

循環型 ^3He クライオスタットの試作

極低温科学センター 佐藤 亮、中村慎太郎、遠藤 聡*、野島 勉、
三浦弘行、丹野伸哉、細倉和則

1.はじめに

一般に量子現象は熱的かく乱の少ない低温で顕著に発現する。このため物性研究では極低温下の物性測定が必要となることが多い。クライオスタットに液体 ^4He を充填すれば容易に 4.2K まで試料を冷却でき、さらにロータリーポンプを用いて液体 ^4He を減圧排気すれば 1.2K まで冷却できる。しかし、1K 以下の温度を実現するためには、 ^3He クライオスタットまたは希釈冷凍機を用いなければならない。 ^3He は ^4He よりも軽いので、1 気圧での沸点は 3.2K と ^4He に比べて低い。また、1K 以下の蒸気圧も ^3He の方が ^4He よりも高いので、液体 ^3He を減圧排気することにより、約 0.3K の温度まで到達可能である。 ^3He は原子炉内で人工的に生成されるため、10 l (1 気圧) で約 30 万円と高価であり、 ^3He クライオスタットの排気循環系には、 ^3He ガスを外部に漏らさない気密性が要求される。今回、極低温下での電気抵抗測定、磁化のヒステリシス測定、比熱測定などを想定し、一定温度で長時間連続運転できる循環型 ^3He クライオスタットを試作した。[1]

2.装置の構成

本装置は、クライオスタット本体とハンドリング部から構成され、 ^3He を循環させながら長時間運転できる構造をもつ。また、 ^3He クライオスタットを冷却した状態で室温部から容易に試料交換ができるトップローディング方式を採用した。図 1 に ^3He クライオスタット本体部と電気抵抗測定用のインサートを示す。クライオスタット本体の主要部分の機械加工とアルゴン

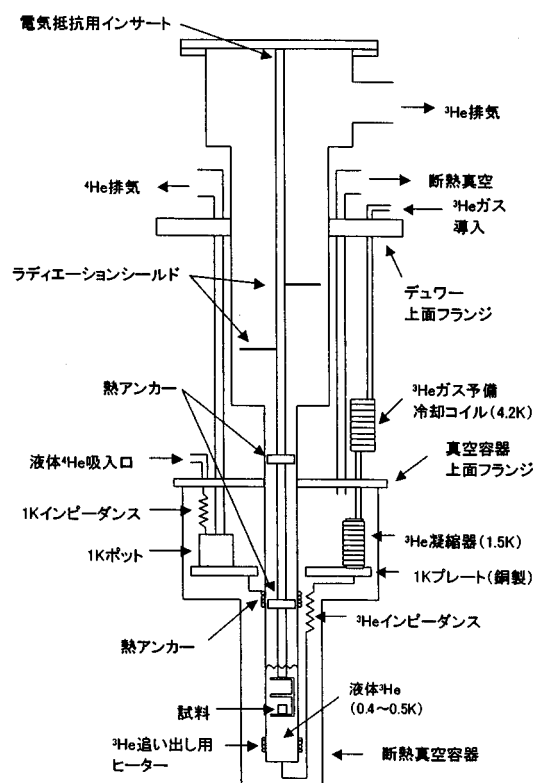


図 1. ^3He クライオスタット本体概略図

溶接は、GES 株式会社に依頼した。クライオスタットの排気ライン、断熱真空容器など主要部分の材料には、アルゴン溶接部の粒界割れの恐れが少ない低炭素鋼の SUS304L が望ましいと思われるが、SUS304L 製の薄肉パイプの入手が困難であるため、SUS304 を選んだ。[2]液体 ^3He 槽のテイル部は $\phi 25$ 、 $t0.5$ の SUS パイプで、試料は液体 ^3He に直接浸かる構造である。断熱真空容器のテイル部は $\phi 50$ であり、超伝導磁石に挿入することができる。断熱真空容器上面フランジには、断熱真空容器の排気用、1K ポット内の液体 ^4He の減圧排気用、 ^3He ガス排気用のポ

ートとしてSUSパイプがアルゴン溶接されている。上面フランジとSUSパイプの溶接部の断面を図2に示す。通常より溶接部の溝を深く4mmにして残留応力の分散を計っている。溝を深く加工するため、上面フランジを8mmと厚くした。また、 $\phi 10$ 以下のパイプでは溶接部での残留応力が特に強くなると考え、応力腐食割れの心配がない銀ろうで溶接した。銀ろう用フラックスを除去するため、溶接部は全て溶接後に洗浄した。断熱真空容器内への、液体 ^3He 追い出し用ヒーター、1Kポット温度モニター用の電気的な配線の導入部はスタイキャスト1266を用いて真空シールしている。

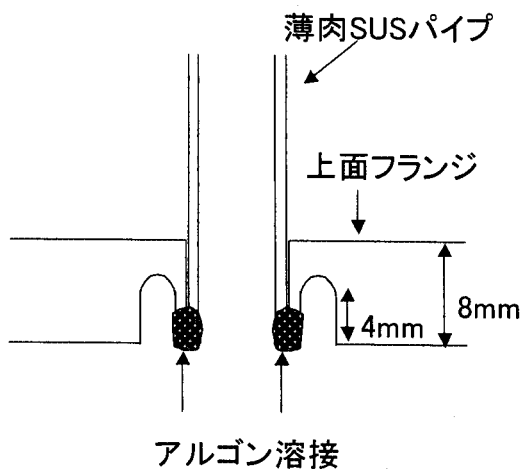


図 2. 断熱真空容器上面フランジのアルゴン溶接箇所断面図

写真1は断熱真空容器内部の写真である。写真中央部の板が1Kプレート(t3)で、左側に1Kポット、右側に ^3He 凝縮器が写っている。三者はいずれも熱伝導の良い、Cuで作られており、ボルト締めによって互いに強く熱接触している。1Kポットを減圧排気することにより、三者全体が1.5Kになる。減圧排気にはキニーポンプ(SOGEVAC SV200, LEYBOLD; 排気速度3000 l/min)を用いている。1Kポットには1K用インピーダンスを通して液体 ^4He が連続的に供給される。そのため、ポットの内容積は9 ccと極端に小さい。1KインピーダンスはSUS管

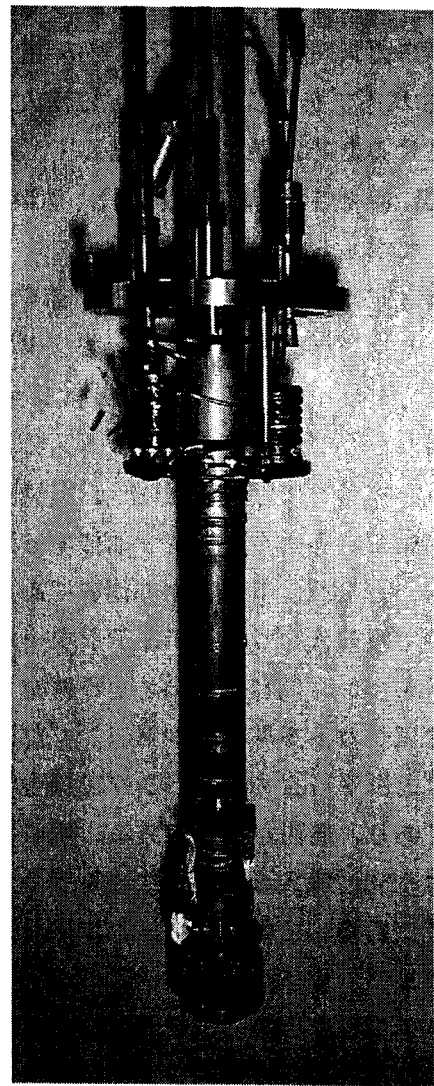


写真1. クライオスタット断熱真空槽内部。下部に付いているのは磁化測定用セル。

(外 $\phi 0.5$, 内 $\phi 0.3$)の中に紙やすりでやや細くした $\phi 0.3$ のSUS線を挿入したもので、1Kポットの圧力が約1 Torr、温度が約1.5Kに保たれるようインピーダンスの大きさが調整されている。凝縮器は銅製のブロック($\phi 20$)に銅パイプ($\phi 3$)を巻きつけて銀ろう付けしたものである。 ^3He ガスは、 ^3He ガス導入口からクライオスタット内に導入され、予備冷却用のコイル状の銅パイプ($\phi 3$)で4.2Kに冷却された後、凝縮器で液化される。凝縮器の中で液化された ^3He は、 ^3He インピーダンス、極細のステンレス管を通り、底部から液体 ^3He 槽の内部に入り溜まる。 ^3He インピーダンスは1Kインピーダンスと同じ構

造で、このインピーダンスによって排気側と導入側のガス圧力差が生じる。 ^3He 槽テイル部の SUS パイプを通じて液体 ^3He に流入する熱を吸収させるため、熱アンカーとして、銅線をテイル部に巻きつけてハンダ付けし、他端を 1K プレートにボルト締めしている。

図 3 に ^3He ガスハンドリング部を示す。ガスハンドリング部主要部は ^3He ガスタンク、密封型ロータリーポンプ、ディフュージョンポンプ、窒素トラップから成り、 ^3He ガスの保存、減圧排気、循環および洗浄を行う。実験室間を簡単に移動できるようにフレームにキャスターを付けた。ガスハンドリング部作成にあたっては、途中で繰り返しリークディテクターによるチェックを行い、漏れのないことを確認した。クライオスタット本体とハンドリング部はベローパイプとクイックカップリングで接合するようにしてあり、着脱が容易である。 ^3He 排気ラインには $\phi 50$ 、導入ラインには 1/4 インチのベローパイプを用いている。ガスハンドリング部のガスバルブや銅パイプ (1/4 インチ) の接合はスウェッジロックと銀ろうを併用している。 ^3He ガスタンクとしてプロパンガス用のタンクを使用した。タンクには約 20 l (1 気圧) の ^3He ガス

が大気圧よりも低い圧力で保管されている。 ^3He クライオスタットの減圧排気と循環に密封型ロータリーポンプ (2015H1, ALCATEL; 排気速度 250 l/min) を用いる。密封型ロータリーポンプの前方にはニードルバルブが取り付けられてあり、圧力を微妙に調整して温度をコントロールできる。さらに液体 ^3He を低温にするにはディフュージョンポンプ (Diffstak Mk2 63/150M, EDWARDS; 排気速度 200 l/s) を用いる。ディフュージョンポンプの引き口には小型のゲートバルブ (VAT 社) を取り付けられている。循環型の冷凍装置を連続して運転する場合、 ^3He 凝縮ラインが空気、油などによって詰まる場合がある。これを防ぐため、密封型ロータリーポンプの排気口にオイルミストトラップとモレキュラーシーブを入れたドライヤーを取り付けて ^3He ガスに混入するオイルミストを除去している。さらに窒素トラップによって ^3He ガスに混入した微量の空気を取り除く。密封型ロータリーポンプの排気側にはばね式の安全弁が取り付けられており、窒素トラップや ^3He 凝縮ラインが詰まって排気圧が異常に上昇した場合に ^3He ガスがタンクに回収されるようになっている。

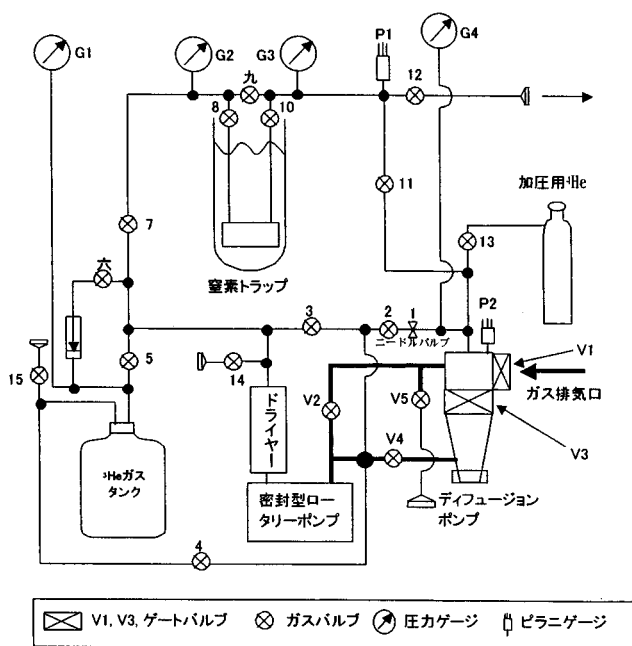


図 3. ^3He ガスハンドリング部配管

3.装置の性能

本装置の性能試験を兼ねて、まず温度計の校正を行った。基準温度計には校正済みゲルマニウム温度計 (LakeShore) を用いた。校正した温度計は RuO₂ チップ抵抗 (3kΩ, KOA) である。RuO₂ は極低温で温度変化が大きく磁気抵抗が小さいので良い極低温用温度計となる。[3] 図 4 に RuO₂ の校正データを示す。密封型ロータリーポンプをまわし徐々にバルブを開けて ³He 排気ラインを減圧しながら循環させると、約 2 時間で 1.5K から 0.53K まで温度が下がった。本装置はシングルショットの減圧排気もでき、このときは密封型ロータリーポンプの排気ガスを循環させずに ³He ガスタンクに回収する。シングルショットでディフュージョンポンプをまわした時の最低温度は 0.37K であった。温度計校正後、本装置を使って電気抵抗の測定を行ったところ、³He 凝縮ラインが油や空気詰まることもなく、安定して 1 ヶ月間電気抵抗測定を行うことができた。ドライヤー、窒素トラップ等が有効に働いたものと思われる。また、運転中 1K ポットの圧力、温度も安定していた。

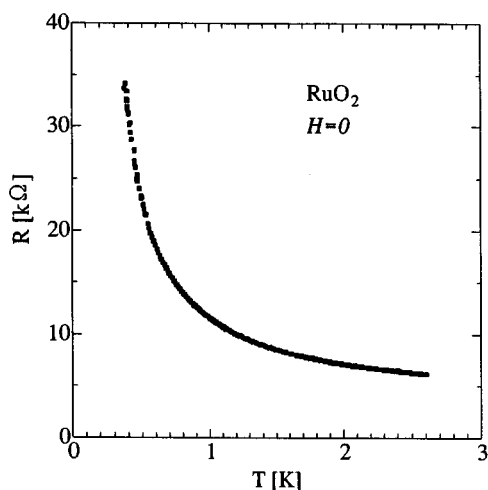


図 4. RuO₂ チップ抵抗の零磁場における電気抵抗温度依存性。

4.まとめ

今回、循環型の ³He クライオスタットを作成し性能試験を行った。最低到達温度は 0.37K で

ある。循環時の最低到達温度は 0.53K であった。今後、³He ガスの熱交換を改善し、循環時の最低到達温度を 80mK ほど下げたいと考えている。本装置は 1 ヶ月間の連続で安定した運転ができた。応力腐食割れに起因する真空漏れはまだ起きてないが、さらに長期間の観察が必要である。

謝辞

クライオスタットの試作にあたり、科学研究費特定領域研究(B)「電子軌道の秩序化と揺らぎによる新しい物性」から部分的に援助を受けた。ここに感謝する。

参考文献

- [1] 松井広志, 摂待力生, 大谷安見, 中村慎太郎, 坂爪新一, 後藤輝孝, 山上 孜, 工藤明夫, 柏原守好, 鈴木正尙, 東北大学科学計測研究所報告 40 (1992) 49.
- [2] 「ステンレス鋼の溶接」, 渡辺正紀, 向井喜彦著, 日刊工業新聞社 1971 年, p42.
- [3] Q. Li, C. H. Watson, R. G. Goodrich, D. G. Haase and H. Lukefahr, Cryogenics 26 (1986) 467.

* 現東北大学学際センター