

随想

液体ヘリウムの思い出

大学院工学研究科

小池洋二 (koike@teion.apph.tohoku.ac.jp)

私が液体ヘリウムを初めて使ったのは大学院の修士1年の時(1975年)だから、かれこれ43年、液体ヘリウムに関わってきたことになる。定年を前にして「随想を・・・」ということなので、液体ヘリウムに関する思い出を書いてみたい。

大学院の修士課程では、研究室にあったビスマスやアンチモンの高品質単結晶試料を用いて、磁気熱量子振動(試料を断熱状態にして磁場を印加し掃引するとフェルミ面の極値断面積に応じた周期で試料の温度が変化する現象。ド・ハースファン・アルフェン効果と同類)の実験をしていた。特に、キャリア数の少ない半金属であるビスマスでは、極低温に冷やして強磁場を印加すると電子と正孔の束縛状態(エキシトニック相)が現れるという理論的予言もあり、それを磁気熱量子振動で検出することを目指していた。実験は、液体ヘリウムを減圧して得られる1.4Kで行っていたので、液体ヘリウムは必須であった。当時、低温液化室において液体ヘリウムが供給されるのは週2回(確か火曜日と木曜日)しかなかったもので、その前日は実験の準備で忙しかった。クライオスタットに試料をセットし終わると、夜帰宅する前に、液体ヘリウムを貯めるガラスのデュワー瓶とクライオスタットを液体窒素で予冷しておかなくてはならないが、その時に測定に用いるリード線の導通がないことを発見したりすると、大いに焦った。クライオスタットを室温まで暖め、ウッドメタルでシールしていた真空を破り、断線箇所を捜して修理した。修理が終わると、再びウッドメタルでシールし、30分くらい真空引きし、クライオスタットを冷やし始めれば帰宅できるのだが、手間取ってしまうと最終電車に間に合わず、研究室に泊まるのが度々あった。液体ヘリ

ウムを汲んで実験を始めた日は、貴重な液体ヘリウムが残っている限りは実験を止めるわけにいかず、夜遅くまで実験していた。クライオスタットは、研究室にあったものを参考にして、見よう見真似で手作りした。生まれて初めて旋盤を回し、銀ロウ付けをし、スタイキャストでリード線を真空シールし、最後にリークテストをして一応完成させた。要領がよく分からなかったので、作製に数か月かかった。だから、そのクライオスタットを使って磁気熱量子振動を初めて観測した時は、嬉しくて、振動を記録したレコーダのチャートを夜誰もいなくなった研究室のお茶飲み場の壁に貼り、翌朝先生がそれを見て喜ぶ姿を思い浮かべながら帰宅した。

結局エキシトニック相を発見することはできなかったが、研究は楽しいと実感した。また、研究室の先生(田沼静一教授、壽榮松宏仁助手)や先輩たちが楽しげに研究し、一緒に登山、スキー、水泳、魚釣り、酒盛り等で遊んでくれたので、研究者としての生活は楽しいのだろうなと思って博士課程に進学したように思う。博士課程では、研究室で設計し、国内の某低温メーカーに試作してもらった ${}^3\text{He}\text{-}{}^4\text{He}$ 希釈冷凍機を運転して、グラファイト層間化合物 C_8K の超伝導の研究をした。希釈冷凍機は試作品だったので、実際、何mKまで冷却できるかわからなかった。希釈冷凍機の混合室(一番冷える部分)は、自分の実験に合わせて手作りした。希釈冷凍機は真空リークがあっては動かないので、ヘリウムリークディテクターを使って、リークテストの日々だった。また、当時、超低温で使える温度計は市販されていなかった。常磁性塩である硝酸セリウムマグネシウム $\text{Ce}_2\text{Mg}_3(\text{NO}_3)_{12} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ (通称CMN)を合成し、

その磁化率の温度依存性（キュリー則）を利用した磁気温度計を手作りした。そして、博士1年の終わり頃、やっと 50mK までの冷却に成功し、139mK で C_8K の超伝導転移を観測することができた。超伝導転移温度が 50mK 以上であったのはラッキーだった。そして、この時初めて、英語の論文を投稿することができた。私が書いた英文は壽榮松先生に跡形もなく直されたが、やっと研究者の仲間入りができたと言った。

大学院修了後（1980年）、幸い、東北大金研の深瀬哲郎先生に助手として採用していただいた。金研は日本の低温物理発祥の地であると言われており、「金研に行くと、液体ヘリウムが湯水の如く出るから、思う存分実験できるよ」と、大学院時代の研究室の人たちに励まされた。実際、金研ではほとんど毎日、液体ヘリウムを使って実験することができた。金研は、当時、日本で一番液体ヘリウムに恵まれていたように思う。また、当時、金研では、武藤芳雄先生の御尽力によって導入された世界最高の機能を備えた ^3He - ^4He 希釈冷凍機（最低到達温度 2mK、最高 9 テスラの超伝導磁石付き、SHE 社製）がフル稼働しており、東北大の中の 3 グループが交替で使用していた。1 度実験を始めると、1 週間から 2 週間昼夜連続で実験することができた。私は、深瀬先生が自ら実験していた超音波吸収によるビスマスのエキシトニック相の探索を手伝いながら、同時に、当時流行っていたアンダーソン局在の実験や磁性超伝導体の実験をしていた。金研低温センターの技官の方々による液体ヘリウムの安定した供給（毎日 100 リットル）と、坂爪新一先生による希釈冷凍機の献身的なメンテナンスのおかげで、このような実験を 2 か月に 3 回のペースで行うことができた。そのおかげで、論文をコンスタントに発表することができたのは幸いだった。

大学院時代から希釈冷凍機に関わってきたので、金研に超電導材料開発施設（現：強磁場超伝導材料研究センター）ができた時には、ハイブリッド磁石と希釈冷凍機（Oxford 社製）を組み合

わせた超低温超強磁場における物性測定システムの構築を任された。常伝導磁石の冷却水ラインの振動による温度上昇が心配で、試料は希釈冷凍機の混合室内の ^3He 希釈相にジャブ浸けにした。その結果、27 テスラの磁場中で、なんとか 30mK まで試料を冷やすことができた。当時、超低温超強磁場のトピックスであった分数量子ホール効果の研究をしていた川路紳治先生・若林淳一先生（学習院大）と一緒に実験したが、その後、工学部に異動したため、私自身の超低温超強磁場の実験は終了してしまった。

1989 年、工学部の応用物理学科（応物）の齋藤好民先生の研究室に異動し、ヘリウム事情は一変した。当時、応物の建物は現在の地下鉄青葉山駅の傍にあり、液体ヘリウムを供給する工学部低温サブセンターから 300m くらい離れていた。しかも、応物の建物にはヘリウムの回収配管がなかった。そこで、デュワー瓶を軽トラックに乗せてサブセンターまで運び、液体ヘリウムを汲んでもらった後は、1 立米のヘリウム回収用風船をデュワー瓶に繋いで、再び軽トラックで応物に戻って実験を始めていた。風船は長いゴムホースを繋いで廊下に出していたので、風船が膨らんでくると、通行の邪魔になっていた。デュワー瓶に液体ヘリウムを 3 リットルも汲むと、蒸発したヘリウムガスは 2 立米以上になるので、何回か、膨らんだ風船を軽トラックに乗せてサブセンターまで運び、ヘリウムを回収していた。軽トラックの運転は大抵実験をする学生が担当していたので、学生には大変苦勞を掛けた。路面が凍りやすい冬場は、特に慎重に運転するように注意していた。軽トラックがサブセンターに到着した時、乗せたはずの風船が見当たらず、大騒ぎしたこともあったが、この間、交通事故が 1 件もなかったのは、今思えば本当に幸いだった。

2002 年、研究室は電子情報システム・応物系 1 号館に移転し、ヘリウムの回収配管が整備された 2 号館で実験できるようになったので、ヘリウム回収の苦勞はなくなった。市販の高感度磁化測

定装置や多目的物性測定装置（ともに Quantum Design 社製）を用いた実験が多くなり、液体ヘリウムとの関わりは、週に1回くらい、液体ヘリウムを 100 リットルのベッセルから測定装置にトランスファーすることがメインになった。また、液体ヘリウムの使用料金が、部局毎にヘリウムの回収率に応じて決められるようになったので、ヘリウムの回収率に以前にも増して注意するようになった。ヘリウムは輸入に頼っており、しかも希少な資源でもあるので、ヘリウムを逃がさないことは、いつの時代でも大事である。そのため、液体ヘリウムのトランスファー時に大気に逃げたヘリウムをなるべく少なくするように、学生を指導することが多くなった。また、回収率が落ちると、測定装置の周りや回収配管のリーク探しに苦労した。

最近では、市販の測定装置にヘリウムの再凝縮装置が取り付けられるようになり、液体ヘリウムのトランスファーが基本的には不要になった。液体ヘリウムを使う実験が大変容易になり、それはそれでよいことである。研究者は、測定する意味のある物質の選択と、その試料作製に頭を使い、後は市販のコンピュータ制御された測定装置が自動測定してくれて、寝ている間にデータが取れる。私の学生時代とは大いに様変わりした。マニュアルで温度を制御し、磁場を操作し、X-Y レコーダや X-t レコーダを食い入るようにつめ、レコーダのペンのインクが出なくなると、大慌てで取り換えていた頃とは違う。温度が下がらなくなると、クライオスタットを自分で修理していた頃とは違う。今は、ひとたび装置が故障すると、ブラックボックスの装置の前ではお手上げ状態になる。東京の会社に連絡して、派遣される技術者を待たねばならない。また、定期的に行われる測定装置のメンテナンスに掛かる費用も結構高額である。お金があれば、測定する物質の選択と試料作製に集中できる現在の方がよいに決まっているが、旋盤を回し、銀ロウ付けをし、リークテストをし、自分の研究に合った独自のクライオス

タットを作る技術や、熱の出入りを考慮しながら行う低温での物性測定技術が、今の学生にはあまり伝承されていないことを寂しく思う。しかし、私自身、学部4年生を対象とした「低温物理工学」の授業において、この数年は、前半に講義していた「低温の生成」と「温度測定」を省略し、後半の「超伝導」を詳しく講義しているので、私にも責任がある。そうは言うものの、市販の物性測定装置で間に合わなくなった場合は、いくつかの低温実験技術に関する名著を参考にしながら、クライオスタットを設計し、自ら作るか、お金があれば外注すればよいだけだから、あまり気にする必要はないのかもしれない。また、定年後暇にしているであろう私に声をかけていただければ、少しはお役に立てるかもしれない。

私の液体ヘリウムに関する思い出を書き連ねてきたが、結局、思い出話に終始し、残念ながら読者の参考になるようなことは書けなかった。ここまで付き合ってくくださった読者に感謝したい。最後に、東北大学における低温を舞台とした基礎研究・応用研究を支える極低温科学センターの益々の充実を祈念し、液体ヘリウムの安定的供給に御尽力くださった技術職員の皆様に厚く御礼申し上げます。