九州大学学術情報リポジトリ Kyushu University Institutional Repository

# 核断熱消磁冷却VI

**矢山, 英樹** 九州大学基幹教育院

https://doi.org/10.15017/1866706

出版情報:九州大学低温センターだより.11, pp.19-24, 2017-03. 九州大学低温センター バージョン: 権利関係:

# 技術ノート

## 核断熱消磁冷却VI\*

# 矢山英樹 九州大学 基幹教育院

前号からの続き

#### 5.4 熱スイッチ

核断熱消磁クライオスタットにおいては、核ステージ間を熱的につないだり切断したりできる熱 スイッチは重要な部品である.その一つは機械的な圧着熱スイッチである[1,2].機械的熱スイッチの 最大の利点は、スイッチ OFF のとき接合部に完全なギャップができることであり、欠点は構造が複雑 で摩擦による発熱があることである.

<sup>4</sup>He によって操作されるベローを使って,金メッキされた2つの面を機械的に接触させる方法が 用いられた.このスイッチは2mKオーダーの温度で用いられ,スイッチを開くときの発熱量は3×10<sup>-6</sup> Jであった.熱抵抗は,低温では温度に依存せず,閉じた状態(力257N)で10<sup>6</sup>K/Wであった.

超低温では超伝導熱スイッチが最もポピュラーである.その動作原理は、常伝導状態と超伝導状態で金属の熱伝導度が大きく異なることに基づいている.非常に純粋な金属の場合、熱はほとんど伝導電子によって運ばれ、フォノンの寄与は無視できる.したがって、常伝導状態では $\kappa_n \sim T$ である. 超伝導状態でのクーパーペアは、ゼロエントロピー状態であるため熱伝導に関与せず、 $T < T_c$ では伝導電子の熱伝導への寄与が非常に小さい.そのため、超低温ではフォノンの熱伝導度が主であり、したがって $\kappa_s \sim T^3$ である.

超伝導熱スイッチの性能は、スイッチング係数と呼ばれる常伝導状態と超伝導状態での熱伝導度の比 $R = \kappa_n / \kappa_s = aT^{-2}$ で決まる.デバイ温度の高い金属を用いる方が、 $\kappa_s$ が小さいのでよい.これは、フォノンによる熱伝導を低くするためである.また細い線や薄いフォイルを用いる方が端効果<sup>1)</sup>によって熱伝導が小さくなるのでよい.しかもそうすることによって、スイッチを取巻くソレノイドの電流を変化させたときに生じる渦電流による発熱も減少する.ソレノイドの電流変化は、ゆっくり行なわなければならない.常伝導状態での熱伝導度を増加するために、金属の純度は非常に高くなければならない.

アルミニウム,錫,鉛,亜鉛,などの超伝導体の中で,熱スイッチを作るためにはアルミニウム が最もよい特性をもっている.アルミニウムは非常に純度の高い試料が容易に手に入り,デバイ温度 が高く,臨界磁場が低い.100 mK でのスイッチング係数 (*R*=1600 *T*<sup>2</sup>)が,他の物質(通常100~500 程度)に比べて高い[3].

<sup>\*</sup>本稿は、ウクライナ科学アカデミー低温物理工学研究所編、矢山英樹、I.B.ベルクトフ訳「超低温の実験技術」九州 大学出版会、2000年、からの抜粋である。

<sup>1)</sup> 訳注:純度の高い物質では、フォノンの平均自由行程は試料のサイズに依存する. 細線やフォイル中ではバルク試料 に比べて平均自由行程が小さくなる.

アルミニウムを熱スイッチとして用いるときの主な難しさは、表面に強い酸化膜ができ熱接触が 悪くなることである.酸化膜はアルミニウムを超音波半田によって他の金属と接合することによって 破壊することができるが、そのときは高い熱抵抗をもつ合金が形成される.この問題は、電気メッキ された銅とアルミニウムフォイルを機械的に圧着することで克服できる[3].

図 15 に熱スイッチの構造を示す. 純度 99.999%のアルミニウムロッドからローリングによって作った厚さ0.1 mmのアルミニウムフォイルでできている. 室温とヘリウム温度での電気抵抗の比は1400である. アルミニウムストライプの両端は, 15×10 mm の面積に金を電気メッキされている. 熱スイッチの全断面積は 22 mm<sup>2</sup> である. 純度 99.999%の銅インゴットからローリングによって作られた厚さ 0.5 mm の銅フォイルのストライプが銅製の熱コネクタに溶接されている. 金メッキされたアルミニウムフォイルの両端は, 銅フォイルとサンドイッチされ 3 本の真鍮製のネジで絞めつけられた. 真鍮はアルミニウムや銅よりも熱膨張係数が大きいので,冷却するとさらに絞めつけられることになる. スイッチは, ニオブーチタンのマルチフィラメントワイヤーでできた超伝導ソレノイドの中に置かれた.



図15 アルミニウム熱スイッチの構造[3]。 1 は銅ベリリウムクランプ、2 は 20 枚のアル ミニウムフォイル、3 は 12 枚の銅フォイル、4 は銅フランジ、5 は溶接接合、6 は金メッキ。



図 16 アルミニウム熱スイッチの スイッチング比[3]。



図17 錫ワイヤーバンドル構造の熱スイッチ[22]。 1 は混合器、2 は銅クランプ、3 は銅コンタクト、4 はワイヤーバンドル、5 はグラファイト、6 は真鍮 ネジ、7 は銅サポート。

図 16 に、アルミニウムフォイルの熱コンダクタンスを測定することによって得られたスイッチン グ係数の温度依存性を示す. 常伝導状態では、温度 30 mK で熱流 10  $\mu$ W のとき温度差 0.2 mK が生じ る. 超伝導状態では、温度 15 mK で熱流 20 pW である. Al-Ag 溶接接合を採用し、4.2 K での電気抵 抗が 0.5  $\mu$ Q である、アルミニウム単結晶を用いた簡単な熱スイッチ[3]が、薄片冷媒を装備した核断熱 消磁クライオスタット[4]に用いられた.

細線を束にした熱スイッチが,複数のクライオスタットで用いられている. その構造の例を図 17 に示す. 直径 0.5 mm,長さ 8 mm の錫線(純度 99.999%) 80 本が,グラファイトマトリックス中に置 かれている. 超伝導スイッチとして,錫[5,6],亜鉛[7,8,9],鉛[10,11],インジウム[12]などが用いら れている.

#### 6 熱流入の解析

最低到達温度やその温度を維持できる時間は、核ステージへの熱流入で決定される.熱流入には 2つのグループがある.第一は外部熱源からの熱流入であり、第二は内部の熱流入である.

第一のグループに属する主な熱流入の一つは、地面やパイプの震えがクライオスタットに進入し てくる振動である.熱は導体がマグネットに対して相対的に運動することによって発生する.核ステ ージの構造はできるだけ強く、装置は非常に質量を大きく(通常数トン[13, 14, 15])しなければなら ない.装置は弾性支持物(しばしば空気バネ[4, 14])に載せるか、または弾性をもつ綱によって吊る される[10].この場合、装置は振動系になるため、共振周波数をできるだけ低くしなければならない. また装置の基礎は、がっしりと作り、建物の基礎とつながってはいけない、ポンピングラインは、長 くフレキシブルなパイプを用い、別の大きな質量をもったものに固定されなければならない.結果的 に、よく設計されたクライオスタットの振幅は 0.1~0.3µm、周波数 1~10<sup>5</sup> Hz [14, 15]であり、共振周波 数は 1~1.5 Hz 以下である.

共振周波数付近での強制振動を抑えるには、ダンパーを用いるのが効果的である. 空気ダンパー は、低周波(約1 Hz)での振動を抑え、高周波の振動もω<sup>-2</sup>で減衰する効果がある[16]. このダンパ ーの使用により、周波数範囲 0.1~500 Hz で振幅を 10<sup>-4</sup> dB 以下に抑えることができる. クライオスタ ットが内部に振動源をもつときは、周波数一定のシャープなスペクトル線を示すため、ダイナミック フレームを用いて振動を吸収することができる[16].

外部からのノイズによる熱流入を減少するのに最も効果的な方法は、クライオスタットを特別な シールドルーム内に設置することである.シールドには2つの方法が可能である:第一は高い透磁率, 第二は高い電気伝導率を用いることである.第一の場合,高い透磁率をもつ材料,例えば、ミューメ タルで部屋を作ると直流から高周波のノイズに効果的である.この場合の欠点は、価格が高いのと作 るのが難しいことである.第二の場合、部屋を高い電気伝導率の物質で作ると、直流には無力である が、周波数の減少と共にノイズが減少するような場合には有効である.この利点は、価格が安くて作 るのが簡単なことである.通常、核断熱消磁に用いられるシールドルームの材料としては、厚さ0.5 mm 程度の銅板、または、より安価な錫がしばしば用いられる[4].ポンプ類とガスハンドリングシステム はシールドルームの外に設置され、シールドルームに入ってくる信号はフィルターを通し注意深く遮蔽されている.外部電磁ノイズの減衰は、周波数 10<sup>5</sup> Hz で 120 dB, 10<sup>9</sup> Hz で 100 dB に達する.

もう一つの内部熱源は、磁場を掃引するときに発生する渦電流である.円柱試料の軸に平行にかけた磁場によって生ずる単位体積あたりの渦電流発熱パワーは、半径の2乗に比例し次の式で与えられる.

$$\frac{\dot{\mathcal{Q}}_{eddy}}{V} = \frac{r^2 \dot{B}^2}{8\rho} \quad . \tag{17}$$

ここで、*V*は試料の体積、*r*は円柱(ワイヤー)の半径、 $\dot{B}$ は磁場の掃引速度、 $\rho$ は電気抵抗率である. もし、消磁が時定数  $\tau$ を含む指数関数 $B = (B_i / \tau) \exp(-t / \tau)$ に従って行なわれると、式(16)は次式のようになる.

$$\dot{Q}_{eddy} = B_i^2 r^2 V \frac{\exp(-2t/\tau)}{8\rho\tau^2}$$

このとき,渦電流によって生じるエントロピーは  $T_i$ での励磁によるエントロピー減少量の 3%に過ぎない ( $r=1 \text{ mm}, \rho=1.7 \times 10^{-11} \Omega \text{m}, \tau=2 \text{ h}, T_i=5 \text{ mK}$  [15]).

消磁後の核ステージへの熱流入は,最終磁場中で核ステージが振動することによって幾分生じる. その熱流入は通常非常に小さい,例えば $B_i$ =7 mT の場合,二段核ステージのクライオスタットで 0.2 pW である[14].第二ステージへの他の熱流入の解析によって,そのレベルは 10<sup>-10</sup>~10<sup>-11</sup> W であるこ とが示された[14, 15, 17].熱流入は,機械的サポートの熱伝導,残留ガス,熱輻射,超伝導熱スイッ チからの漏洩熱などがある.ラジオ周波数のパルス NMR 温度計が,2時間周期で動作しているとき の発熱量は 10<sup>-12</sup> W である[14].核ステージまたは実験セルを通り抜ける宇宙線によるイオン化熱もま た 10<sup>-10</sup>~10<sup>-11</sup> W のオーダーである.

明らかな内部熱流入の他に,時間と共に大きく減衰する nW オーダーの寄生発熱が存在する.図 18 に,この熱流入の時間的変化を示す.この熱流入の緩和時間が長いので,実験装置を低温に保った まま,熱流入が他のそれと同じ位になるまで1,2ヶ月待つ必要がある.

この発熱に対する可能な説明は、冷却時に量子トンネリングによって生じる核ステージ材料の力 学的ストレスの緩和[18,19]である.しかし、実験によって示されたように[20,21]、多くの場合、原因 は銅中の水素分子の存在である.水素は結晶の欠陥の周りに局在し、低温に冷却した後オルソーパラ 変換の結果発熱する.

この効果で発生するパワーは、次のように時間に依存する.

$$\dot{Q} = \frac{nUkx_0^2}{\left(1 + x_0kt\right)^2} = \frac{3.15 \times 10^{-3}}{\left(1 + 1.43 \times 10^{-2}t\right)^2} \quad . \tag{18}$$

ここで、nは $H_2$ 分子のモル数、U=1.063 kJ/mol  $H_2$ は75%オルソー25%パラ混合水素が100%パラ水素に変換されるときの変換熱、k=1.9×10<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup>はオルソパラ変換定数、 $x_0$ =0.75 は室温でのオルソの平衡濃度である.

式(18)と実験データの比較を図 18 に示す.水素濃度は n = 25 µmol H2 が得られており、これは銅

試料中に10<sup>4</sup>の不純物が存在することに相当する.この効果は高真空中で銅を加熱することによりかなり減少することができる.



## 参考文献

- Ancsin J., Lamarche J.L., Double mechanical heat switch for calorimetry below 1 K, Rev. Sci. Instr. 1967, Vol. 38, No. 3, pp. 368-370.
- [2] Roach P.R., Ketterson J.B., Abraham B.M., *et al.*, Mechanically operated thermal switches for use at ultralow temperature, Rev. Sci. Instr., 1975, Vol. 46, No. 2, pp. 207-209.
- [3] Mueller R.M., Buchal C., Oversluizen T., *et al.*, Superconductivity aluminum heat switch and plated press-contacts for use at ultralow temperatures, Rev. Sci. Instr., 1978, Vol. 49, No. 4, pp. 515-518.
- [4] Breadley D.I., Guenault A.M., Keith V., *et al.*, New methods for nuclear cooling into the microkelvin range, J. Low. Temp. Phys., 1984, Vol. 54, No. 3/4, pp. 359-390.
- [5] Пешков В.П., Паршин Ф.Я. О сверхпроводящих тепловых ключах, ЖЭТФ, 1965, Vol. 48, No. 2, pp. 193-244.
- [6] Konter J.A., Hunik R., Huiskamp W.J., Nuclear demagnetization experiments on copper, Cryogenics, 1977, Vol. 17, No. 3, pp. 145-154.
- [7] Colignola J.M., de la Cruz F., de la Cruz M.E., *et al.*, Thermal conductivity of polycrystalline zinc below 1 K, Rev. Sci. Instr. 1967, Vol. 38, No. 1, pp. 87-94.
- [8] Krusius M., Paulson D.N., Wheatley J.C., Propertyies of sintered copper powders and their application in a nuclear refrigerator with precise temperature control, Cryogenics,

1978, Vol. 18, No. 12, pp. 649-656.

- [9] Krusius M., Palson D.N., Wheatley J.C., Superconducting heat switch for temperatures below 50 mK, Rev. Sci. Instr., 1978, Vol. 49, No. 3, pp. 396-399.
- [10] Боровик-Романов, Буньков Ю.М., Дмитриев В.В., *et al.*, Криостат ядерного размагничивания и криостат растворения <sup>3</sup>Не в <sup>4</sup>Не большой хладопроизводительности, ПТЭ, 1985, No.3, pp. 185-192.
- [11] Reese W., Stevert W.A., Properties of lead thermal switches at low temperatures, Rev. Sci. Instr., 1962, Vol. 33, No. 1, pp. 43-47.
- [12] Bhattacharyya B., Constructions and performance of two indium superconducting heat switches, Rev. Sci. Instr., 1982, Vol. 53, No. 5, pp. 714-716.
- [13] Breadley D.I., Bradshaw T.W., Guenault A.M., A dilution refrigerator combining low base temperature high cooling power and low heat leak for use with nuclear cooling, Cryogenics, 1982, Vol. 22, No. 6, pp. 296-304.
- [14] Ishimoto H., Nishida N., Furubayashi T., *et al.*, Two-stage nuclear demagnetization refrigerator reaching 27 μK, J. Low Temp. Phys., 1984, Vol. 55, No. 1/2, pp. 17-31.
- [15] Mueller R.M., Buchal C., Folle H.R., *et al.*, A double-stage nuclear demagnetization refrigerator, Cryogenics, 1980, Vol. 20, No. 7. pp. 395-407.
- [16] Голуб А.А., Виброизоляция экспериментальных установок для получения сверхнизких температур, ПТЭ, 1986.
- [17] Oho K., Kobayasi S., Shinohara M., *et al.*, Two-stage nuclear demagnetization refrigerator, J. Low Temp. Phys., 1980, Vol. 38, No. 5/6, pp. 737-745.
- [18] Неганов Б.С., Трофимов В.Н., О возможности создания массивного сверхчувствительного теплового детектора при температуре, близкой к абсолютному нулю. Письма в ЖЭТФ, 1978, Vol. 28, No. 6, pp. 356-358.
- [19] Pobelle F., Progress in refrigeration to ultralow temperatures, Bull. Eur. Phys. Soc., 1982, Vol. 13, No. 12, pp. 7-9.
- [20] Колач М., Неганов Б.С., Салинг С., Исследование процессов медленной релаксации в меди при низких температурах, НТ, Vol. 23, 23-е Всесоюз. совещ. по физике низких температур: Тез. докл. (Таллин, 23-25 окт. 1984). Ин-т физики АН ЭССР, Таллин, 1984, Ч. 1, pp. 56-57.
- [21] Schwark M., Pobell F., Halperin W.P., *et al.*, Orth-para conversion of hydrogen in copper as origin of time-dependent heat leaks, J. Low Temp. Phys., 1983, Vol. 53, No. 5/6, pp. 685-694.
- [22] Ahonen A.I., Berglund P.M., Haikala M.T., *et al.*, Nuclear refrigeration of liquid <sup>3</sup>He, Cryogenics, 1980, Vol. 16, No. 9, pp. 521-531.