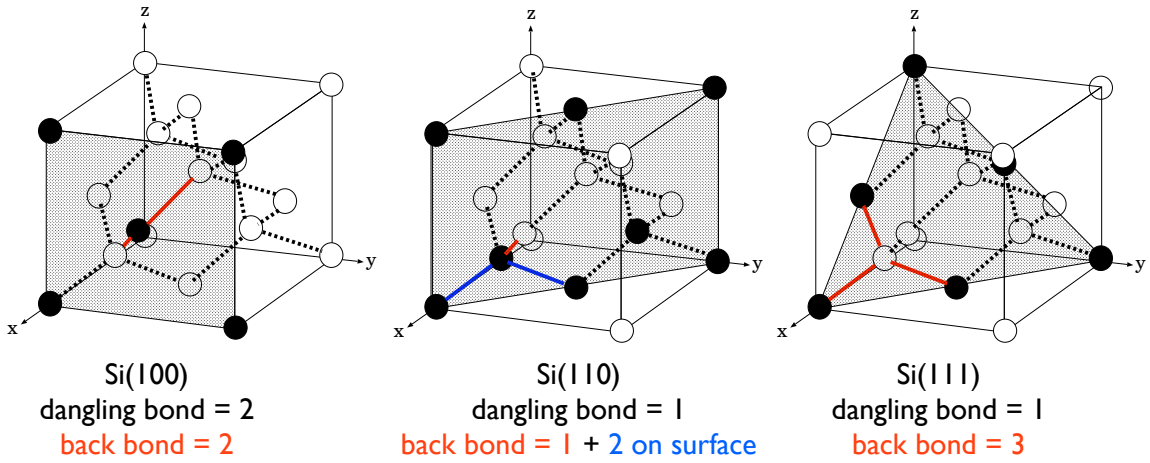


図 4.3: シリコンの結晶構造。各結晶面上にある黒丸が原子、赤い棒がダングリングボンド、青い棒がバックバンドを表している。

シリコンの結晶異方性エッチングによく用いられるのが水酸化カリウム水溶液 (KOH) で反応式は以下の通りである。

$$\mathrm{Si} + \mathrm{H_2O} + 2\mathrm{KHO} \rightarrow \mathrm{K_2SiO_3} + \mathrm{H_2} \tag{4.7}$$

例えば、KOH を純水に溶かした 19 wt% の溶液を 80 °C で使用した場合、$R_{(111)} : R_{(110)} : R_{(100)} = 1 : 16 : 100$ となる。図 4.4 にシリコン (100) の等方性エッチングと結晶異方性エッチングの様子を示す。

シリコンのエッチャント溶液にレジストは溶けてしまうため、パターニング用の保護膜として SiO_2 や窒化シリコン膜 (Si_3N_4) を使用することが多い。SiO_2 のエッチャントは前述の通り HF が使われるが、それに NH_4F を加えたバッファードフッ酸 (BHF) もよく使われる。バッファー液にすることで、pH の制御が行われ、エッチング液の性能がより長期に保たれることになる。どちらの液でも反応過程は式 (4.6) で表される。Si_3N_4 は、室温の HF あるいは BHF、加熱した H_3PO_4 でエッチングされる。また SiO_2 と Si_3N_4 が両方とも成膜されている場合、180 °C に加熱した H_3PO_4 によって Si_3N_4 だけを選択的にエッチングすることが可能である。それは、エッチング速度の違いを利用したもので、加熱した H_3PO_4 は窒化膜に対しては ~10 nm/min でエッチングされるのに対し、酸化膜は <1 nm/min となっているので、窒化膜のエッチング時間を考慮した厚さを持つ酸化膜があれば問題ない。最後に代表的なエッチャントとそれに対する保護膜を表 4.1 にまとめる。

ドライエッチングはエッチャントにガスを使用し、プラズマ化したエッチングガス中の中性物質がエッチング対象物の表面に吸着することで化学反応を起こし、揮発性の物質を生成しながらエッチングが進む。ウェットエッチング同様、エッチング方向に等方性と異方性があるが、ドライエッチングを行う場合はほとんどが異方性エッチングを目的としている。なぜなら等方性エッチングでは、図 4.5 左のように保護膜の下までエッチングされてしまうので、デザイン通りのパターンを望めない。そこで化学的エッチングと合わせて物理的エッチングも加え、異方性を達成する。物理的エッチングとは陽イオンに電圧をかけ、表面に高速で衝突させることで垂直性の良いエッチングを進めるものである (図 4.5 右)。化学

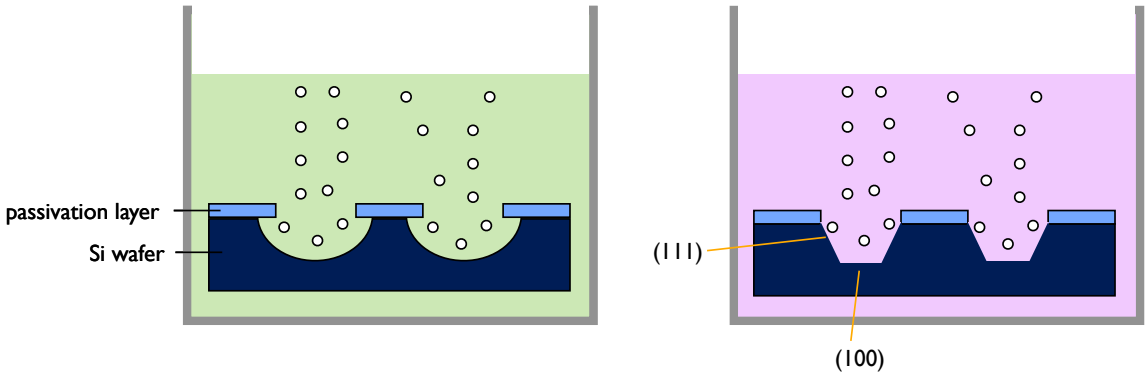


図 4.4: ウェットエッチングの様子。左：等方性エッチングの様子。保護膜の下までサイドエッチングされている。右：結晶異方性エッチングの様子。エッチング速度の遅いシリコン (111) 面が側面に現れている。

表 4.1: エッチャントと保護膜の例

材料	エッチャント	等方性 / 異方性	保護膜
Si	HNO_3 + HF	等方性	SiO_2
Si	KOH, TMAH	結晶異方性	$Si3N_4$, SiO_2
SiO_2	BHF	等方性	フォトレジスト
Si_3N_4	BHF, H_3PO_4	等方性	フォトレジスト, SiO_2

的エッチングの特徴はエッチング速度が速く、物質によってエッチング速度が大きくことなり (選択性が高い) 、イオン照射による基板の損傷が少なく、等方性エッチングになることである。一方で物理的エッチングの特徴は物質への選択性が低く、基板損傷が大きい、そして異方性エッチングを行うことが可能なことである。両者の利点を組み合わせたのが RIE であり、異方性エッチングが可能で、ほどほどの選択性と基板損傷度が得られる。RIE の中でも特に垂直性の良い深い溝を作る方法を Deep RIE (D-RIE) と呼ぶ。

エッチングガスには F 原子が含まれているものを使用し、例えば SF_6、CF_4、NF_33、XeF_2、F_2 などがこれにあたる。これらのガスは放電エネルギーによって生成されるフッ素ラジカル (F^*) が Si と結合して SiF_4 となる。反応式は

$$Si + 4F^* \rightarrow SiF_4 \tag{4.8}$$

となる。これは Si だけでなく SiO_2 および Si_3N_4 にも適用することができる。ただし、これらのガスをこのまま使用すると先ほど述べたように等方的なエッチング反応を起こし、保護膜の下が大きくエッチ

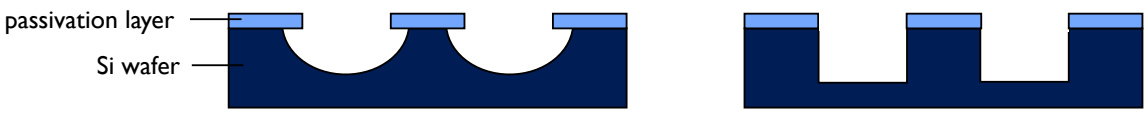


図 4.5: ドライエッチングの様子。左：等方性エッチングの様子。保護膜の下がサイドエッチングされている。右：異方性エッチングの様子。加速させたイオン衝突によって垂直性の良いエッチングが可能。

ングされてしまう。このためシリコン基板温度を −100 °C 以下にするか、SF_6+O_2 の混合ガスでエッチングする方式があるが、大きな開口幅に不向きな点や ± 数 °C の誤差で形状が変化するなど制約の多い技術である。これに変わって、垂直性の良い異方性エッチングを可能にしたのが Bosch 社が開発したボッシュプロセスである。これは SF_6 をエッチングガス、C_4F_8 をシリコン側壁の保護膜として、これらを交互に供給することで Si を深くエッチングする方法である。C を含む C_4F_8 のようなガスを用いてテフロン $(\text{-}CF_2)_n$ 系の保護膜がプラズマ重合で形成されて垂直異方性を実現している。プロセスの概略を図 4.6 に示す。この方法は周期的にエッチングと保護を繰り返すため、それに対応した特徴的な凹凸が側壁にできるので、表面粗さは結晶異方性エッチングに比べて大きい。

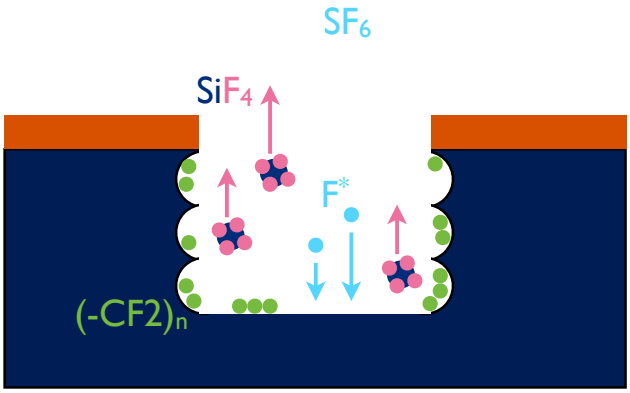


図 4.6: Bosch プロセスの概略図。側面の凹凸をスキャロップと言う。

D-RIE プロセスはプラズマの発生法により分類され、容量結合型 (平行平板型)、誘導結合型 (Inductive Coupled Plasma: ICP)、電子サイクロトロン共鳴型に分けられる。保護膜として用いられるのはフォトレジストや SiO_2、金属膜である。Si エッチングに対する選択性は金属膜、SiO_2 の順で高く、レジストが最も選択性が低い。そのためレジストを保護膜として使用する場合はエッチングレートやエッチング時間を考慮した上で、レジストの厚さを調整する必要がある。

次に、一般にエッチングの保護膜としてよく使用される SiO_2 と Si_3N_4 の薄膜の形成について簡単に述べる。SiO_2 膜の形成には、シリコンを熱酸化させる方法と薄膜を堆積させる方法がある。熱酸化については 6.3 で述べる。堆積させる方法として通常、次の 3 つのいずれかの手段が取られる。常圧化学気相堆積法 (APCVD : Atomospheric Pressure Chemical Vapor Deposition)、減圧化学気相堆積法 (LPCVD : Low Pressure CVD)、プラズマ化学気相堆積法 (PCVD) である。例えばシラン (SiH_4) によって、300 °C 程度の低温で APCVD により SiO_2 を堆積させる場合の化学式は

$$SiH_4 + O_2 \rightarrow SiO_2 + 2H_2 \tag{4.9}$$

となる。一般に、熱酸化による酸化膜の方が堆積されたものより膜質が良い。そして膜質が良いほどエッチング速度は遅くなるため、保護膜として向いている。ただし、堆積法でも 700 °C 以上で堆積させた場合は熱酸化による膜と似た性質になる。また熱酸化は強い圧縮の内部応力をもつ。これは 1 個のシリコン原子が酸化物になるのに単結晶シリコンに比べて約 2 倍の体積を必要とするからである。熱酸化膜を形成した場合、このことを念頭に置いておく必要がある。

Si_3N_4 膜の場合は、熱窒化によって作るには高温を必要とし、成長速度も遅い。そのため設備管理の難しさと生産性の低さから一般的でなく、中程度の温度 (750 °C) の LPCVD あるいは低温 (300 °C) での PCVD で堆積させる方法が一般的である。LPCVD では 700 °C ∼ 800 °C でジクロロシランとアンモニアを減圧下で反応させて Si_3N_4 を成長させる。化学式は

$$3SiCl_2H_2 + 4NH_3 \rightarrow Si_3N_4 + 6HCl + 6H_2 \tag{4.10}$$

の通りである。このプロセスでは膜の均一性の良さと生産性の高さが利点となっているが、高い引っぱり応力が欠点であり、例えば 200 nm よりも厚く堆積させると、高い内部応力によってクラックが入る恐れがある。PCVD では Ar プラズマ中で SiH_4 と NH_3 を反応させることにより作る。反応式は

$$SiH_4 + NH_3 \rightarrow Si_xN_y + H_2 + N_2 \tag{4.11}$$

となる。プラズマでは成膜条件が複雑になるため、化学的に安定した膜ではなく、できた膜は Si_xN_y と表され、SiN とも呼ばれる。SiN の利点は引っぱり応力が低い点である。

4.2 knife edge device の製作方法

knife edge device で最も大切なことは 3.6 節にあるように、原子レベルに鋭いエッジを持つことである。そこで KOH によるシリコンの異方性エッチングを利用して鋭いエッジを作り出す。Si(100) の KOH による異方性エッチングは図 4.7 のように進むためエッジ幅を決めれば、決まった深さでエッチングが止まることになる。このようにして作るエッジのラインを一つのデバイス内に何本も持たすことでフィルムを止めるためのエッジ箇所を増やすことになる。また、エッジ数だけでなく大きな表面積を持つこ

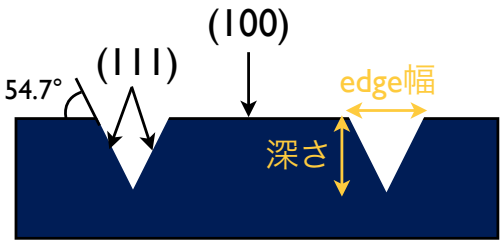


図 4.7: Si(100) に対する結晶異方性エッチングの様子。

とでフィルムとデバイスとの間のカピッツァ抵抗を増やすことも必要である。カピッツァ抵抗は異なる物質間の境界面での熱抵抗のことである。カピッツァ抵抗を増やすことでフィルムとデバイスの間の熱伝導度を悪くし、デバイス上でのフィルムの蒸発を防ぐ。なぜならここでのフィルム蒸発は潜熱の無駄になるためである。以上のことを踏まえて knife edge device のデザインを考える。XRS では 7 mm × 7 mm × t300 μm の Si(100) チップの中に、深さ 200 μm のエッジを 10 本持つようなデザインになっていた。そこで SXS では表面積を増やすためにデバイスの大きさを 10 mm × 10 mm × 300 μm に変更し、エッジ数と深さの値の異なるデバイスを数種類作り、性能を評価して最終デザインを決定することを考えた。それぞれのパラメータを表 4.2 にまとめる。

表 4.2: XRS と SXS における knife edge device のデザインの比較

	XRS	SXS		
サイズ	7×7	10×10		
厚さ [μm]	300	300		
エッジ深さ [μm]	200	200	100	50
エッジ数 [本]	10	18	12, 18, 28	18

knife edge device の製作プロセスを図 4.8 に示す。厚さ 300μm で 4 インチの Si(100) 基板 (両面とも鏡面研磨) を用いて、初めに Si の KOH エッチング用の保護膜として面に SiO_2 を成膜し、フォトリソグラ

フィーにより SiO_2 のパターニングを行う。次に KOH エッチングによってエッジを作り、最後に D-RIE によって 4 インチ基板から個々のデバイスへの切り離しと knife edge device の中心になるヘリウムガス排気用の貫通穴を作る。

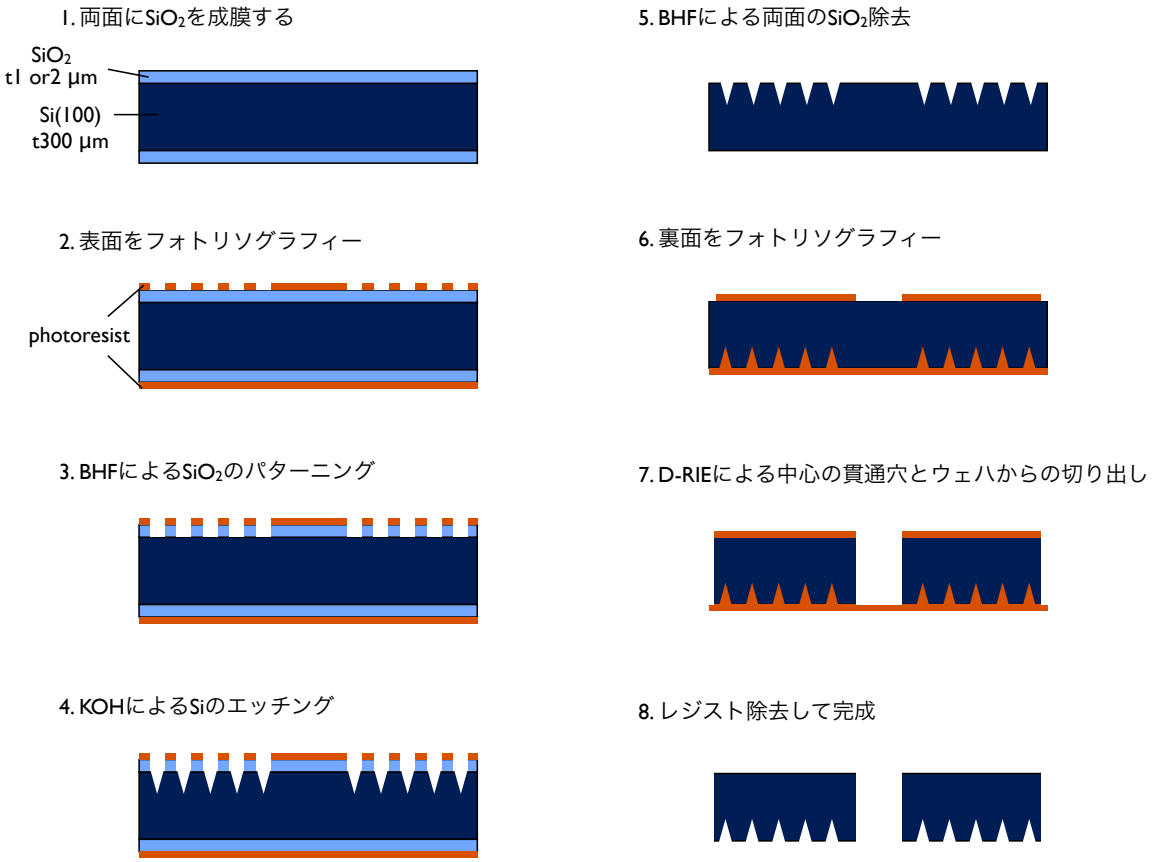


図 4.8: knife edge device のプロセスフロー

KOH および D-RIE 用のフォトマスクのデザインを図 4.9 に示す。一つの 4 インチ基板から合計 21 個のデバイスが得られる。それぞれのパラメータと ID をまとめて図 4.10 に表す。 これらの製作は全て共同研究を行っている JAXA/宇宙科学研究本部 (ISAS) の D 棟 4 階にあるクラス 1000 のクリーンルームにて行った。クリーンルームの様子を図 4.11 に示す。以下では個々のプロセスについて行った条件出しや完成したデバイスの評価について述べる。

4.2.1 酸化膜付け

Si の KOH エッチングに対する保護膜として SiO_2 を両面に成膜する。ただし SiO_2 も KOH にエッチングされるので、成膜する SiO_2 の膜厚が重要になる。これまで ISAS で行ってきた KOH エッチングでは、Si を 300 μm エッチングする間に SiO_2 は ~1 μm エッチングされることが分かっている。今回は Si を 100~200 μm エッチングするので、必要な SiO_2 の厚さは 1 μm あれば十分であるが、マージンを取って ~2 μm 膜付けすることを目標にした。

膜付け方法は膜質の良い熱酸化方法を取る。成膜は ~2 μm の SiO_2 を付けられる酸化炉を持つ産業技術総合研究所 (AIST) に協力して頂いて、一晩かけて成膜した。この時に成膜した 5 枚のウェハを Lot1 Wafer1~5 とする。その後 ISAS にも酸化炉が納入されたため、以降の成膜は ISAS の酸化炉を使用し

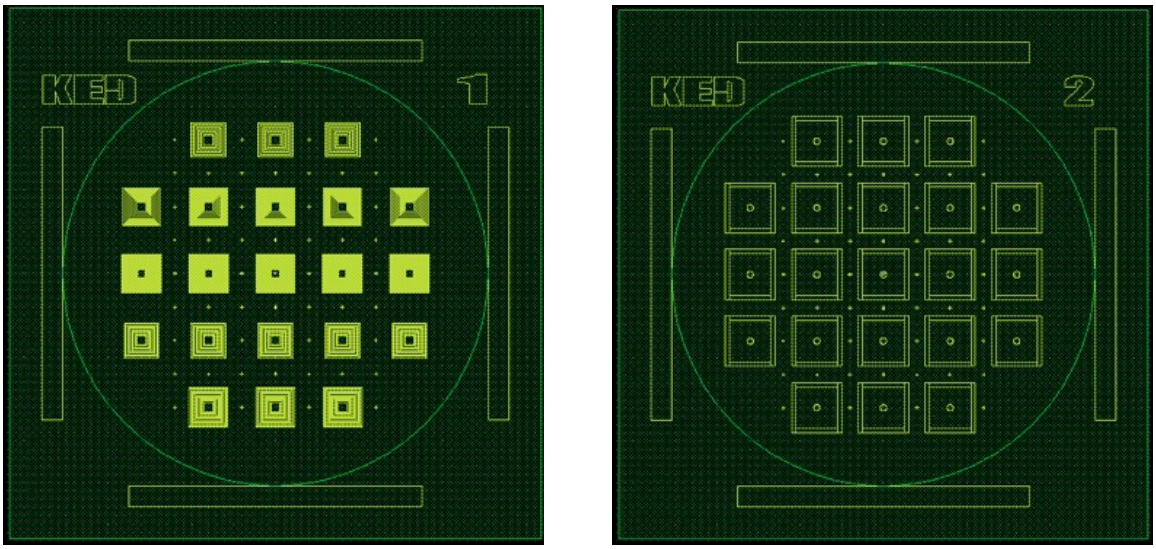


図 4.9: 使用したフォトマスクのレイアウト。黄色で囲まれた箇所が透明なガラス部分で、その他は Cr で覆われる。ガラス箇所のみ UV 光を通して、露光される。左：表の KOH エッチング用。右：裏の貫通穴とデバイスの切り離しための D-RIE 用。

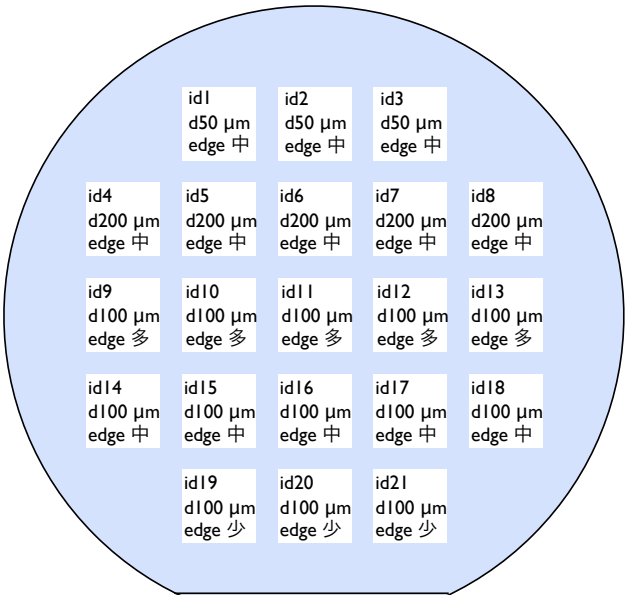


図 4.10: 使用したフォトマスク内のパラメータと ID の割り振りを表した図。上から ID、エッジ溝の深さ、エッジ数を示している。「edge 多」は edge 数 28、「edge 中」は edge 数 18、「edge 少」は edge 数 12 を表す。

図 4.11: ISAS クリーンルームの様子

た。ただし ISAS の酸化炉では 1 μm 以上の成膜が難しいため、厚みは 1 μm とした。ISAS で成膜した 5 枚のウェハを Lot2 とする。表 4.3 に膜付けしたウェハの情報をまとめる。

表 4.3: 酸化膜付けしたウェハのまとめ

場所	膜付け日	膜厚 [μm]	枚数	ID
AIST	2008/10/06	∼2	5	L1W1∼W5
ISAS	2009/08/04	∼1	5	L2W1∼W5

ここで Si の熱酸化は酸素、あるいは水蒸気中で行い、反応式は

$$\mathrm{Si(固体) + O_2(ガス) \rightarrow SiO_2(固体)} \tag{4.12}$$

$$\mathrm{Si(固体) + 2H_2O(ガス) \rightarrow SiO_2(固体) + 2H_2(ガス)} \tag{4.13}$$

のように表される。Si と SiO_2 膜の境界は、酸化プロセス中に Si 内に移動していく。つまり、もともとの Si 表面にあった汚れが SiO_2 膜中に残って、新しい界面が作られる。Si と SiO_2 の密度と分子量から、成長した SiO_2 の厚さから消費された Si の厚さが分かる。1 mol の Si の体積は、(Si 分子量) / (Si 密度) = (28.09 g mol) / (2.33 g cm^3) = 12.06 cm^3/mol で、同様に 1 mol の SiO_2 の体積は、(SiO_2 分子量) / (SiO_2 密度) = (60.08 g mol) / (2.21 g cm^3) = 27.18 cm^3/mol となる。1 mol の Si が 1 mol の SiO_2 になるため、(Si 1 mol の体積) / (SiO_2 1 mol の体積) = (Si の厚さ × 面積) / (SiO_2 の厚さ × 面積) から、(Si の厚さ) / (SiO_2 の厚さ) = 12.06 / 27.18 = 0.44 となるので、(消費される Si の厚さ) = 0.44 (成長した SiO_2 の厚さ) という関係が得られる。SiO_2 膜の成長速度は、SiO_2 の厚みによって変化する。酸化の初期の段階では、Si 表面での反応によって酸化膜の厚さは時間に対して直線的に変化する。SiO_2 膜が厚くなると、酸化物は SiO_2 膜を通して拡散して、Si–SiO_2 界面で反応しなければならなくなるので、酸化速度はにぶくなり、酸化時間の 1/2 乗に比例するようになる。酸化の方法によっても成長速度は異なり、O_2 ガスによって酸化させる乾燥酸化より活性化エネルギーが小さい H_2O による加湿酸化の方が成長速度が速い。また、どちらの酸化方法にしても酸化する際の温度が高いほど成長速度が速い。ある温度、ある時間に対して加湿酸化によって得られる SiO_2 膜の厚さは、乾燥酸化によって得られる厚さの約 5 倍から 10 倍にもなる。そのため、ある程度厚い SiO_2 膜が必要な場合は加湿酸化、正確に厚さを制御

したい場合は乾燥酸化を用いることが一般的である。さらに、結晶面によっても成長速度は異なる。これは、成長速度は O_2 が Si に取り込まれる速さと関係しているためである。この速度は Si 原子の表面密度に依存するので、Si(111) の Si 原子の密度が、(100) 面よりも大きいため、Si(111) 面の方が (100) 面よりも成長速度が速い。

ISAS では乾燥酸化により SiO_2 を成膜した。使用した酸化炉 (光洋) の写真は図 4.12 左に示す。この酸化炉に石英ボートに 5 枚をセットし、1050 °C、酸素流量 1 L/min で 25 時間半かけて成膜した。ボートの中心ほど均一な膜が得られるので図 4.12 右のように中心に 5 枚を乗せ、場所ごとに ID 付けをした。ボートの端は流量が変化して一様でないため、それぞれダミー基板をセットした。

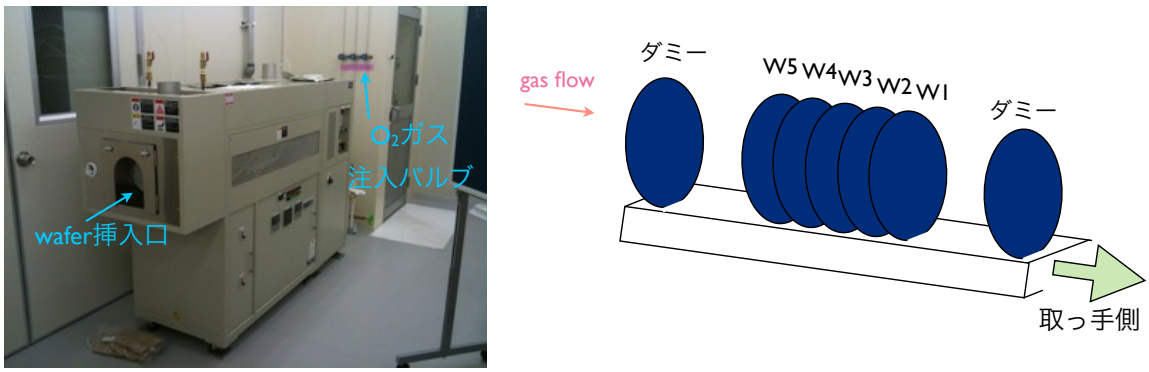


図 4.12: 左は ISAS 酸化炉、右がセッティング位置と ID。

4.2.2 表面フォトリソグラフィー

フォトリソグラフィーは ISAS D 棟 4 階のクリーンルームで行った。図 4.13 が使用した装置である。左上がレジストを均一に塗るスピンコータ (MIKASA, 1H–D7) で、右上が露光装置 (ナノテック, BA100i) である。露光性能は、有効露光面積 ϕ125 mm、照度均一度は ±5% 以内、主波長は 365、405、436 nm で、露光時間は 0.3~99.9 秒までで 0.1 秒間隔で設定が可能となっている。露光解像度はライン & スペースで 1~2 μm、ランプ平均寿命は 1000 時間となっている。ベーク用のホットプレートとオーブンは AS ONE, HP–2SA と AS ONE, DO–300FA を用いた。ホットプレートの温度分布精度は ±2 °C であり、室温で +10~ 430 °C まで使用可能となっている。最高到達温度まで約 30 分で昇温できる。オーブンは強制対流式で、温度設定範囲は 40~ 270 °C、温度分布精度は ±4 °C(200 °C において) であり、最高温度到達時間は 35 分程度となっている。また使用するフォトレジストは Shipley 社製のポジ型レジスト S1830 と S1818 である。これは一般に広く普及しているレジストで、スピンコータの回転数によるが大体 S1830 で 30 μm、S1818 で 18 μm の厚みで塗ることができる。

表面リソグラフィーの手順と初期レシピを表 4.4 にまとめた。初期レシピは、ISAS クリーンルームで実績のあるものを選んだ。図 4.8 に示したように、後で裏面のリソグラフィーをするため、表面をリソグラフィーする前に裏面を保護しなければならない。そこで裏面をフォトレジストでコーティングして保護した。コーティングできれば良いだけなので、表面のレジストのレシピをそのまま使用して、硬いコーティングを作るためにこれまで実績のあるホットプレートではなくオーブンでベークした。一般的にホットプレートよりもオーブンの方が断熱性が良いので、一様にウェハを温められる一方で、熱を与えすぎることによりレジストが硬くなる。

以上の方法でテストしたところ、表 4.4 の手順では、図 4.14 のように、パターン上にダストが多く付着してしまうという問題が起きた。ダストによってフォトリソのパターンが綺麗にできないと、後の SiO_2 のパターニングも崩れてしまい、最終的には KOH エッチングで作られるエッジの形がうまくできないこ

図 4.13: ISAS D 棟 4 階にある設備。スピンコータ (左上)、露光装置 (右上)、ホットプレート (左下)、オーブン (右下)。

とになる (図 4.14 参照)。そこでスピンコータ周辺の清掃をし、コート中はフタをすることにして、表面にゴミが落ちることを防いだ。また、ベーク中にゴミがウェハ上に乗ることを防ぐために手順 9 のベークは温度や時間は変えずにオーブンで行うことにした。その結果、ウェハ上のゴミは激減したが現像に ∼ 30 分かかえるようになってしまった (本来 ∼ 5 分以内)。これはホットプレートが外気にさらされているのに対し、オーブンは閉空間のためより温度が上昇し、結果としてレジストが硬化してしまったと考えられる。このように現像時間が長いとパターンの端が丸みを帯びてしまう。

そこで厚さ 300 μm で片面を鏡面研磨した Si(100) の練習基板でベーク温度と時間の条件出しを行った。表 4.6 に手順 9 から変えたパラメータと結果をまとめる。まず表 4.6 の A のようにオーブンでのベーク温度を下げ、時間は若干長くした所、その結果、現像時間は 11 分になり、やや改善された。そこで A の結果を受け、B のように温度をさらに 70 °C と低くしてオーブンでのベークを何度か試したところ、現像時間は 10 分以内となり、さらに改善した。しかしながら図 4.15 のように露光後のパターン状に大量の丸い抜けができた。これはレジストの発泡現象として知られており、原因はレジストの水分が十分抜けて切れていないせいと思われる。以上のことから、オーブンを使用することは断念し、ホットプレートを使った B のレシピを採用することにした。

そこで従来の手順に比べ、細心の注意を払うことでウェハ上へのゴミを回避するようにした。具体的に、ベーク前やベーク中はホットプレート付近での動作を控え、なるべくゴミを巻き上げないようにした。特に、一番のダスト源は人間であることを考慮して、ベーク中は近づかないようにすることを徹底した。さらに、レジストを S1830 から S1818 へと膜厚の薄いものに変更し、ベーク時間の短縮することで再現性の向上とダスト侵入の軽減を図った。S1818 を使用するにあたり、スピンコータの回転数や時間も変更し、ベーク温度と時間を最適化した。その結果、表 4.6 にあるパラメータで最適な現像時間 (∼ 5 分) が得られた。その時の光学顕微鏡での写真を図 4.16 に示す。

表 4.4: S1830 を用いた初期の表面フォトリソレシピ。ただし失敗に終わった。

面	手順	過程	パラメータ
裏面	1	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	2	S1830	350 rpm, 7 sec → 1500 rpm, 33 sec
	3	常温乾燥	1 min
	4	ベーク (オーブン)	115 °C, 20 min
	5	常温冷却	20 min
表面	6	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	7	S1830	350 rpm, 7 sec → 1500 rpm, 33 sec
	8	常温乾燥	1 min
	9	ベーク (ホットプレート)	115 °C, 20 min
	10		110 °C, 10 min
	11	常温冷却	2 min
	12	露光	10 sec
	13	現像 (NMD–3)	<2 min
	14	流水洗浄 (純水)	∼ 2 min

表 4.5: S1830 のベイク温度を変えて試した失敗条件。

	ベーク場所	パラメータ	その他	現像時間
A	オーブン	80 °C, 30 min	–	
		110 °C, 5 min	–	11 min
B	オーブン	70 °C, 30 min	新しい現像液を使用	4∼9 min

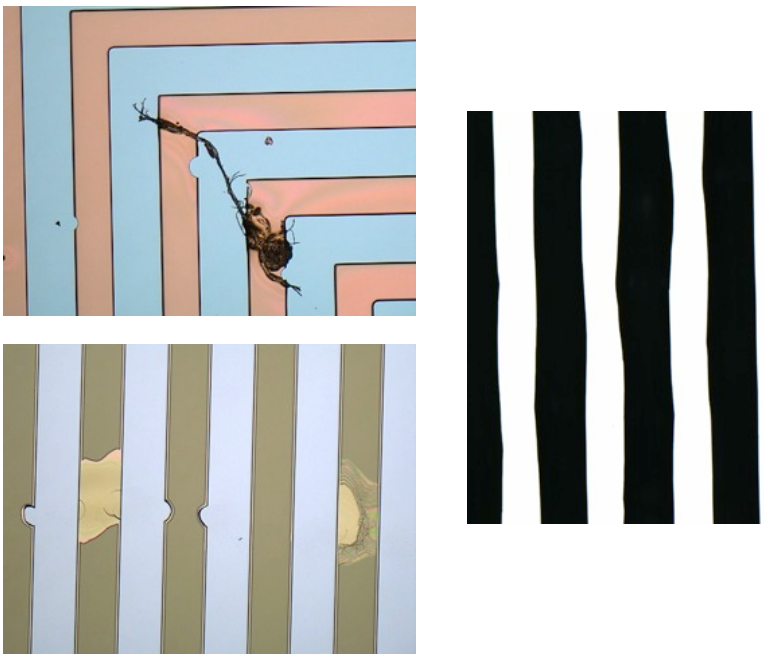


図 4.14: 左上：ダストによるフォトリソの失敗例。左下：さらに BHF を行った後のパターン。右：さらに KOH 後のパターン。

図 4.15: やや発泡が見られた時の BHF 後の光学顕微鏡による写真。青がかっている部分が Si。激しく発泡が見られたときは、全面が写真にあるような欠けだらけになった。

表 4.6: S1818 を用いて成功した表面フォトリソのレシピ。

面	手順	過程	パラメータ
裏面	1	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	2	S1830	350 rpm, 7 sec → 1500 rpm, 33 sec
	3	常温乾燥	1 min
	4	ベイク (オーブン)	115 °C, 20 min
	5	常温冷却	20 min
表面	6	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	7	S1818	0 rpm $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 500 rpm, 10 sec $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 4000 rpm, 30 sec $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 0 rpm
	8	常温乾燥	1 min
	9	ベイク (ホットプレート)	115 °C, 2.5 min
	10	常温冷却	2 min
	11	露光	20 sec
	12	現像 (NMD–3)	∼5 min
	13	流水洗浄 (純水)	∼ 2 min

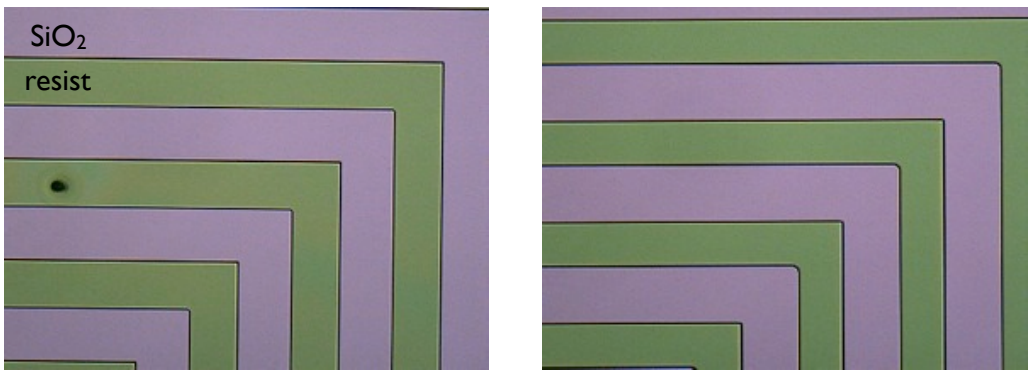


図 4.16: 最適化したレシピで行ったフォトリソ後の光学写真 (左:L2W2–id2、右:L2W2–id6)。赤みがかっている部分がレジストが抜けた箇所 (SiO_2 膜)。

4.2.3 BHF による酸化膜のエッチング

表面フォトリソの条件が整ったので、次に SiO_2 をパターニングした。パターニングは常温の BHF (NH_4F 22%) 溶液を用いた。これは Si やフォトレジストと反応しないため、エッチング時間に対する精度はそれほど必要ない。しかし、等方性エッチングであるため、余計なエッチング時間をかけるとレジストの下の SiO_2 がサイドエッチングされてしまい、エッジのライン幅が余計に広がってしまうことになり、結果として目標とするエッジの深さが得られないことになる (目標より深くなる)。また BHF は皮膚に付着すると体内に容易に浸透し、体内のカルシウムイオンと結合してフッ化カルシウムを生じる反応を起こすので、骨を浸食する。特にフッ酸濃度が低い場合 (20% 未満) は、触れてから数時間後に疼痛を感じるために発見が遅れがちになり、危険である。そのため BHF を使用する際は必ず顔面保護用マスク、耐酸のテフロングローブを着用した。また万が一皮膚に付着した場合を考え、大量の水で 30 分以上洗浄した後に必要な、フッ酸軟膏 (グルコン酸カルシウムあるいは硫酸マグネシウム溶液) を用意した。

エッチングレートを調べるため、まずはテスト基板で 60 分エッチングしてみた。エッチング終了は目視により行った。SiO_2 は疎水性なのに対し、Si は親水性なので水のはじき方でパターン部分の SiO_2 膜が除去されたかを判断できる。60 分のエッチングで、SiO_2 膜が除去できていることを確認し、光学顕微鏡で観察したところ図 4.17 のように、レジストの下が $6 \sim 8\mu$m サイドエッチングされていた。ここからエッチングレートを算出すると、$6 \div 60 = 0.1$ μm/分 となる。つまり、厚さ ~ 2 μm の SiO_2 膜に対して、ジャストエッチ条件は 20 分付近と考えられる。ただし、次の KOH エッチングを行う際に仮に SiO_2 膜が薄くでも残っていると肝心の Si のエッチングができないため、マージンも含めて以降は、エッチング時間は 30 分として、成功した。エッチング後にレジストを除去した後の光学写真を図 4.18 に示す。

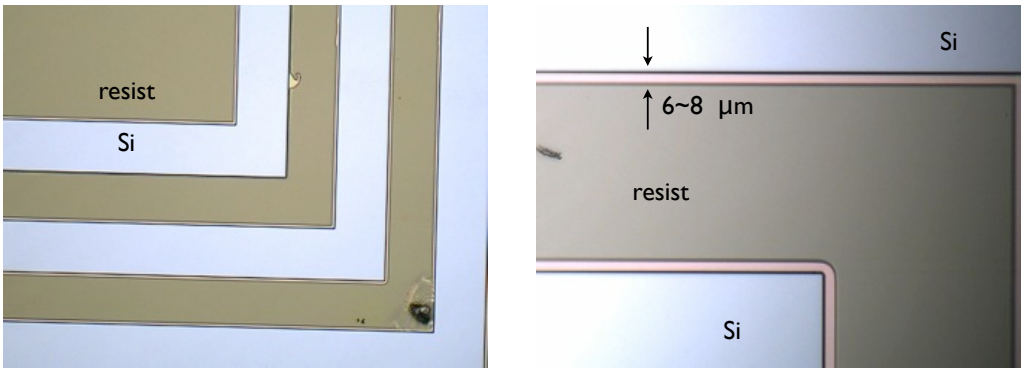


図 4.17: BHF による SiO_2 エッチングを 60 分行った後の光学顕微鏡による写真。左の拡大写真が右。茶色部分がレジストで、青い部分が Si 部分。そして赤い部分が BHF による SiO_2 の等方性エッチングによって、レジストの下の SiO_2 がえぐられるようにエッチングされた部分。幅 $6 \sim 8$ μm。

4.2.4 KOH エッチング

Si の KOH エッチングは、我々のグループの実績から、KOH 1 kg と純水を全体が 2500 ml になるまで入れて作った 33 wt% の KOH 溶液を 80 °C に温めて使用する。最大で深さ 200 μm までエッチングをすることを考え、エッチングレートの増幅を期待して、まずは超音波によって溶液を撹拌させながらエッチングする方法を採用した。使用した装置は ISAS D 棟 3 階のクリーンルームにある dynashock 型の超音波を発生させるもので、図 4.19 のようにエッチング面を上にしてビーカーの底に置くようなセットアップになっている。

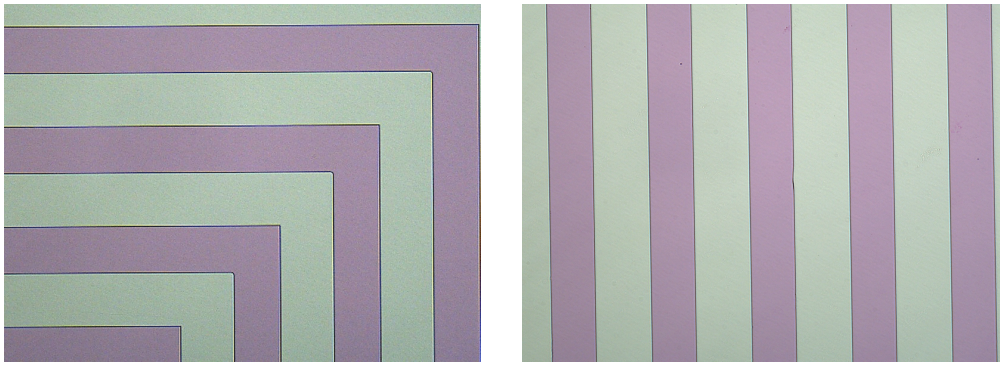


図 4.18: BHF 後にレジストを除去した様子。赤みがかっている部分がレジストによって保護されていた SiO_2 膜で、青い部分が SiO_2 のエッチングによって露出した Si 部分。左:エッジ数が多いチップの角。右：同じくエッジ数が多いチップのライン部分。

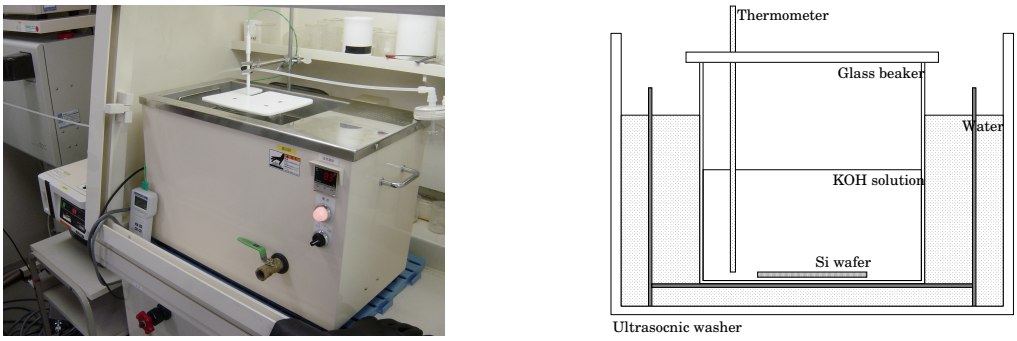


図 4.19: dynashock 型の超音波により KOH 溶液を撹拌させながら Si の結晶異方性エッチングを行うセットアップの様子

テストとして酸化膜をパターンした基板を 150 分エッチングした所、深さ 166 μm しかエッチングされず、深さ 200 μm のデバイスは途中までしかエッチングされてないことが分かった。また、この基板を用いて続く裏面のフォトリソグラフィーを行うとウェハが割れてしまった。これは dynashock の最大出力によるエッチングでウェハが損傷してしまったためである。

そこで dynashock の出力を minimum にする方法と、単純にマグネティックスターラーで KOH 溶液を撹拌する方法の 2 つを試し、エッチングレートと基板の損傷を確かめた。結果として dynashock とスターラーで撹拌した場合にはエッチングレートに差が無く、共に ~ 1 μm/min であることが分かった。またウェハの損傷の点からもスターラー方式を採用することにした。

スターラー方式は ISAS A 棟 6 階のクリーンブースで行った。セットアップを図 4.20 上、パラメータを表 4.7、完成したエッジの様子を図 4.21 下に示す。

図 4.20: スターラー方式でのセットアップの様子。右のようにディッパーにウェハを固定する。

表 4.7: 最終的な KOH エッチングのパラメータ

場所	濃度	温度	スターラー回転数	エッチング時間	エッチングレート
A 棟 6 階	33 wt%	80 °C	350 rpm	$\sim$ 110 min	$\sim$ 1.1 μm/min

4.2.5 裏面フォトリソグラフィーと D-RIE

KOH 後の基板に対し、中心の貫通穴とウェハからの切り離しのために D-RIE を行った。D-RIE の保護膜としては、フォトリソを行ったレジストを用いる。しかし、D-RIE のエッチングレジストも若干エッチングされる。このエッチングレートは D-RIE のレシピによるので、レシピごとに最適なレジストの選定と厚み調節を行う必要がある。ここでは初めにドライエッチングのために今回使用した装置について紹介して、実際の工程やプロセスのパラメータについて述べる。

使用した装置は ISAS D 棟 4 階にある住友精密工業株式会社製 MUC–21 の ICP 型 RIE 装置で、写真を図 4.22 に示す。エッチングレートを調整するために必要な装置のパラメータのうち、代表的なものをいくつか紹介する。

- サイクルタイム
  サイクルタイムとはエッチングと保護の各々のプロセス時間のことであり、エッチング形状とエッチングレートに大きく影響を及ぼす。エッチングと保護は交互に行うため、一セットで一サイクルと呼ぶ。一般に、エッチング時間が保護時間に対して長すぎると、エッチングレートは上がるが逆

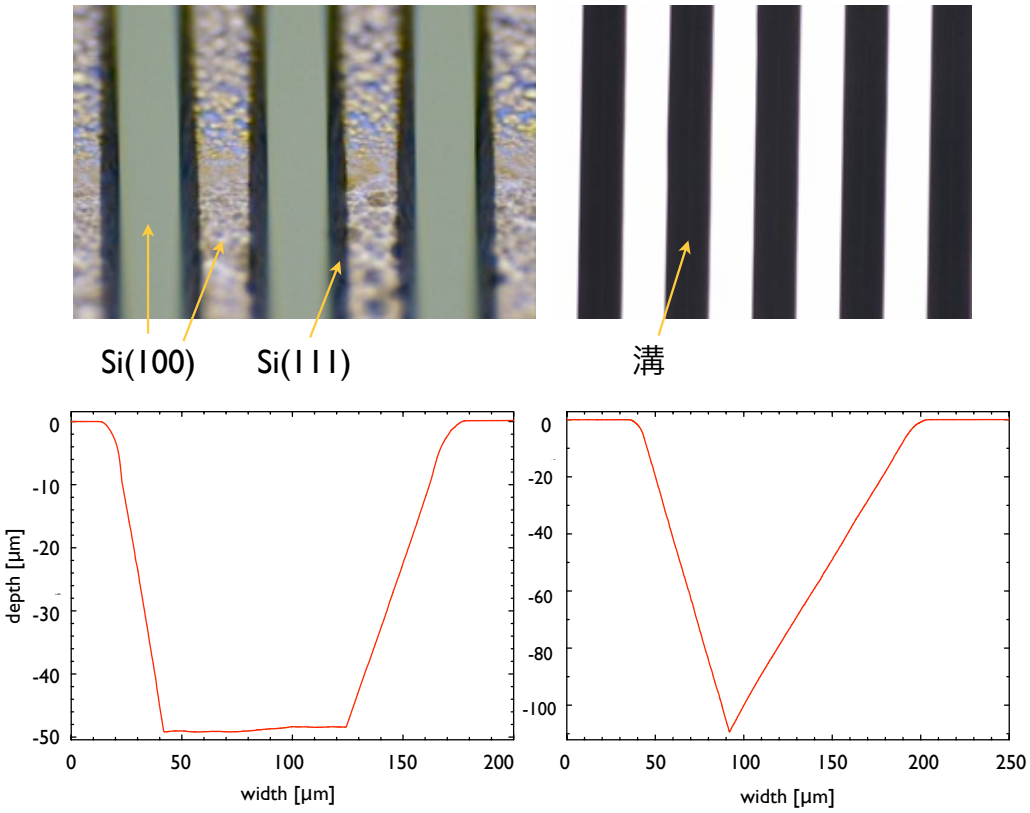


図 4.21: エッチング後の様子。中段が光学写真で、下段は Dektak で表面形状を調べた様子。左はエッチング途中の様子で、ざらざらした表面の部分がエッチング途中の溝で、右下はエッチングが完了したエッジ。黒い部分が溝。

テーパー形状となる。一方、短すぎると保護が過多になって形状が乱れたり、エッチングが停止してしまうことがある。サイクルタイムの合計値を長くすると、側壁のでこぼこ (スキャロップ) が大きくなって、粗さが増す。逆にサイクルタイムが短すぎるとエッチングが円滑に行われない可能性がある。このように、形状とエッチングレートとの兼ね合いで最適なサイクルタイムを見つけることになる。

- ガス流量
  ガス流量はエッチングレートに直接影響を及ぼす。当然のことながら、エッチングガス流量が増えると、エッチングレートは急激に増加し、また逆テーパー形状となる。しかし多量のエッチングガスを用いているにも関わらず、ガスをイオン化するためのプラズマソースパワーが不十分な場合、効率良くガスがイオン化 (電離) されず、エッチングレートも頭打ちとなる。一方、保護ガス流量を増やすとエッチングレートは下がるが、側壁粗さは低減される。流量が少ないと保護能力が不十分となり、エッチング形状が崩れてしまう。

- プラズマソースパワー
  プラズマソースパワーは気体をプラズマ化するためのパワーであり、ガス流量と同様、エッチングレートと保護レートに影響を及ぼす。一般的にエッチング時のプラズマソースパワーが高いほど、エッチングレートは速くなり、逆テーパーとなる。ただし過度のイオンは側壁保護膜も除去してしまう上に、強いイオンスパッタは、側壁の破損やマスクのエッチングレート増大などを引き起こしてしまう。そのため最適なパワーを選択することが必要である。

図 4.22: ISAS D 棟 4 階にある ICP 型 D-RIE 装置の写真

- 圧力
  チャンバー内の圧力を高くすることで活性反応種が増え、エッチングレートが速くなる。一方、圧力を低くするとエッチングレートは落ちるが、側壁保護膜の剥がれを抑制できる上、側壁の粗さを抑えることができる。圧力はチャンバー内のバルブの開度によってコントロールする。当然この圧力はガス流量やプラズマソースパワーを考慮しつつ最適化する。

- プラテンパワー
  プラテンパワーとは、基板バイアスパワーとも呼ばれ、ウェハ上下の電極によって与えられるパワーである。保護ステップ中にエッチング対象物の底部にできる保護膜は、エッチングステップ中にプラテンパワーで、指向性良く加速されたイオン衝突の結果取り除かれ、エッチングが進む。このため、通常はエッチングステップのみプラテンパワーは印可され、エッチングレートとテーパー角に影響を及ぼす。大面積をエッチングするような場合は保護ステップ中にもプラテンパワーを印可しエッチングレートを速くしたりする。

- プラテン温度 (チラー温度)
  プラテン温度は基板の下にある下部電極の温度を変えるパラメータである。この電極に接触しているエッチング対象物の温度をほぼ直接的に制御することができる。保護ステップはこのプラテン温度に強く依存しており、温度を下げていくと保護膜の付くレートが速くなる。これは化学反応に起因している。エッチングステップ中のラジカル活性反応種のエッチングを抑制することにより、結果として保護レートを速くしているためである。プラテン温度は通常 -20 °C $\sim$ 10 °C 程度の範囲で設定が可能である。設定温度によってスキャロップに影響を及ぼす。

AZP4093 を用いた条件出し

今回 D-RIE によって作る形状は、ただの貫通穴なので側壁のなめらかさやテーパー角の大きさにそれほどの制限は無い。そこで、まず初めにこれまでに 300 μm 厚の Si を貫通させた実績のある D-RIE レシピを試すことにした。その時の各種パラメータを表 4.8 にまとめた。この mirror01 レシピで 300 μm をエッチングするのに耐えられるレジストが厚い膜を作ることが可能なポジ型レジスト AZP4093 である。AZP4903 を用いたフォトリソの初期レシピは表 4.9 の通りである。なお、AZP4903 の現像液は AZ400K

デベロッパー:純水 = 1:3 に希釈したものを使用する。完成したエッジがリソグラフィーや D-RIE の過程でなまされないよう、表面の保護を行った。

表 4.8: 初期の D-RIE レシピ。ただし、失敗。

サイクルタイム	エッチング	3.0 sec
	保護	2.5 sec
ガス流量	SF_6	420 sccm
	C_4F_8	100 sccm
プラズマソースパワー	エッチング	1700 W
	保護	600 W
圧力	エッチング	4.00 Pa
	保護	1.33 Pa
プラテンパワー	エッチング	80 W
	保護	0 W
プラテン温度	–	10 °C

表 4.9: AZP4903 を使用した裏面フォトリソの初期レシピ。ただし、失敗。

面	手順	過程	パラメータ
表面	1	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	2	AZP4903	500 rpm, 5 sec → 2000 rpm, 12 sec
	3	常温乾燥	30 min
	4	ベイク (オーブン)	120 °C, 30 min
	5	常温冷却	11 hour
裏面	6	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	7	AZP4903	500 rpm, 5 sec → 2000 rpm, 12 sec
	8	常温乾燥	30 min
	9	ベイク (ホットプレート)	120 °C, 30 min
	10	常温冷却	30 min
	11	露光 (gap 50)	16 sec
	12	現像 (AZ400K)	∼10 min
	13	流水洗浄 (純水)	∼ 2 min

dynashock を使用した KOH エッチング後のウェハで問題になったのが、ウェハのダメージである。例えばスピンコータの吸着台にウェハを吸着させ、レジストを塗布してすると真空ポンプによりウェハの欠けた穴を通じてレジストが下へ回り込み、表 4.9 の手順 3 のあとに吸着台から外れなくなった。これを解決するため表 4.9 の手順 2 の後はウェハ置きに移動させ、そこでウェハの常温乾燥を行うことにして吸着台への張り付きを防いだ。しかしながら、さらに表 4.9 の手順 6 を行う際、表面に KOH エッチングによる凹凸があることでうまく吸着されないということも起きた。これを解決するために手順 6 に入る前にダミーの Si ウェハと張り合わせ、スピンコータへの吸着を穴のないダミーウェハが担うようにした。カプトンテープで 4 カ所を固定してからスピンコータにかけ、手順 7 が終わった後にすぐさまカプトンテープを外してウェハ置きに移動させ、常温乾燥を行った。一連の流れの様子を図 4.23 に表す。

以上の条件で行ったフォトリソの後、ICP 装置に組み込むためにアルミ板にウェハを固定した。固定

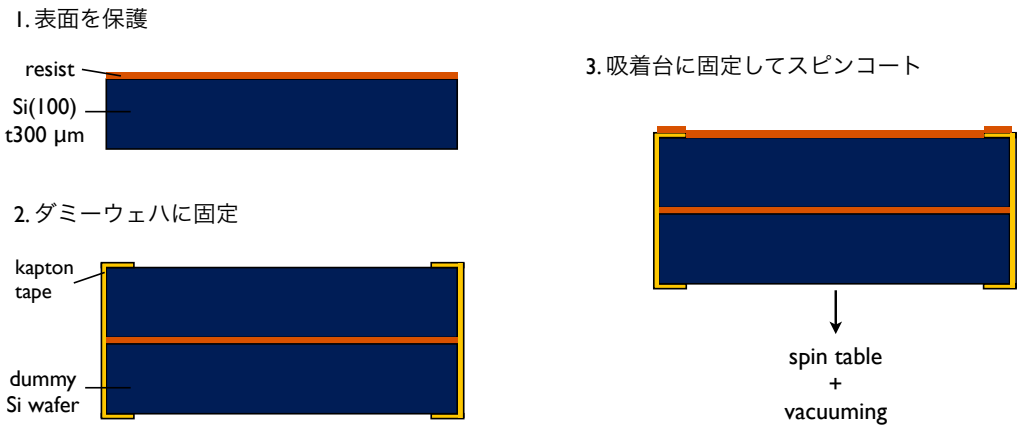


図 4.23: ダミー Si ウェハに固定してスピンコートする様子。スピンコート終了後は直ちにカプトンテープを外し、常温乾燥させる。

方法は拡散ポンプオイルを一滴、アルミ板の中心に垂らし、ウェハを上に乗せてウェハ全体に油が行き渡るように板とウェハを擦り合わせながらクルクル回し、動かなくなったら固定終了と判断した。この油は固定するという意味だけでなく、ウェハと熱接触を良くすることで、効率的に D-RIE 中の熱を逃がせるような役割をしている。ただし、油の量が多すぎてアルミ板からはみ出ていたりすると、D-RIE 中にその油がパターンの上に乗り、保護膜になってしまうことがあるので注意する必要がある。mirror01 レシピを使用して 30 分間 D-RIE を行ったところ、保護膜であるレジストが全てエッチングされ、ウェハ全面までエッチングされるという問題が起きた。その時の写真を図 4.24 に示す。

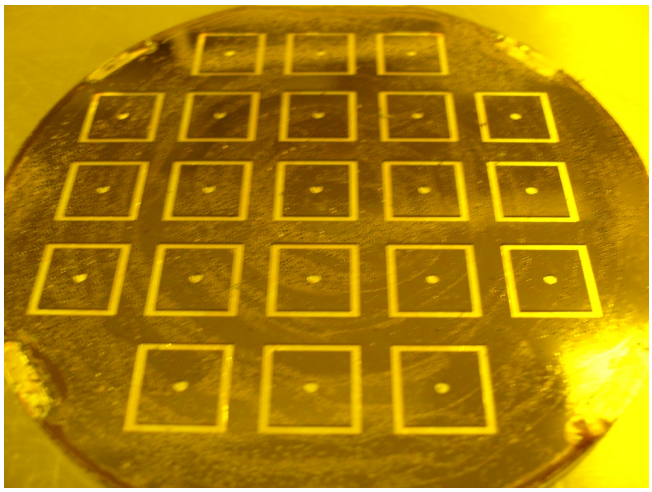


図 4.24: 全面がエッチングされてしまっている様子。欠けているようにみえる端の 4 カ所はカプトンテープを貼っていた場所。

原因として厚塗りレジストでリソグラフィーを行った後にすぐ D-RIE に入ったことで、レジスト中に水分が残り、レジストに必要な硬度が得られていなかったため容易にエッチングされてしまった、あるいは発泡したような跡もあることからエッチング中にウェハにかかる熱で内部の水分が蒸発して泡のような跡を残してしまった、表面の保護に厚塗りレジストを使用したことから熱接触がうまくできず、ウェハに熱負荷がかかった、などのことが考えられる。

そこで表面の保護を厚塗りから S1830 へ変更し、裏面のリソグラフィー後に 30 分以上、常温で放置

してから D-RIE に臨んだ。しかし 30 分のエッチング後に装置からウェハを取り出してみると、上と同じことが起きていた。これを解決するために、常温放置を 30 分ではなく一日に延長し、さらに D-RIE を行う前に、ベイクを行うことにした。これはエッチング前にベイクを施すことでレジストをさらに硬化するという目的のためである。このようなベイクをポストベイクと呼ぶ。リソグラフィー後、一日放置しておき、ポストベイクとして 15 分間 120 °C のオーブンにウェハを入れ、その後 10 分間は常温冷却を行い、D-RIE に臨んだ。しかし、前回までと同様に、ウェハ全体にボコボコと穴があき、エッチングされてしまった。

S1818 を用いた条件出し

以上のことから、扱いが難しい厚塗りレジストを使用しなくとも厚さ 300 μm の Si を貫通させることができるレシピを探し、それを次に試した。レシピを表 4.10 にまとめる。この high speed レシピはエッチング、保護ともにソースパワーが大きいことが特徴であり、エッチングレートが早い。フォトレジストは S1818 を用いた。

表 4.10: 成功した裏面フォトリソの DRIE レシピ (high speed)。

サイクルタイム	エッチング	3.0 sec, ブースト 6.4 sec
	保護	3.0 sec
ガス流量	SF_6	550 sccm, ブースト 550 sccm
	C_4F_8	400 sccm
プラズマソースパワー	エッチング	2600 W, ブースト 2600 W
	保護	2200 W
圧力	エッチング	9.0 Pa, ブースト 18.0 Pa
	保護	8.0 Pa
プラテンパワー	エッチング	95 W, ブースト 30 W
	保護	0 W
プラテン温度	–	−10 °C

S1818 は表面のリソグラフィーでも使用しているので、まず同じレシピ (表 4.6) を使ってみたところ、露光後に発泡が起きた。そこで、レジスト内の水分を飛ばすためにベイク時間を 2.5 分 →5 分と長くして、さらに露光強度を抑えるために露光時間を 16 秒 →5 秒と短くしたところ、成功した。テストとして、high speed レシピを使用して、5 分間エッチングをしたところ、レジストの剥がれは無く、∼ 130 μm の深さまでエッチングされていた。つまり、エッチングレートは ∼ 20 μm/min である。このまま貫通を目指し、さらに 10 分エッチングを続けたところ、一部のレジストが無くなってしまった。そのため、レジストを少し厚くするために HMDS と同じ回転数に変え、さらに硬くするためにポストベイクを行うことにした。

まず 10 分間 150 °C のホットプレートでポストベイクを施したところ、high speed レシピで 18 分のエッチングでウェハの貫通に成功した。そこで、出来上がったチップのレジストを剥がそうとアセトンに漬けて超音波洗浄をしてみたところ、18 分以上洗浄を続けてもレジストは剥がれなかった。これはベイクのしすぎによるレジストの不必要なまでの硬化が原因だと考えた。

そこで本番用の基板ではなく、厚さ 300 μm の練習用のベアシリコンウェハ (酸化膜なし、KOH 処理なし) でベイク時間の最適化を行った。ホットプレートの温度は変えず、時間を 3 分にしてみたところ、D-RIE には耐えられていたが、やはりレジストの除去が難しかった。そのため、リソグラフィーの際の

ベイク時間も 5 分 →2.5 分にして、ポストベイクの時間を 1 分と短くしてみたところ、今度は D-RIE に耐えられなくなってしまった。

よって、保護膜としてレジストを長く保たせる 2 つの手法を考えた。一つはポストベイクを長くすることで、二つ目は ICP 装置のプラテン温度を下げることだった。前者の方はレジストの除去の難しさから不適切とし、二つ目の方法を試すことにした。具体的には、プラテン温度を 10 °C → −10 °C に変えた。そして、リソグラフィーの際のベイク時間を 3 分 45 秒にし、ポストベイク時間を 2 分にした。その結果、D-RIE に耐えられ、除去しやすいレジスト作りに成功した。

そこで、本番と同様の状況にするために、練習用の Si ウェハの片面を D-RIE でパターニングをした後、同様の試験を行った。その結果、アルミ板にオイルで貼付けていた面のレジストが焦げて、板から外れかけていた。これはパターニングによる溝にオイルが行き渡らず、ウェハの熱接触がうまく出来ず、熱を逃がせなかったことが原因と考えた。そこで、オイルの量を 1 滴 →2 滴へ変更したところ、焦げもなく綺麗に出来上がった。表 4.11 に最終的な裏面のフォトリソレシピと D-RIE の条件をまとめた。

表 4.11: 裏面のフォトリソと D-RIE の最終レシピ

面	手順	過程	パラメータ
表面	1	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	2	s1830	350 rpm, 7 sec → 1500 rpm, 33 sec
	3	常温乾燥	1 min
	4	ベイク (オーブン)	115 °C, 20 min
	5	常温冷却	20 min
裏面	6	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	7	s1818	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
	8	常温乾燥	1 min
	9	ベイク (ホットプレート)	115 °C, 3.75 min
	10	常温冷却	2 min
	11	露光 (gap 10)	5 sec
	12	現像 (NMD–3)	∼5 min
	13	流水洗浄 (純水)	∼ 2 min
	14	ポストベイク (ホットプレート)	150 °C, 2 min
	15	常温冷却	2 min
	16	アルミ板に貼付け	拡散ポンプオイル 2 滴
	17	D-RIE	high speed レシピ+プラテン温度 −10 °C, 20 分

でき上がったデバイスは光学顕微鏡ではなく、SEM (Scanning Electron Microscope) で観察した。これは細く絞った電子線で対象物を走査し、発生した二次電子から像を構築する。SEM は光学顕微鏡に比べ焦点深度が深いため、立体的な像を得ることができ、表面の情報を得るのに適している。D-RIE 後にアセトン漬けにして、超音波洗浄をした後のデバイスを SEM で観察した結果を図 4.25 に示す。図から分かる通り、アセトン洗浄だけではエッジ端など細かい部分にレジストが残ってしまっている。このようなレジストなどの汚れがエッジ部分にあると、目標にしている原子レベルの鋭さを持つエッジにならない。そこで、次節で紹介するような洗浄を行った。

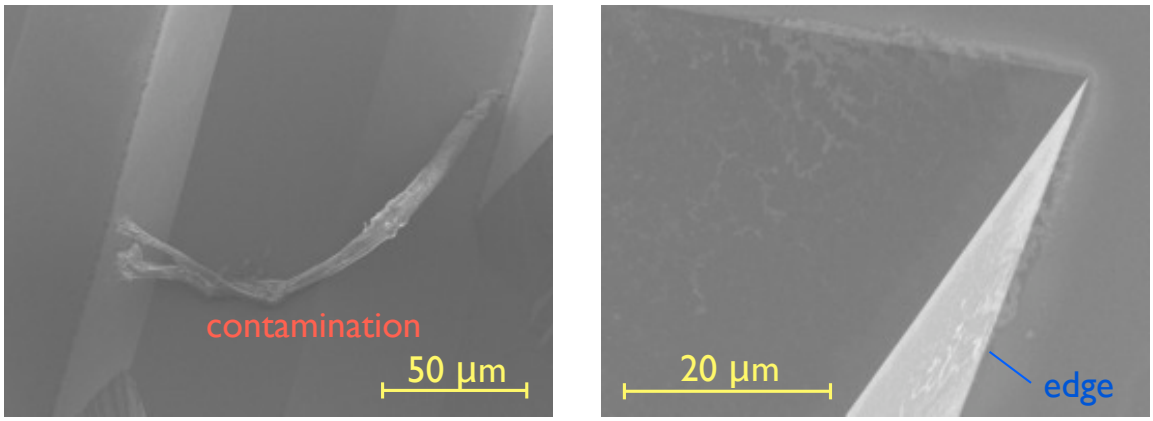


図 4.25: 出来上がったデバイスのアセトン洗浄後の SEM 写真。左：ゴミが乗っている。右：エッジ部分にモヤモヤした汚れが残っている。

4.2.6 ピラニア洗浄

D-RIE 後の汚れ除去のため、硫酸過水洗浄 (通称、ピラニア洗浄) を行った。これは有機物を除去に一般的に使用される洗浄方法で、硫酸と過酸化水素水の混合液を一定温度に熱して使用する。今回使用した混合液の量は、硫酸 (97%el 級) 120 ml + 過酸化水素水 (30%el 級) 30 ml で、これを入れたビーカーをホットプレート上で 110 °C に熱し、デバイスを投入した。洗浄時間は、いくつかのデバイスで汚れの落ち方を見た結果、30 分とした。結果として、この洗浄により、アセトン洗浄では取れなかったレジスト汚れも落とせるようになった。ただし、硫酸過水洗浄では薄い酸化膜が Si 上に付くため、エッジがなまされていないか確認する必要がある。

4.3 デバイスの評価

4.3.1 光学顕微鏡および SEM による観察

以上のようにして完成した knife edge device の評価すべき点は、(1) エッジにとって邪魔となるゴミが無いこと、(2) デバイスに超流動ヘリウムの漏れの原因となる欠陥 (穴) がないこと、(3) 曲率半径 <10 nm のエッジになっていることである。まず (1) ゴミについては 4.2.5 節の最後にも述べたようにゴミがあることでエッジがなまされてしまう恐れがあることと、さらに実際に衛星に搭載したとき、ゴミが配管を詰まらせるなどのリスクがあり、ゴミは除去する必要がある。そのために光学顕微鏡と SEM による観察を行った。まず光学顕微鏡の広い視野を利用して全体のゴミの有無を大雑把に観察し、その後に細部を SEM で観察した。使用した装置は ISAS D 棟 4 階クリーンルームのものを用いた。図 4.26 に示す。

同時に (2) デバイスの欠陥の有無についても SEM での観察で評価する。デバイスの欠陥としてありうる主なものは、D-RIE による貫通穴である。裏面のリソグラフィーの際に、パターン内に一部レジストが欠けた部分があると、D-RIE によって貫通穴が開いてしまうことになる。ただ、SEM も完璧ではなく、小さい穴は見落とす可能性があるため、最終的には低温での超流動ヘリウムのフィルムフローの流出量を調べなくてはならない。ここでは、比較的大きな (> 10 μm 程度) の穴の発見に努めた。なお万が一、貫通穴があった場合にも knife edge device は**??**節で述べた通り、インバーのフランジに接着剤で固定するため、接着剤で穴が埋まることもありうる。

できあがったデバイスを SEM で観察した結果を図 4.27 に示す。ゴミによる汚れは何カ所か見えるものの、ピラニア洗浄による改善は明らかである。一部分はフォトリソの失敗からエッジがうねっているが、エッジが鋭ければ、フィルムフローの抑制には問題ないと考えられる。また、一部分には D-RIE に

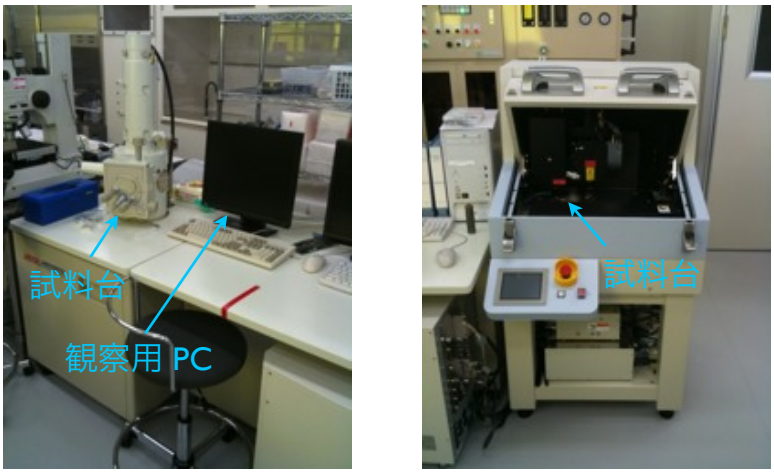


図 4.26: ISAS D 棟 4 階の SEM と AFM の写真。左が SEM (JEOL JSM–5510) で右が AFM (SII nanotechnology Inc. L-trace II)。

よる余計な貫通穴が見られ、こうしたデバイスは第 5,6 章で述べる冷却試験ではできるだけ除外するようにした。

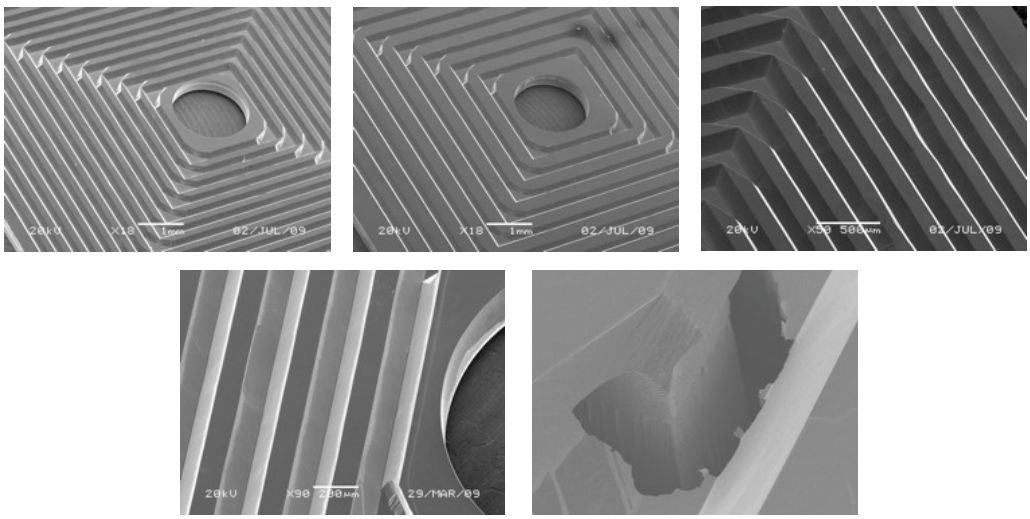


図 4.27: でき上がったデバイスの SEM 写真。上段左：エッジ数多 (28 本、L1W2id1)。上段中央：エッジ数中 (18 本、L1W2id9)。上方にゴミが乗っているのが分かる。上段右：フォトリソの失敗からエッジがうねっている様子。下段左：エッジを拡大した様子。下段右：D-RIE による余計な貫通穴の例。

4.3.2 AFM による観察

最後の原子レベルに鋭いエッジを持つかどうかの評価は試料の表面形状の測定によく用いられる AFM (Atomic Force Microscope) によって行う。AFM は探針と試料の間に働く原子間力を検知するタイプの顕微鏡である。カンチレバーの先に取り付けられた探針を試料に微小な力で接触させ、カンチレバーのたわみが一定になるように針と試料の間の距離をフィードバック制御しながら走査することで表面形状を画像化する。たわみ量はカンチレバーの背面に照射されたレーザーの反射光で検出する。図 4.28 に原

理の概念図を示す。

得られた表面形状の結果の例を図 4.29 に示す。表面形状は、KOH エッチングが一枚のウェハで同じ条件であるため同じウェハからできたデバイスは同じエッジの曲率半径を持っていると考え、一つのデバイスにつき、デバイスの内側と外側まで約 3 箇所を測定した。結果として、異なるデバイスの異なる場所でほぼ同じ非常にシャープなエッジを示し、図から分かる通り、曲率半径 < 10 nm を満たすことが確認できた。

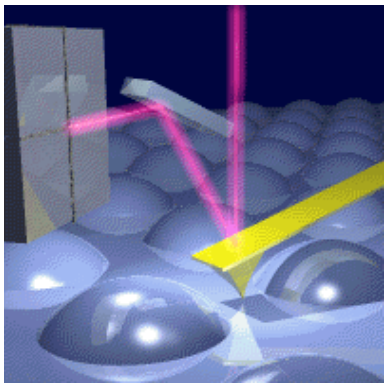


図 4.28: AFM 測定の原理の概念図。

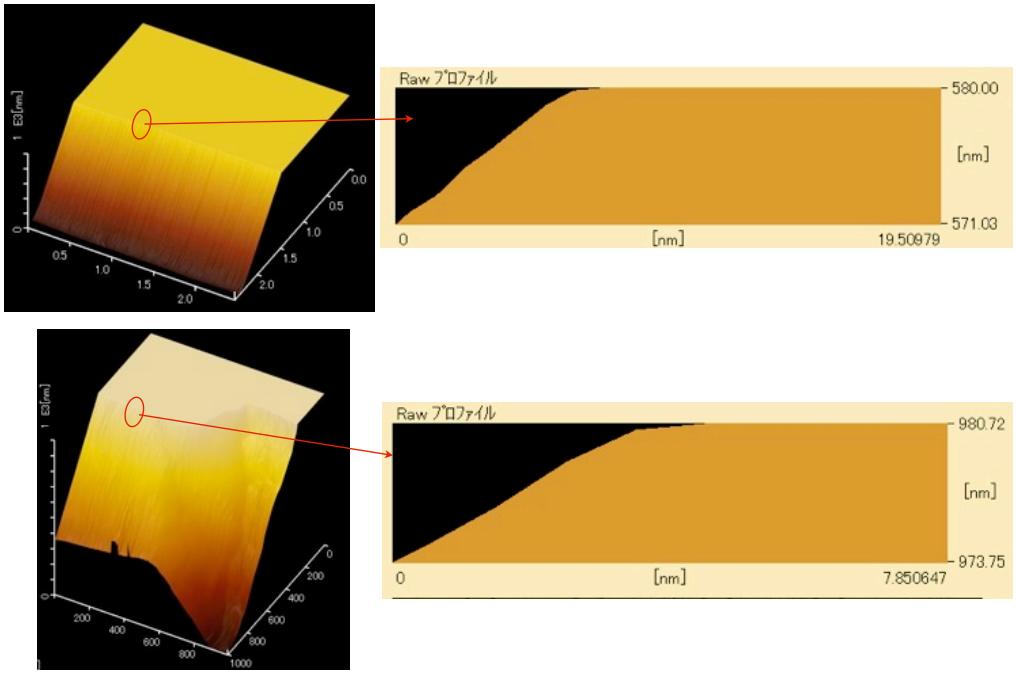


図 4.29: でき上がったデバイスの AFM 写真。上段左：L1W2 の表面形状。上段右：赤のエッジ部分を走査した時の断面図。下段左：L1W5 のエッジがうねっているデバイスの表面形状。一部のエッジがえぐれている。下段右：赤のエッジ部分を走査した時の断面図。

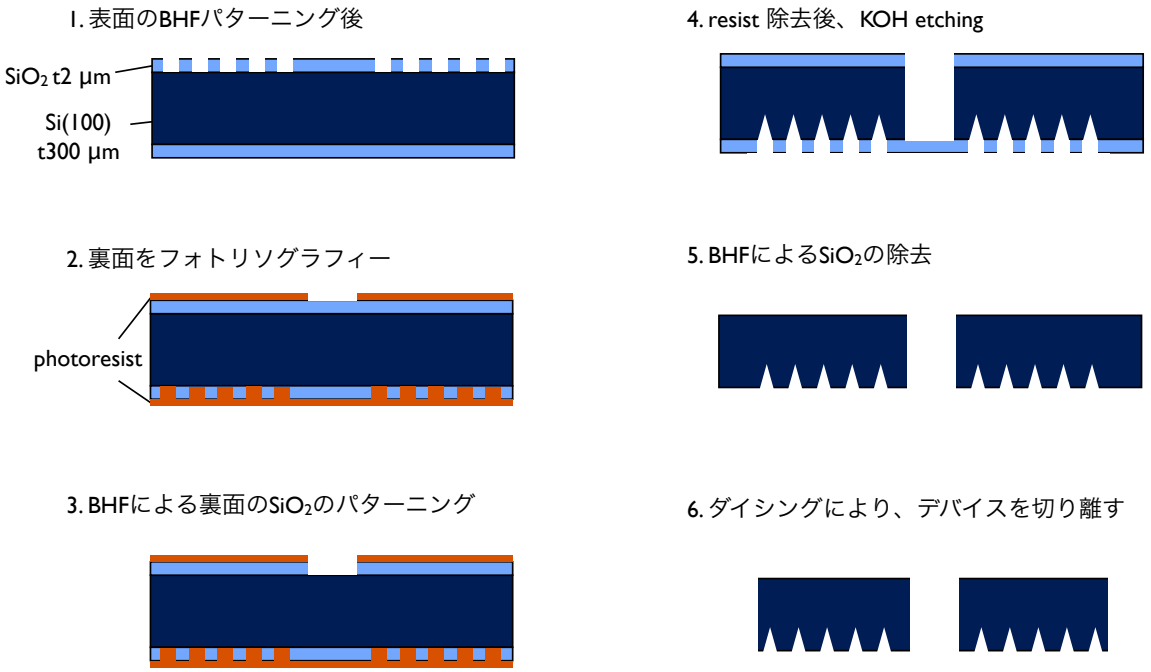


図 4.30: 新しいプロセスフローの案。従来のプロセスフローは図 4.8。

4.4 今後の課題と現状

以上のように一通りのプロセス手順の確立と要求通りのデバイス製作に成功したが、まだ改善すべき点が残った。最大の点は裏面のフォトリソでの失敗が多いことである。これまでの方法での成功率は平均的に約 40%程度である。前節で示した通り、裏面のフォトリソに失敗すると、デバイスに D-RIE による貫通穴が開く。フォトリソが失敗する原因として、ダミー基板へカプトンテープで貼付ける過程が考えられる。ダミー基板へ貼付け、レジストを塗布した直後に、テープを剥がすのだが、その際、ピンセットでレジストにキズをつけてしまう、あるいは割れやすいエッジラインに沿ってウェハが割れ、破片でレジストにキズがついてしまう、などのことが起きてレジストに欠けが生じるリスクが高くなっている。

これを解決するために、二つの方法を考えた。一つはプロセス手順を変更することである。現在のプロセス手順では、デバイス中心の排気穴の製作とウェハからの切り離しを D-RIE によって行っているが、余計な貫通穴の原因となる D-RIE の使用を避け、KOH エッチングで排気穴と切り出しを行う。手順としては、表面フォトリソ後の BHF エッチングを行い、その後続けて裏面に貫通穴だけのパターンをフォトリソし、BHF により酸化膜のパターニングを行う。そして、KOH エッチングを行うことで表裏のパターンを同時に作成する。その後、両面の酸化膜を除去し、ダイシングによりウェハからデバイスを切り離す。このプロセス手順の場合、仮にフォトリソの失敗ができたとしても、その部分が KOH によりエッチングされるだけなので貫通までには至らない。新しいプロセス手順の概略図を図 4.30 に示す。

二つ目の案は、一枚のウェハに配置するデバイスの個数を減らすことである。そもそもダミー基板にウェハを固定していた理由は、スピンコータに吸着されないためであった。そこで、吸着台付近にデバイスを配置せず、一つ一つのデバイスの間隔に余裕を持たせたデザインにすることでフォトリソの失敗を軽減させることを考えた。この場合、プロセス手順は変わらず、デバイスの配置を変えたフォトマスクが新しく必要になる。

以上の二つの方法を考えた上で、プロセス手順を変更した場合の条件出しとフォトマスクを新しくデザインすることを比較した結果、より簡単な後者を試すこととした。新しくデザインしたフォトマスクの絵とそれぞれのパラメータと ID 付けを表した絵を図 4.31 と図 4.32 に示す。

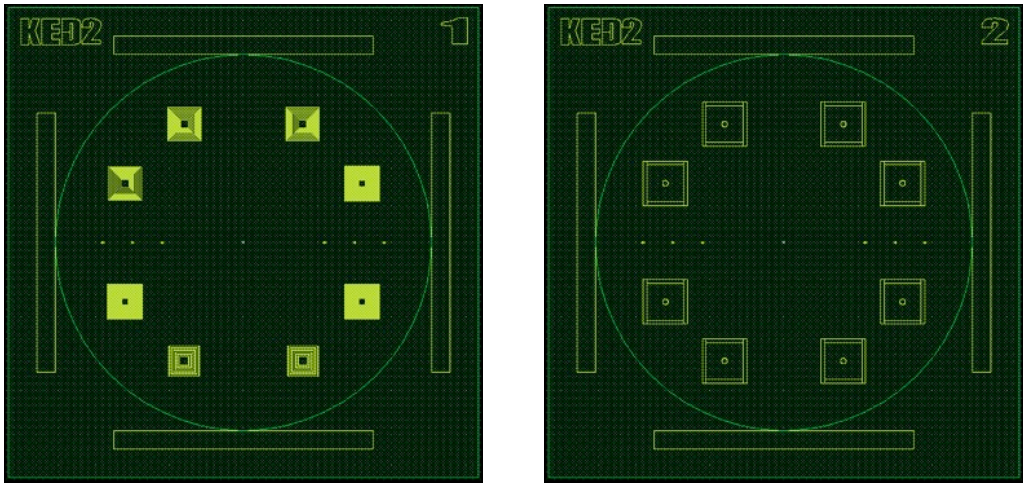


図 4.31: デバイス数を減らした新しいフォトマスク。左：KOH 用の表面フォトマスク。右：中心の貫通穴とデバイス切り離し用の裏面フォトマスク。

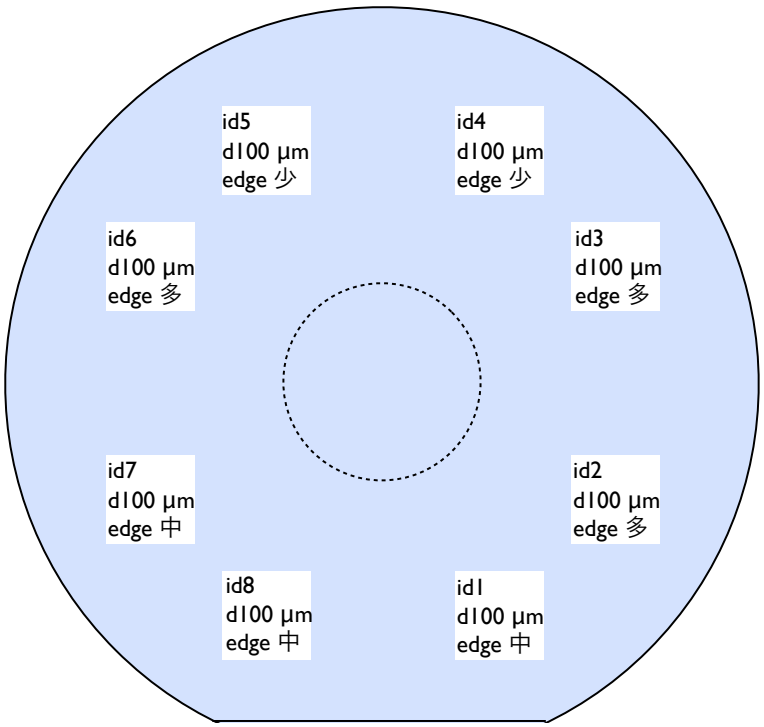


図 4.32: 新しいフォトマスク内のパラメータと ID 付けを表した図。上から ID、エッジ溝の深さ、エッジ数を示している。エッジ数多は 28 本。エッジ数中は 18 本。エッジ数少は 12 本。中心の点線はスピンコータの吸着台 (直径 4 cm) の位置を表している。

新しいマスクを使って、デバイス製作を行ってみたところ表面のフォトリソがうまくできないという予期せぬ問題が起きた。フォトリソの条件は表 4.6 を使用したにも関わらず、ホットプレートでのベーク中に、ホットプレート上に敷いているアルミホイルに裏面保護用のレジストが張り付き、それを剥がそうとするとレジストまで一緒に剥がれてしまうということが起きた。レジストが欠けたままプロセスを進めると、その部分の酸化膜が BHF によりエッチングされ、KOH でエッチングされてしまい、ウェハ全体がもろくなってしまうだけでなく、裏面のフォトリソがうまくできないことになってしまう。この原因は不明であるが、参考のために現在までの対処を記す。

まず保護レジストの厚みを増すため、表面のフォトリソ終了後に、裏面にさらに S1818 をスピンコータで塗布し、常温で 20 分以上乾燥させ、裏面を保護した。この方法により BHF に対する保護は十分できたが、裏面に追加でレジストを塗布したことで表面のフォトリソにキズが入る確率が高くなってしまった。そこで、フォトリソのベークをオーブンで行えるように条件出しを行った。ベーク時間は 2.5 分が最適となった。ただし、オーブンの扉を開けてからウェハトレイの入れ替えまで含めて 2.5 分。おおよそ 7 秒前には扉を開けて入れ替えを開始しておいた。レシピのまとめを表 4.12 に記す。

表 4.12: オーブンを使用した表面フォトリソのレシピ

	過程	パラメータ
1	HMDS	350 rpm, 5 sec → 1500 rpm, 20 sec
2	s1818	0 rpm $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 500 rpm, 10 sec $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 4000 rpm, 30 sec $\xrightarrow{5\text{sec}}$ 0 rpm
3	常温乾燥	1 min
4	ベーク (オーブン)	115 °C, 2.5 min
5	常温冷却	2 min
6	露光	20 sec
7	現像 (NMD–3)	∼ 5 min

これにより表面のフォトリソはうまくできるようになった。裏面のフォトリソのベークの際も、表面を保護しているレジストがアルミ箔に張り付く問題が起きたため、表 4.12 のレシピでフォトリソを行い、ポストベークをオーブンで 2.5 分行ったところ、D-RIE でレジストが全て無くなるという問題が起きた。これを解決するために、D-RIE に耐えつつ、アセトン漬けによるレジスト除去がスムーズに行えるようなポストベークの条件出しを行う予定である。

最後にこれまで使用した酸化膜付きウェハの結果を表 A.1 にまとめる。

表 4.13: 酸化膜付きウェハの使用状況のまとめ

ウェハ名	使用マスク	状況
L1W1	デバイス数多い (旧マスク)	裏面のフォトリソ途中で破損。
L1W2	旧マスク	デバイス製作成功。 ただし基板の一部破損。
L1W3	旧マスク	D-RIE によって全面エッチングされて破棄。
L1W4	旧マスク	D-RIE によって全面エッチングされて破棄。
L1W5	旧マスク	デバイス製作成功。ただし基板の一部破損。
L2W1	デバイス数少ない (新マスク)	デバイス製作成功。
L2W2	新マスク	裏面フォトリソの手前まで終了。
L2W3	新マスク	D-RIE によって全面エッチングされて破棄。
L2W4	–	未使用。
L2W5	–	未使用。

第5章　knife edge device の接着・冷却試験

前節で曲率半径 <10 μm のエッジを持つ SXS 用 knife edge device 製作に成功した。デバイスに求められる条件として、実際にフランジに取り付けた際に熱サイクルで割れない必要がある。今回新たに試作したデバイスは XRS に比べ大きさを 7 mm 角から 10 mm 角と大きくしており、エッジ数も最大2.8倍と大幅に増やしている。このため、強度が十分かを調べることが必要となった。そこで本章ではそのために行った試験と結果について述べる。

5.1　目的

SXS のフライトモデルでは、打ち上げまでの地上試験として、振動試験の前後で合計 10 回程度の試験を予定しており、knife edge device もそれに応じて常温から地上でのヘリウムタンク温度 1.3 K 程度まで 10 回の熱サイクルによる負荷がかかることになる。最低でもこの回数の熱サイクルに耐えるかの試験を行うため、私は住友重機 (SHI) に私が製作した knife edge device を送付し、SHI が試作したインバーフランジに接着して頂いて首都大に送り返し、熱サイクル試験を行うことにした。冷却する温度域は、シリコンとインバーの熱収縮率が常温から液体窒素温度 (77 K) あたりで最も変化し、その後は極低温までほぼ一定であることから、ひずみが生じる危険性が高いのは主に室温 $\leftrightarrow$$LN_2$ と考え、まずは窒素温度までの耐久試験を行い、窒素温度まで耐えられること分かった後に液体ヘリウム温度 (4.2 K) まで冷やして試験を行うことを計画した。

5.2　窒素タンクじゃぼ漬け試験

首都大での試験に先立って、SHI では knife edge device を LN_2 タンクにじゃぼ漬けし、常温 $\leftrightarrow$$LN_2$ 温度までの急激な温度サイクル ($\sim$ 74 K/min) を 10 回続けて行った。その結果、knife edge device 単体では割れなどの欠損は見られなかった。次に、デバイスをインバーフランジにエポキシで接着し、同様の試験を行った。接着の様子を図 5.1 に示す。表 5.1 に SHI で行った熱サイクル試験の方法と結果をまとめる。

結果として、図 5.2 のように、デバイスに何カ所もの亀裂が走っていることが確認された。

ここで問題として考えたのが、熱サイクルの時間である。上の試験では室温から LN_2 温度まで $\sim$ 3 分で冷却するようなセットアップになっている。そのため急激な冷却による熱収縮の負荷がデバイスにかかったと考えられる。XRS のときは、同じ温度まで $\sim$ 3 時間かけて冷却するサイクルを 2 回行い、亀裂が無いことを確認し、良しとしていた。また 3 分という冷却時間はあまりに短く、実際の SXS デュワーに組み込んだ場合の冷却時間として、あまりにも現実的でないため、自ら $\sim$ 3 時間の冷却時間で亀裂ができるかできないかの確認を行うことにした。これは温度変化率にして、$\sim$1.2 K/min に相当する。

5.3　首都大 ^{3}He クライオスタット

私は首都大にて Infrared 社製 ^{3}He クライオスタットを改造して、最適な冷却速度が得られるようなセットアップを構築することにした。フランジへの接着は本番と同様の条件にするために SHI の方にし

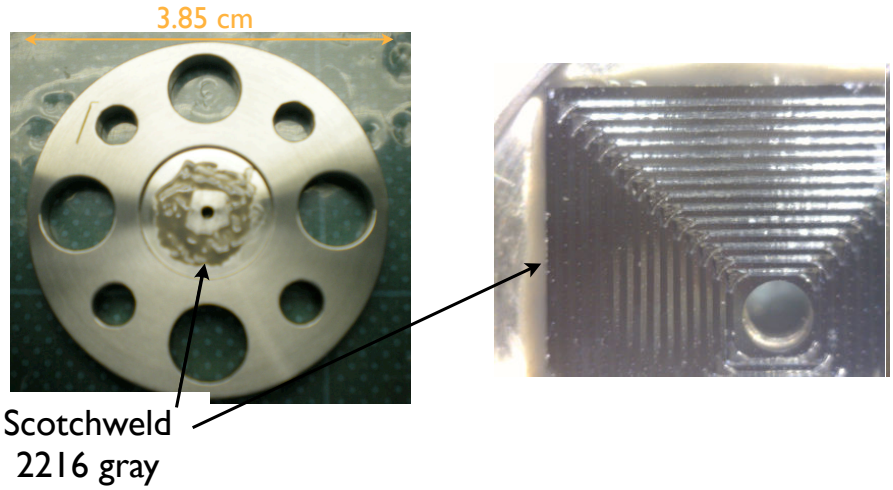


図 5.1: SHI での接着の様子。左；フランジに塗布した接着剤の様子。右：デバイスを貼付けた様子。接着後は接着部を落ち着かせるために一日放置する。

表 5.1: SHI での熱サイクル試験のまとめ。KED は knife edge device の略。

	対象	冷却方法	サイクル数	冷却速度	結果
1	KED 単体	LN_2 じゃぼ漬け	10 回	74 K/min	割れなし
2	KED+接着剤+フランジ	同上	同上	同上	割れあり

てもらうことにした。そのため接着試験用のデバイスを SHI へ送り、フランジへ接着後、こちらに送り返してもらい冷却試験を行うという流れになる。

使用した ^{3}He クライオスタットは図 5.3 のような構造になっている。今回行う冷却試験では主に、室温から LN_2 まで冷やすことができれば良いので、ヘリウムタンクと熱接触している銅製のコールドステージにデバイス付きのフランジを固定し、クライオスタット内を真空引きし、断熱状態にしておき、LN_2 を注入して使用した。

コールドステージへの取り付けは、図 5.4 のように真鍮ネジ 2 本で行い、その内の 1 本はセルノックス温度計 (Lake Shore:CX–1030–SD) を付けた銅板を挟み込んで固定した。使用したセルノックス温度計は室温で 57 Ω、77 K で 141 Ω の抵抗値を持つ。この温度領域でセルノックス温度計の抵抗値はほぼ温度に比例し、さらに本実験において厳密な冷却速度を知る必要は無いことから、~ 2.65 K/Ω として

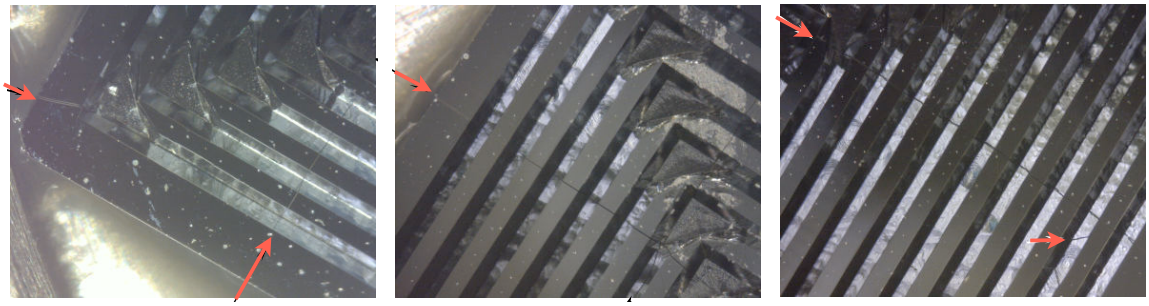


図 5.2: 室温から窒素温度にじゃぼ漬けを 10 サイクル行った結果。赤矢印の部分が亀裂を指す。

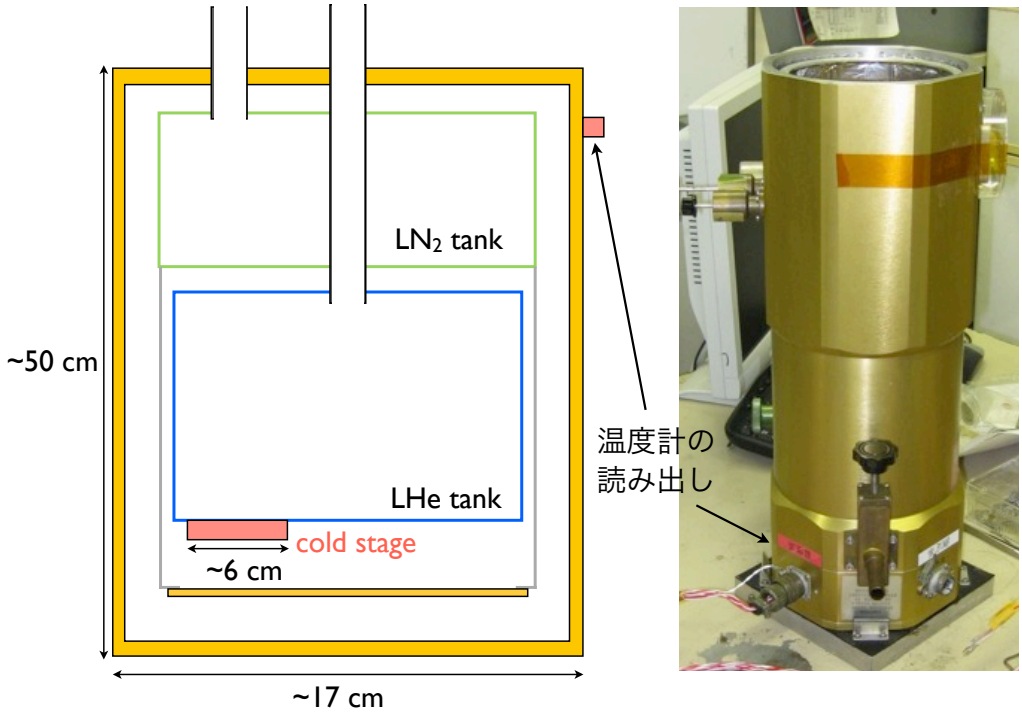


図 5.3: 使用した ^{3}He cryostat の様子。左が断面図で、右は全体写真。

抵抗値から温度へ変換した。

5.4 冷却速度の最適化

最適な冷却速度 (常温 →LN_2:∼ −1.2 K/min) が得られるようにセットアップの最適化を行った。試したセットアップと得られた冷却速度のまとめを表 5.2 に示す。ちなみに昇温時は余計な熱負荷をかけないために、自然昇温とした。典型的な昇温プロファイルを図 5.5 に示す。およそ 1 K/min で昇温する。

表 5.2: 冷却速度の最適化のため試したセットアップのまとめ。

条件	フランジ固定場所と方法	LN_2 注入場所	冷却速度
1	銅製 cold stage に真鍮ネジ 2 本	N_2 + He tank	8 K/min
2	銅製 cold stage に真鍮ネジ 2 本	N_2 tank	0.1 K/min
3	銅製 cold stage に 2 重のテフロンテープを張り、pc ネジ 2 本	N_2 + He tank	6.4 K/min
4	pc ナット 4 本で cold stage から浮かせ、pc ネジ 4 本で固定	N_2 + He tank	1 K/min

まず表 5.2 の 1 の通り、図 5.4 のように固定したフランジを窒素タンクとヘリウムタンクへ液体窒素を入れることで冷やした。その時の冷却速度を図 5.6 左に示す。この時の冷却速度は最大速度で 3 Ω/min = ∼ 8 K/min で、使用した ^{3}He クライオスタットで達成できる最速の冷却速度になる。

次に、冷却速度を緩和するために表 5.2 の 2 のように、窒素タンクのみに液体窒素を注入して冷やす方法を試した。その時の冷却速度を図 5.6 右に示す。冷却速度は最大で 0.04 Ω/min = ∼ 0.1 K/min で、要求値よりも一桁遅い。以上のことから、表 5.2 の 1 と 2 の中間あたりの冷却速度を持つように調整し

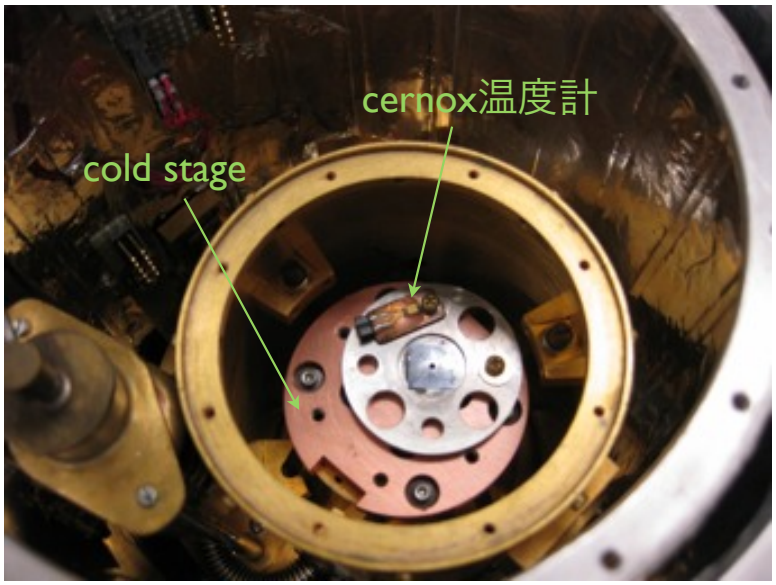


図 5.4: コールドステージにフランジを固定した様子。

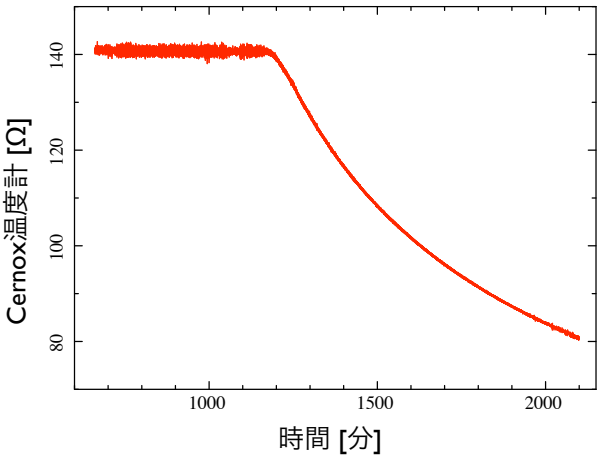


図 5.5: 自然昇温での Cernox 温度計の抵抗変化。

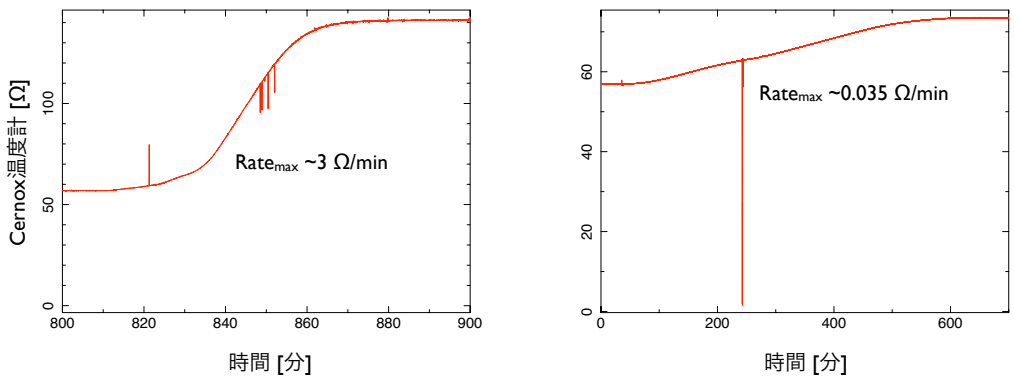


図 5.6: 表 5.2 の 1 と 2 のセットアップ時の冷却速度。左が 1 で、右が 2 のときの様子。

なければならないことが分かった。そこで表 5.2 の 1 で使用したセットアップよりもフランジとコールドステージ間の熱伝導度を悪くし、冷却速度を緩めることを考えた。

そこでまず表 5.2 の 3 のように、コールドステージの上にテフロンテープを 2 重で貼り、コールドステージとの熱接触を悪くした (図 5.7 左)。さらにフランジの固定に熱伝導度の低いアクリル製のネジを使用することで、ネジからの熱侵入も抑えた (図 5.7 右)。結果は図 5.9 左のように最大冷却速度 ∼ 6.4 K/min となり、表 5.2 の 1 とさほど変わらない速度となった。

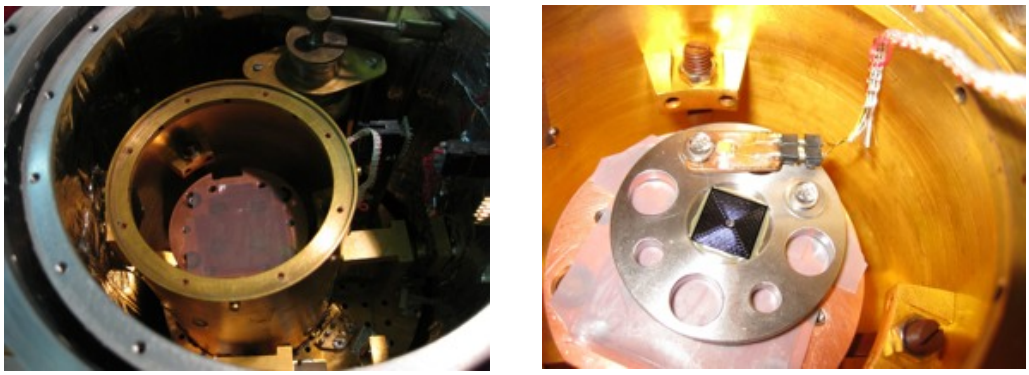


図 5.7: コールドステージにテフロンテープを貼り、その上にフランジを固定した様子。ネジはアクリルネジを使用。

そこで表 5.2 の 4 のように、ナットをコールドステージとフランジの間に置き、フランジを浮かせる構造を作ることでコールドステージからの熱侵入を抑えることにした。図 5.8 に示すように、使用したナットとネジはアクリル製である。また、このときネジ穴の関係から銅製のコールドステージを外し、銅板に金メッキを施したコールドステージを使用した。冷却速度の結果は図 5.9 右の通りで、最大冷却速度 ∼ 1 K/min になり、要求値と近い速度が得られた。

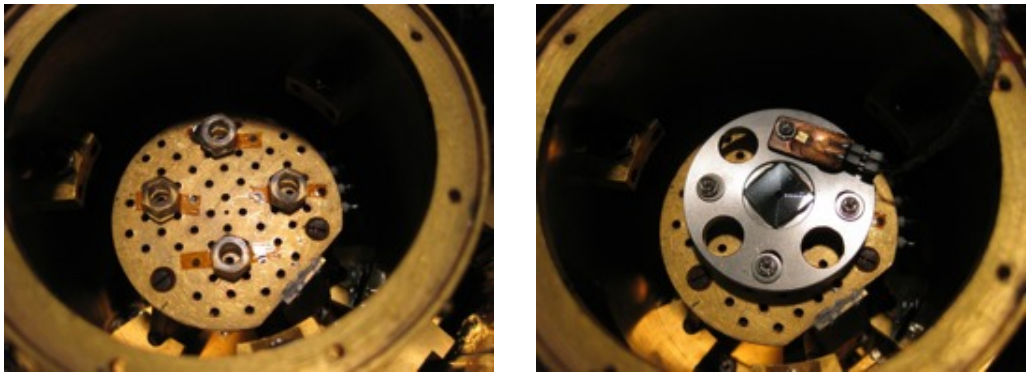


図 5.8: 金メッキされたコールドステージにアクリルナットを固定し、その上にフランジを乗せてアクリルネジで固定した様子。

5.5 接着・冷却試験

§5.4 で記した通り、いくつかの冷却速度を得ることができた。そこで、それぞれの速度でのデバイスの耐久性について述べていく。表 5.2 の 1 と 2 の方法でエッジ数中のデバイスを組み込んだ結果を図 5.11 に示す。これを見ると分かるように ∼ 8 K/min という急冷ではデバイスに無数のクラックが入った。同

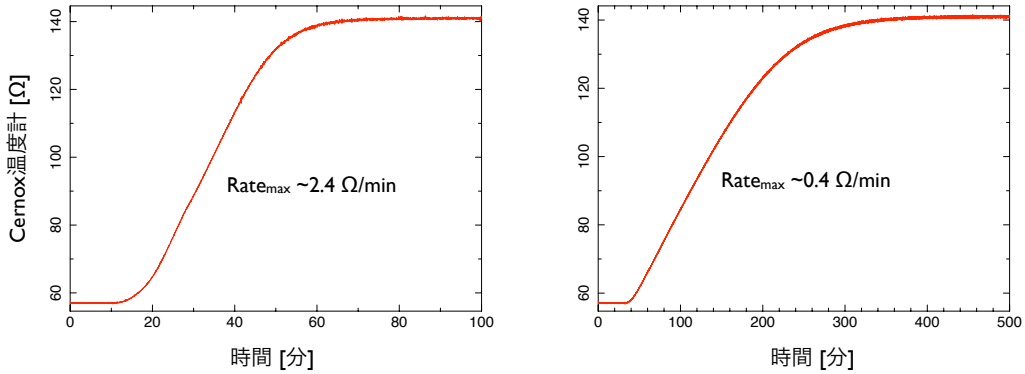


図 5.9: 表 5.2 の 3 と 4 のセットアップ時の冷却速度。左が 3 で、右が 4 のときの様子。

じデバイスで、逆に ~ 0.1 K/min という最も遅い冷却速度を試したときは、図中の赤い丸で囲った部分のクラックが増えただけだった。

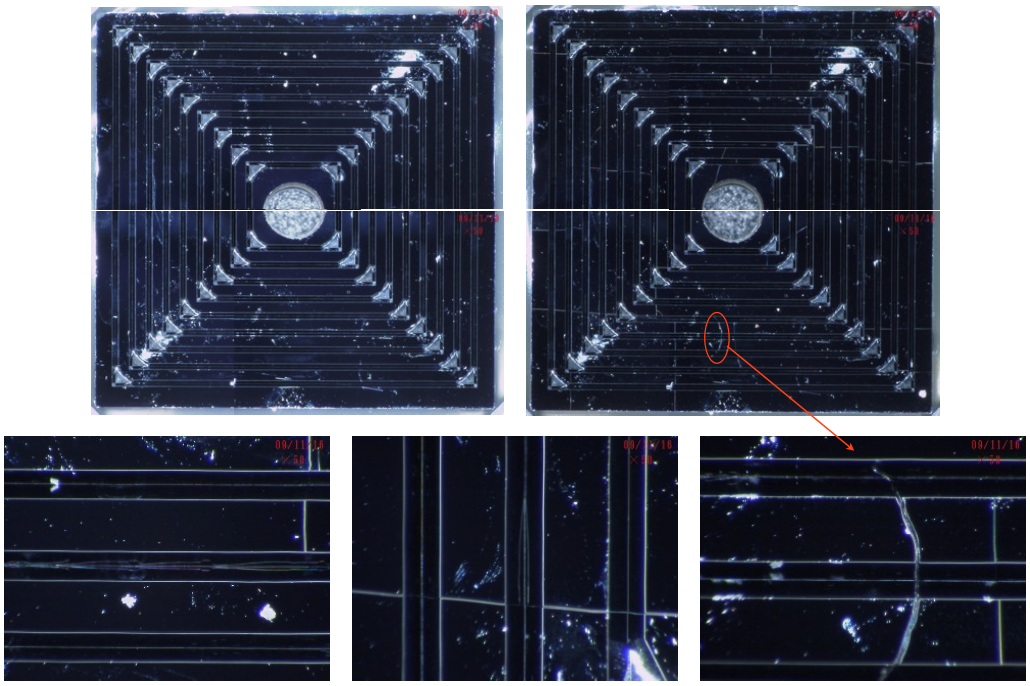


図 5.10: 組み込み前後のデバイスを光学顕微鏡で観察した様子。上段の左が組み込み前。右は組み込み後。白い部分は、写真の継ぎ目。下段はクラックの拡大写真。最速で冷却した後、最も遅い冷却速度を試したところ赤丸部分のクラックが増えた。

次に表 5.2 の 4 のセットアップにより、XRS の時と同じ冷却速度を試したところ、これまで同様クラックが入った。XRS と同じ速度で冷却したにも関わらず、クラックが入った。これは接着に問題があることを示唆すると考えた。

まず使用した接着剤は XRS 同様に、Scotchsweld 2216 (Gray) というエポキシであり、XRS で行った同様の試験では問題にならなかったことに着目した。そこで次に接着剤の量を考えた。接着したときに、デバイスとフランジの間に隙間があった場合、そこから超流動ヘリウムのフィルムが流出する可能性がある。そのため今回、隙間が空かないようにフランジとデバイスの両方の面に接着剤を塗布することに

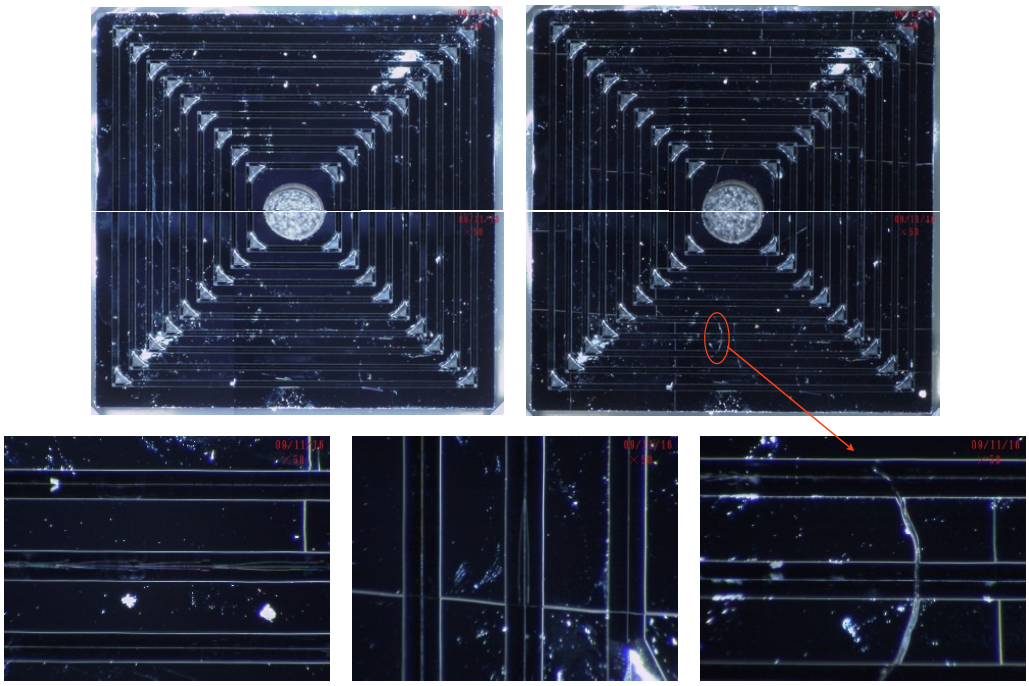


図 5.11: 組み込み前後のデバイスを光学顕微鏡で観察した様子。上段の左が組み込み前。右は組み込み後。白い部分は、写真の継ぎ目。下段はクラックの拡大写真。最速で冷却した後、最も遅い冷却速度を試したところ赤丸部分のクラックが増えた。

した。隙間が空かないということは、万が一デバイスが破損しても破片が飛び出すことを抑制することにもなる。隙間が無いことは、接着後にヘリウムガスを吹き掛けてリークチェックを行い、確かめた。

例として図 5.1 に接着材が多い場合の例を示す。接着剤がデバイスの端からはみ出していることが分かる。XRS では接着剤がはみ出すことは無かったということから、今回の接着剤の量は XRS と比較して多いことになる。そこで接着剤の量を少なめにして、表 5.2 の 4 の速度で冷却してみることにした。SHI で付けた少なめの接着材とデバイスを取り付けたときの様子を図 5.12 に示す。

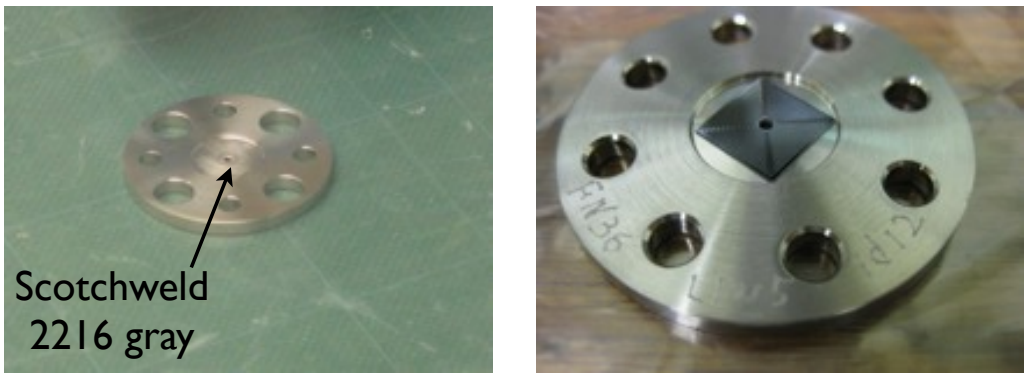


図 5.12: 接着剤を少なめにしたときの様子。左：接着剤をフランジに付けたときの様子。灰色の部分が接着剤。右：デバイスを接着したときの様子。端から接着剤ははみ出ていない。

しかし、エッジ数中を接着剤少なめで固定したフランジを表 5.2 の 4 で冷却した結果、これまで同様にクラックが入った。XRS と全く同じ条件で冷却したにも関わらずデバイスにクラックが入ってしまった。

5.5.1 解決：真のインバーフランジ

このように 2009 年 11 月から試験を開始してから、12 月中旬まで、様々な条件でテストをしても、必ず割れが生じるという事態となった。この時点でよくよく SHI の方で材質を確認した所、なんと発注ミスにより、これまでインバーとして使用していたフランジはスーパーインバー製だいうことが分かった。インバーは極低温から約 260 °C までの熱収縮率が極めて小さい合金で、鉄 64%、ニッケル 36% という割合である。一方、スーパーインバーはニッケルの一部をコバルトに置き換えたもので、鉄 63%、ニッケル 32%、コバルト約 5% という割合である。スーパーインバーはインバーに比べ、常温付近での熱収縮率がさらに小さい合金である。一方で、低温での熱収縮率はインバーの方が小さい。発注ミスが生じた原因は型番が似ていたためであり、インバーは FN36、スーパーインバーは FN315 であった。以後もこうした型番ミスがないか注意が必要であることを思い知らされた。

以上のことから、今までの試験ではスーパーインバーの熱収縮によってデバイスにひずみが生じていたという可能性が出てきた。そこでインバー製のフランジを使用して熱サイクル試験を再度行った。

5.5.2 インバーフランジでの熱サイクル試験

インバー製フランジの表と裏にエッジ数中とエッジ数多の 2 つのデバイスを接着剤少なめで固定し、表 5.2 の 4 の速度で冷却した。その結果を図**??**に示す。図にあるように、エッジ数が多い方に 1 カ所キズのようなもの (解像度のためゴミかどうかははっきりしない) が存在するが、少なくとも以前見られたような大量のはっきりとしたクラックがないのは明らかである。また逆面に貼り付けたエッジ数中の方はキズの兆候は見られず、インバーを使用したことでクラックをほぼゼロにまで抑えることができることが分かった。

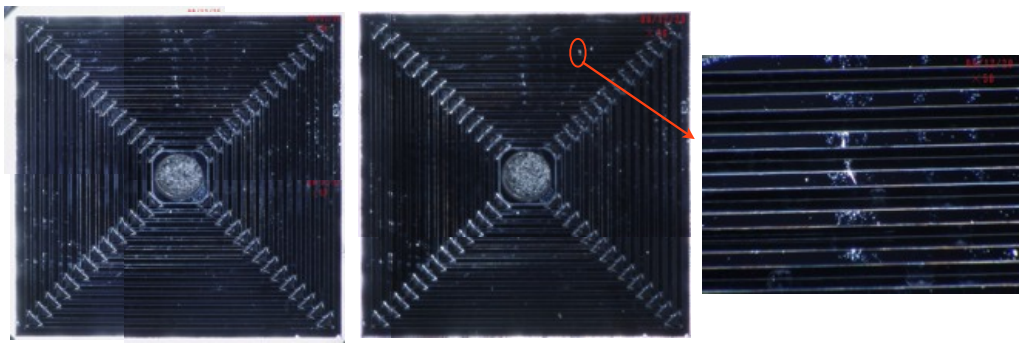


図 5.13: 組み込み前後のデバイスを光学顕微鏡で観察した様子。左が組み込み前。中央は組み込み後。赤丸部分の拡大写真が右。

5.5.3 今後の予定

最後に今後の試験予定について述べる。SXS のフライトモデルでは打ち上げまでに地上で約 10 回の熱サイクルをかけると予想される。一方、今回の試験で成功したのはまだ 1 回であり、数が十分ではない。そこで、引き続きサイクル数を増やし、クラック数に変化が見られるか否かを試験し、最終的には予定の倍にあたる 20 回の熱サイクルに耐えられるかを確認する予定である。また数回程度、確認のため、液体ヘリウムによる 4.2 K までの冷却を行い、温度を変化しても結果が変わらないことを確かめたい。

最後に、これまで使用したフランジとデバイス、冷却速度のまとめを表 5.3 に記す。

表 5.3: フランジまとめ

フランジ材質	接着剤の量	エッジ数	冷却速度	結果
super invar	多め	中くらい	8 K/min (表 5.2 の 1)	クラック多数
super invar	多め	多い/中くらい	1 K/min (表 5.2 の 4)	クラック少数
super invar	少なめ	多い/中くらい	1 K/min (表 5.2 の 4)	クラック多数
invar	少なめ	多い/中くらい	1 K/min (表 5.2 の 4)	クラック 1 つ?

第6章　試作した超流動ヘリウム流出抑制システムの性能試験

§3 で基本設計した SXS の超流動ヘリウム抑制システムが要求通りの動作をするかは、実際に超流動ヘリウムを使った流出量測定の試験を行わなくてはならない。特に、小流出量の porous plug は新規開発が必要であるため、低温での流出量と温度差を慎重に調べなくてはならない。本章では住友重機械工業 (SHI) で行った試験のセットアップとこれまでに得られた結果について述べる。

6.1　目的

§3 で述べた通り、SXS の超流動ヘリウム抑制システムには 2 つの要求がある。1 つ目はヘリウム温度 1.15 K で 25 μg/s、2 K で 3 mg/s のヘリウムガスを液体と分離して安全に排気できることである。2 つ目は同じく 1.15 K でフィルムフローの流出量を <2 μg/s まで抑えることである。本試験ではこの 2 点に注目し、まず porous plug 単体で流出量を測定し、デザインを絞り込み、次にフィルムフロー抑制用の 3 デバイス (orifirce, heat exchanger, knife edge device) を取り付けて、フィルムを抑制できているか、またフィルムがない状態での流出量はどの程度であるかを試験する。

6.2　試験セットアップ

本試験は「あかり」の porous plug を試験した実績のある SHI の新居浜工場で行った。セットアップの全体像を図 6.1 に、模式図を図 6.2 に示す。ヘリウムタンクの下に porous plug を配置する −1 G 構造になっている。こうすることで porous plug を液体に接した状態にし、相分離をテストすることができる。XRS でも同様の試験系が使われた。

ヘリウムタンクは二重のシールドで囲まれており、二段式 GM 冷凍機により 50 K と 4 K に冷やされている。デュワー全体はターボ分子ポンプにより $\sim 1 \times 10^7$ Torr まで真空引きされており、真空断熱状態を保つ。またヘリウムタンクは mechanical booster pump と rotary pump (図 6.2 中の P1) により減圧され、2.0 K∼1.1 K の間のどこかの温度に安定に保つことが可能である。

ヘリウムタンク中の porous plug の上流には porous plug へのヘリウム流入をコントロール cyro valve がある。これは試験系全体を冷却する際に porous plug の下流からヘリウムが漏れ出してしまうのを防ぐためであり、ヘリウムタンクが目的の温度に達した後に開かれる。

なお本試験系は静水圧の影響により、液面高さ分の余分な差圧 (ΔP) もしくは温度差 (ΔT) が付くため、porous plug にとっては、軌道上よりも相分離のしにくい条件でのテストとなる。ヘリウムタンクの液面は最大で 9-10 cm であり、この時の静水圧は約 1 Torr である。圧力差もしくは温度差はヘリウムタンク圧力もしくは温度と porous plug 下流のそれらの値から求めることができるが、静水圧以下にはできないことに注意が必要である。特に cryo valve の入り口は L 字型をしており、タンクの底から 47.7 mm だけ高いため (管の内径 8 mm)、これより液面が下がると porous plug で排気されるヘリウムは cryo valve の管の中に残ったものだけになる上、その部分のヘリウムの量や温度が分からなくなる。よって以下の試験結果では、この状態でのヘリウム温度の不定性を避けるため、常にタンクの液面が 5 cm 以上の時のデータを示す。

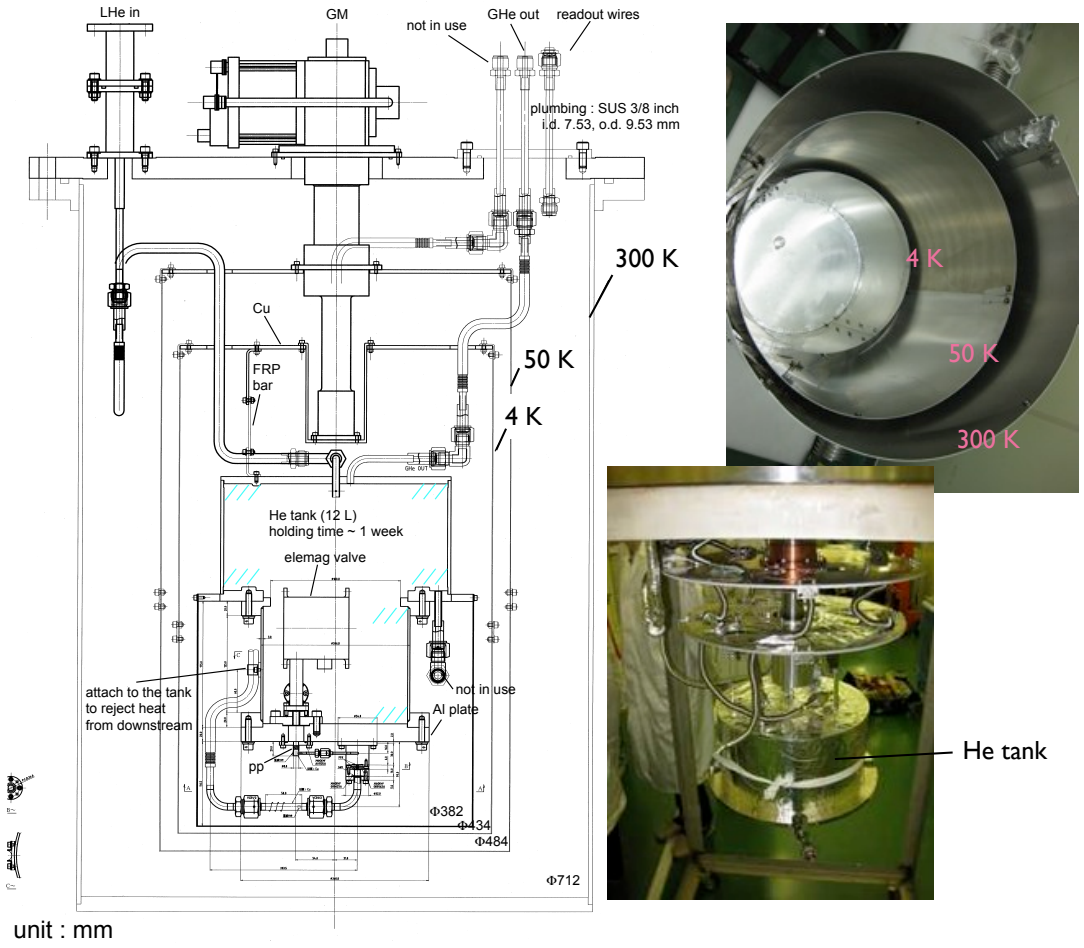


図 6.1: SHI 試験系の図面 (左) および内部の写真 (右)。

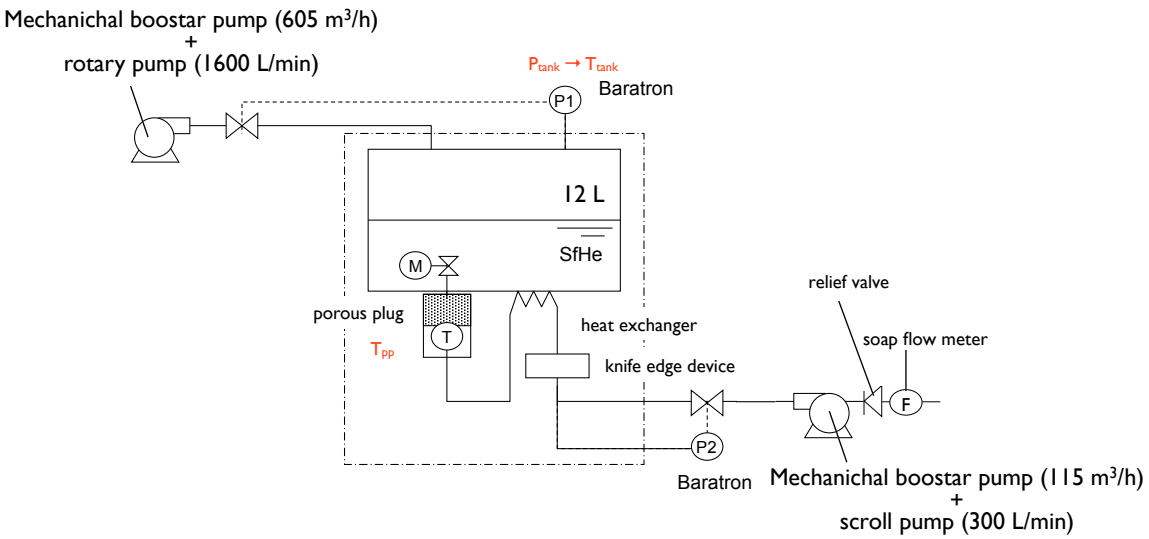


図 6.2: SHI 試験系の模式図。

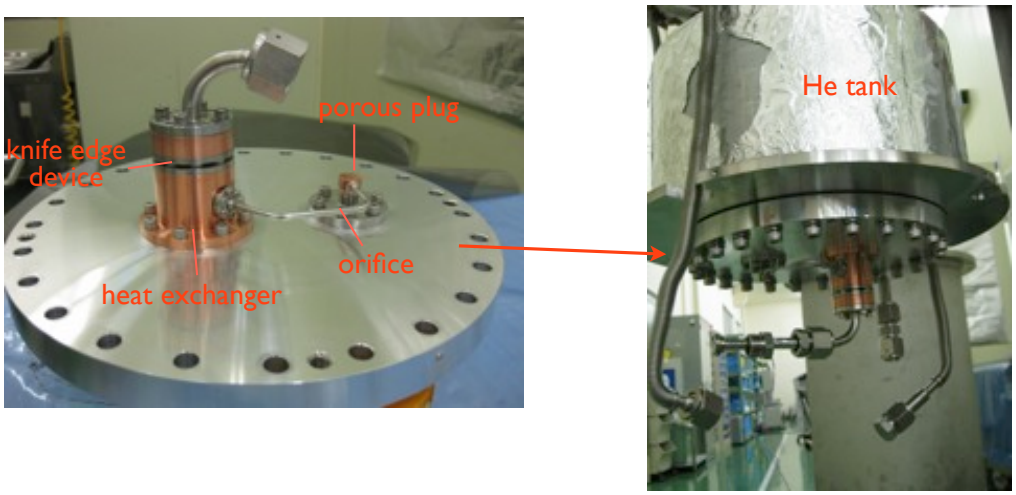


図 6.3: SHI での試験系の模式図。

ヘリウムの流出量は、porous plug 下流側についている mechanical booster pump と scroll pump の前についているバルブの開度 (図 6.2 の P2) を調整することで変化させる。これは porous plug の ΔP すなわち δT コントロールしていることに相当する。つまり、ある一定のヘリウム温度での最小から最大の流出量を調べることができる。最大の圧力差はヘリウムの飽和蒸気圧で決まり、最小の圧力差は液面の静水圧で決まる。

流出量は非常に微少であり、通常の mass flow meter では測定が困難である。そこで原始的な石けん膜流量計を用いた (図 6.2 中の F)。図 6.4 に示す。これは石けん膜が入ってくるガスの体積に応じて、重力に逆らって押し上げられることを利用するもので、ある一定体積の気体が流れてくる時間を測定することで $\sim \mu$g/s という微小な排気流量を測定することができる。ガスの体積は温度によって若干変わるので、石けん膜流量計には図 6.4 のように熱電対を付けて温度をモニタする。目盛の 0 cc から 10 cc まで石けん膜が上昇する時間を t 、その時の石けん膜温度を T とすると、流量 $\dot{m}$ は

$$\dot{m} = \frac{10}{t} \times \frac{4}{22400} \times \frac{273.15}{273.15 + T} \quad [\mathrm{g/sec}] \tag{6.1}$$

と計算できる。例えば、上昇時間 $t = 30$ sec、温度 $T = 30$ C° の場合の流量は約 30 μg/s である。流出量はストップウォッチで最低 3 回測定して平均を取った。

6.3 冷却手順

本試験系の冷却手順としては、porous plug およびフィルムフロー抑制システムをヘリウムタンクの底蓋に取り付け、1 日放置後、ボルトの増し締めを行う。次に底蓋をヘリウムタンクに取り付け、porous plug 下流の排気配管を接続する。この時点でリークがないかをチェックするため、ヘリウムタンクの排気系は閉じて、porous plug 下流を真空引きして、超流動ヘリウム抑制システム部分のリークチェックを行う。

リークチェック後、温度計やその配線を取り付け、常温部で抵抗チェックと cryo valve の開閉の動作チェックを行う。その後、内側からシールドをボルトで固定し、最後にデュワーの最外層 (土管) に固定して完成である。完成したら、真空断熱部の真空引きを開始する。この際に既に真空引きしてあるヘリウムタンクの圧力をモニターして、リークがないかチェックを行う。

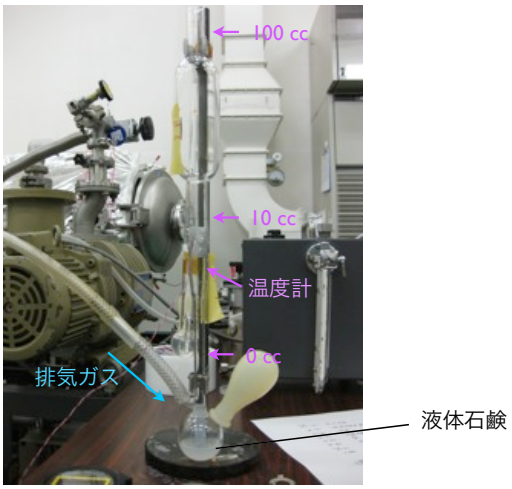


図 6.4: 使用した石けん膜流量計。

このまま一日経つと真空断熱部は 3×10^{-4} Torr になる。その時点でもう一度、porous plug の排気ラインにヘリウムを流し、真空断熱部へのリークがないかチェックを行う。ヘリウムタンクの排気部にも同様の動作を行う。リークがない場合、porous plug 排気ラインの真空引きを開始し、同時に GM 冷凍機を on し、シールド部の冷却を開始する。

30 分程度たった段階で、ヘリウムタンクに液体ヘリウムを 100 L 程度転送する。投入して 30 分くらい経過すると、冷却の吸着により真空断熱部は 1×10^{-6} Torr 程度まで真空度が上がる。このまま一日放置を行い、デュワー全体が冷えるまで待つ。

翌日には転送するヘリウムがなくなっており、ヘリウムタンク温度は約 20 K になっている。その状態でまた新たにヘリウムを転送し、満タンになったら、減圧を開始する。30 分後くらいにタンク内のヘリウムの超流動化がスタートする。この後、ヘリウムタンク排気ラインの圧力を調整し、目的の圧力・温度に設定する。測定開始直後の液体ヘリウム量は約 10 L である。平均的に 100 μg/s の流出量だとすると、この液体ヘリウムは 170 日程度持つことになるが、実際には液面を cryo valve の入り口よりも下げないなどの制限や、1 mg/s クラスの流量を流す試験を行ったりすることで、余分にヘリウムが失われる。実質上、1 週間程度の連続測定が可能である。

6.4 porous plug 単体試験

6.4.1 セットアップ

図 6.5 に porous plug 単体試験でのセットアップを示す。porous plug の上流と下流側との温度差を保つために、porous plug は熱伝導度の低い SUS にスタイキャストで取り付けた。この方法は「あかり」で実績がある。取り付けた様子を図 6.6 に示す。

表 6.1: 必要な物理量とそれを求める方法のまとめ。

必要な物理量	(1) タンク温度	(2) porous plug 下流温度	ΔT	排気量
方法	タンク圧力から換算	RuO_2 温度計でモニタ	(1) − (2)	石けん膜流量計

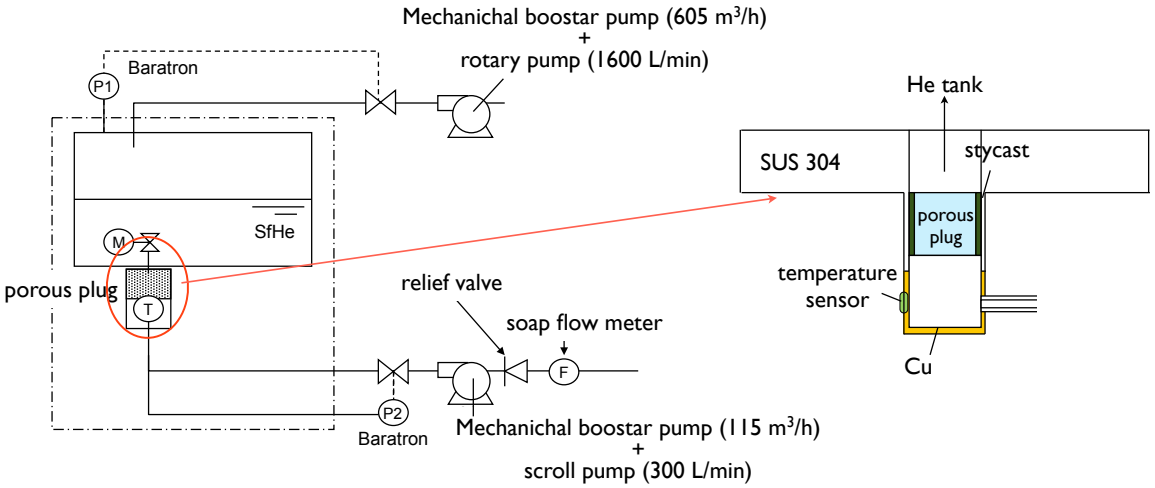


図 6.5: porous plug 単体試験のセットアップ概略図。

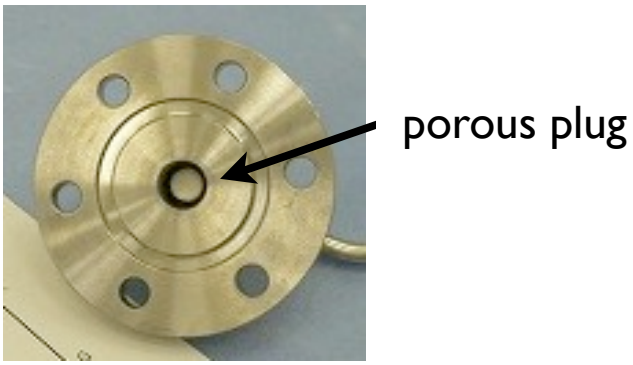


図 6.6: porous plug を SUS 製のケースに取り付けた様子。

porous plug の性能を判断する上で必要な物理量と、測定する物理量を表 6.1 にまとめる。porous plug の性能試験では、2.0 K∼1.1 K へタンク温度を変化させたとき、それぞれのタンク温度で porous plug 下流のバルブの開度を変化させ、porous plug が流すことができる排気量を測定する。同時に、排気量ごとに、タンクと porous plug の下流温度の差 ΔT も測定する。ΔT は、porous plug で相分離させている熱機械効果の大きさを表すだけでなく、後の heat exchanger で蒸発させることができるフィルム量を決めるため、重要なパラメータである。設計ではタンク温度 1.1 K で、排気量 25 μg/s のとき、$\Delta T >$ 50 mK であることが要求値である。

これらの値を得るために測定すべき値は、表 6.1 にまとめたように、タンク温度と porous plug の下流の温度、そして排気量である。タンク温度は、図 6.2 中の P1 にある圧力計で測定した圧力から温度に変換することで得る。porous plug の下流温度は、図 6.3 のように porous plug の下流に銅製の配管を取り付け、そこに酸化ルテニウム温度計を設置することでモニタした。

6.4.2 ヒステリシス

porous plug 下流のポンプのバルブ開度を調整して、流出量を変化させる試験をすると、同じ開度でも流出量が異なるというヒステリシスが見られることが分かっている。これは porous plug 内の液相と気相の境界面の位置によると考えられている。流出量が少ない場合は porous plug のほとんどが液に浸っている状態だと考えられており、流出量が多い場合は porous plug の下流の一部は乾いている状態である。これは過去の実験で、porous plug の下流の圧力が飽和蒸気圧以下であったことから確認されている。境界面の位置はバルブの開度ごとに元に戻せるもので無いので、同じ開度でも流出量が異なるという現象が見られる。ただし、流出量を増加させるか減少させるかには依存するようで、過去の実験では最小流出量から最大流出量まで増加させた時は、最大から最小へと減少させた時よりも全体の流出量が多いことが確認されている。

今回の試験で要求される流出量は 25 μg/s ととても少ない。そのため、ある porous plug に対して最小流出量を調べる際に注意すべき点は、porous plug 全体が液に浸ることである。最小流出量を探すために流出量を減らしていくと、モニタしている porous plug の下流温度とタンク温度との差が減少していく。そしてほぼ等温になる直前の流出量がその porous plug で流すことのできる最小流出量となる。それ以上、流出量を減らすと ΔT がほとんど 0 に等しくなるので、熱機械効果が働かなくなり、porous plug から流出する液体ヘリウムの量が多くなる。つまりバルブの開度が小さいにも関わらず流出量が突然増えだす。このとき、porous plug は液体が全体にしみ込んだ状態だと考えられるので、porous plug の先端を乾かすまで元の流量に戻すことができない。地上試験でこの状態になった場合、porous plug 上流のバルブを閉め、液体ヘリウムの流入を防ぎつつ、下流をポンプで引き続けることで乾かす。あるいは、porous plug の下流に heater をつけておき、それを炊くことで乾かすことが可能である。しかし、軌道上で同じことが起きたときに乾かすことができるかどうかは未定なので、porous plug が完全に濡れた場合に起きる現象を確かめ、対策を考える必要がある。

6.4.3 試験 1：XRS スペア

§3 で述べた通り、SXS では小流出量用と大流出量用の 2 種類の porous plug を持つのがベースラインとなっている。その両方の候補となっているのが、XRS のスペアである。仮に両方の流出量を余裕を持ってまかなえる場合、1 つの porous plug で十分となり、排気系を簡略化できるメリットがある。

使用した porous plug は XRS で使用したものと全く同じタイプで、直径 8.9 mm、厚さ 6.3 mm、浸透率 8.7×10^{-14} m^2 で、材質は sintered stainless steel である。タンク温度を 2.0 K、1.7 K、1.5 K、1.3 K、1.1 K に変え、それぞれの温度で porous plug の下流にあるバルブの開度を最大から最小、また最大へと戻したときの流量を測定した。

結果を図 6.7 に示す。ヒステリシスは過去文献と一致し、右上の点から時計回りになっている。グラフより、タンク温度が 2.0 K での最大流量は ∼ 2.5 mg/s で、タンク温度 1.3 K では ΔT =∼50 mK のとき、∼ 200 μg/s という結果になった。またタンク温度 1.14 K で流出量 155 μg/s となり、ΔT =∼70 mK である。すなわち、この XRS スペア porous plug では小流出量、大流出量ともに要求を満たさない可能性が高いことが分かった。小流出量のテストではフィルムフォローによるロスが含まれるものの、その寄与は 50 μg/s と見積もられ、それを差し引いても 1.14 K で流出量 100 μg/s となり、要求を満たさない。

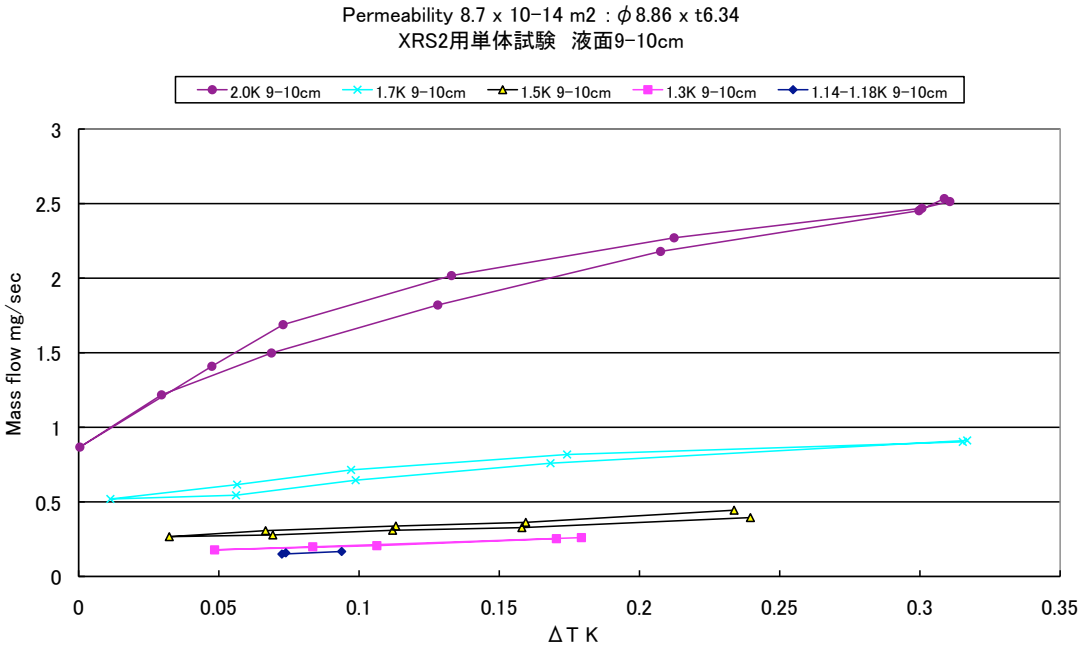


図 6.7: XRS スペアでの流出量試験の結果。

6.4.4 試験 2 : SHI 小流出量 porous plug 試作品

XRS スペアと平行して、次に SHI 製の「あかり」用に開発された porous plug と同タイプのものテストした。まず「あかり」の開発中にできた小流量のサンプル (直径 20 mm、厚み 5 mm、浸透率 1.8×10^{-15} m^2、sintered alumina 製) で流出量試験を行った所、図 6.8 左のようにタンク温度 1.28 K で、98 μg/s という結果が得られた。すなわち、予定よりも流出量が大きい。

流出量は porous plug の浸透率に比例し、厚みに反比例するので、98 μg/s という値を 1/4 倍にすべく、面積を 1/2 倍にし、厚みを 2 倍にした新たなサンプルを試作した。この porous plug (直径 14 mm、厚み 10 mm) の試験結果は、図 6.8 右のように、タンク温度 1.27 K で 89 μg/s となり、変わらなかった。

これらの結果から porous plug の透過率を最初にテストした「あかり」サンプルの 1/2 倍、面積をの 1/10 倍にして流出量を極端に減らすよう、直径 6mm、厚さ 5 mm の porous plug を試作して、同様の試験を行った。結果を図 6.9 に示す。図から分かるとおり、タンク温度 1.26 K で 41 μg/s という結果が得られた。この値はこれまで測った、porous plug 単体として最小のものである。今、porous plug の流量は温度と共に下がるため、1.15 K で試験すれば (この試験時にはまだ 1.1 K 付近まで温度が下げられなかった)、小流出量になると期待される。また単体ではフィルムフローフィルムの余分なロスが含まれることから、やはり 1.15 K でフィルム抑制システムを組み合わせれば、目標の ∼25 μg/s、$\Delta T > 50$ mK が期待できる。

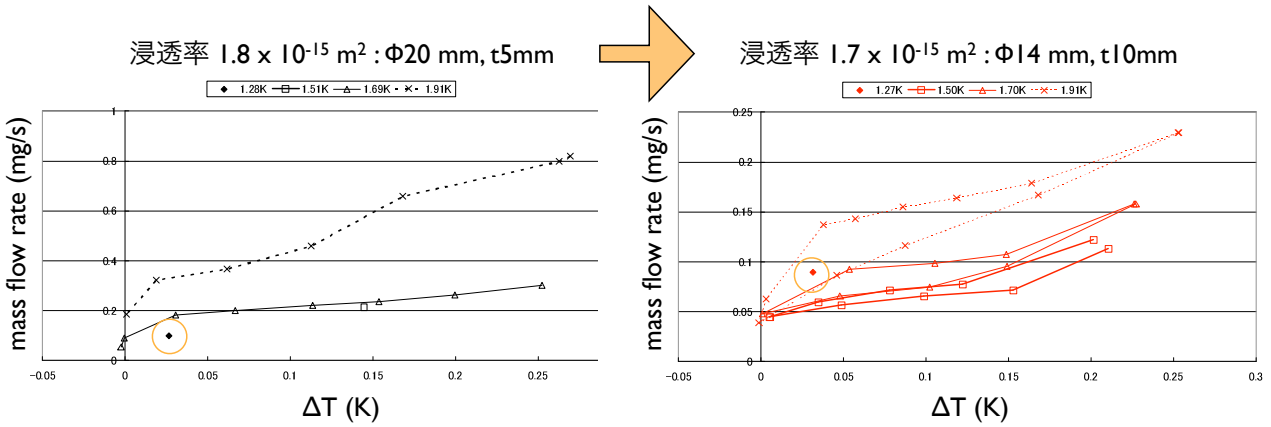


図 6.8: 小流出量用の porous plug による流出量試験の結果。左が「あかり」スペアの結果。右は、左の結果から流出量 1/4 倍を目指して作られた porous plug での試験結果。どちらもタンク温度 ∼ 1.3 K での流出量は 90∼100 μg/s となった。

6.5 porous plug + フィルム抑制システム試験

6.5.1 セットアップ

フィルム抑制システムの試験では、porous plug 下流に SXS と同様に orifice、heat exchanger、knife edge device から成る抑制システムを設置し試験する。フィルムフローの抑制は、porous plug 単体試験と同様のタンク温度、ΔT での流出量を比較することで、間接的に推定することができるが、ここではさらに積極的に抑制システムの下流の配管に heater と温度計を取り付けて、実際にフィルムフローの流量を測定することで見積もる。

今、heater 設置部にフィルムがあった場合、heater による熱はフィルムの蒸発に使われることになり、heater 設置部の温度はあまり変わらない。さらに heater power を増やしていくと、フィルムフローの流出量を蒸発するだけのパワーを境に、温度が上昇しはじめるはずで、ここからフィルムフローを見積もることができる。同様のシステムは XRS の porous plug + フィルムフロー抑制システムの試験でも用いられ、XRS では < 1 μg/s が実証されている。図 6.10 に具体的なセットアップを示す。フィルムの有無を調べるために、無酸素銅製の配管を設置し、その配管上に ϕ0.1 mm、長さ 15 cm のマンガニン線を巻き付けた heater と酸化ルテニウム温度計を接着した。heater 電源には直流電圧 / 電流発生器 YOKOAGAWA 7651 を使用した。

なお今回の試験を行った際には、knife edge device の接着・熱サイクルテスト (§5) で割れがないことが実証されていなかったため、まずは knife edge device 無しでのフィルム量測定を行った。ただし、それ以外は図 6.10 のように実際の SXS と同様に、heat exchanger の下流にはインバーフランジと無酸素銅製のケースに入れた contamination filter を取り付けている。

6.5.2 リーク問題

2009 年 12 月に上述のセットアップで冷却試験を始めたところデュワーの真空断熱部の真空度が悪化する問題が発生した。冷却を始めてしばらくすると、真空度が 10^{-7} Torr から 10^{-5} Torr まで一気に悪くなる。その後、徐々にもとの真空度に回復するものの、しばらくするとまた一気に真空度が悪くなる、というサイクルを繰り返した。

真空度の悪化から、どこかにリーク箇所があることは確かだと考えられたが、真空度が悪化し続けるのでは無く、周期的に回復と悪化を繰り返すことからヘリウムの微量なリークが原因だと考えられた。

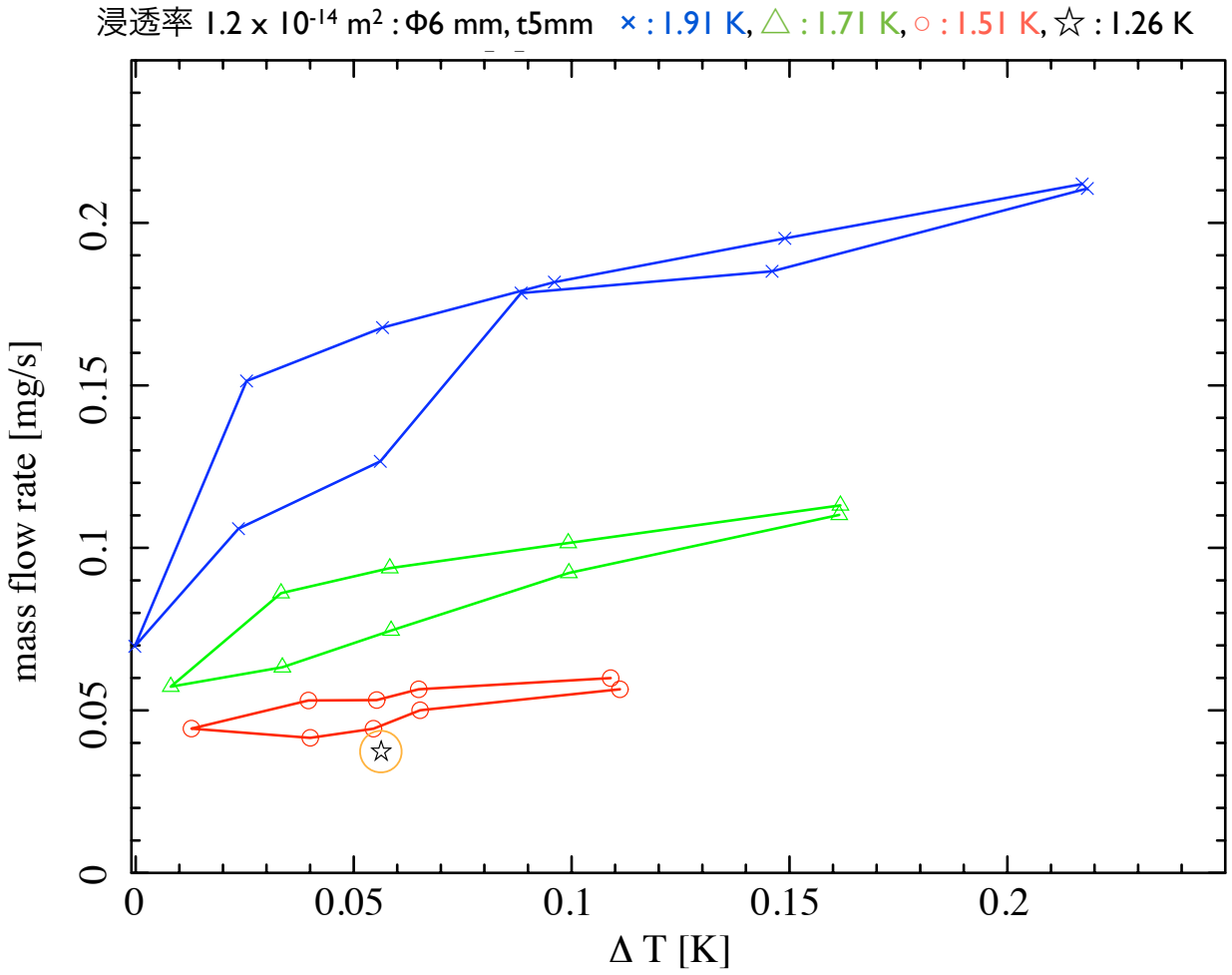


図 6.9: 小流出量を目指し、サイズダウンした porous plug での試験結果。測定点は右上から時計回り。

微量なリークだった場合、はじめはタンクなどの表面に吸着しているが、吸着量が多くなると超流動化し、フィルムが高温部へ移動し蒸発すると突然に真空度が悪くなったように見える。そしてまた少しずつリークしたヘリウムがタンクなどの壁に吸着して、ということを繰り返すことで先に述べた現象を解釈できた。

リーク箇所を特定するために常温に戻してのリークチェックを行ったところ、インバー製のフランジ (後にスーパーインバーであることが発覚、§5.5.1 を参照) と銅製の heat exchanger の接合部、同じくインバー製フランジ (実際はスーパーインバー)　と銅製 contamination filter ケースの接合部でリークが見つかった。このリーク箇所は冷却試験前にリークチェック済みの場所だが、念のためボルト (SUS 製) を締め直し、常温でリークが無いことを確認してから窒素温度まで冷却してみたところ、またリークが起きた。リークが起きている箇所はいずれもインバー (実はスーパーインバー)–銅の接合部で、それぞれインジウムコーティングされた SUS 製の metal O-ring で密着させ、閉じていた。XRS では全ての接合部はインジウムシールにより閉じていたことから、リーク箇所のみインジウムシールに変更した。その結果、常温から窒素温度までの冷却を 3 回行い、リークが無いことを確認できた。図 6.11 に最終的な試験系のシール法を示す。

なお §5.5.1 で述べたように、リークが起きていたときに使用していたフランジはスーパーインバー製であることが判明したため、以下に述べる試験ではインバー製のフランジに変えて行った。なお、この際にインジウムシールを用いており、今の所リークは無い。

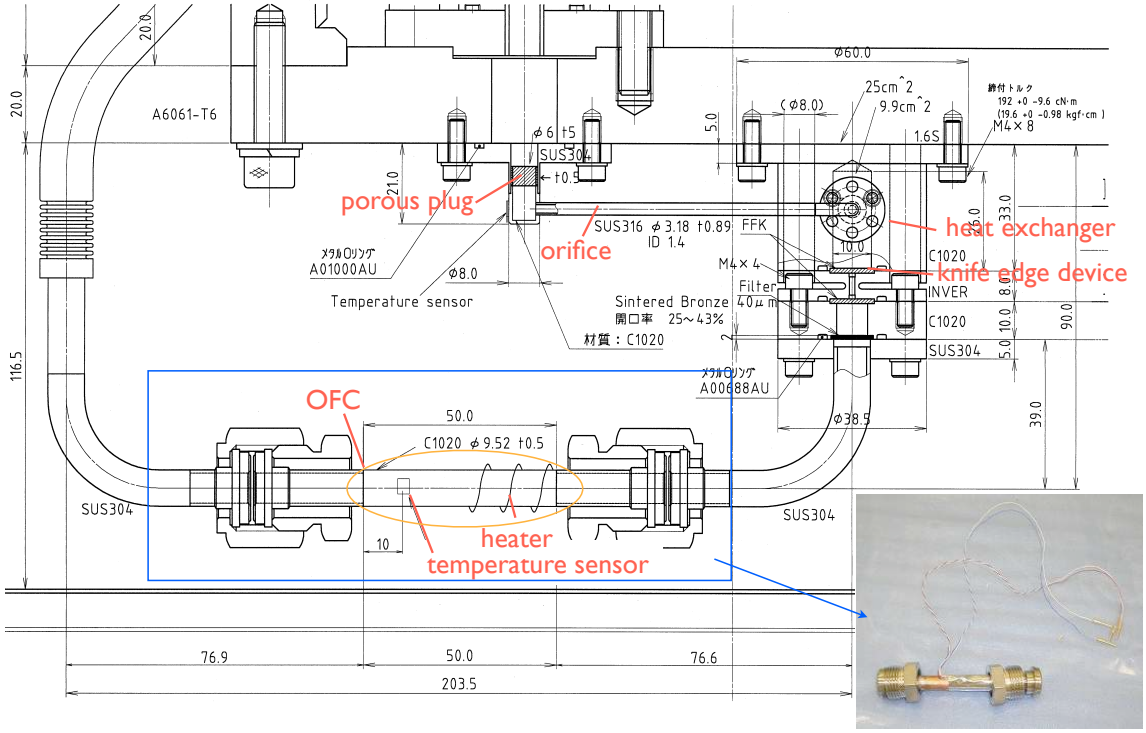


図 6.10: SHI フィルムフロー評価セットアップ。

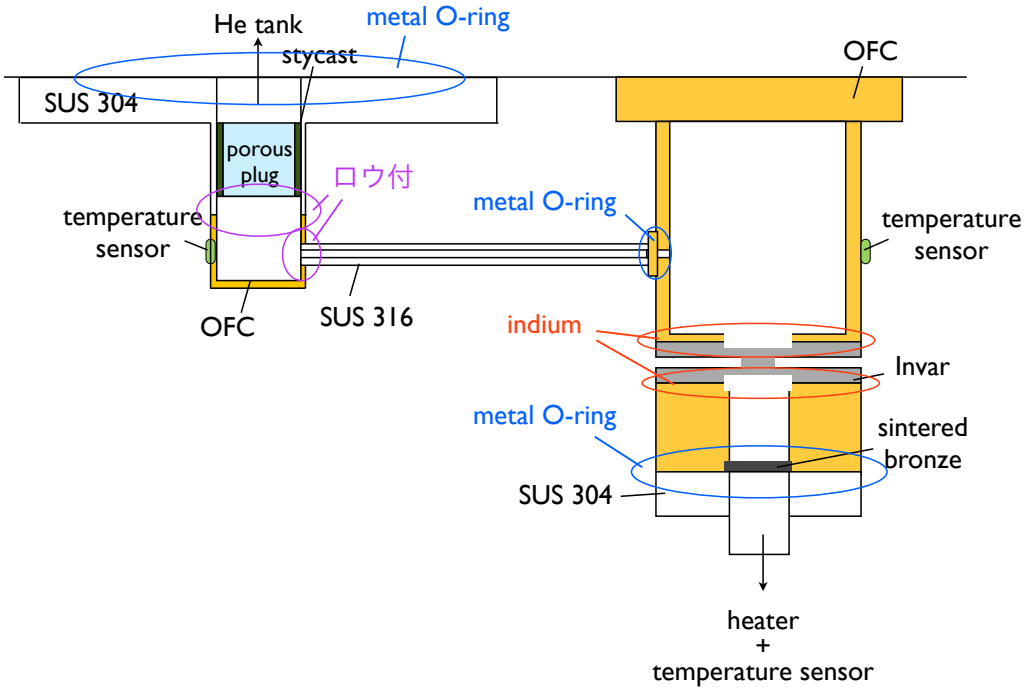


図 6.11: SHI 試験系の各コンポーネントの接合部とその方法のまとめ。

6.5.3 試験：XRS スペア + orifice + heat exchanger

XRS スペアの porous plug に対して、タンク温度を 1.1 K として porous plug 下流のバルブの開度を変化させて流出量測定を行った。結果を表 6.2 に示す。

表 6.2: タンク温度 1.1 K での流出量試験。

バルブ開度	タンク底	流出量
100%	1.102 K	41.8 μg/s
20%	1.098 K	38.4 μg/s
15%	1.102 K	41.4 μg/s
14%	1.102 K	39.3 μg/s
11.5%	1.093 K	37.4 μg/s
10.5%	1.098 K	35.3 μg/s
11.5%	1.102 K	36.9 μg/s
14%	1.098 K	36.8 μg/s
18%	1.098 K	37.2 μg/s
25%	1.106 K	41.5 μg/s
45%	1.098 K	36.4 μg/s
100%	1.089 K	39.1 μg/s

タンク温度 1.1 K での最小流出量は ~ 35 μg/s となり、フィルムフロー抑制デバイスを付けても XRS のスペア porous plug では要求値である 25 μg/s は満たせていない。ただし、この際の porous plug の温度差 ΔT は porous plug 下流の温度計のキャリブレーションが 1.08 K 以下ではまだのため求まっていない。ただし、温度計の抵抗値が 1.08 K の値よりも上のため、$\Delta T > 10$ mK と見積もられる。

次に確認のため、最小流出量 (開度 10.5%) のフィルムフロー量の測定を行った。設計値では通過するフィルム量は最大で、orifice の内径で決まる 8 μg/s となるので、フィルム量の測定には 1 μg/s の精度が要求される。1.1 K でのヘリウムの潜熱は ~ 80 J/mol なので、$1\mu\text{g} = 20$ μW となる。よって、20 μW 刻みにフィルム量を測定することにした。結果を表 6.3 と図 6.12 に示す。

表 6.3: タンク温度 1.1 K で、porous plug 下流のバルブ開度 10.5% のときのフィルム量測定の結果。

heater[μW]	0	20	40	60	80	100	120	160	200
heater 温度 [kΩ]	32.78	32.61	32.43	32.18	31.9	31.44	30.27	25.56	22.45

heater の温度をモニタしている酸化ルテニウム温度計は抵抗値から温度への校正が済んでいないので正確な温度上昇時は分からないが、抵抗値と温度が線形だと仮定すると約 100 μW あたりから急激な温度上昇が見られた。よって、フィルム量に換算すると約 5 μg/s のフィルムが heat exchanger から流出したと考えられる。orifice の径で決まるフィルム量 8 μg/s が heat exchanger へ流れ込んだとすると、heat exchanger では ~ 3 μg/s のフィルムが蒸発したことになる。この時のヘリウムタンクと porous plug 下流温度の差 ΔT は、porous plug 下流温度計の校正が 31.14 kΩ = 1.085 K まで済んでいないので ΔT >10 mK となる。仮に $\Delta T = 10$ mK だった場合、heat exchanger の熱伝導度は 6 mW/K となり、要求値の 50 mW/K を満たしていないことになる。この結果は温度計のキャリブレーションを正確に行ってから再度見直して、熱接触がどのくらい不十分かを検証する予定である。

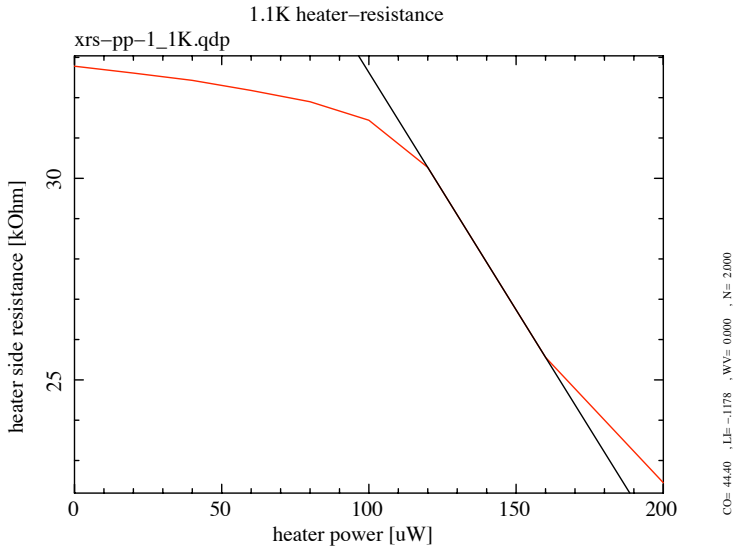


図 6.12: タンク温度 1.1 K、最小流量時の heater power と heater 温度計 (抵抗値) の関係。

確認のため、温度差が十分付いている状態でのフィルムフロー量を量るべく、porous plug 下流温度計のキャリブレーションが済んでいる温度範囲へと変更して試験を行った。タンク温度は 1.3 K とした。まず流出量の結果を表**??**と図 6.13 に示す。温度によって、流量が上昇しており、ほぼ全範囲で十分な $\Delta T > 50$ mK が得られていることが分かる。

表 6.4: タンク温度 1.3 K での流出量試験

バルブ開度	タンク底	porous plug 下流	ΔT	流出量
100%	1.305 K	1.146 K	159 mK	152.6 μg/s
40%	1.305 K	1.146 K	159 mK	152.2 μg/s
25%	1.305 K	1.158 K	147 mK	151.6 μg/s
15%	1.305 K	1.169 K	136 mK	144.8 μg/s
12%	1.305 K	1.169 K	136 mK	142.5 μg/s
9%	1.305 K	1.185 K	120 mK	135.6 μg/s
6%	1.305 K	1.209 K	96 mK	126.0 μg/s
5%	1.305 K	1.282 K	23 mK	120.6 μg/s
9%	1.305 K	1.202 K	103 mK	190.1 μg/s
20%	1.305 K	1.158 K	147 mK	201.6 μg/s
100%	1.288 K	1.136 K	152 mK	196.3 μg/s

今、1.3 K でのヘリウムの潜熱は ~ 86 J/mol $= 21.5$ μW/μg である。よって orifice から流出であろうフィルム量 8 μg/s 全てを蒸発させるには、172 μW が必要となる。上述のように、タンク温度 1.1 K でのフィルム量測定の結果から heat exchanger の熱伝導度は >6 mW/K と見積もられたので、少なくとも ΔT が ~ 30 mK あれば全てのフィルムを蒸発させることができるはずである。そこで開度 100% のとき、つまり ΔT >150 mK のときにフィルム量測定を行い、全てのフィルムが蒸発していることを確認した。結果を表 6.5 と図 6.14 に示す。

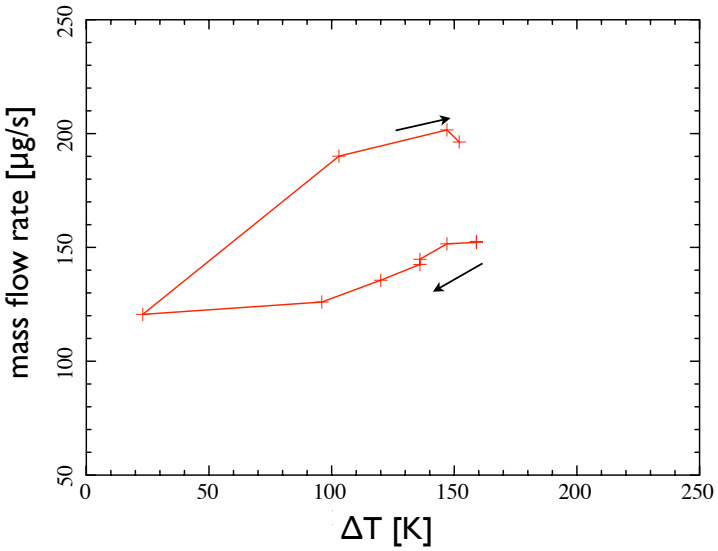


図 6.13: タンク温度 1.3 K での流出量試験の結果。

1.1 K での結果と異なり、明らかに heater power に比例して抵抗値が下降 (つまり温度は上昇) しており、全てのフィルムが heat exchanger で蒸発されていたことを示唆する。すなわち、原理的に orifice と heat exchanger でフィルムフローを抑制することができることが確認できた。

表 6.5: タンク温度 1.3 K で、porous plug 下流のバルブ開度 100% のときのフィルム量測定の結果。

heater[μW]	20	40	60	80	100	120	140	160
heater 温度 [kΩ]	31.43	31.41	31.40	31.39	31.38	31.38	31.36	31.36
heater[μW]	180	200	220	240	260	280	300	350
heater 温度 [kΩ]	31.34	31.32	31.32	31.30	31.29	31.28	31.27	31.24
heater[μW]	450	600	800	1000	1500	2000		
heater 温度 [kΩ]	31.20	31.12	31.05	30.95	30.74	30.62		

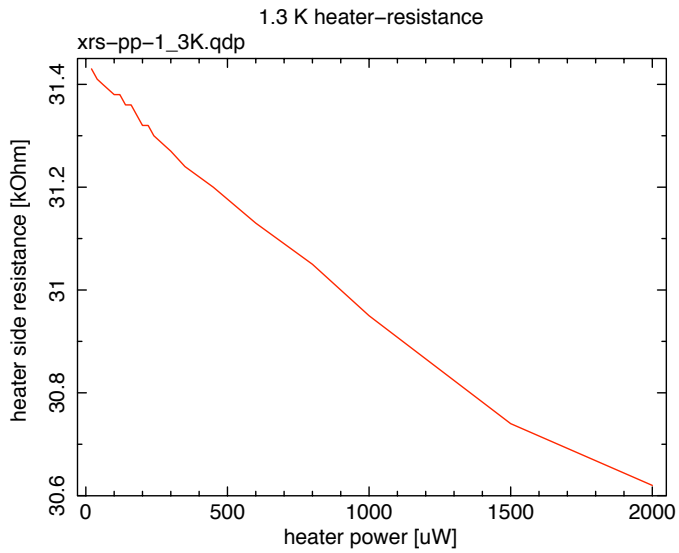


図 6.14: タンク温度 1.3 K、最大流量時の heater power と heater 温度計 (抵抗値) の関係。

6.6 今後の予定

今後の予定を以下にまとめる。

- 温度計のキャリブレーション： これまでの結果を正確に評価するために、porous plug、heat exchanger や heater に取り付けた酸化ルテニウム温度計のキャリブレーションを行う。温度計の校正は porous plug の下流配管をヘリウムタンクへと戻し、配管全体を液体ヘリウムで浸して行っている。porous plug 下流温度計のキャリブレーションが難しい理由は、タンクの温度を 1.08 K 以下にできていないためであり、タンクを減圧しているポンプの排気量を上げたり、排気管を太くするなどして、1.08 K 以下の温度校正もできるようにする予定である。

- SHI 小流出量用 porous plug + フィルム抑制システムの試験： また SHI 小流出量用 porous plug を knife edge device まで含めたフィルム抑制システムと組み合わせ、要求される 25 μg/s、ΔT >50 mK が得られているか、またその際にフィルムフローの流出量が < 1 μg/s となっているかを確かめる。

- 静水圧問題： 現在のセットアップでは、ヘリウムが porous plug の上に最低 5 cm はあるため、静水圧 ($\sim$ 0.11 Torr/cm) による影響が無視できない。もし仮に小流出量の試験に支障が出た場合、液体ヘリウムの液面はもっと低くしなくてはいけない。そこで静水圧の影響を受けないようなセットアップも検討している。XRS では液体ヘリウムタンク (大) の中にタンク (小) を取り付け、小さなタンクの下に今回のセットアップのように porous plug 等を設置する。液体ヘリウムはタンク (小) の中へタンク (大) の壁を伝ってフィルムフローとして侵入し、非常にわずかなヘリウムしか、porous plug の上には溜まらない。

- SXS プロトタイプ porous plug デザインの決定： 本修論の結果から XRS スペア porous plug では SXS で要求される小流出量、大流出量ともに満たさない可能性が高い。一方で、SHI 小流出量用試作品は必要とされる値に近い性能を発揮しており、上で述べた通り、フィルム抑制システムと組み合わせて、必要条件を満たすか判断し、必要に応じてサイジングを行うことで、最終的な小流出量用としたい。

  大流出量用 porous plug に関しては、§3.3.3 で述べた通り、「あかり」の大流出量用のスペアが使用可能だと思われるため、それをテストする。

- SXS プロトタイプデュワーでの試験： 要求を満たす最適な porous plug は SXS のプロトタイプ (PM) デュワーと組み合わせて、本番セットアップで試験を行う。これにより、より軌道上に近い配管インピータンスや温度条件での試験を行い、実際に可能なタンクの到達温度、そこでの流出量、δT を正確に測定する。

- 過渡・特殊状況の考察と試験： 以上の porous plug 開発の元となっているのは SXS の定常もしくは初期状態での熱流入見積もりである。しかし、これらに不定性があり、仮に予想より小流出量となったとすると、$\Delta T = 0$ mK となり、Castles's catastrophe すなわちヘリウムの全損が起きる可能性がある。そこで SHI 試験系や PM デュワーでヘリウムタンクを 1.15 K よりも過冷却したり、流量を絞ったりというテストを行い、小流量の極限で何が起こるか、またヘリウムの全損が実際に起きるか、防ぐすべはないか、を確かめる。

  これと全く逆の状況として、予想よりも大流量だった場合には、porous plug が必要流出量を排気できず、SXS のヘリウムタンク温度が上昇し、最悪の場合、タンクの内圧が上がって、バーストディスクが破裂し、観測不能に陥る。そのため、見積もりに対してある程度のマージンを持っておくことが重要であり、SHI や PM の試験では大流量極限での流出量もきちんと測定する。

さらに平行して、打ち上げから定常運用に至るまでの状況でのタンク温度と初期の流出量、また定常運用中に起こりうる事故やミスオペレーションによる流出量変化についても考察し、SXS チームに注意を喚起すると共に、冷却系全体のデザインにフィードバックを行う。

第7章　まとめと今後の予定

7.1　まとめ

本修士論文では、ASTRO-H 搭載の SXS で使用する液体ヘリウムの目標寿命 5 年を達成するために、ヘリウムの相分離を行う porous plug および、超流動ヘリウムのフィルムフローによる流出を抑制するデバイスのデザインとその性能試験を行った。また、フィルムフロー流出抑制デバイスの 1 つである knife edge device 開発のプロセスフローの確立、および熱サイクル試験環境の立ち上げから試験まで行った。

SXS の porous plug に対する要求は、タンク温度 1.1 K で 25 μg/s、2 K で 3 mg/s の排気ができることである。そこで大・小流出量ともに要求を満たす porous plug を 1 つ持つ、あるいは大流出量用と小流出量用の 2 つの porous plug を持つかを検討した。そして SHI と協力して、直径 8.9 mm、厚さ 6.3 mm、材質 sintered stainless steel の XRS のスペア porous plug 単体で流出量試験を行った。タンク温度 1.3 K ではタンクと porous plug 下流の温度差 ΔT ∼50 mK のとき、∼ 200 μg/s になり、タンク温度 2.0 K での最大流出量は ∼ 2.5 mg/s という結果となった。この結果は XRS スペアでは要求される大・小流出量ともに満たさない可能性が高いことを示唆する。そこで小流出量用として新たに SHI が試作した直径 6 mm、厚さ 5 mm、材質 sintered alumina の porous plug について同様の流出量試験を行った。その結果、タンク温度 1.26 K で 41 μg/s となった。これは porous plug 単体の試験であったため、フィルム流出量を含んだ値になっている。よって、フィルムフローを抑制した上で必要な流出量と $\Delta T > 50$ mK が達成できるかをチェックする予定である。

またフィルムフロー流出抑制デバイスの試験も行った。使用したデバイスは、SUS 製の内径 1.4 mm、長さ 30 mm の orifice (細管) と無酸素銅製の中空シリンダーから成る heat exchanger であった。heat exchanger の下流に heater と 温度計を取り付け、heat exchanger から流出したフィルムフローを heater で蒸発させ、その間の温度上昇をモニタすることでフィルムフロー量を測定した。その結果、タンク温度 1.3 K で ΔT >150 mK のとき、フィルムフローはほぼ 0 μg/s であることが確認でき、原理的にこの方法でフィルムフローを抑制できることが分かった。

表 7.1: 結果のまとめ

	タンク温度	流出量
XRS スペア porous plug+フィルムフロー抑制	1.3 K	∼ 130 μg/s
XRS スペア porous plug	2.0 K	∼ 2.5 mg/s
小流出量用 porous plug	1.3 K	∼ 40 μg/s

フィルム流出抑制デバイスの一つ knife edge device は自ら製作プロセスを立ち上げ、試作品を評価した。そして要求する <10 nm の鋭いエッジを持つデバイスの開発に成功した。また、自作した knife edge device をエポキシでインバー製のフランジに接着しての熱サイクル試験系を立ち上げ、常温から窒素温度まで ∼ 3 時間で冷却できるように冷却速度の最適化をして、試験を行い、1 回の冷却サイクルでは割れができないことを確認した。

7.2 今後の SXS 開発予定

各項目の今後の課題については、それぞれの章末で述べたので、ここでは衛星搭載に向けた大まかなスケジュールを述べる。表 7.2 にまとめたように、2010 年上旬に ASTRO-H PDR (Prototype Design Review) が行われ、無事審査を通過した場合、検出器やデュワーなど各コンポーネントの PM (prototype model) 製作が始まる。

PDR 終了後おおよそ 1 年半かけ、SXS PM デュワーの製作が終了し、検出器まで組み込んだ状態での性能評価・振動試験などが行われる予定である。私が担当する超流動ヘリウム抑制システムも PM 用に新たに製作し、PM 用デュワーに組み込まれる予定である。

PM の試験結果を踏まえ、最終的なデザインの確認をする CDR (Critical Design Review) が行われ、これに通過すれば、いよいよ実機 FM (Flight Model) の製作開始となる。予定では CDR 後、約 1 年半後に FM が完成し、冷却や振動などの様々な性能試験を行った後に、2014 年に打ち上げられる。

私はこれらの各試験に主導的に参加し、開発をリードしたい。そして必ずしや SXS を成功させ、世界で初めての X 線マイクロカロリメータによる天体のスペクトルの解析を行いたいと (ちょっと) 思っている。

表 7.2: SXS の開発スケジュール。

日付	作業内容
2010/上半期	PDR 終了。PM 製作開始。
2011/下半期	PM 完成。冷却性能試験 → 振動試験 → 冷却性能試験。
2012/上半期	CDR (Critical Design Review) 終了。FM 製作開始。
2013/下半期	FM 完成。冷却性能試験。
2014/上半期	打ち上げ。

付 録A　製作のまとめ

A.1　完成したデバイスのまとめ

表 A.1: でき上がった深さ 100 μm のデバイス状況 (edge 数多い=28 本、中=18 本、少ない=12 本)

ウェハ名	ID (エッジ数)	状況
L1W2	1 (多い)	edge うねり。ピラニア洗浄、AFM 観察済み。(to SHI)
L1W2	2 (多い)	ピラニア洗浄、SEM・AFM 観察済み。貫通穴あり。
L1W2	3 (多い)	edge うねり。ピラニア洗浄済み。(to SHI)
L1W2	4 (多い)	ピラニ洗浄。済み状態良好。ア
L1W2	5 (多い)	レジストあり。
L1W2	6 (少ない)	ピラニア洗浄、SEM 観察済み。貫通穴あり。
L1W2	7 (少ない)	レジスだらけ。トピラニア洗浄済み。(to SHI)
L1W2	8 (少ない)	ピラニア洗浄。デバイス破損。
L1W2	9 (中)	端にキズあり。ピラニア洗浄済み。(to SHI)
L1W2	10 (中)	ピラニ洗浄済み。状態良好。
L1W2	11 (中)	レジストあり。
L1W2	12 (中)	レジストだらけ。
L1W5	5 (少ない)	SEM 観察済み。レジストあり。
L1W5	6 (少ない)	SEM 観察済み。貫通穴あり。
L1W5	7 (少ない)	端に欠けあり。ピラニ洗浄済み。ア
L1W5	11 (多い)	edge に汚れあり。ピラニア洗浄、SEM 観察済み。
L1W5	12 (多い)	SEM 観察済み。貫通穴あり。ピラニ洗浄済み。(to SHI)
L1W5	13 (多い)	ピラニア洗浄、SEM 観察済み。(to SHI)
L2W1	1 (中)	リソ失敗。余計な KOH 穴あり。光学写真あり。ピラニア洗浄、SEM 観察済み。
L2W1	2 (多い)	ピラニア洗浄、SEM 観察済み。(to SHI)
L2W1	3 (多い)	ピラニ洗洗浄済み。
L2W1	4 (少ない)	SEM 観察済み。貫通穴あり。
L2W1	5 (少ない)	SEM 観察済み。貫通穴あり。
L2W1	6 (多い)	リソ失敗。光学写真あり。ピラニア洗浄、SEM 観察済み。(to SHI)
L2W1	7 (中)	リソ失敗。edge 変。光学写真あり。ピラニ洗浄、、SEM 観察済み。(to SHI)
L2W1	8 (中)	リソ失敗。edge 変。ピラニア洗浄、SEM 観察済み。(to SHI)

付 録B　測定結果表

B.1　試験系シール部分のまとめ

SHI 試験系の各コンポーネント接合部の材質、ねじ切り側、metal O-ring やインジウムワイヤの溝、ベルビルワッシャーの有無をまとめる。ネジは全て SUS 製。ワッシャーの有無はネジで挟み込む材質 (ネジ切りをしない方) による。SUS 製のネジに対して、熱収縮率が大きな材質の場合、低温に達したときにネジ止め部との間に隙間が生じ、リークの元になる。逆に、SUS 製ネジに対して熱収縮率が小さな材質の場合は、ネジの方が縮むので、むしろ接合部が締まる方に働くのでワッシャーは必要ない。以上の概念に基づき、シール部の加工を施している。

1	2	ねじ切り側	O-ring 溝	ワッシャーの有無
タンク (Al)	pp ケース (SUS)	1	2	なし
orifice (SUS)	hx (Cu)	2?	1?	なし
hx (Cu)	タンク (Al)	2	なし	必要
hx (Cu)	フランジ (invar)	1	1	なし
フランジ (invar)	filter case (Cu)	2	1	なし
filter case (Cu)	SUS	1?	1	なし

B.2　XRS spare porous plug + orifice + heat exchanger

B.2.1　タンク温度 1.1 K 排気量試験

タンク温度 1.1 K での排気量測定で得られたデータのまとめ。全て校正前の生データを表す。それぞれ、タンク底が porous plug 上流の温度で、タンク圧力が減圧しているポンプでの圧力。この圧力値からタンク温度へ変換している。pp ケースが porous plug 下流温度を示し、hx は heat exchanger の温度、石けん膜温度は石けん膜流量計に取り付けた温度計の値で、排気量は石けん膜流量計で測定した排気量を示す。

B.2.2　タンク温度 1.1 K フィルム量測定

タンク温度 1.1 K でのフィルム量測定時の生データを表 B.2 に示す。

B.2.3　タンク温度 1.3 K 排気量測定

タンク温度 1.3 K での排気量測定時の生データを表 B.3 に示す。

表 B.1: タンク温度 1.1 K での排気量測定

バルブ開度	タンク底	タンク圧力	pp ケース	hx	石けん膜温度	排気量
100%	31.47 kΩ	0.30 Torr	32.75 kΩ	32.88 kΩ	28.1 °C	41.8 μg/s
20%	31.58 kΩ	0.28 Torr	32.72 kΩ	32.82 kΩ	28.8 °C	38.4 μg/s
15%	31.50 kΩ	0.29 Torr	32.52 kΩ	32.58 kΩ	29.3 °C	41.4 μg/s
14%	31.51 kΩ	0.29 Torr	32.50 kΩ	32.56 kΩ	29.3 °C	39.3 μg/s
11.5%	31.62 kΩ	0.28 Torr	32.48 kΩ	32.51 kΩ	28.7 °C	37.4 μg/s
10.5%	31.55 kΩ	0.29 Torr	32.36 kΩ	32.39 kΩ	28.9 °C	35.3 μg/s
11.5%	31.44 kΩ	0.30 Torr	32.29 kΩ	32.34 kΩ	29.1 °C	36.9 μg/s
14%	31.54 kΩ	0.29 Torr	32.48 kΩ	32.54 kΩ	29.1 °C	36.8 μg/s
18%	31.53 kΩ	0.29 Torr	32.58 kΩ	32.65 kΩ	28.9 °C	37.2 μg/s
25%	31.42 kΩ	0.30 Torr	32.60 kΩ	32.69 kΩ	28.9 °C	41.5 μg/s
45%	31.76 kΩ	0.27 Torr	32.88 kΩ	32.99 kΩ	28.7 °C	36.4 μg/s
100%	31.74 kΩ	0.27 Torr	32.91 kΩ	33.04 kΩ	28.9 °C	39.1 μg/s

表 B.2: タンク温度 1.1 K、porous plug 下流バルブの開度 10.5% のときのフィルム量測定

heater power	タンク底	タンク圧力	pp ケース	hx	heater 温度	石けん膜温度	排気量
20 μW	31.68 kΩ	0.28 Torr	32.43 kΩ	32.46 kΩ	32.63 kΩ	29.3 °C	34.7 μg/s
40 μW	31.64 kΩ	0.28 Torr	32.41 kΩ	32.44 kΩ	32.43 kΩ	29.6 °C	33.8 μg/s
60 μW	31.61 kΩ	0.28 Torr	32.39 kΩ	32.43 kΩ	32.19 kΩ	29.5 °C	34.2 μg/s
80 μW	31.59 kΩ	0.28 Torr	32.37 kΩ	32.41 kΩ	31.90 kΩ	29.6 °C	37.2 μg/s
100 μW	31.56 kΩ	0.29 Torr	32.35 kΩ	32.39 kΩ	31.44 kΩ	29.8 °C	35.6 μg/s
120 μW	31.54 kΩ	0.29 Torr	32.33 kΩ	32.37 kΩ	30.26 kΩ	29.8 °C	37.0 μg/s
160 μW	31.52 kΩ	0.29 Torr	32.31 kΩ	32.35 kΩ	25.57 kΩ	29.6 °C	35.9 μg/s
200 μW	31.49 kΩ	0.30 Torr	32.27 kΩ	32.33 kΩ	22.39 kΩ	29.6 °C	36.1 μg/s

B.2.4 タンク温度 1.3 K フィルム量測定

タンク温度 1.3 K でのフィルム量測定時の生データを表 B.4 に示す。

B.2.5 液面高さの違い ∼XRS spare 単体試験の怪

XRS のスペア porous plug 単体の試験で、液面の高さによって流量が変わるという振る舞いが見られた。タンク温度 2.0 K での結果を図 B.1 に示す。液面ごとのタンクと porous plug 下流の圧力差と温度差を表 B.5 にまとめた。これを見ると液面が高い方が圧力差が付きやすいことが分かる。しかし、温度差に注目してみると液面が低い方が付いていることが分かる。このことから液面が低い方がなんらかの理由で液が冷やされている可能性がある。

表 B.3: タンク温度 1.3 K での排気量測定

バルブ開度	タンク底	タンク圧力	pp ケース	hx	石けん膜温度	排気量
100%	27.91 kΩ	1.22 Torr	30.02 kΩ	29.93 kΩ	28.3 °C	152.6 μg/s
40%	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.95 kΩ	29.85 kΩ	29.2 °C	152.2 μg/s
25%	27.89 kΩ	1.23 Torr	29.88 kΩ	29.78 kΩ	29.4 °C	151.6 μg/s
15%	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.68 kΩ	29.34 kΩ	29.1 °C	144.8 μg/s
12%	27.89 kΩ	1.23 Torr	29.54 kΩ	29.37 kΩ	28.9 °C	142.5 μg/s
9%	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.37 kΩ	29.18 kΩ	29.2 °C	135.6 μg/s
6%	27.87 kΩ	1.23 Torr	28.91 kΩ	28.82 kΩ	29.4 °C	126.0 μg/s
5%	27.90 kΩ	1.22 Torr	27.80 kΩ	27.67 kΩ	29.3 °C	120.6 μg/s
9%	27.89 kΩ	1.22 Torr	29.08 kΩ	29.02 kΩ	29.6 °C	190.1 μg/s
20%	27.91 kΩ	1.22 Torr	29.89 kΩ	30.23 kΩ	29.8 °C	201.6 μg/s
100%	28.12 kΩ	1.12 Torr	30.29 kΩ	30.62 kΩ	29.8 °C	196.3 μg/s

B.2.6 ヘリウム飽和蒸気圧と温度。

B.2.7 porous plug 下流とタンク底温度計校正データ

porous plug 下流温度計とタンク底の温度計の校正データを図 B.4 と図 B.5 にまとめた。

表 B.4: タンク温度 1.3 K、porous plug 下流バルブの開度 100% のときのフィルム量測定

heater power	タンク底	タンク圧力	pp ケース	hx	heater 温度	石けん膜温度	排気量
20 μW	27.91 kΩ	1.22 Torr	30.03 kΩ	30.57 kΩ	31.43 kΩ	30.0 °C	μg/s
40 μW	27.88 kΩ	1.23 Torr	30.01 kΩ	30.55 kΩ	31.41 kΩ	30.1 °C	μg/s
60 μW	27.87 kΩ	1.24 Torr	30.00 kΩ	30.52 kΩ	31.40 kΩ	30.0 °C	μg/s
80 μW	27.87 kΩ	1.24 Torr	29.99 kΩ	30.52 kΩ	31.39 kΩ	30.2 °C	μg/s
100 μW	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.99 kΩ	30.52 kΩ	31.38 kΩ	30.3 °C	μg/s
120 μW	27.89 kΩ	1.23 Torr	29.99 kΩ	30.51 kΩ	31.38 kΩ	30.2 °C	μg/s
140 μW	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.99 kΩ	30.50 kΩ	31.36 kΩ	30.3 °C	μg/s
160 μW	27.88 kΩ	1.23 Torr	29.96 kΩ	30.48 kΩ	31.36 kΩ	30.4 °C	μg/s
180 μW	27.88 kΩ	1.24 Torr	29.94 kΩ	30.47 kΩ	31.34 kΩ	30.3 °C	μg/s
200 μW	27.86 kΩ	1.24 Torr	29.95 kΩ	30.47 kΩ	31.32 kΩ	30.3 °C	μg/s
220 μW	27.86 kΩ	1.25 Torr	29.93 kΩ	30.44 kΩ	31.32 kΩ	30.3 °C	μg/s
240 μW	27.86 kΩ	1.25 Torr	29.92 kΩ	30.44 kΩ	31.30 kΩ	30.4 °C	μg/s
260 μW	27.86 kΩ	1.24 Torr	29.92 kΩ	30.44 kΩ	31.29 kΩ	30.3 °C	μg/s
280 μW	27.86 kΩ	1.24 Torr	29.90 kΩ	30.43 kΩ	31.28 kΩ	30.3 °C	μg/s
300 μW	27.87 kΩ	1.24 Torr	29.89 kΩ	30.42 kΩ	31.27 kΩ	30.2 °C	μg/s
350 μW	27.86 kΩ	1.24 Torr	29.87 kΩ	30.39 kΩ	31.24 kΩ	30.3 °C	μg/s
450 μW	27.85 kΩ	1.25 Torr	29.81 kΩ	30.35 kΩ	31.20 kΩ	30.1 °C	μg/s
600 μW	27.85 kΩ	1.25 Torr	29.72 kΩ	30.30 kΩ	31.12 kΩ	30.3 °C	μg/s
800 μW	27.83 kΩ	1.26 Torr	29.57 kΩ	30.23 kΩ	31.05 kΩ	30.3 °C	μg/s
1000 μW	27.83 kΩ	1.26 Torr	29.33 kΩ	30.14 kΩ	30.95 kΩ	30.4 °C	μg/s
1500 μW	27.79 kΩ	1.27 Torr	28.72 kΩ	29.96 kΩ	30.74 kΩ	30.2 °C	μg/s
2000 μW	27.80 kΩ	1.27 Torr	28.55 kΩ	29.85 kΩ	30.62 kΩ	29.8 °C	μg/s

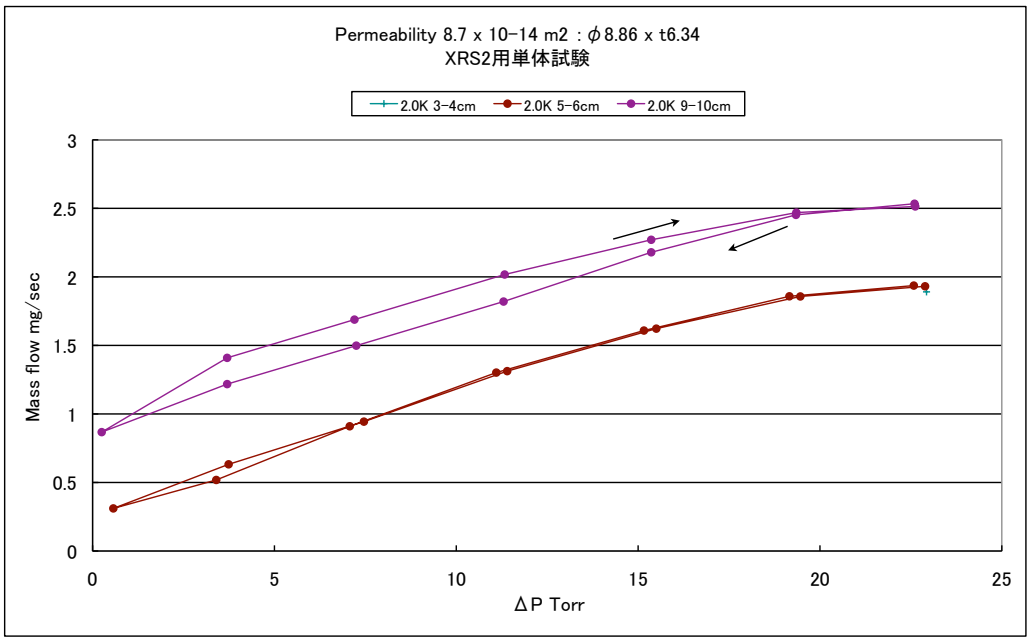
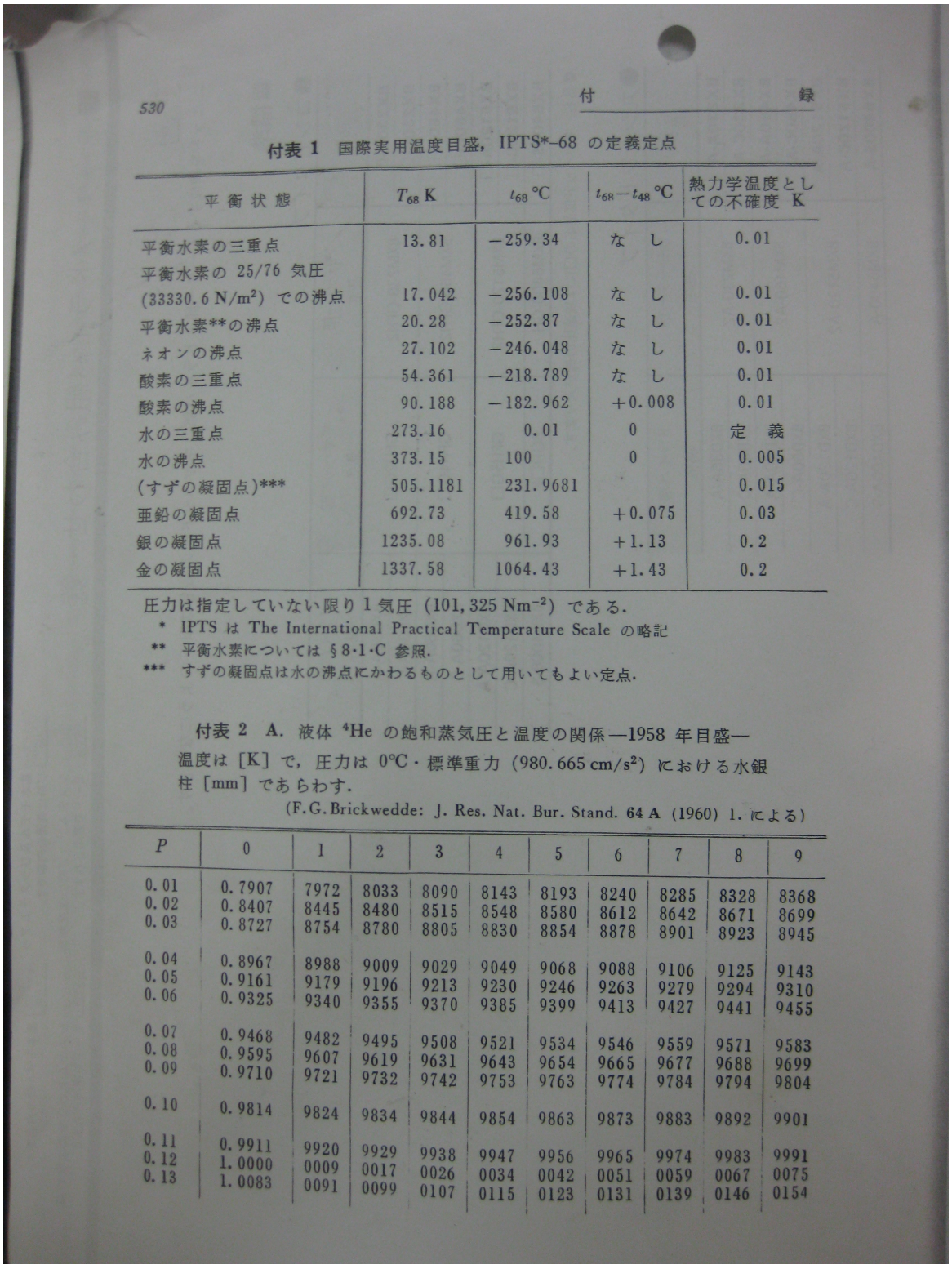


図 B.1: 液面高さによる流量の違いを表す結果。

表 B.5: タンク温度 2K での測定値。

9∼10 cm		5∼6 cm	
圧力差 [Torr]	温度差 [K]	圧力差 [Torr]	温度差 [K]
22.6	0.29	22.58	0.32
19.73	0.27	19.16	0.29
14.36	0.21	15.16	0.19
11.3	0.12	11.1	0.11
7.25	0.06	7.07	0.06
3.7	0.03	3.4	0.03
0.25	0.004	0.57	0.004
3.7	0.05	3.74	0.03
7.2	0.06	7.46	0.02
11.33	0.13	11.4	0.11
15.36	0.20	15.5	0.19
19.35	0.27	18.46	0.29
22.62	0.28	22.89	0.31



530 付 録

付表 1 国際実用温度目盛，IPTS*–68 の定義定点

平衡状態	T_{68} K	t_{68} °C	$t_{68}-t_{48}$ °C	熱力学温度としての不確度 K
平衡水素の三重点	13.81	−259.34	な し	0.01
平衡水素の 25/76 気圧 (33330.6 N/m²) での沸点	17.042	−256.108	な し	0.01
平衡水素**の沸点	20.28	−252.87	な し	0.01
ネオンの沸点	27.102	−246.048	な し	0.01
酸素の三重点	54.361	−218.789	な し	0.01
酸素の沸点	90.188	−182.962	+0.008	0.01
水の三重点	273.16	0.01	0	定 義
水の沸点	373.15	100	0	0.005
(すずの凝固点)***	505.1181	231.9681		0.015
亜鉛の凝固点	692.73	419.58	+0.075	0.03
銀の凝固点	1235.08	961.93	+1.13	0.2
金の凝固点	1337.58	1064.43	+1.43	0.2

圧力は指定していない限り 1 気圧 (101,325 Nm^{-2}) である.

* IPTS は The International Practical Temperature Scale の略記

** 平衡水素については §8·1·C 参照.

*** すずの凝固点は水の沸点にかわるものとして用いてもよい定点.

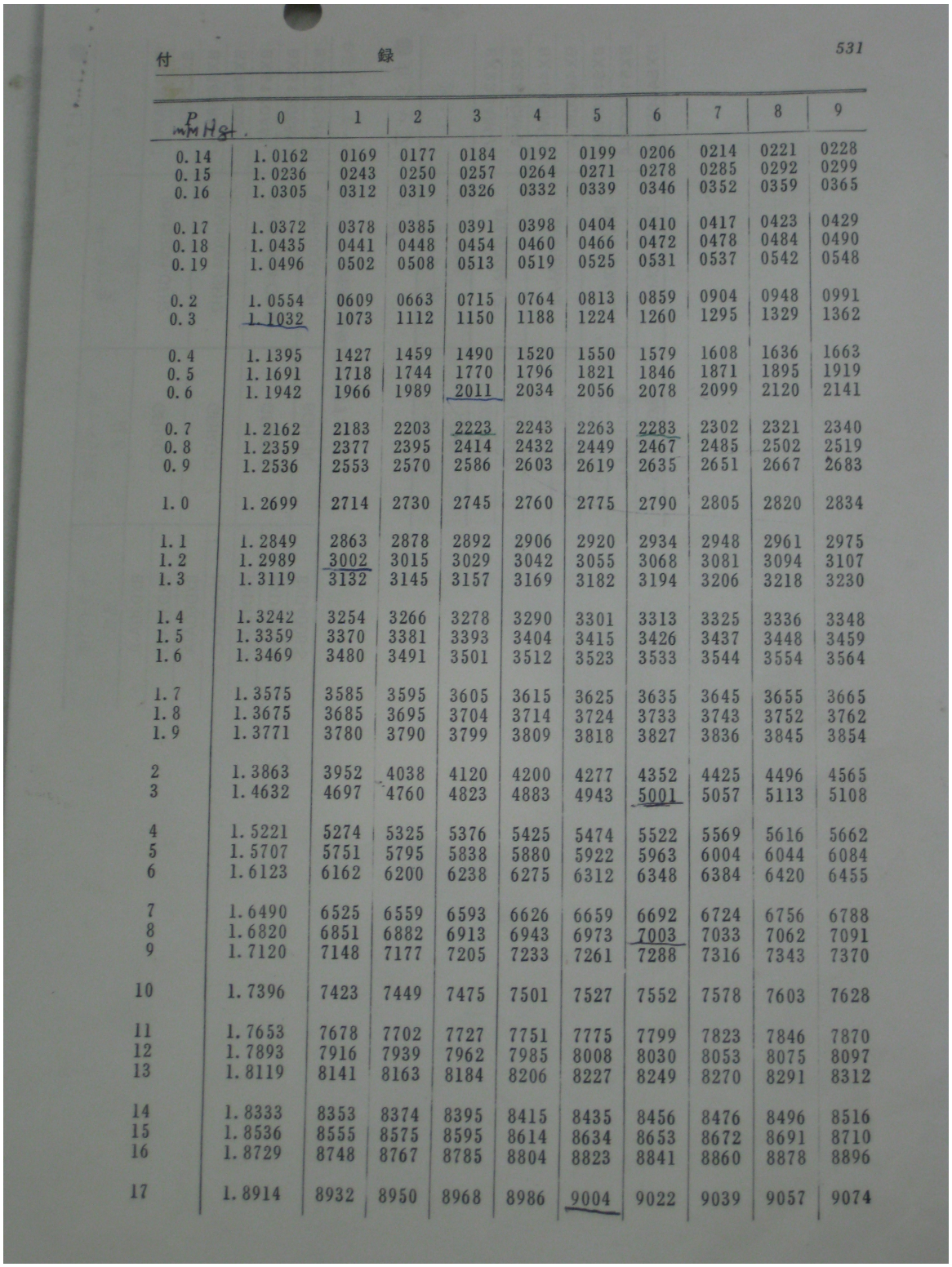
付表 2 A. 液体 ^{4}He の飽和蒸気圧と温度の関係—1958 年目盛—

温度は [K] で，圧力は 0°C・標準重力 (980.665 cm/s^2) における水銀柱 [mm] であらわす.

(F.G. Brickwedde: J. Res. Nat. Bur. Stand. **64 A** (1960) 1. による)

P	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0.01	0.7907	7972	8033	8090	8143	8193	8240	8285	8328	8368
0.02	0.8407	8445	8480	8515	8548	8580	8612	8642	8671	8699
0.03	0.8727	8754	8780	8805	8830	8854	8878	8901	8923	8945
0.04	0.8967	8988	9009	9029	9049	9068	9088	9106	9125	9143
0.05	0.9161	9179	9196	9213	9230	9246	9263	9279	9294	9310
0.06	0.9325	9340	9355	9370	9385	9399	9413	9427	9441	9455
0.07	0.9468	9482	9495	9508	9521	9534	9546	9559	9571	9583
0.08	0.9595	9607	9619	9631	9643	9654	9665	9677	9688	9699
0.09	0.9710	9721	9732	9742	9753	9763	9774	9784	9794	9804
0.10	0.9814	9824	9834	9844	9854	9863	9873	9883	9892	9901
0.11	0.9911	9920	9929	9938	9947	9956	9965	9974	9983	9991
0.12	1.0000	0009	0017	0026	0034	0042	0051	0059	0067	0075
0.13	1.0083	0091	0099	0107	0115	0123	0131	0139	0146	0154

図 B.2: 0.79 K から 1 K までの飽和蒸気圧。



付 録 531

P mmHg	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0.14	1.0162	0169	0177	0184	0192	0199	0206	0214	0221	0228
0.15	1.0236	0243	0250	0257	0264	0271	0278	0285	0292	0299
0.16	1.0305	0312	0319	0326	0332	0339	0346	0352	0359	0365
0.17	1.0372	0378	0385	0391	0398	0404	0410	0417	0423	0429
0.18	1.0435	0441	0448	0454	0460	0466	0472	0478	0484	0490
0.19	1.0496	0502	0508	0513	0519	0525	0531	0537	0542	0548
0.2	1.0554	0609	0663	0715	0764	0813	0859	0904	0948	0991
0.3	1.1032	1073	1112	1150	1188	1224	1260	1295	1329	1362
0.4	1.1395	1427	1459	1490	1520	1550	1579	1608	1636	1663
0.5	1.1691	1718	1744	1770	1796	1821	1846	1871	1895	1919
0.6	1.1942	1966	1989	2011	2034	2056	2078	2099	2120	2141
0.7	1.2162	2183	2203	2223	2243	2263	2283	2302	2321	2340
0.8	1.2359	2377	2395	2414	2432	2449	2467	2485	2502	2519
0.9	1.2536	2553	2570	2586	2603	2619	2635	2651	2667	2683
1.0	1.2699	2714	2730	2745	2760	2775	2790	2805	2820	2834
1.1	1.2849	2863	2878	2892	2906	2920	2934	2948	2961	2975
1.2	1.2989	3002	3015	3029	3042	3055	3068	3081	3094	3107
1.3	1.3119	3132	3145	3157	3169	3182	3194	3206	3218	3230
1.4	1.3242	3254	3266	3278	3290	3301	3313	3325	3336	3348
1.5	1.3359	3370	3381	3393	3404	3415	3426	3437	3448	3459
1.6	1.3469	3480	3491	3501	3512	3523	3533	3544	3554	3564
1.7	1.3575	3585	3595	3605	3615	3625	3635	3645	3655	3665
1.8	1.3675	3685	3695	3704	3714	3724	3733	3743	3752	3762
1.9	1.3771	3780	3790	3799	3809	3818	3827	3836	3845	3854
2	1.3863	3952	4038	4120	4200	4277	4352	4425	4496	4565
3	1.4632	4697	4760	4823	4883	4943	5001	5057	5113	5108
4	1.5221	5274	5325	5376	5425	5474	5522	5569	5616	5662
5	1.5707	5751	5795	5838	5880	5922	5963	6004	6044	6084
6	1.6123	6162	6200	6238	6275	6312	6348	6384	6420	6455
7	1.6490	6525	6559	6593	6626	6659	6692	6724	6756	6788
8	1.6820	6851	6882	6913	6943	6973	7003	7033	7062	7091
9	1.7120	7148	7177	7205	7233	7261	7288	7316	7343	7370
10	1.7396	7423	7449	7475	7501	7527	7552	7578	7603	7628
11	1.7653	7678	7702	7727	7751	7775	7799	7823	7846	7870
12	1.7893	7916	7939	7962	7985	8008	8030	8053	8075	8097
13	1.8119	8141	8163	8184	8206	8227	8249	8270	8291	8312
14	1.8333	8353	8374	8395	8415	8435	8456	8476	8496	8516
15	1.8536	8555	8575	8595	8614	8634	8653	8672	8691	8710
16	1.8729	8748	8767	8785	8804	8823	8841	8860	8878	8896
17	1.8914	8932	8950	8968	8986	9004	9022	9039	9057	9074

図 B.3: 1 K から 2 K までの飽和蒸気圧

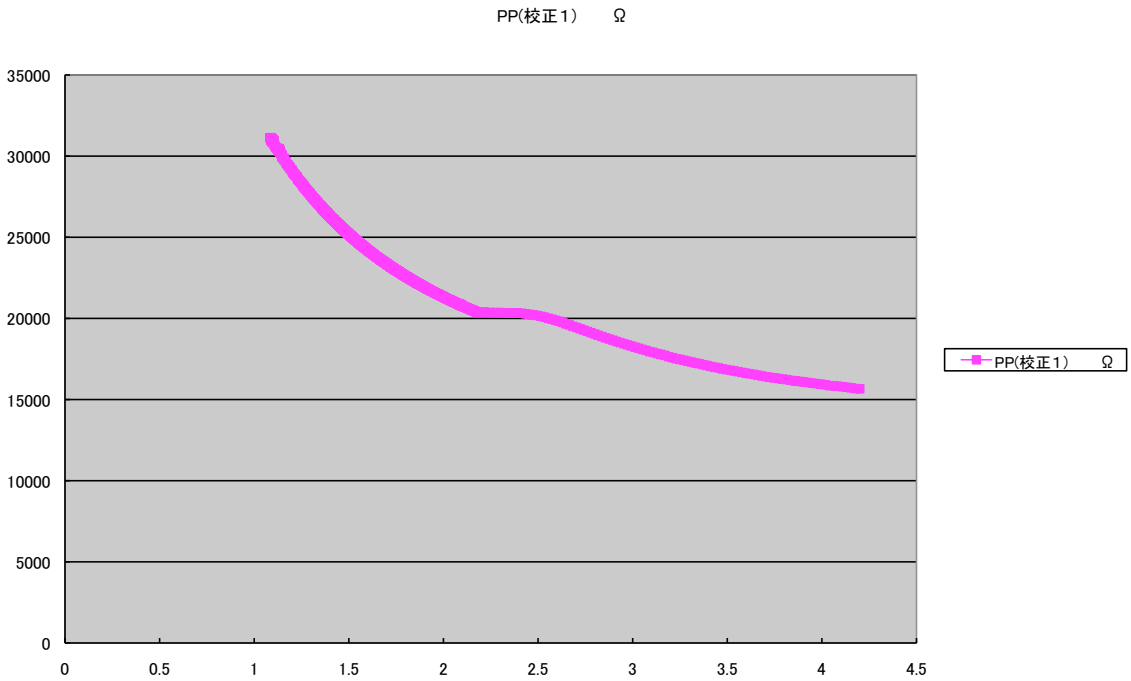


図 B.4: porous plug 下流の校正データ。

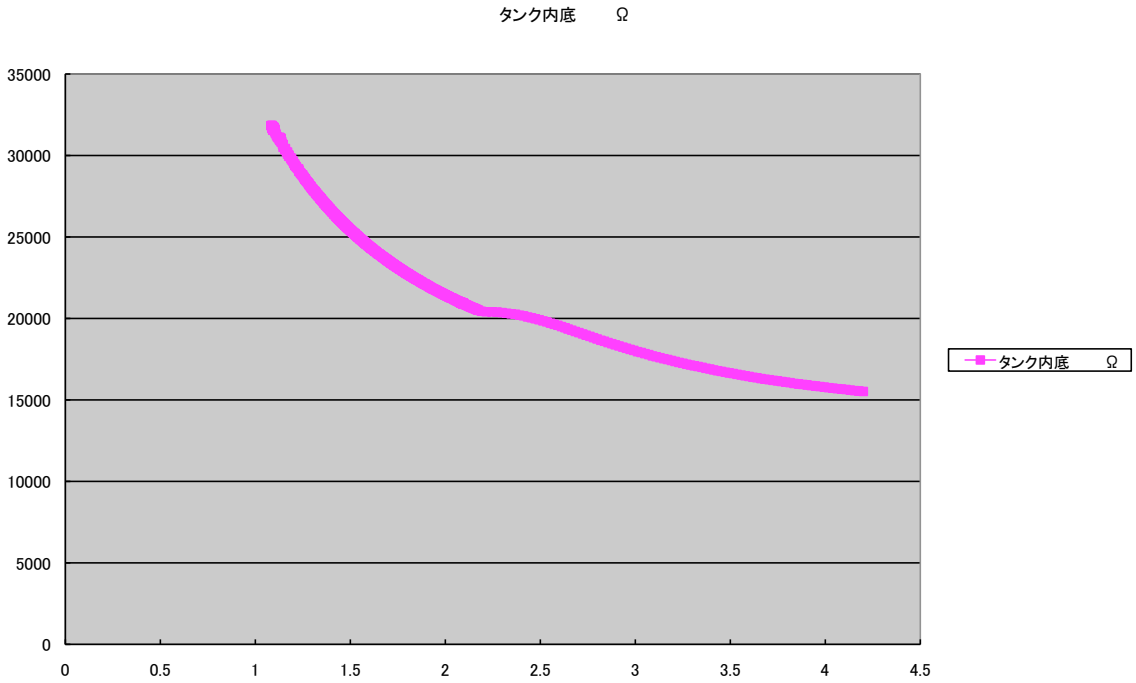


図 B.5: タンク底の校正データ。

関連図書

[1] R. Kelley, *et al.*, Publ. Astron. Soc. Japan 59, S77 (2007).
[2] R. Kelley, *et al.*, J. Low Temp. Phys. 151 (2008).
[3] K. Mitsuda, *et al.*, Proc. SPIE 7011 70112K (2008)
[4] R. Fujimoto, *et al.*, Proc. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 559 648–650
[5] 「低温工学ハンドブック」, 内田老鶴圃新社, 1982
[6] 荻原宏康, 「低温工学概論」, 東京電機大学出版局, 1999
[7] 竹井洋, Dewar PDR 資料 ventline_takei_100113d.pdf, 2010
[8] 藤本龍一, LHe properties JAXA-SXS-MEMO-2008_005_v1.pdf, 2008
[9] P. Shirron & M. DiPirro, Adv. Cryo. Eng. 43, 949 (1998).

感謝の言葉

本修士論文を書くにあたり、多くの方々のお世話になりました。この場を借りて、わずかばかりではありますが感謝の気持ちを綴りたいと思います。

早いもので私が大橋研に出入りするようになって 3 年が経とうとしています。その間、研究室の長である大橋先生にはお世話になりっぱなしでした。学部 4 年で右も左も分からない私に、大橋先生は 1 から丁寧に教えて下さいました。ゼミや実験などでは、難しい事象もユーモアたっぷりに噛み砕いて説明して下さるので、凡人の私でもなんとなく理解することができました。ありがとうございました。関係ないですが、大橋先生はユーモアセンスも教授クラスで、何か言ってくれるのでは無いかと期待してしまうのは私だけでは無いはずです。お忙しいにも関わらず、定期的に学生部屋 (296 室) にいらっしゃっては学生達を気にかけている様子は本当にお父さんのようでした。私の中で勝手に第二の父として大橋先生を慕っておりました。すみません。

石崎さんにはいつも的確なアドバイスを頂きました。本研究では、低温実験に疎い私に、丁寧な指導、助言をして頂きました。操作ミスで ^{3}He cryostat のヒートスイッチを壊してしまったときも動じること無くフォローして頂き、その底知れぬ度量の深さに畏敬の念を抱くほどでした。実験以外では、「すざく」運用当番でもお世話になりました。内之浦の街を満喫できたのは、間違いなく石崎さんの行動力のおかげだと思います。ありがとうございました。

江副さんには言葉では言い尽くせない程、お世話になりました。実験や天体解析の仕方や文章の書き方、プレゼン資料の作り方、全てのノウハウを 1 から丁寧に教えて頂きました。なんでもキビキビとスピーディーにこなす江副さんから見て私はじれったい存在だったと思います。それでも未熟な私の意見を求めたり、聞いてくれたりと対等な存在かのように扱ってくれたことに感謝します。時にそのスピードについて行けないこともありますが、それもまた勉強になりました。296 室で江副さんと息抜きにした雑談はあまりにくだらない内容でイチイチ覚えていませんが、楽しかったという記憶はしっかり残っています。カロリーを気にして春雨スープばかり飲んでいたこともハッキリ覚えています。真面目な話からくだらない話までたくさんのことを話した気がします。江副さんのおかげで、修士 2 年間はとても充実した生活を送れました。本当にありがとうございました。

本研究をするにあたり、大橋研以外にも多くの人に支えられました。まず、理化学研究所の山口さんです。とても気さくな方で、話しやすく、親戚のお兄さんという感じの存在でした。実験などでは、的確な意見や助言を沢山いただきました。尊敬してやまない先輩ですが、そのおおらかな人柄のおかげで過度に緊張することなく楽しく実験をすることができました。ありがとうございました。

SHI の方々にもお世話になりました。一緒に実験をして頂いた恒松さんや越智さん、山下さん (山ビッシュ) には、低温実験の素人である私の稚拙な質問にも丁寧に答えて頂きました。感謝してもし尽くせません。特に恒松さんには新居浜滞在中のお世話までして頂き、本当にお世話になりました。お忙しいにも関わらず、私の交通手段として自転車を借りて下さったり、昼食の世話や歓迎会まで開いて下さったことを感謝します。新居浜工場で一緒に作業をしたことで少し、恒松さんという人柄を知ることができて良かったと思います。おかげで新居浜が第四の故郷になりそうです。ただ心残りなのが、自転車のレンタル代を未払いだということです。この場を借りてお詫び致します。そして、次に会うときに必ず返すことを誓います。忘れてなければ。。

デバイス製作にあたっては宇宙研の吉武さん、三石さんにお世話になりました。製作を始めるにあたり、頼もしい先輩が 2 人もいて私は恵まれていました。吉武さんには製作を 1 から教えて頂きました。また、私が一人で作業をし始めたばかりのときに、マスクアライナーのハンドルを回しすぎて戻らなくなり困り果てて、心の底から疲弊していたときに助けて下さったりと本当にお世話になりました。ありがとうございました。三石さんにも製作のあれやこれやをアドバイスして頂きました。また、お忙しいだろうにフッ酸処理を毎回毎回、嫌な顔せず引き受けてくれたことを感謝します。ご飯に誘ってくれたり、何かと気にかけて頂いたことも感謝しています。修論直前にはドーナツの差し入れまでして頂き、

感謝感激雨あられでございました。

本研究において忘れてはいけないお方が Mike さんと Peter さんです。お二方には基本的な概念や試験系などを教えて頂きました。私なんぞは日本語が通じないアメリカ人だと思うだけで、緊張して言葉も出ない上に、なるべく目を合わせないように下向き加減の姿勢で、でも愛想が無いのは失礼かと思ってうすら笑いを浮かべるだけ、というスタイルをお二方の前では決め込んでおりましたので、きっとお二人からみたら奇怪な日本のお嬢ちゃんだと思われたことでしょう。すみません。それでも明るく人の良い笑顔で接してくれたお二人に感謝します。またお二人と関われるようになったおかげで英語を勉強しなければ、という使命感を得られました。これから少しずつ勉強していきたいと思います。

研究を行う上で、心の健康を保っていられたのは大橋研の皆様のおかげだと思います。私が入った当初で言うなら床井さんや同期の笹平君、中村君のおかげで楽しい毎日を送れました。床井さんのたこ焼きの味は忘れません。幸せになって下さい。笹平君、中村君も幸せになれると良いですね。星野さん、赤松さん、林さん、白田先生とは実験のお付き合いはそれほどありませんでしたが、飲み会ではお世話になりました。偉大な先輩のおかげで楽しい飲み会を送ることができ、私は幸せ者です。でも林さん、飲んで暴れて、せっかく買ってきてくれたお土産を破壊したり、至る所にワサビを塗りたくったりするのはどうかと思いましたよ。新しく入ってきた後輩の皆様には先輩らしい振る舞いができず、申し訳なかったなぁと思うと同時に、そんな期待はされていないからまぁ良いかという思う気持ちがあります。なかでも辺見さん、大石さん、森田ニアが入ってくれたおかげで、研究室内の女子率が大幅アップで楽しかったです。同期の高木さんを含め、なぜか大雑把な性格が集まったのか皆の机がそれぞれ汚かったことが印象的です。これで女子がいれば部屋が綺麗になる、という定説を覆すことができたと思います。ありがとう。森田ニアには実験の手伝いまでして頂いて、とても助かりました。それなのに私ときたら何の役にも立たなくて申し訳なかったです。大石さんとはなぜか二人で夜通し飲んだことが印象的です。辺見さんも含め、私を仲間はずれにすること無く、今後とも仲良くして頂ければと切に願います。

また、同期の人達の支え無しにはこの 2 年間は無かったことを強く申し上げたいと思います。特に横田君とは卒研から含め 3 年間の付き合いでしたが、3 年だけとは思えないくらいの絆を感じます。言うなれば ”戦友” とでも申しますか、色々な苦楽を共に過ごしてきたように思います。くだらない話からくだらない話まで、横田君とはくだらない話しかしていなかったような気がしますが、ごく稀に研究の話もした気もします。どちらにせよ、お互い歯に衣着せぬ物言いで何でも話しましたね。まさか大学院でそんな友人が出来るとは思いませんでした。そのおかげで毎日とても楽しく、充実した日々を送れました。ありがとう。これから私より一足早く、社会に出て働きだすわけですが、甘え上手で、話し上手な横田ママならきっとうまーく世を渡って行くことでしょう。社会に出てからのご活躍も期待しております。美味しい食事でも奢ってくれや。佐藤君と高木さんとは場所が離れているせいか、そこまで絡む機会はありませんでしたが私が宇宙研に行ったときの話し相手になってくれたり、装置の使い方を教えてくれたり、ありがとうございました。

最後に、不規則な生活リズムの私を温かく放置してくれた両親に感謝します。またフローリングの床で寝ることを教えてくれた妹にも感謝します。ありがとう。