

希釈冷凍 (IV)

矢山, 英樹
九州大学大学院理学研究院物理学部門

<https://doi.org/10.15017/24688>

出版情報 : 九州大学低温センターだより. 5, pp.21-27, 2011-03. 九州大学低温センター
バージョン :
権利関係 :

希釈冷凍 (IV)

矢山英樹

九州大学大学院 理学研究院 物理学部門

本稿は希釈冷凍についての紹介であるが、分量が多いので分割して掲載されている。全体の構成は、次のとおりである。

- (I) 1. 希釈冷凍の物理的原理 [九州大学低温センターだより No.2 (2008 年 3 月)に既掲載]
- (II) 2. 混合器 3. スティル [九州大学低温センターだより No.3 (2009 年 3 月)に既掲載]
- (III) 4. 熱交換器 5. 1K ポット [九州大学低温センターだより No.4 (2010 年 3 月)に既掲載]
- (IV) 6. 希釈冷凍機の種類 [本号に掲載]

6 希釈冷凍機の種類 [関連する参考文献は最後に掲載されている]

最もポピュラーなものは、拡散ポンプとメカニカルポンプ（室温部分にある）を用いた ^3He 循環型の希釈冷凍機である。また、循環する ^3He の温度がヘリウム温度以上にならない（ポンプが低温部分にある）タイプのクライオスタットもある。 ^4He が循環するタイプ、および ^3He と ^4He の両方が循環するタイプも実現されている。

6.1 室温部分に循環ポンプがある希釈冷凍機

ポンプの性能によるが、循環速度が $5 \times 10^{-5} \sim 10^{-3}$ mol/s の希釈冷凍機が製作可能である。クライオスタットの外に循環システムを持つ多くの種類の希釈冷凍機が作られている。例えば、核断熱消磁ステージを冷却するための循環速度の大きい冷凍機[3, 4, 6, 19, 22], 単純な構造で 40 - 50 mK に到達できる冷凍機[13, 16], ワンショット希釈冷凍機[12, 34, 36], 試料交換がすばやくできて蒸発型クライオスタットとしても用いることができる希釈冷凍機[18, 26, 28]などがある。

要求される最低温度と冷却パワーによって希釈冷凍機の構造が決まる。希釈冷凍機の難しさと価格は、要求される最低温度が低いほど、そして冷却パワーが大きいほど上昇する。冷却パワーを図 15 [17]に示す。冷却パワーが小さくて、循環速度が約 10^{-5} mol/s, 最低温度 40 mK 程度であれば、チューブインチューブタイプの冷凍機で可能である。ステップ交換器を用いると、ほぼ同じ循環速度で、温度が 10~15 mK に下がり冷却パワーも増大する。超微粒子焼結体の熱交換器を用い、冷凍機の構造を最適化すれば、5~6 mK 以下の温度も可能である。

図 16 にハイパワー希釈冷凍機の模式図を示す。循環は、排気速度 900 L/s のブースターポンプ HVBM-0.5 と排気速度 45 L/s の ABR-50 および排気速度 5 L/s の NVR-5D を用いて行われる。これらを用いて、吸気圧力 2×10^{-2} Torr で循環速度 2×10^{-3} mol/s に達する。 ^3He はヘリウム槽中にある表面積 0.3 m^2 の焼結熱交換器 1 を通して戻される。この熱交換器の断面を図 16 に示す。これと同じ熱交換器が 1K ポットにつながれ、 ^3He の凝縮器として用いられる。さらに、 ^3He は抵抗値 10^{11} cm^3 をもつインピーダンスと抵抗値 $5 \times 10^9 \text{ cm}^3$ の第 2 インピーダンスを通して戻る。 ^3He リターンラインとインピーダンスは独立に 2 本設けて信頼性を向上している。熱交換器は、スパイラルインチューブの連続熱交換

器5とステップ交換器6が用いられている。6は一体構造になっていて、ディスクと蓋が用いられている（図16の挿入図を参照）。

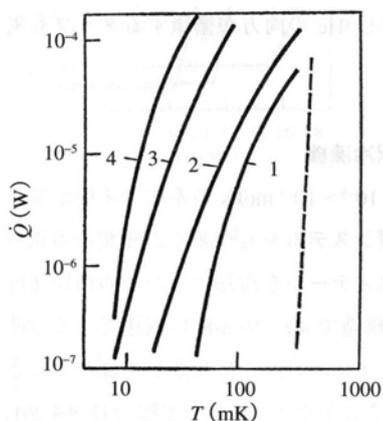


図 15 熱交換器の構造と循環速度が異なる希釈冷凍機の冷却パワーの比較 [17]
 1はチューブインチューブ型熱交換器, 2はステップ交換器, 3と4は超微粒子の焼結熱交換器 (循環速度はそれぞれ $n_3 \sim 10^{-4}$ mol/s と $n_3 \sim 10^{-3}$ mol/s). ---- は希釈冷凍機1と同じ排気速度をもつ ^3He 蒸発クライオスタットの冷却パワー.

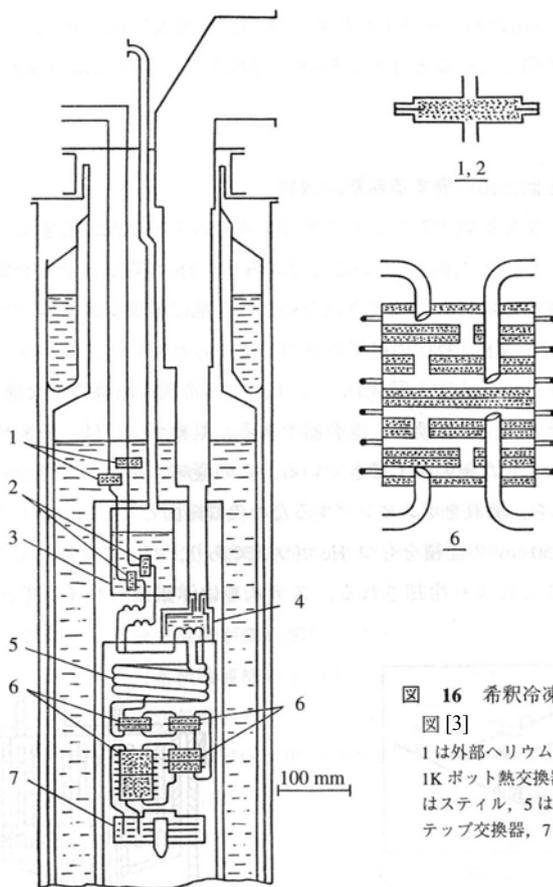


図 16 希釈冷凍機の低温部の模式図 [3]
 1は外部ヘリウム槽との熱交換器, 2は1Kポット熱交換器, 3は1Kポット, 4はスティル, 5は連続熱交換器, 6はステップ交換器, 7は混合器.

熱流入を変えたときの混合器の温度を ^3He 循環速度の関数として図17に示す. このデータは, $6.4 R_{Km} / A = 0.2$ のとき式 (17) で表わされる. 比較的高い温度では, 冷却パワーは T_m^2 に比例する. 低温では, 熱交換器中の濃厚相と希薄相の間の熱流が小さくなるため, 熱交換がうまくいかなくなり, 結果的に冷却パワーが落ちる. しかし, 4節で示したように, それぞれの温度で最大の冷却パワーを発揮する最適な循環速度が存在する. この希釈冷凍機の場合, 温度 $8 \sim 30$ mK では冷却パワーは, 100

T^4W である。熱流入は $0.2 \mu W$ であり、最低温度は ^3He を循環しているときに 7.5 mK 、循環をストップしたら 3.9 mK である。

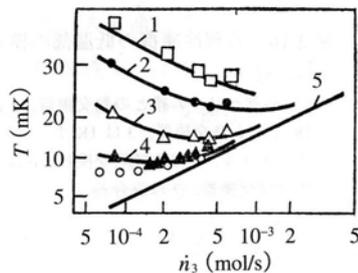


図 17 熱流入をパラメータとして表わした、混合器温度の循環速度依存性 [4]
 \square : $\dot{Q} = 49 \mu W$, \bullet : $16 \mu W$, \triangle : $2 \mu W$, \blacktriangle , \circ : $0 \mu W$.
 — は理論曲線. 1: $\dot{Q} = 49 \mu W$, 2: $16 \mu W$, 3: $2.4 \mu W$, 4: $0.45 \mu W$, 5: $0 \mu W$

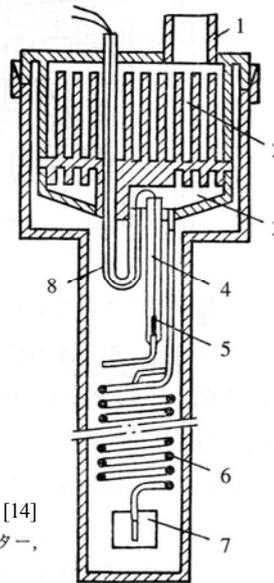


図 18 凝縮ポンプを用いた希釈冷凍機の低温部の模式図 [14]
 1 は ^3He ポンピングパイプ, 2 は ^3He 槽, 4 はスティール, 5 はヒーター,
 6 は熱交換器, 7 は混合器, 8 は溶液の導入口.

6.2 ポンプを低温部に有する希釈冷凍機

メカニカルポンプや拡散ポンプなどの循環システムを室温部に有する希釈冷凍機の最も大きな欠点は、扱いにくいことであろう。 ^3He 循環システムを低温部に有する希釈冷凍機の場合、この欠点はない。低温部に循環システムを有する希釈冷凍機[14]は、文献[39]の提案に基づいて作られた。このクライオスタットの低温部分の模式図を図 18 に示す。この希釈冷凍機的主要な構成は、凝縮ポンプ、スティール、熱交換器、混合器である。凝縮ポンプは、表面積を大きくするように加工した銅の板でできている。この凝縮ポンプの下側の面は約 60 cm^2 の面積をもち、溶液をポンピングするための面として用いられる。また、上側の面は 250 cm^2 の面積をもつ ^3He ポットでありパイプを通して ^3He をポンピングすることにより冷却される。スティールは洋銀製のパイプで、長さ 10 cm 、直径 6 mm 、肉厚 0.5 mm である。チューブインチューブの熱交換器は長さ 60 cm の洋銀製である。銅製の混合器は、直径 10 mm 、長さ 2 cm である。クライオスタットの温度が 1.2 K に達すると、 ^3He ポットへ ^3He ガスを液化し、 ^3He - ^4He 混合ガスをパイプを通してスティール、熱交換器、混合器へ液化する。そして、活性炭を用いた吸着ポンプによって ^3He の温度を 0.4 K に下げるが、スティールの温度はヒーターで 0.6 K に維持する。スティール中に蒸発した ^3He は凝縮ポンプの表面に凝縮液化し、熱交換器の外側パイプを通過して混合器に流れ落ちる。そして、混合器中の相境界と超流動液体を通過してスティールに再び上がってくる。この構造の希釈冷凍機で 0.06 K が得られている。液体 ^3He の量が 25 cm^3 のとき、動作時間は $8 \sim 10$ 時間であった。

この構造の特徴は凝縮した ^3He が重力によって混合器へ流れ落ちることである。 ^4He の密度は ^3He のその約 1.7 倍である。したがって、混合器と凝縮ポンプ間の ^3He 柱の高さは、混合器とスティール間の ^4He 柱の高さの約 2 倍でなければならない。循環速度を大きくするには熱交換器のインピーダン

スは小さくしなければならない。

最も温度が高い部分はスティールである。超流動膜の流れは抑制されている。この希釈冷凍機的主要な欠点はクライオポンプの寒剤の量に限界があり、動作時間が制限されることである。

通常の小型吸着ポンプは ${}^3\text{He}$ の循環速度約 10^{-4} mol/s を与える[40]。連続運転型の希釈冷凍機は、2つの吸着ポンプを交互に運転することにより実現された[27]。低温部分の模式図を図19に示す。これは、混合器、熱交換器、スティールのほかにコレクターと呼ばれるもう1つのチェンバーを備えている。コレクターは1Kポットに熱接触していて容積は 10 cm^3 である。このコレクターは、ポンプの切り替えが行われたときに冷凍条件が変化することを防ぐための、バッファー容器として用いられている。図19において、右側の吸着ポンプが運転状態にあるとする。このクライオポンプ9は真空ポット10と低温ポンプ9の間を満たしている液体 ${}^4\text{He}$ によって冷やされている。シャントバルブIIは開いており、右側のクライオポンプは低温バルブ8を通してスティールのポンピングラインとつながっている。左側のクライオポンプは再生状態にある。シャントバルブIは閉じており、このポンプのヒーターはON状態、真空ポットとクライオポンプの間の空間は排気されている。吸着された ${}^3\text{He}$ は、リターンラインのバルブAを通して、1Kポット5のところにある凝縮器に流れ落ち、1Kポットと同じ温度のコレクター4に向かう。

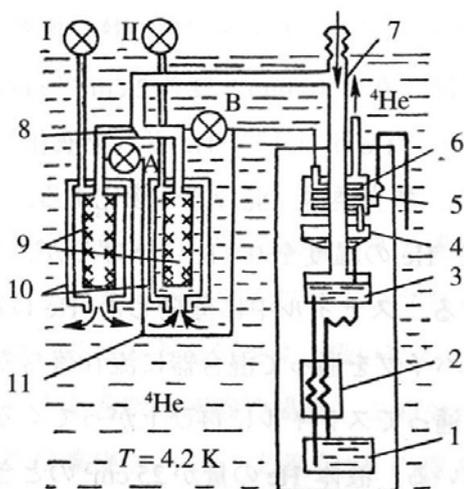


図 19 吸着ポンプを用いた連続運転型希釈冷凍機の模式図 [27]

1は混合器、2は熱交換器、3はスティール、4はコレクター、5は1Kポット、6は凝縮器、7は ${}^3\text{He}$ ポンピングパイプ、8は低温2方向バルブ、9は吸着ポンプ、10は真空ポット、11はリターンライン。

循環速度はスティールの下に設けられたインピーダンスによって制限される。インピーダンス直前の ${}^3\text{He}$ の圧力は、コレクター中の液体の静水圧と ${}^3\text{He}$ 蒸気圧の和に等しい。コレクター中の液体の静水圧は、動作温度(約1.2 K)範囲内では ${}^3\text{He}$ 蒸気圧と比べて無視できるくらいに小さいから、コレクター中の液体表面の位置は循環速度に影響を与えない。したがって、希釈冷凍が滑らかに安定して行われる。

スパイラルインチューブの熱交換器を用いたこの種の希釈冷凍機で、循環速度 10^{-4} mol/s のとき混合器の温度35~40 mK が得られた。

6.3 ${}^4\text{He}$ 循環型の希釈冷凍機

${}^4\text{He}$ の循環によって温度が下がる希釈冷凍機では、セパレーションチェンバーと呼ばれる相境界

が中に存在する部品がスチールの代わりに用いられる[29, 31] (図 20 参照) . 熱機械効果により, スーパーリークを通してセパレーションチェンバーから混合器へ超流動 ^4He が移動し, 混合器で吸熱が行われる. セパレーションチェンバー13 で発生する相分離熱は, ^3He ポットで ^3He のポンピングにより吸収される. 熱交換は, カウンターフローチューブと呼ばれる冷たい希薄混合液が降りて行き暖かい ^3He が上がって行く部分で直接行われる. この希釈冷凍機の最低温度は 7.8 mK であり, ^4He 循環速度は $\dot{n}_4 \sim 10^{-3} \text{ mol/s}$ に達する.

^3He と ^4He の両方を循環する第 3 のタイプの希釈冷凍機を用いて, さらに低温に到達することができる[24, 25, 35]. この希釈冷凍機の概略を図 21 に示す. ^4He の循環が熱機械効果によってなされ, ^3He の循環による希釈冷凍が通常の希釈冷凍機のように混合器で行われる.

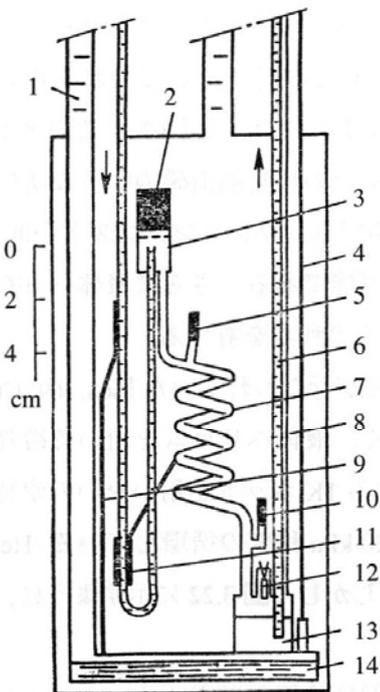


図 20 ^4He 循環型ライデン希釈冷凍機の模式図 [29]

1 はポンピングライン, 2, 5, 10, 12 は温度計, 3 は混合器, 4 は ^3He リターンライン, 6, 11 はスーパーリーク, 7 はカウンターフローチューブ, 8 は充填キャピラリー, 9 は銅の熱伝導体, 13 はセパレーションチェンバー, 14 は ^3He 槽. ^4He の流れは矢印で示されている.

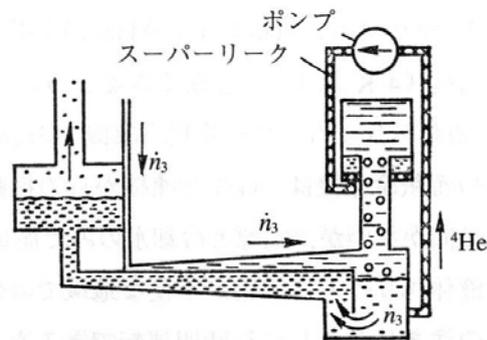


図 21 ^3He と ^4He の両方が循環する希釈冷凍機の模式図 [24]

参考文献

- [1] Амамчян Р.Г., Болдарев С.Т., Калитин П.П. и др. Рефрижератор $^3\text{He} - ^4\text{He}$ промышленного изготовления // НТ-21 :XXI Всесоюз. Совещание по физике низких температур: Тез. докл.. (Харьков, 23-26 сент.1980 г.) ФТИНТ АН УССР. – Харьков, 1980. – Ч.4.- С.224-225.
- [2] Бабийчук В.П., Голуб А.А., Медяник А.И. и др. Установка для получения низких температур при непрерывном растворении ^3He в ^4He // Физика конденсированного состояния / Хпрьков, ФТИНТ АН УССР. – 1974. – Вып. 30. – С. 134-141.
- [3] Боровик-Романов, Буньков Ю.М., Дмитриев В.В и др. Криостат ядерного размагничивания и криостат растворения ^3He в ^4He большой хладопроизводительности // ПТЭ. – 1985. - № .3. – С. 185-192.

- [4] Буньков Ю.М., Дмитриев В.В., Мухарский Ю.М. и др. Мощный рефрижератор растворения ^3He в ^4He и криостат ядерного размагничивания // НТ – 22: XXII Всесоюз. совещ. по физике низких температур: Тез. докл. (Кишинев, 20-23 окт. 1983 г.) / ФТИНТ АН УССР – Хпрьков, 1982.- Ч. 3. – С. 248 – 249.
- [5] Галкин А.А., Дьяконов В.П., Фита И.П. Простой рефрижератор растворения ^3He в ^4He для магнитных исследований при высоких давлениях. // НТ 21 : XXI Всесоюз. совещ. по физике низких температур (Харьков, 23-26 сент.1980 г.)/ ФТИНТ АН УССР. – Харьков, 1980. - Ч.2. – С. 222-223.
- [6] Гончаров В.А., Григорьев В.Н., Лукашов В.Н. и др. Мощный рефрижератор растворения ^3He в ^4He . – Харьков, 1985. – 10 с. – (Препринт / АН УССР, ФТИНТ, № 10-85).
- [7] Есельсон Б.Н., Григорьев В.Н., Иванцов В.Г и др. Растворы квантовых жидкостей ^3He - ^4He . – М.: Наука, 1973. – 424 с.
- [8] Есельсон Б.Н., Иванцов В.Г., Коваль В.А. и др. Свойства жидкого и твердого гелия. Растворы ^3He - ^4He . Справочник. – Киев: Наук. думка, 1982. – 232 с.
- [9] Зиновьева К.Н. Криостат для получения температур 0.03 – 0.016 К при помощи раствора ^3He в ^4He // ПТЭ. – 1969. - № 2. С. 235.
- [10] Лоуназмаа О.В. Принципы и методы получения температур ниже 1 К. – М.: Мир, 1977. – 356 с. (英語版は Lounasmaa O.V. Experimental Principles and Methods below 1 K, Academic Press, London and New York, 1974)
- [11] Неганов Б.С., Борисов Н.С., Либург М.Ю. Метод получения низких температур, основанный на растворении ^3He в ^4He // ЖЭТФ. – 1966. – 50, № 6. – С. 1445 – 1454.
- [12] Пешков В.П. Криостат растворения ^3He для работы в области миллиградусов // ПТЭ. – 1969. - № 5. – С. 193 – 196.
- [13] Рудаковский Э.Я., Чаговец В.К. Простой рефрижератор растворения для физических исследований // Тез. докл. XXI Междунар. конф. стран-членов СЭВ по физике и технике низких температур. – София, 1983. – С. 296 – 298.
- [14] Эдельман В.С. Криостат растворения с конденсационным насосом // ПТЭ. – 1971. - № 4. – С. 229 - 231.
- [15] Alvesalo T.A., Anufriev Yu.D., Buch Lund P. *et al.* A cryogenic system for studying the properties of ^3He between 1 and 15 mK // Cryogenics.-1974.-14, N7. –P.384-390.
- [16] Anderson A.C. Elementary dilution refrigeration // Rev. Sci. Inst. –1970.– 41, N10,-P. 1446-1450.
- [17] Anderson A.C. Instrumentation at temperature below 1 K // Rev. Sci. Inst. -1980.-51, N12.-P. 1603-1613.
- [18] Binning G, Hoening H.E. Fast loading dilution refrigerator // J. Phys. (Paris).-1978.-39.-P. 1148-1149.
- [19] Bradley D.I., Bradshaw T.W., Guenault A.M. A dilution refrigerator combining low base temperature high cooling power and heat leak for use with nuclear cooling // Cryogenics.-1982.-22, N6.-P. 296-304.
- [20] De Waele A., Reekers A.B., Gihsmann H.M. A ^3He circulation dilution refrigerator with two mixing chambers // Physica BC.-1976.-81, N2.-P. 323-324.
- [21] Edwards D.O., Ifft E.M., Jarwinski R.E. Number density and phase diagram of dilute ^3He - ^4He mixtures at low temperatures // Phys. Rev.-1969.-177, N1.-P.380-391.

- [22] Ehnholm G.J., Gylling R.G. A dilution refrigerator with large cooling power // *Cryogenics*.-1971.-11, N1.-P.39-46.
- [23] Ehnholm G.J., Soini J.K. A compact dilution refrigerator // *Proc. 14th Int. Conf. Low Temp. Phys. (LT14, 1975)*.-Amsterdam; Oxford; New York, 1975.-V.4.-P.21-24.
- [24] Frossati G. Obtaining ultralow temperatures by dilution of ^3He into ^4He // *J. Phys. (France), Colloq.* C6.-1978.-39, suppl. 8.-P. 1578-1589.
- [25] Frossati G., Schumacher G., Thoulouze D. A double ^3He and ^4He circulating dilution refrigerator // *Proc. 14th Int. Conf. Low Temp. Phys. (LT14, 1975)*.-Amsterdam; Oxford; New York, 1975.-V.4.-P. 13-16.
- [26] Kovac L., Balla I. Combined ^3He cryostats and ^3He - ^4He dilution refrigerators. –*Koep. fiz. Kut. inter.* -1974.-N60.-P. 15.
- [27] Mikheev V.A., Maidanov V.A., Mikhin N.P. Compact dilution refrigerator with a cryogenic circulation cycle of ^3He // *Cryogenics*.-1984.-24, N4.-P. 190.
- [28] Pavlov V.N., Neganov B.S., Konicek T. *et al.* A combined ^3He - ^4He dilution refrigerator // *Cryogenics*.-1978.-18, N2.-P. 115-119.
- [29] Pennings N.H., Bruyn Ouboter R.de, Taconis K.W. The Leiden dilution refrigerator // *Physica BC*.-1976.-81, N1.-P. 101-107.
- [30] Pennings H.H., Bruyn Ouboter R.de, Taconis K.W. On the lowest temperature which can be achieved in the Leiden dilution refrigerator // *Physica BC*.-84, N2.-P. 249-253.
- [31] Pennings H.N., Taconis K.W., Bruyn Ouboter R.de The Leiden refrigerator II // *Physica BC*.-1976.-84, N1.-P. 102-109.
- [32] Polturak E., Rappoport M., Rosenbaum R. Wire-packet heat exchangers for dilution refrigerators // *Rev. Sci. Instr.*-1978.-49, N3.-P. 305-307.
- [33] Raubeau P., Varoquaux E. Copper foil heat exchangers for dilution refrigerators // *Cryogenics*.-1970.-10, N3.-P. 255-256.
- [34] Severijns A.P., Staas F.A., Cense W.A. An improved ^3He - ^4He mixing chamber for single-cycle experiments // *Cryogenics*.-1978.-18, N2.-P. 87-89.
- [35] Staas F.A., Van der Warden H.C.M. A dilution refrigerator with circulation of both ^3He and ^4He // *Proc. 14th Int. Conf. Low Temp. Phys. (LT14, 1975)*.-Amsterdam, 1975.-V.4.-P. 17-20.
- [36] Vilches O.E., Wheatley G.C. Experiments on dilution of ^3He with ^4He at very low temperatures // *Phys. Lett. A*. -1967.-24, N9.-P. 440-442.
- [37] Wheatley J.C., Rapp R.E., Johnson R.T. Principles and methods of dilution refrigeration II // *J. Low Temp. Phys.*-1971.-4, N1.-P. 1-39.
- [38] Wheatley J.C., Vilches O.E., Abel W.R. Principles and methods of dilution refrigeration I // *Physica*.-1968.-4, N1.-P. 1-64.
- [39] London H., Clarke G.R., Mendoza E. Osmotic pressure of ^3He in liquid ^4He with proposal for a refrigerator to work below 1 K // *Phys. Rev.* -1962.-128, N5.-P. 1992-2005.
- [40] Babiichuk V.P., Golub A.A., Esel'son B.N., Serbin I.A. Continuous adsorption refrigerator for producing temperatures below 1 K // *Cryogenics*. -1975.-15, N5.-P. 254-256.