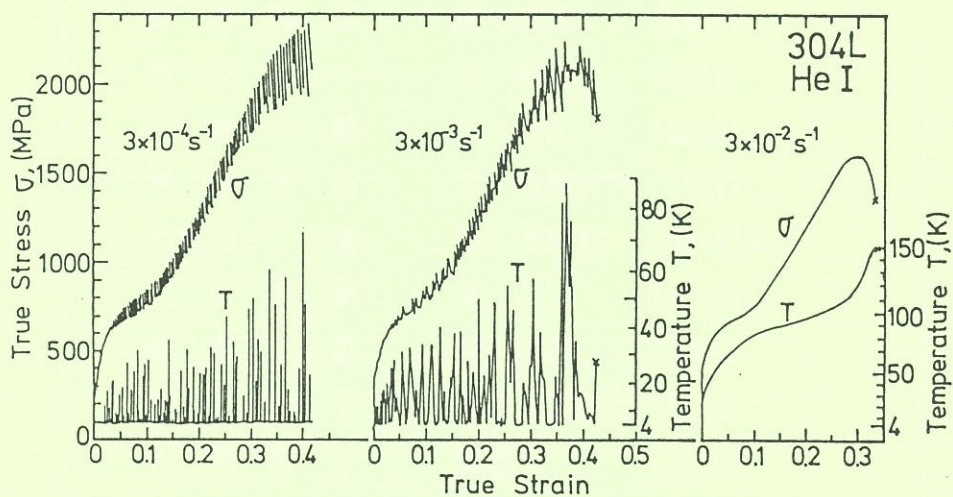


# 低温センターだより

第 15 号

1992 年 6 月



東京大学

低温センター

# 目 次

	教養学部基礎科学科	
鉛の箱と液体ヘリウム .....	真 隅 泰 三 .....	1
	広島大学低温センター	
紹介：広島大学低温センター .....	門 松 秀 興 .....	2
	日本大学原子力研究所	
小型冷凍機利用のすすめ .....	松 原 洋 一 .....	3
	工学部材料学科	
金属材料から見た低温実験雑感 .....	柴 田 浩 司 .....	11
	物性研究所	
磁場中での温度測定と温度制御 .....	家 泰 弘 .....	17

## “鉛の箱と液体ヘリウム”

教養学部基礎科学科 眞 隅 泰 三 <sup>\*)</sup>

昔学んだ所によると、シェークスピア記す“リア王”に3人の娘がいた。父王が金、銀、鉛の3つの箱を見せて、好きな様に選べといった。長幼の順で、末娘は貧乏くじの鉛の箱を買ったところ、中には大切な鍵が入っていたという話がある。これは、とかく表面からだけでは物事は簡単に判断すべきではないという教訓であったのであろうが、これが仮に現代の科学者であったら如何であらうか？

20世紀の現代で多少ともサイエンスの知識のある人ならば、案外鉛も魅力があるかも知れない。なにしろ液体ヘリウムで冷却しさえすれば、超伝導性を示す材料であり、実際ジョセフソン素子集積回路も試作されている世の中なのであるから。液体ヘリウムには、別の功德もあるというべきか？

一方、そこに高温超伝導体が出現したのだから、案外黒光りのする様な一見訝えない箱も、ナウいと株が高くなっているかも知れない。しかし、これも人間の欲の絡んだ業というべきものかも知れない。もっとも、それ以前から湯呑みでも作っている人は、それなりに立派であるが。

そして、それなら一見何の特色もない絶縁体の石の箱だって構わないのではないかと、リア王に尋ねてみたい。物でも人でも適切な視点で視れば転移温度や学校の成績や、論文の数だけでは定まらない長所が、どこかに潜在しているのではないであらうか？ 転移温度の低い物質や点数の低い学生も大切にされ、そして低温センターもますます忙しくなることこそが望ましい。大学の健やかな発展を祈りたい。

低温センターの皆様、永い間どうも有難うございました。将来とも一層の御発展を祈ります。

---

<sup>\*)</sup> 元低温センター長、低温センター運営委員、教養学部教授、平成4年3月  
定年配置換  
現在、群馬大学工学部電気電子工学科教授

## 紹介：広島大学低温センター — 極低温室から低温センターへ —

広島大学低温センター 門 松 秀 興

東千田町キャンパスから遙か東、直線距離で約24kmの西条キャンパス、山陽本線で海拔が255mと最も高い駅、八本松か次の西条駅で下車すると西条盆地、理学部の屋上から見ると田畑の中に点在する煉瓦色の農家、それとは変わった色の学生アパートがアクセントとして織りなしているのどかな田園風景、時々、霧が立ちこみ自然の中に包まれている実感のするところです。だが、研究生活をしてみると、周りに店が極端に少なく、小回り効いた買物が出来ず、以前のように、思いついて即実行はできなく、かなり不便を感じてます。夕方6時以降になると、車を持ってない者にとって、陸の孤島となります。今は努力と辛抱、やがて慣れて、環境が整備されて良くなるでしょう。

さて、低温センターについて、お役に立つ紹介をしなければいけないのですが、つい最近まで、理学部の極低温室から全学の共同利用施設へ、また広島大学の統合移転で広島市東千田町から東広島市鏡山へと構造的、場所的な変革の真っ直中におりました。そのため、あらかたのセンターの器造り、引っ越し等のゴタゴタした、まとまりのないお話になりますことを御許し願います。

少し古い話から始めます。広島大学での寒剤の供給は、昭和34年から広島市東千田町の理学部極低温室で開始しました。液体窒素は昭和56年までフィリップス社製窒素液化機、液化能力8ℓ/hで生産・供給してましたが、その後は0.5トンと3トンの2基の液体窒素貯槽により購入・供給し、供給先は全学に渡ってました。昭和57年には、工学部は西条キャンパスに移転し、液体窒素貯槽を独自に設備しました。昨年の理学部の移転で極低温室は閉鎖しましたが、極低温室の3トンの液体窒素貯槽だけを生かして、東千田町キャンパスにまだ残っている理学部関連の一部施設、総合科学部、そして霞キャンパスの医学部、歯学部への供給を続けています。現在、西条キャンパスには、低温センターに10トン、工学部に2トン、集積化センターに2トンの3基の液体窒素貯槽があります。

一方、液体ヘリウムは、昭和41年から理学部極低温室で生産を開始し、昨年の理学部の移転まで、25年間供給し続けました。初めの液化機は三菱電機製、UL-80型、液化能力7ℓ/hで18年間、次に神戸製鋼所製HL-30型、液化能力24ℓ/hで7年間、液化運

転し続けました。供給先は当初は理学部だけ、やがて教養部（後の総合科学部）、工学部と増えました。真っ先に移転した工学部は、その後の移転計画の大幅な遅れで8年間も、遠方の東千田町まで汲みに来たり、寒剤を業者から購入したり、低温に関する研究規模を縮小するなど余儀なくされました。極低温室の供給量は年々増え、理学部移転直前には年間13,000ℓとなり、精製作業1日、液化運転4日の液化機運転と寒剤供給の事務処理を技官、助手の方、2名でどうにかこなしてきました。

近年の盛んな低温研究により、寒剤の需要が増大し、それに応じた供給が難しくはじめたおり、移転を契機に、低温センターの設立をとの力が挙がりました。多くの方の努力が実って、昭和63年に学内教育共同研究施設として低温センターの設置が認められました。平成元年に西条キャンパスに建屋が完成し、また同じ時期に新しいヘリウム液化機が低温センターに設置されました。建屋建設と液化機搬入据付作業が同時に行なわれ、業者、施設部、理学部事務、その他多くの関係者の方は大変でした。厳しい寒さと荒涼とした自然の中、まだ乾かぬ粗い鉄筋コンクリートがむき出しで休憩する所もなく、建物の外は一度で靴が駄目になるひどいぬかるみでした。平成2年10月から低温センターから工学部に試行的に寒剤供給を始めました。しかし、理学部の移転が当初の計画より更に1年遅れたため、極低温室の寒剤供給業務を更に続けることになり、その間、極低温室と低温センター2箇所での液化運転・寒剤供給業務をすることになりました。技官、助手の方と私と3人での極低温室と遠く西条でのセンターの整備、液化運転並びに寒剤供給の実務は苦労と気ぜわしい日々の連続でした。当初は、作業しようにも何かと道具などがなく、ため息ばかり、長年、根付いて生活していた東千田町の良さをつくづく痛感しました。センターの整備のための事務・作業を両キャンパスにて半々おこなってました。とにかく、両キャンパス間の「距離」というものが仕事を円滑に進めるのを邪魔してました。昨年10月までは、液体ヘリウム供給は主に工学部で、供給日は毎週火曜日、液化運転回数は月1、2回でした。昨年10月から、新キャンパスでの寒剤供給とセンターの実験機器・実験室の共同利用の支援を本格的に始めました。かくして、移転に伴う過渡的な2箇所での液化運転・寒剤供給業務がやっと一本化し、長い期間、極低温室は重い任務を全うし終えて、低温センターが引き継ぐことになりました。やれやれといった次第です。

次に、最近の低温センターの紹介に移ります。

低温センターの製造棟は床面積が361.17m<sup>2</sup>、実験棟は2階まであり延べ面積982.20m<sup>2</sup>です。極低温室に比べ約4倍の広さになりました。大小の共同実験室が7部屋あります。ノイズを嫌う精密実験用に大小のシールドルームが4箇所あります。また大規模な低温実験用として深さ2mの大きなピットが3箇所あります。会議室は研究発表、セミナー、講義の場として利用してもらってます。工作室にはちよつとした工作物が自作出来るように旋盤等があります。少し贅沢ですが、エレベータがあり機器の運搬には大変便利です。低温センターの建物

は孤立してなく、センターの上、3階には微晶研究施設があり、西側に理学部が2階の渡り廊下で、又南側に理学部別棟の超高圧・超低温実験室が1、2階の渡り廊下でつながってます。従って、センター利用者以外の者もセンター内の通行人になってます。更に将来、機器分析センターが低温センターの北側の横っ腹につながるようになってます。センターとつながる相手は、何れも、寒剤を用いる実験機器を所有してますので、やがて低温センター辺りが低温実験研究の繁華街になると思ってます。

次に低温センターに設置されたヘリウム液化機についてですが、まだ新しいので、少し丁寧に説明をします。

液化システムは神戸製鋼所製HL-100型で液化能力100ℓ/h、ヘリウムガス精製能力80Nm<sup>3</sup>/hです。寒冷発生および液化方式は、普通よく見かけるクロードサイクルです。ヘリウム液化用圧縮機（油冷式スクリュウ形、吐出量1300Nm<sup>3</sup>/h、吐出圧16気圧、神戸製鋼所製）で昇圧されたガスは、油分離器で油分が除去され、大きな鋼鉄製真空容器（コールドボックス）の中にある、5段の熱交換器（多流体アルミプレートフィン形）を通して冷却されます。初段における寒冷として液体窒素貯槽（容量10000ℓ、イワタニブランテック製）から供給される液体窒素を用います。2、3、4段の熱交換器でのガスの冷却に必要な寒冷は、初段から出た高圧ガスの一部を膨張タービン（静圧気体軸受方式、簡易装脱着モジュール形）2基による断熱膨張により得ます。この熱交換器により、約12K程度に冷却されたガスは、ジュール・トムソン弁で断熱膨張することにより、更に温度が下がり、一部液化したヘリウムは、デリバリーチューブを経由して、液体ヘリウム容器（容量1000ℓ、Wessington Cryogenics社製）に蓄えられ、液化しなかったガスは前記の熱交換器を通してヘリウム液化用圧縮機の吸入側に戻されます。

実験室等から回収管を通して回収されたヘリウムガスは、ガスバッグ（容量60m<sup>3</sup>、ネオブレンゴム、A.TEC社製）にひとまず蓄えられます。ガスバッグ中のガスの圧力はほぼ大気圧です。次に、回収圧縮機（吐出量80Nm<sup>3</sup>/h、5段、加地テック製）で昇圧して、最終段にあるチラークーラー（オリオン社製）で、露点を-39°C以下にして、回収長尺容器（75Nm<sup>3</sup>×12本、住金機工製）に貯蔵します。ガス精製は内部精製+分離膜方式ですが、現在、回収ガスの純度が良い（酸素濃度0.3%前後、露点8°C前後）ので、内部精製（コイル&シエル形）のみでガス精製をおこなっています。

ここまでの話はどこでもよく見かける内容ですが、他にない特徴としては次の点が挙げられます。このヘリウム液化機は、液化システム制御盤に操作機能を集中させており、液化用圧縮機、液体窒素供給設備、冷却水設備などを含めたシステム全体の監視が出来ます。液化システム制御盤にはコンピュータ制御装置があり、ヘリウム液化システムを構成する各種機器制御装置・動力盤より、必要な情報を受け、各機器に適切な指示を出します。これにより、液化システムの運転は、システム制御盤のマスタースイッチを操作することにより、システムの起動

から液体ヘリウムの発生・貯蔵・停止まで自動運転ができます。以前の液化機に比べて、バルブ操作がないため、その操作の点検、ミス、不安、心配がなくなりました。

次に、通常の内部精製方式では、再生時の精製器の加温の際、精製器への回収不純ガスの供給が停止されるので、再生時の液化量は低下します。本液化機は、精製運転時に内部精製器で液化量より多いガスを精製し、この余剰の精製ガスをリカバリータンク（容量5 m<sup>3</sup>）に貯蔵します。再生時にはリカバリータンクから純ガスが、液化系に供給されるようになっていてるので、再生時に液化量が低下しません。

リカバリータンクの圧力は、精製時には、余剰のヘリウムガスを貯めて圧力が上昇し、7気圧に達すると、“リカバリータンクからの純ガス供給”の「精製待機」と、“精製器へ不純ガス供給”の「精製待機解除」とを、約4分の時間間隔で交互に繰り返して、リカバリータンクの圧力をほぼ7気圧に保持します。精製器の入口圧力が設定値以上になると再生が始まり、その間、リカバリータンクの精製ガスが液化に使われ、3気圧まで低下する所に再生（約10分）が完了し、また、精製に入るとリカバリータンクの圧力が上昇します。現在の不純ガス濃度では再生から次の再生まで約1時間です。

次に分離膜精製器についてですが、これは高分子膜の各ガスに対する透過速度の差を利用したものです。回収長尺容器と内部精製器との間にあり、回収ガスは、純度が悪いときは分離膜を通り、そうでないときは直接内部精製器を通るようになっています。現段階での分離膜は、液化量に必要な精製ガス量を得るために、分離膜前後の差圧を85気圧以上にしなないといけないのが難点です。回収ガスの純度が悪いときは内部精製器に負担をかけるので分離膜を使用する事になるのですが、今のところ、回収ガスの純度が良いので使用していません。液化運転していないときに、不純ガスを回収ガスバッグ→回収圧縮機→回収長尺容器→分離膜と一巡させて純度を上げることが出来ますが、これは少し使いがたが悪いので改善していかなくてはなりません。

本格稼働してまだ日も浅く、運転経費、維持費、機械の調子は、生産量、回収ガスの純度、回収率とのからみで、本格的な運転を1サイクル（1年間）のデータをとってみたいと分かりません。まだ、全体を十分に把握してなく、様々な箇所での温度、圧力、不純物濃度等のデータを記録しながら監視しています。

場所、建物、機械等、全て新しいので、“まずは、やってみないと何が起こるか分からない”といったところで、いろいろなことに注意を払っています。今まで、液化機周辺での出来事としては、クーリングタワーの給水管が凍結・破裂して、大きな氷柱（壮観？）が出来たこと、台風19号で交通機関が止まり、センターに泊り込んで、突風の中、物が飛ばないように縛って止めたり、屋根等が飛んで周囲1 kmを捜しまわったこと、周りが、まだ工事中で舞い上がる土埃のため、冷却水のフィルターがたえず詰まったこと、当初は、電気設備工事で頻りに停電し、液化機の電源を復帰するのに、寒い中、夜11時までいたこと等がありました。

工学部ユーザーにとって、センターで液体ヘリウムが汲めるようになったのは良いのですが、まだ、手放しに喜ばません。当初は、センター周辺は道路というものはなく、工事中で凸凹、雨が降ればひどいぬかるみ、そこを車でデュワーを持ち込む、中にはリヤカーに乗せ数人で引っぱってくる、これだけでだいぶ体力消耗になります。今は多少良くなってきました。もう一つ困ったことは、センターより7年前に移転した工学部には、センターまでの回収配管がないことです。約1 kmあるその間、小口であれば、劣悪な道を1 m<sup>3</sup>のガスバッグを担いでセンターまで運ぶのは大変、大口ユーザーにおいては、蒸発ガスは捨てるしかなく、寒剤使用料金としてガス代込みの負担をかけています。共同溝に回収配管を通そうとして要求していますが、統合移転の最中なのでしょうか、また人件費高でかなりの費用となるのでしょうか、まだ実現していません。また、来年4月に移転してくる総合科学部については、建屋内は、建設工事の際出来る予定ですが、センターと総合科学部間、約1 kmの回収配管は強く要求していかなくてはいけません。液体ヘリウムを多量に使用する総合科学部のユーザーは、センターの共同利用実験室に実験装置を一足先に移して実験を行っています。理学部では、理学部内と、理学部-センター間（理学部は幸いセンターと隣接している）の回収配管は理学部建物が出来るときに出来、現在使用しています。

高圧ガス保安管理組織についてですが、広島大学には、高圧ガス設備として、低温センターと集積化センターがあり、これらを合わせて一事業所となっています。従って保安統括者は学長、保安統括者代理は低温センター長がなり、保安係員はセンター専任職員の私、保安係員代理は理学部から応援にきてもらってる助手の方がなっています。第1回目の定期自主検査、保安検査は昨年3月にし、2回目からは色々な事情を考慮して前にずらし、昨年10月にしました。その時に、第1回目の開放検査も併せて行いました。

新規の寒剤利用者の保安講習会は、本来、学部4年生の研究室配属が決まる4月頃にするよう考えていますが、センターが昨年10月にオープンしましたので、その時、センター紹介とあわせて講習会を、中道さんと私で行ないました。新しく低温センターがスタートしましたので、極低温室の時に使っていた講習会用のOHPは作り替え、簡単な寒剤の取扱冊子を作りました。また、センターにある共同利用機器を利用してもらうため、機器の紹介もしました。

共同利用機器として、小型希釈冷凍機（Oxford・Instruments社製、Kelvinox）、<sup>3</sup>He冷凍機（Oxford・Instruments社製、Heliox）、超伝導量子干渉計（Hoxan社製、BTi社製）、陽電子寿命測定装置（ORTEC社製）、電流比較型電位差計（Guildline社製）、キャパシタンスブリッジ（GenRad社製）、Heリークディテクター（日本真空技術社製）があります。低温物性研究に従事されてる方にとって、まだ充実されてるとはいえませんが、一通りの基本的な低温機器を



揃えるため、粘り強く努力していきたいと思えます。またこれらの測定機器を利用してもらって、学部、学科、研究室間の交流が活発になり、全学的に低温研究が楽しくなるように願っています。

広島大学では、活発に低温研究をやられてる方は個々にはおられますが、更に一層、広島大学全体に渡って低温研究者を増やし、研究者間の交流が盛んになるように、センターを活用していただくため、センターのパンフレットと「低温センターだより」を、昨年12月につくりました。また、今年3月にはオープンハウスを行ないました。

現在のセンター構成職員ですが、紀 隆雄教授が、初代センター長としてセンター創設から今年の3月まで2期4年間務められました。今年4月からは藤田敏三教授が引き継がれました。センター長のほか、センター専任職員の私と、理学部から応援に、助手の中道 功氏、技官の吉田教洋氏、そして事務補佐員の島田美和さんがセンターの実務を行ってます。

本格的に業務を始める前にあれこれ考えて業務を開始しましたが、実際、ユーザーの方に利用してもらおうと、不備・改善すべき点がソフト、ハード両面で多く出て、今は山積みになっております。回収管の整備、液化機運転の安定化・効率化を、寒剤供給・汲出のより一層の簡便化、供給率、回収率、回収ガス純度の向上、寒剤の安価な供給、事務の簡素化、共同利用実験機器の充実等があります。人的、時間的、財源的から一気に出来ない状況でいらしますが、少しずつ着実に課題をこなしていこうと思っています。今は力がセンター業務の体制作りで、内に注がれていますが、やがて一段落したら、外に向かってのサービス面を充実させたいと思っており、そのあたりの話をもっとしたいものです。

## 小型冷凍機利用のすすめ

日本大学原子力研究所 松原洋一

(TEL 0474-69-5374)

低温センターの役割といえば、ヘリウム液化機の運転、及び液体ヘリウムや液体窒素の供給がその中核をなしている、というイメージがある。おそらく、低温の環境を必要とする大多数の研究者にとっては単なる道具の一つでしかない寒剤を得るために必要な労力を低温センターが代行している、という感覚があるからであろう。特に液体ヘリウムの場合には、液化、貯蔵、分配、回収、精製と、その作業内容は容易なものではない。

必要とされる低温環境が、大型超伝導マグネットシステムのように大量の液体ヘリウムを必要とする場合は別として、低温での物性研究や素子冷却の場合には、あえて必ずしもその取扱いが容易とはいえない液体ヘリウムを使用するよりも、むしろ適当な小型冷凍機を利用することができるならばそれに越したことはないと思われる。現在最も入手し易い小型冷凍機といえば、クライオポンプ用に市販されている10KレベルまでのG-M冷凍機や赤外線検知器用スターリング冷凍機(80Kで数Watts以下の超小型冷凍機)等であろう。しかしながらこれらの冷凍機でもその値段は、寒剤利用の場合のランニングコストと比較すると必ずしも容易に導入できる値段とは云いにくい。更に、冷凍機が発生する振動(機械的、磁氣的、温度振動など)も問題となる場合がある。

利用者の要求を全て満足するような冷凍機は得られないにしても、以上のような状況の中で少しでも役にたちそうな小型冷凍機について、最近の話題を筆者の経験をまじえて述べることにする。

### 1. 80K以下の温度を得るための最も簡単な冷凍機

現在、液体窒素ならばどこでも比較的容易に入手できる。そこで、この液体窒素を利用して簡単に自作できる冷凍機を紹介する。図1はその基本構成図で、大小2本の薄肉ステンレス管と、その中を往復動できるように切作したプラスチック棒(ディスプレイサと呼ぶ)及びその駆動機構から成る。太管の下部は図のように接続し液体窒素で冷却する。管内に数気圧以上のヘリウムガスを封入し、両ディスプレイサを適当な位相差(太方を90°程度遅らせる)で往復動させると小管の最下部が冷却されていく。筆者が1984年に試作したものは図1右図のように小管を3段にしたもので、1Hzの往復動で7K台まで冷却できた。窒素の消費量は0.5litter/hr程度であった。

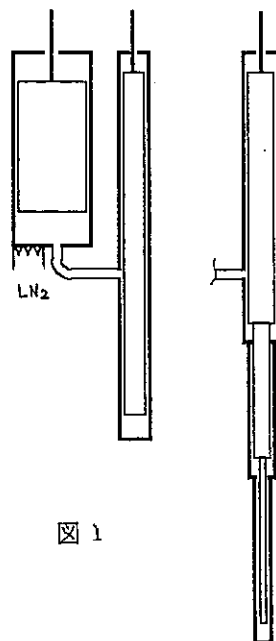


図1

この方式はヴィルミアサイクルを基本にしたもので、一般の冷凍機では必要不可欠である機械的な気体圧縮機の代

わりに、液体窒素温度と室温との間で動作する熱的な圧縮機（太管がそれに当たる）が用いられる。更に、管長手方向の温度勾配を効率よく保たせるのに必要な蓄冷器も管と棒との径方向の隙間（0.1mm以下）を利用する方式（Gap regenerator と呼ぶ）を採用しているため、いわゆるピストンシールリングに相当するものが不要となる。

唯一工作が面倒なのはディスプレイサの駆動機構であるが、実は右側の小管内のディスプレイサは系外に仕事をする能力を持っている（但し十分な仕事を取り出すためには駆動棒の径を太くする必要がある）ので、更にフライホイール等を用意すれば、この力で左側の太ディスプレイサを駆動することが可能である。すなわち、この方式では液体窒素が熱・仕事変換器の役も果たしているわけで、電気的入力が必要としない冷凍機という観点からも興味深い。

## 2. パルス管冷凍機

パルス管冷凍機という名前の由来は、1963年にW.E.Gifford が発明し、その名を Pulse tube refrigerator と名付けたところから来ている。当時のパルス管冷凍機の動作原理は以下のように表現できよう。まづ一端を封じた管（例えば試験管のようなもの）を用意する。その管の閉端にバルブを設け、そこから一定温度の高圧ガスを管内に吹き込む。そのとき初めから管内にあったガスは閉端のほうに向かうと同時に圧縮によって温度上昇する。しかし最後に入ってくるガスは、管内がすでに高圧になっているためほとんど温度上昇しない。したがって高圧ガス吹き込み後、直ちにバルブを閉じれば閉端付近ではガスから管壁に向かう熱流が生じ、その結果、ガス温度は圧縮直後より僅かに低下する。次にバルブを切り替えて管内ガスを放出すれば、閉端付近にあったガスは開端付近に戻るが、これらのガスはすでに放熱しているため初期温度よりも低下している。したがって開端付近では管壁からガスに向かう熱流が生ずる。以上のことを繰り返す。つまり開端からパルスのようにガスの出し入れを行うと、管内のガスは管壁との熱伝達作用により開端から閉端に向かう熱の流れを発生させ、閉端温度は時間とともに上昇していく。したがって逆に閉端温度を水冷等によって一定に保ち、開端部に蓄冷器（管内に比熱の大きい材料で作った網或いは粒等を詰めたもの）を挿入すれば開端部の温度が徐々に低下していくことになり、いわゆる冷凍機として動作することになる。具体的には、直径2cm、長さ20cm程度のステンレス管で室温から100K 台の冷凍温度が得られており、単なるパイプに脈動圧を与えるだけで冷凍機が実現するということから注目された。

しかし、この非定常熱伝達効果を積極的に利用した方式は、効率が悪い、という理由で実用化には到らず、それに代わって幾つかの改良型パルス管方式が注目されるようになった。そのきっかけを作ったのは1983年のE.I.Mikulin ら論文で、パルス管の閉端部にオリフィスを介して脈動圧を吸収するような一定容積を接続する、という方式である。一般に、脈動するガスが冷凍効果を生ずるためには、圧力振動と流速振動との間に特定の位相関係が保たれていれば良い。前出のGifford によるパルス管（この方式は現在ではBasic Pulse Tubeと呼ばれている）では管壁との熱伝達効果が、この位相関係をもたらせていたが、オリフィス型ではオリフィスを通過する流体の位相遅れが冷凍発生効果をもたらせている。

圧力振動と流速振動との位相差（ $\phi$ ）がゼロの時、圧力と流体の移動する位置と

の関係は $90^\circ$ の位相差があるから、いわゆるPV仕事が最大となり、この状態が最大冷凍量を与えることになる。オリフィス型ではBasic型に比較して $\phi$ が、よりゼロに近づくため冷凍効果が増大し、最低到達温度も $50\sim 60\text{K}$ が得られるようになった。その後、更に $\phi$ をゼロに近づかせるためにオリフィスに代わる位相制御機構として幾つかの提案がなされた。スターリングサイクルの膨張機のような可動ピストンを設けたもの(Moving Plug型)、一對の一方弁を設けたもの(Check Valve型)、積極的なガスの導入を試みたもの(Double Inlet型)などがあり、特に新たな可動部を必要としないという観点からDouble Inlet型が注目され、最低到達温度として $30\text{K}$ 台が記録され、 $80\text{K}$ での効率もスターリングサイクルのそれに匹敵する値が得られている。

以上のようにパルス管冷凍機の性能は、ここ数年の間に飛躍的に向上してきた。したがって近い将来に低価格で信頼性の高い冷凍機が実用化し、少なくとも液体窒素の代わりとして多くの分野で利用されるようになることが期待されている。

### 3. 蓄冷材と4K冷凍機

手軽に液体ヘリウム温度を得る従来の方式としては、小型のクロードサイクル或いはスターリングやG-MサイクルにJ-T膨張ループを組み合わせた複合型冷凍機等がある。これらの冷凍方式は、磁気浮上列車やMRI等に用いられる超伝導磁石の冷却用として開発が続けられてきた。しかし必要とされる冷凍温度が $10\text{K}$ 付近までであればクライオポンプ用に量産されている2段G-M冷凍機が適応できるのに対し、いかにも複雑で、その結果信頼性の向上やコストの低減を困難なものにしているといえよう。

そこで、GdRh等の磁性体を蓄冷式冷凍機の低温領域の蓄冷材として採用し、更に低い到達温度を得ようとする試みがなされてきたが、1987年頃から橋本魏洲(東工大)及び東芝総研のグループによって新しい磁性蓄冷材の研究が進められ、1988年には東芝及び三菱中研からG-M冷凍機単体で $4\text{K}$ 以下の冷凍温度の達成が報告された。特に三菱ではG-M冷凍機を3段にすることにより $2.1\text{K}$ を達成し、このような蓄冷式冷凍機としては世界ではじめて超流動ヘリウムの発生に成功した。

磁性蓄冷材を使用したG-M冷凍機の $4\text{K}$ 付近での熱力学的な効率(入力仕事に対する冷凍能力の割合)は、現時点では、従来のJ-T膨張ループを併用する方式の効率にまでには到っていない。しかしNbTi系の超伝導マグネットでも小型のものであれば、G-M冷凍機単体で $4\text{K}$ 付近に冷却することが可能となり、5Tesla程度の磁場が簡単に得られるようになった。今後は更に酸化物超伝導体をパワーリードに併用したりすることによって、より高磁場を、より小型の冷凍機で達成されるようになるであろう。

低温環境の利用者の立場からすれば、冷凍機の効率そのものよりもむしろ使い易さやコストの方が重要な選択肢となる場合が多い。ここに述べた方式はほんの一例に過ぎないが、冷凍機は完成されたものをメーカーから求めるという考え以外にも、低温センターを中心とするグループで、寒剤に取って代わられる使い易い冷凍機を模索し、利用者の便を計っていくことも重要と思われる。

# 金属材料から見た低温実験雑感

工学部材料学科 柴田 浩司  
(内線 7147)

## はじめに

主として鉄鋼材料の研究を行っている私が、液体ヘリウムを使用した実験を開始したのは、今から10年ほど前のことです。この間、いろいろな壁にぶちあたりながらも、例えば、①液体ヘリウム温度におけるステンレス鋼、高Mn鋼の低サイクル疲労試験を実施して、低サイクル疲労軟化現象の機構を明らかにしたこと、②極低温（ここでは液体ヘリウム付近の温度と思って下さい）において生じる「断熱」不安定変形について詳細な研究を行い、その機構を明らかにするとともに、様々な条件下での「断熱」不安定変形挙動を非常によく再現できる計算機シミュレーション法を開発したこと、③ステンレス鋼の極低温における相変態、変形、破壊におよぼす強磁場の影響がある程度明らかにしたこと、などの成果を上げることができました。また、これらの成果をもとに、VAMAS（ヴェルサイユサミットに基づく先進材料科学技術協力）や核融合日米科学技術協力などの国際共同事業にも参加して多少の貢献ができるようにもなりました。これもひとえに低温センターの皆様方の御援助のお蔭だと感謝しています。

10年ほど前と比べますと、今日では超電導マグネットを用いた病巣結像装置（MRI）が格段に普及しておりますし、SSCなどの大型加速器、リニアモーターカー、各種核融合実験炉、超電導電力貯蔵装置、超電導発電機、集積回路のリソグラフ用小型シンクロトン強力X線発生装置など、多くの超電導応用技術が現実のものになりつつあります。こうした超電導技術を中心とした低温技術は、今後ますます発展していくものと推察されますが、それだけにそうした低温技術で使用される材料の信頼性、装置の安全性に関する研究を一層大切にしなければならないと思っております。

ここで強調しなければならないことは、こうした超電導を中心とする低温技術において使用される材料の多くは、極低温、荷重、強磁場の3つの環境にさらされるということです。従来、材料の諸特性に及ぼす前2者の影響に関しましてはいろいろ研究されてきましたが、さらに強磁場が加わった環境での研究はほとんど行われておりません。今後とも力を入れなければならない研究分野だと思います。

本文は、金属材料と低温実験に関連することを、思いつくまま無責任に書き並べたものですから、どうか気楽に読んで下さい。低温実験を行っている”なかま”の興味をひいたり、参考になるところが多少なりともありましたら幸いです。

## 液体ヘリウムをたやすく貯めるには？

前号に掲載されました、液体ヘリウムの扱いに関します「低温センター職員と大学院生の対話」形式の記事は、楽しく読まさせていただきました。失敗せずいかにクライオスタットに液体ヘリウムを貯めるかにつきましては、私どもも、いろいろと試行錯誤をくりかえしてまいりました。

液体ヘリウム中でステンレス鋼、高マンガン非磁性鋼の疲労試験を行うため、低温セ

ンターに御相談にお伺いしたのは、10年ほど前のことです。当時、センターで助手をされておられた大島さん（現在岡山大学）に、クライオスタット、疲労試験治具の設計の段階から、液体ヘリウムの貯め方、扱い方の初歩を教えてくださいました。直径40mmと25mmのステンレス鋼むく棒各々1本と6本に、ステンレス鋼のかたまりとも言える試験片装着部がぶら下がった治具の設計図を、はじめて大島さんに見ていただいたとき、即座に「これではヘリウムは貯まりません」と言われましたことが思い出されます。大島さんはセンターにある装置を見せて下さりながら、それらでは熱が侵入しないように、温度測定用のカーボン抵抗のリード線をはじめ、室温と接続している部分をいかに細くしているかを強調されました。そこで、設計図をいろいろ検討して修正を繰り返したのですが、私どもの実験では、試験片に中心軸が狂うことなく最大5トンもの荷重をかけなければならないので、大島さんからOKが得られるような設計図になかなかありません。熱の流入量を概算しますと、どうしてもヘリウムは貯らないということになってしまいます。とうとう仕方なく、蒸発ヘリウムガスの冷却能が見積りよりも大きくなることに賭けて、治具を作製することにしました。もし、ヘリウムが貯らずにデータが得られなかったら、予算は使いきってしまうのでどうしようかと、ずい分不安な日を過ごしました。

いよいよ治具が出来てきて、実際にヘリウムを貯めようとしたのですが、やはりうまくいきません。しかし、胃が痛むような悪戦苦闘の日が1ト月ほど続いたある日、不思議なことに、突然、ヘリウムが貯るようになったのです。そのときの嬉しさはなかなかのものでした。何故、突然ヘリウムが貯るようになったのかは、正直申しましてよく分かりません。ただ、液体ヘリウムのベセルからの移送速度とヘリウムガスの回収速度のバランスが大切なのではないかという印象を持っております。それは、ヘリウム注入管の先端部のパイプを最初のものより太くしてから、急にうまくいくようになったような記憶があるからです。

1度貯るとヘリウムは、それまで貯らなかったのがまるで嘘のように、それから簡単(?)に貯るようになり、高強度ステンレス鋼や高マンガン非磁性鋼が極低温で低サイクル疲労によって軟化してしまうことを示す貴重なデータを得ることが出来ました。その後、2号機を作製しましたが、現在では、最大荷重10トンの試験が可能なおもつ頑丈な治具に、およそ30kgもある超電導マグネット（最高磁場8テスラ、ボア径75mm）をさらに取り付けても、ほとんど失敗なく液体ヘリウムを貯めることが可能となっています。

私どもの研究室の職員や大学院生が積み重ねてくれた経験によりますと、液体窒素での予冷後、真空引きをしなくてもヘリウムを貯めることは出来ます。こう申しますと、かなり雑なことをしても液体ヘリウムは貯まるように聞こえるかもしれませんが、やはりいくつかの要点は抑えているので、そのようなことが可能なのだと思います。事実、真空引きをしたほうがヘリウムは容易に貯ります。要は、センターだよりの前号にも書かれておりましたような基本を抑えたいうえで、それぞれの装置の“癖”に応じた工夫をすることが、上手に液体ヘリウムを貯める“こつ”なのではないでしょうか。

#### 低温実験時に“鐘”の音が聞こえたら要注意！

冬、大学に泊り込むと、朝、カーン、カーンという“鐘”をたたくような音が聞こえることがあります。入院されたことのある方は、病院で聞いたこの音を懐かしく(?)思

われるかも知れません。これはスチームの始動時にパイプを伝わってくる音なのですが、この音と非常によく似た音を低温実験時に聞くことができます。それは、液体ヘリウム温度付近で、金属を変形させると「断熱」不安定変形という現象が生じて、金属材料が非常に高い歪速度で局所的に変形するとき大きな音を発生するからです。

この「断熱」不安定変形の発生は、金属の比熱、熱伝導度が低温で非常に小さくなるため、小さな塑性変形が生じると塑性変形に費やされた仕事が容易に金属材料の温度を上昇させることに起因します。通常、金属は温度が上がると変形しやすくなりますから、変形がなだれ現象的に加速されて高速大変形となります。大変形が生じますと、荷重は緩和されますし温度も上がって、比熱や熱伝導度が大きくなりますから、変形にブレーキがかかり、ついには大変形は停止します。実際に、金属材料を液体ヘリウム付近の温度で塑性変形してやりますと、「断熱」不安定変形が繰り返して生じ、図1に示しますような鋸歯状の荷重-伸び曲線が得られます。

もし、皆さんが低温実験をなさっている時に、クライオスタットの中からカーン、カーンという“鐘”の音が聞こえましたら、クライオスタット中のどこかで、金属材料が「断熱」不安定変形をおこして、装置の寸法を狂わせてしまったおそれがあります。外からとくに荷重を加えなくても、冷却時に発生する熱応力によって、そうした変形が生じる可能性もありますので、注意が必要かと思えます。

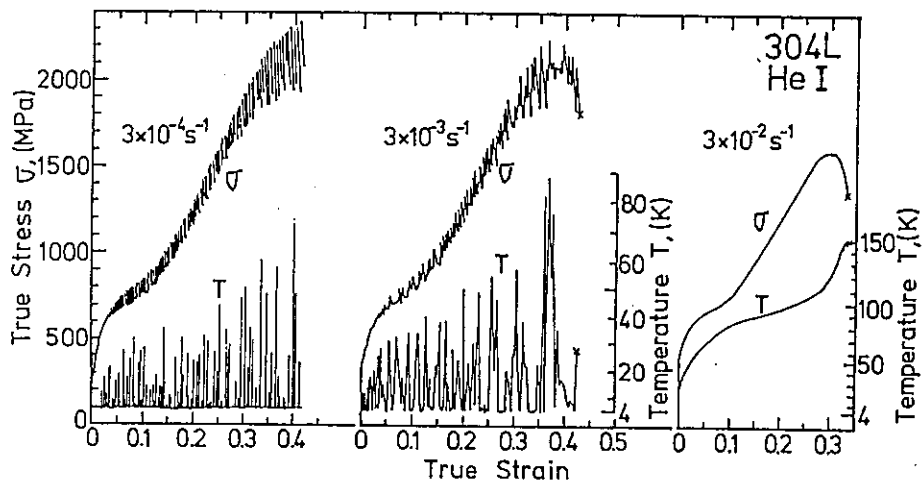


図1 極低温における「断熱」不安定変形によって生じる鋸歯状の引張  
 応力-歪み曲線と温度上昇（緒形ら、歪速度の影響も示す）

液体ヘリウムに漬かった金属をヒーター無しで数十度も加熱するにはどうしたらよいか？

最近、土曜の夜に「たけし・逸見の平成教育委員会」というテレビ番組をやっています。有名中学の入試問題などが解けるかどうか、レギュラーやゲストの大人が試されます。なかなか楽しい番組なのですが、家族と一緒に見ると、ついおやじの権威を示そうとして、むきになってしまう疲れる番組でもあります。この「たけし・逸見の平成教育委員会」を見ながら、もし仮りに、低温センターの利用者の皆さんに、見出しのような

「液体ヘリウムに漬けた金属を・・・？」という問題を出題したとしたらどうだろうかというようなことを考えました。いろいろな答えが出てくるものと推察されますが、上に述べました「断熱」不安定変形を利用するというのも正解の1つだと思います（正直に申しますと、私の手持ちの解答は他に1つしかありません）。

「断熱」不安定変形の生じ易さは、試験条件によります。あたりまえのことですが、金属に熱がたまり難くなるような条件で変形すれば、生じ難くなります。例えば、非常にゆっくり引張ったり、金属の形状を薄い板状にしたりすれば、「断熱」不安定変形は生じ難くなります。逆に、高速度で引張ったり、試験片を太くしたり、あるいは金属表面に何等かの断熱材を被覆してから変形したりすると「断熱」不安定変形は生じ易くなります。それでは、実際に、どのくらいの温度上昇が測定されているのでしょうか。

細い熱電対を引張試験片に埋め込んで、変形中の温度変化を測定したデータがいくつか報告されています。図1もその1つです。それらによりますと、通常の試験条件でステンレス鋼を引張っても、50K程度の温度上昇は簡単に生じます。実を申しますと、液体ヘリウム中に浸した物体のかんりの高速度で変化する温度を正確に測定することは、かなり難しいのではないかと思います。試験片に穴をあけて熱電対を埋め込む方法では、被測定物の形状、質量を変えてしまうとか、熱電対と物体との熱接触をしっかりとることが難しい、熱電対の先端の箇所でも温度上昇の大きな変形が生じるという保証はないなどという問題が生じます。一方、試験片の表面に熱電対を溶接などでくっつける方法では、試験片内部の温度が直接測れないとか、液体ヘリウムへの熱伝達の影響をどう考慮するかなどの問題が生じます。結局、現時点では、計算機シミュレーションの助けによって推察せざるを得ないのですが、おそらく通常の引張試験条件で150K程度の温度上昇は実際に生じるものと思われます。破断の際の破断部においては、さらに大きな温度上昇が生じ得ることが推察されます。

#### 何故、スペースシャトルの打ち上げが延期されたか？（低温では非磁性鋼も非磁性ではない！）

1988年6月、スペースシャトル“DISCOVERY”の発射が直前になって延期されたことを記憶されている方もおられると思います。後になって分かったことですが、原因は燃料である液体水素の弁の開閉をモニターする位置検出器（差動トランス）が、間違った信号を伝えたためだそうです。つまり、実際には弁が完全に閉じていたのにも係わらず、位置検出器は閉じていないという情報を伝えたためです。検出器の構成材であるニッケル合金（インコネル 718）の透磁率は、確かに室温では低いのですが、極低温では高くなってしまいます。そのため、室温で正しい情報を検出しても、極低温では情報を逆に検出してしまったというわけです。

強磁場を用いる場合を含めて、低温実験においては、クライオスタットやその中に組み込む装置などを非磁性の（透磁率が低い）金属材料でつくらなければならないことがあろうかと思います。そのような場合、室温で非磁性だから大丈夫だと思つとんでもないこと起こる可能性があります。

極低温で使える非磁性の金属材料としてすぐに思いつくのは、ステンレス鋼、アルミニウム合金、銅合金、チタン合金などでしょう。低温での熱膨張率が小さいために精密機器の材料として用いられるアンバー合金（Fe-36%Ni合金）は、室温でも強磁性ですので注意が必要です。銅合金の中には強磁性を示すホイスラー合金（15から30%のMnと10



から15%のAlを含む) というものもありますが、アルミニウム、銅、チタンおよびそれらの合金は、まず非磁性と思って間違いありません。なお、チタン合金の中で最も多く用いられているTi-6Al-4V合金は、極低温で超電導を示します。

問題は、ステンレス鋼や超合金です。ステンレス鋼には、刃物などに使われるもののように、もともと室温で強磁性を示す種類もありますが、低温では一般にそのような種類のステンレス鋼は使用されず、JISなどの規格で304とか316といったオーステナイト系と呼ばれる( $\gamma$ 系とも呼ばれます)種類のステンレス鋼が使われます。 $\gamma$ 系以外のステンレス鋼は低温で脆くなるからですが、 $\gamma$ 系ステンレス鋼は、室温で通常非磁性です。ここで通常と書きましたのは、応力や変形を加えると、とくに低温では強磁性のマルテンサイト相( $\alpha'$ 相)を生じる場合があるからです。304鋼など室温で変形しても $\alpha'$ 相を生じるものもあります。極低温で使われる $\gamma$ 系ステンレス鋼の中では、310Sという規格のものだけは、極低温で変形しても $\alpha'$ 相を生じる心配がありません。

他方、304鋼は、応力や変形を加えなくても室温以下に冷却するだけで $\alpha'$ 相が出てきます。304L、304N、316、316L、316LNという規格の鋼は、溶接したり、高温で熱処理したりさえしなければ、液体ヘリウムに浸しただけでは $\alpha'$ 相が生じるようなことはません。しかし、このような鋼でも、低温で加工すると $\alpha'$ 相は出てきます。図2に、SUS 304L鋼を液体ヘリウム中に浸して磁場をかけたときに生じる $\alpha'$ 相の量に及ぼす熱処理の影響を示します。

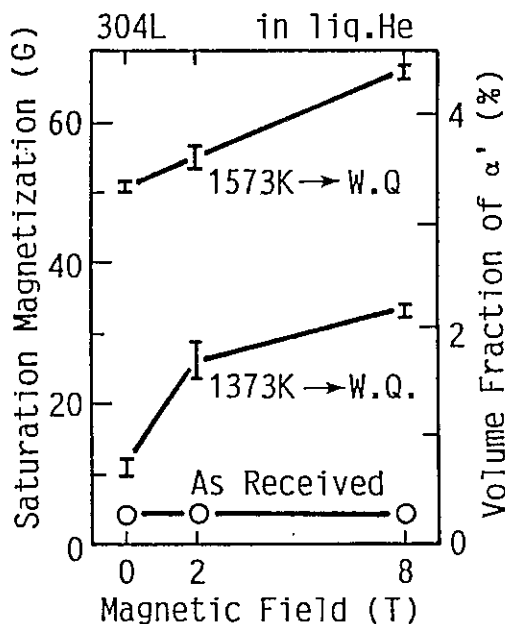


図2 SUS304L鋼を液体ヘリウム中に浸して磁場をかけたときに生じる $\alpha'$ 相の量に及ぼす熱処理の影響

$\gamma$ 系ステンレス鋼の中には、規格が同じでも、溶接しやすくするために $\delta$ 相という強磁性相をわずかに混ぜたものや、Niなどの価格の高い合金元素を規格で許される範囲ぎりぎりまで節約したものがあります。このようなものは、当然透磁率が高くなる恐れがあります。鋼材を購入される際、成分の分析値や製造時の熱履歴が記録された表(ミルシ

ートと呼んでいます)を添付させるとか、まず少量分けてもらって磁気測定を行うなどしてチェックすることも、場合によっては必要かと思えます。

図2からも分かりますように、強磁場は $\alpha'$ 相を生じやすくします。ですから、極低温、強磁場下で応力がかかった状態は、非常に $\alpha'$ 相が生じ易い環境であるということになります。このことを知らないと、時には大変なことになります。米国に建設されようとしているSSCをはじめとする大型加速器では、粒子線を精確に制御する必要があります。そのため、強磁場による電磁力を支えることができ、しかも透磁率の低い高強度の金属材料が必要とされています。かつて、わが国で建設された加速器において、粒子線が思うようにコントロール出来なくて問題となったことがあったそうです。原因は、粒子線が通る管の材料に用いたステンレス鋼で、強磁性の $\alpha'$ 相が生じたためであることが分かったのですが、 $\alpha'$ 相の生じないステンレス鋼の管に交換するのに、膨大な費用と時間がかかったらうことは想像に難くありません。

強磁性の $\alpha'$ 相が生じなくても、極低温では超合金やステンレス鋼の透磁率が高くなり、大型加速器などの精密機器で問題となることがあります。先に挙げたスペースシャトルの例はその一つです。これは、低温で磁気変態が生じることによるものです。極低温における磁性は外部磁場による相変態の誘起にも大きな影響を及ぼすことが明らかになりつつありますが、極低温におけるステンレス鋼の磁性は、かなり複雑なようです。参考までに、図3にステンレス鋼(SUS316LN鋼)、高マンガンステンレス鋼、高マンガン非磁性鋼の透磁率と温度の関係を示しておきます。

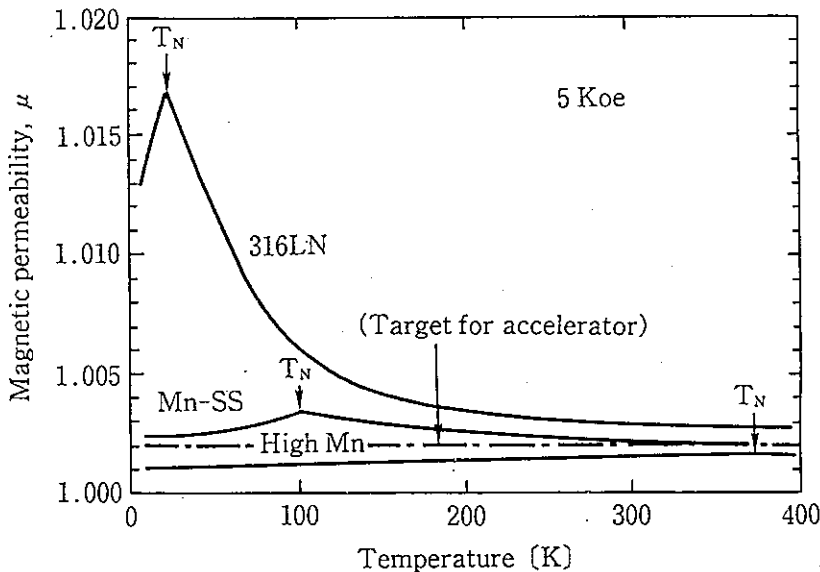


図3 ステンレス鋼(SUS316LN鋼)、高マンガンステンレス鋼(Mn-SS)、高マンガン非磁性鋼(High Mn)の透磁率と温度の関係(野原ら)

#### おわりに

冗長になりますので、ここらで終えることにいたします。皆さん方も、低温実験中に何か面白いことを経験されましたら、本日より是非ご紹介下さい。

# 磁場中での温度測定と温度制御

物性研究所 家 泰 弘  
(TEL 96-5601)

## 1. はじめに

物性研究において磁場と温度はともに重要なパラメーターである。強磁場中で正確な温度測定・温度制御を行うことは精密物性実験には欠かせない条件の一つである。ゼロ磁場で用いられている温度測定がそのままの精度で強磁場中でも適用できることはむしろ例外で、強磁場中の温度測定にはそれなりの配慮や工夫が必要である。ここでは強磁場・低温領域での温度測定・温度制御技術について注意点をいくつか指摘し、それらに対する実践的な対応法を筆者の経験をもとに述べることにしたい。<sup>1,2)</sup> なお、ここで想定しているのは通常の物性実験で要求される精度の温度測定であって、絶対的な確度よりも使い勝手を重視したものであることを最初にお断りしておく。

## 2. 低温用温度計のいろいろ

まず低温実験によく使われる各種の温度計を思い浮かべてみよう。ヘリウム温度から室温までの温度域で使われる温度計としては

- (a) 抵抗温度計 (金属系) : 白金抵抗、Rh-Fe合金など
  - (b) 抵抗温度計 (半導体系) : ゲルマニウム、カーボン、カーボングラス、RuO<sub>2</sub> など
  - (c) 熱電対 : Au+0.07%Fe/chromel、銅=コンスタンタンなど
  - (d) ダイオード温度計 : Si, GaAsダイオード
  - (e) 常磁性塩温度計 : クロムカリ明礬、CMN など
  - (f) キャパシタンス温度計 : SrTiO<sub>3</sub>
  - (g) 蒸気圧温度計 : He<sup>4</sup>, He<sup>3</sup> 飽和蒸気圧
  - (h) 気体温度計
- などが代表的であろう。

一般に物性実験用の温度計として要求される条件は、

- (1) 再現性・安定性に優れていること、
  - (2) 対象とする温度範囲での感度が高いこと、
  - (3) 温度測定が短時間で簡便に行えること、
- などであろう。このほかに、
- (4) 一つの素子でカバーできる温度範囲が広いこと、
  - (5) 形状および熱容量が小さいこと、

- (6) 電気信号に変換して処理できること、
- (7) 低価格であること、
- (8) 取扱いが簡単であり、少々乱暴に扱っても壊れにくいこと、
- (9) 素子ごとの特性ばらつきが少なく、互換性が高いこと、  
などは実用上歓迎される特性である。

### 3. 磁場中での特性

磁場中での使用にあたっての条件は、磁場の影響が無いかまたはできるだけ少ないこと（あるいは次善として、磁場の影響の補正が簡単であること）が要求される。以下では、それぞれの温度計について磁場の影響がどの程度あるかを見て行くことにしよう。

#### ■磁場中での使用に適さないもの

まず、磁場中での使用に適さないものから挙げることにしよう。常磁性塩を用いた磁気温度計は当然ながら磁場中では使用できない。また、ダイオード温度計は磁場中での特性が安定せず使用には適さない。ゲルマニウム抵抗温度計は安定性に優れ、広い温度域をカバーできるのでゼロ磁場での温度計として極めて優れている。しかしながら、磁気抵抗が極めて大きい（図1参照）ため磁場中での使用は実用的でない。

#### ■蒸気圧温度計・気体温度計

磁場の影響が原理的に無視し得るものとしては蒸気圧温度計・気体温度計がある。ヘリウム温度域では蒸気圧温度計を使うのがもっとも簡単で、かつ信頼性の高い方法である。ただし見逃しがちな点として、蒸気圧測定に用いる圧力測定器がマグネットからの洩れ磁場の影響を受けていないかどうか確認することは必要である。ヘリウム温度よりも高温でも、限定された特定の温度域では例えば窒素、アルゴン、ネオン、水素などの蒸気圧を利用する方法も可能である。当然のことながら蒸気圧温度計の適用温度範囲は限定されている。

気体温度計はそれで温度の絶対値を測定しようとする場合には設計等にかなり注意を必要とし、必ずしも使いやすい温度計とは言いがたい。しかしながら、後の方で述べるように磁場中の transfer standardとしては極めて有効である。

#### ■カーボングラス温度計

Lake Shore や Cryo Cal から販売されているカーボングラス温度計は室温からヘリウム温度まで単一のセンサーでカバーすることができ、しかも磁場依存性が比較的小さいので磁場中の物性測定用の温度計として実用的である<sup>2)</sup>。筆者のグループでは Lake Shore の CGR-1000（室温で $\sim 10\Omega$ 、4.2 K で $\sim 1000\Omega$ のもの）をよく使用している。較正付きのものは高価なので、2本だけ購入し、あとは未較正のものを買って自分で較正して使っている。図2は同じ時に一括購入した Lake Shore の CGR-1000 タイプのセンサーの温度特性のパラッキを示したものである。温度特性は個体差がかなりあるので必ず一本毎に較正する必要がある。較正曲線は温度特性を  $1/T$  を  $\log R$  の多項式で展開する方式でフィッティングすることにより行っている。温度域を、室温 $\sim 100K$ 、 $100K\sim 20 K$ 、 $20 K\sim 1.4 K$  の3つくらいに分けて、低

温域では 10 次式、高温域では 5 次式程度を用いるのが実用的なようである。カーボングラス温度計の磁場依存性は比較的小さいが、温度域によって磁気抵抗が正になったり負になったりする点が多少やっかいである。しかしながら、総合点として磁場中の温度計として実用性の高いものであると言える。図 3 は磁気抵抗を温度誤差に換算して示したものである。図 4 に示すように、磁場依存性に関しても個体差があるので精密な温度測定が要求される場合には一本ごとに磁場依存性まで含めて校正を行う必要がある。なおカーボングラス温度計はヘリウム温度以下では抵抗が急速に大きくなる。今のところ 1 K 以下の低温域で利用できるカーボングラス温度計は見あたらない。

#### ■カーボン抵抗温度計

安価な半導体温度計としてよく使われる Allen-Bradley, Matsushita, Speer などのカーボン抵抗の磁気抵抗は図 5 に示すように、カーボングラスに比べればかなり大きい。しかし、それほど厳密性を要求されない用途には十分に使える。1 K 以下の極低温でのこれらカーボン抵抗の磁場依存性は電子局在に対する磁場の効果を反映するもので、その磁気抵抗の振舞いはやや複雑である<sup>3-5)</sup>。極低温でも比較的磁場依存性が少ない抵抗体として RuO<sub>2</sub>などが調べられている<sup>6)</sup>。

#### ■白金抵抗温度計

白金抵抗は 1.3・8 K から 960 °C くらいまでの温度標準に使われているほどで、その安定性には極めて優れている。いわゆる精密白金温度計は、通常の物性測定用のクライオスタットに組み込むにはややサイズが大きすぎる。最近では、小型で安価な白金抵抗温度センサーが何種類か市販されており、特に高精度絶対温度測定を必要とする特殊な実験以外はこれらで十分である<sup>1, 7)</sup>。安価なものは残留抵抗比 R<sub>300K</sub>/R<sub>4.2K</sub> が小さくて低温での感度に難があるが、所詮 1.0 K 以下は別の温度計が必要であることを思えば、それほど大きな欠点ではない。

白金抵抗温度計に対する磁場の影響は文献 1, 7, 8 で調べられている。図 6 は 4 種類の小型白金抵抗について磁気抵抗を見かけの温度誤差に換算したものを示している。<sup>1)</sup> 残留抵抗が大きい安価なものの方がむしろ磁場の影響が少ないというメリットがある。また、白金抵抗温度計は素子ごとの特性ばらつきが少なく互換性が良いのが特徴の一つである。

なお、金属系の抵抗温度計でヘリウム温度まで使用できるものとしてロジウム鉄合金のものが市販されている。ロジウム鉄合金温度センサーについては、本年 1 月号の低温センターだよりの計量研の桜井氏による記事に詳しい。

#### ■熱電対

熱電対の大きな特徴はそれ自身の熱容量が極めて小さいという点と温度差の測定に最適であるという点にある。これらの特徴は熱伝導度の測定などにおいて十分に生かされる。熱電対の動作原理である熱電効果（ゼーベック効果）はフォノンドラッグ・近藤効果など多くの物理過程が絡む複雑な現象なので、その磁場効果も単純ではない。熱電対に対する磁場の影響は文献 3, 9, 10 などで調べられている。図 7 に金鉄・クロメルおよび金鉄・ノーマル銀熱電対に対する磁場の影響を示す。<sup>9)</sup> 後者は 30 K くらいから高温では磁場依存性がかなり小さい。

## ■ キャパシタンス温度計

SrTiO<sub>3</sub>の誘電率の温度変化を利用したキャパシタンス温度計が磁場依存性のない温度計として市販されている。キャパシタンス温度計は長期の安定性に欠けるため単独では温度計として使われることはなく、磁場掃引中に温度一定を保つための transfer standard としての使用法に限られる。キャパシタンス温度計の最大の欠点は温度を変えた時に余効(aging effect)と呼ばれる長時間ドリフトを示すことである。図8に示したようにキャパシタンス温度計の特性は温度の上げ下げによってヒステリシスを持つ。この図の測定は0.2 K/min程度の温度掃引で行なったものであるがそれでもこの程度のヒステリシスを示す。このため、温度設定を大きく変更したときにはキャパシタンスの値が落ち着くまでには数時間かかることがある。筆者の経験の範囲では、Lake Shoreから現在販売されているCS401, CS501という型のものはこのドリフトが大きく非常に使い勝手が悪い。(Lake Shoreの以前の型式のものは比較的良かったという話である。)

以上、代表的な温度計について磁場の影響を概観した。なお、抵抗温度計は磁場に対してどのような向きに配置するかによって磁場の影響が変化することを付け加えておく。

### 4. 磁場中での温度制御

さて、以上述べたような温度計に対する磁場効果を正確に測定するにはどのようにしたらよいであろうか。一般に、磁場中の試料の温度を正確に測定したり、温度計の磁場依存性を較正したりするためには、磁場中の温度測定をなんらかの方法によりゼロないし低磁場での温度測定に帰着させなければならない。そのひとつのやり方は、測定すべき温度を磁場の外に取り出していることである。具体的には、磁場から離れた(あるいは磁場をシールドした)位置に標準温度計を置き、試料あるいは較正されるべき磁場中の温度計と標準温度計とを熱リンクで結ぶという方法を採用。例えば、ヘリウムガスフローによって磁場中の試料を冷却しているときには、流れの上流と下流の温度をともに磁場から離れた位置で測定し、それらが等しければ中間も同じ温度にあると推定する、というような方法が考えられる。これらの方法は磁場中の温度を空間的な置き換えによってゼロ磁場の温度に帰着させていることに相当する。

それに対して、時間的な置き換えによってゼロ磁場の温度に帰着させる方法がある。具体的には、磁場の影響を受けない transfer standard を用いて温度制御を行い、ゼロ磁場での温度を磁場掃引中に一定に保つことにより行われる。物性実験では、熱力学的外部パラメータを可能な限り互いに直交させることが望ましい。この意味からしても温度一定の条件を保ったまま磁場掃引を行えることの意義は大きい。磁場掃引中の温度一定が保証されれば温度の絶対値はゼロ磁場で読めばよいわけである。

SrTiO<sub>3</sub>キャパシタンス温度計は本来この目的に使用されるものであるが、前述のような不便さがある。筆者のところでは、気体温度計を transfer standard として用いることにより、ヘリウム温度から室温までの任意の温度で磁場に依存しない温度制御を行っているので以下にそれを紹介する。<sup>1)</sup>

クライオスタットは銅製で図9に示したような構造である。全体のシステム構成を図9右に示した。気体温度計となる容積15cc程のセルは内径0.5mmのキャピラリーによってクライオスタット上部の小型の半導体圧力センサー(Philips KP101A)とつながっている。キャピラリーおよび圧力センサー内部の容積はセル容積に比べて無視できる程度に小さくしてある。セルには温度制御用のマンガン線ヒーターが巻いてある。使用にあたっては適当な量のヘリウムガスをセルに導入し、バルブを閉じて閉じた系とする。数100 Torr程度の圧力で圧力センサーの感度をもっとも生かせるので、セル内の圧力がそのくらいになるように、温度域に応じて導入するヘリウムガスの量を調節する。市販の温度コントローラー(Lake Shore, model 520)を用いてフィードバック・ループを構成し、圧力センサーの出力が一定になるようにヒーターパワーを制御する。気体温度計であるから磁場依存性は無く、磁場掃引中一定温度を保つことができる。温度の絶対値はゼロ磁場で白金抵抗あるいはカーボングラス抵抗によって測定する。磁場掃引中の温度が一定であることは、これら抵抗温度計の抵抗の磁場依存性が、図10に示したように磁場掃引の行き帰りで正確に一致することにより確認できる。前節で示したカーボングラス温度計および白金抵抗温度計の磁気抵抗はこのシステムを用いて測定したものである。

このシステムを使うことにより、外部パラメーターとしての磁場と温度を完全に直交させることができるので、温度依存性が大きい物理量でもその磁場依存性を正確に測定することができる。このクライオスタットの性能を決めているのは、気体温度計部分の温度と圧力センサーの読みとがどれだけ一対一に対応している、しかもそれが安定しているかである。この安定性にもっとも影響を与えるのはセル以外の部分(圧力センサーを含む室温部およびキャピラリー)の温度変動である。キャピラリーは室温からの温度勾配中に置かれ、ある程度の温度変動は避けられないので、その容積をセルの容積に比べて無視できるくらいに小さくしておくことにより、その影響を最小限に抑える。また、室温部については容積をできるだけ小さく作った上、図9中にも示したように独立に温度コントロールを行うことにより室温の変動の影響を避けることができる。これらの措置により磁場掃引中の温度の変動を $\sim 10$  mK以内におさめることができる。なお、Philipsの半導体圧力センサーは最近製造中止になってしまったが、類似の製品は国内のメーカーからも販売されているので同様に使うことができる。なお、最近この気体温度計と試料回転機構を組み合わせて、温度・磁場・角度(2軸)を制御するシステムを製作し、良好な結果を得ているのでいずれ紹介する機会があるかと思う。

## 5. おわりに

この稿では、磁場中での物性実験における温度測定と温度制御に関する実際的な注意点を筆者の経験をもとに述べた。読者の参考になるところがあれば幸いである。

参考文献

- 1) Y. Iye: *Cryogenics* 28 (1988) 164.  
家 泰弘: *固体物理* 22 (1987) 804.
- 2) J. M. Swartz et al.: *Rev. Sci. Instrum.* 46 (1975) 1177.
- 3) H. H. Sample and L. G. Rubin: *Cryogenics* (1977) 597.  
H. H. Sample et al.: *Rev. Sci. Instrum.* 45 (1974) 64.
- 4) S. Saito and T. Sato: *Rev. Sci. Instrum.* 46 (1975) 1226.
- 5) Y. Koike et al.: *Cryogenics* 25 (1985) 499.
- 6) H. Doi et al.: *Proc. LT17*, ed. U. Eckern et al. (North Holland, Amsterdam, (1984) p. 405.  
Q. Li et al.: *Cryogenics* 26 (1986) 467.
- 7) T. Haruyama and R. Yoshizaki: *Cryogenics* 26 (1986) 536.
- 8) J. L. Neuringer et al.: *Rev. Sci. Instrum.* 42 (1971) 9.
- 9) A. von Middendorf: *Cryogenics* 11 (1971) 318.
- 10) C. K. Chiang: *Rev. Sci. Instrum.* 5 (1974) 985.



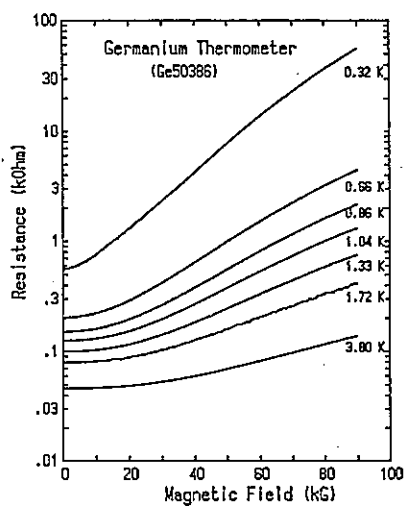


図 1 : ゲルマニウム抵抗温度計の磁気抵抗。

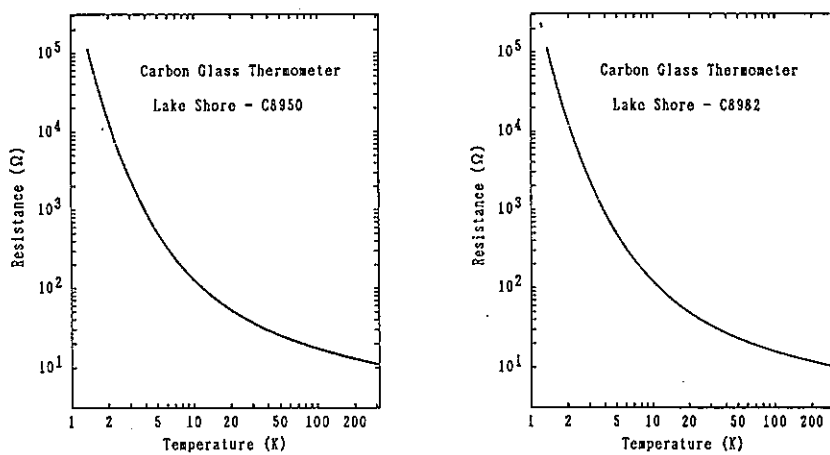


図 2 : カーボングラス温度計の温度特性の例。

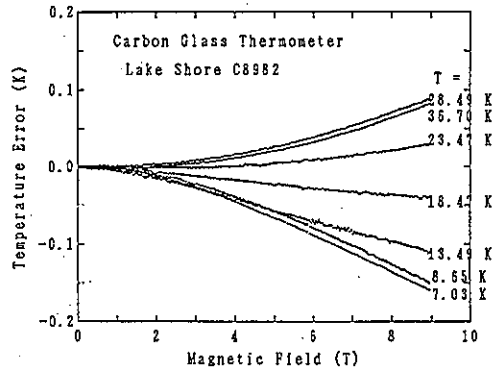
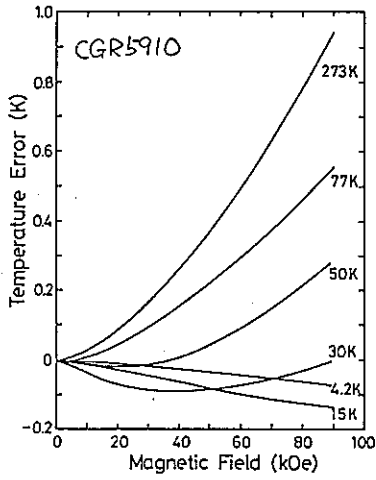


図 3 : カーボングラス温度計の磁気抵抗を温度誤差に換算したものの。

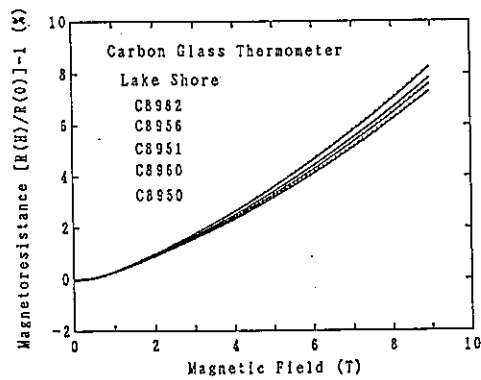


図 4 : カーボングラス温度計の磁気抵抗の個体差。 温度は 4.2K。

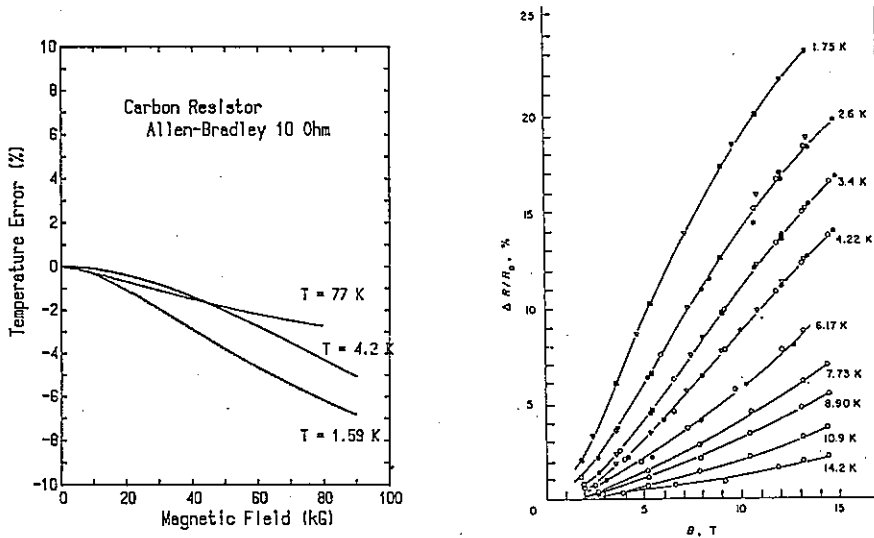


図 5 : カーボン抵抗の低温における磁気抵抗。(右の図は文献 3 より)

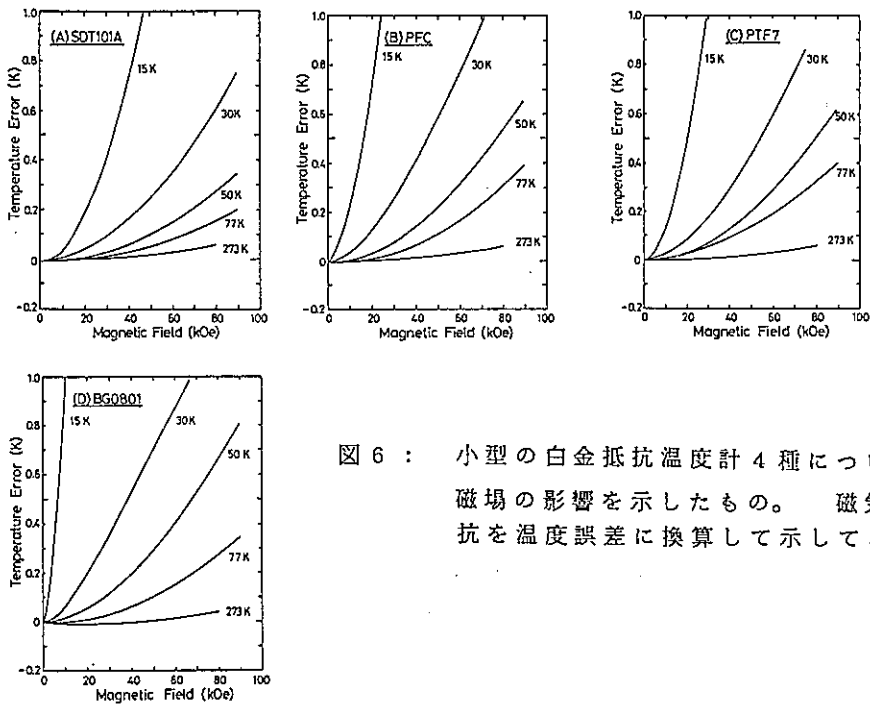


図 6 : 小型の白金抵抗温度計 4 種について磁場の影響を示したものの。磁気抵抗を温度誤差に換算して示してある。

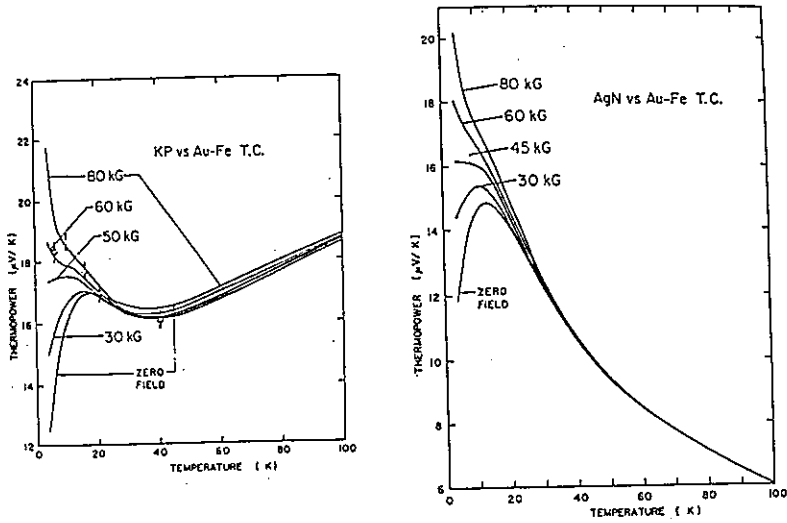


図 7 : 金・鉄-クロメルおよび金・鉄-銀熱電対に対する磁場の影響。  
(文献 10 より)

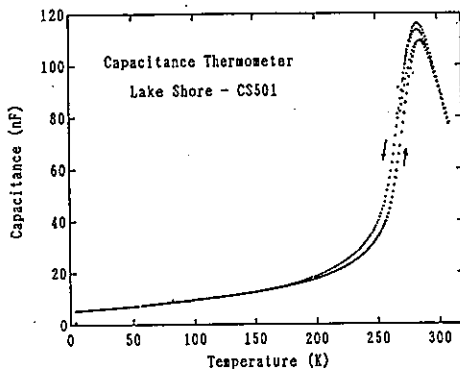


図 8 : キャパシタンス温度計の温度特性。 温度掃引に対して履歴が見られる。

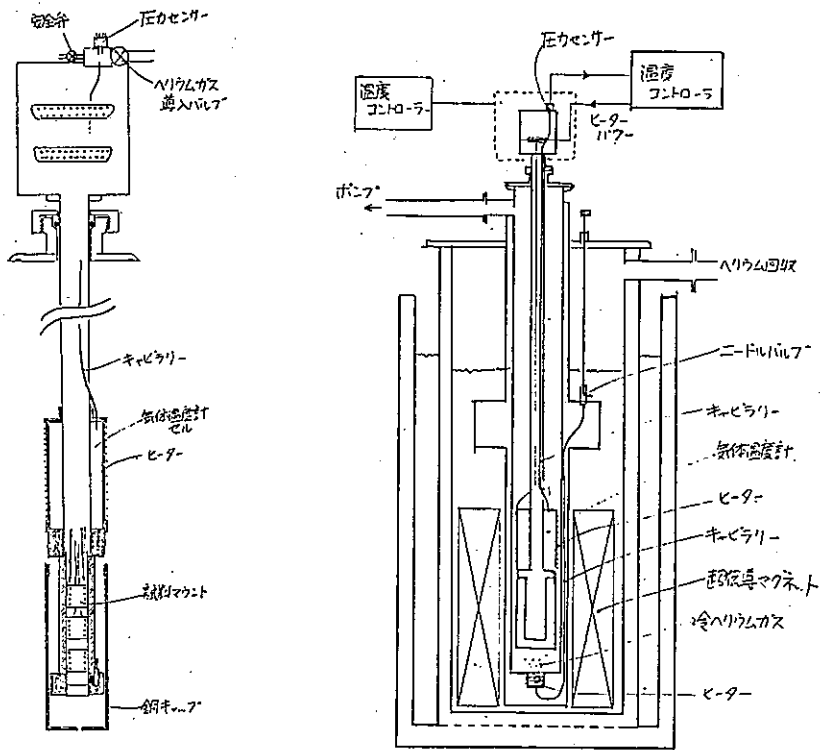


図 9 : 気体温度計を組み込んだ磁場中温度制御用クライオスタット。右の図はシステムの全体。

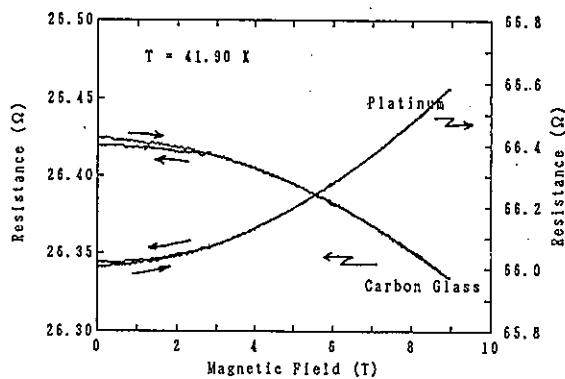


図 10 : 図 9 のシステムで温度を一定に保って磁場を掃引したときの白金抵抗とカーボングラス抵抗の抵抗変化。掃引の行き帰りで抵抗温度計の読みが一致していることから、磁場掃引中温度が一定に保たれていたことが確認できる。



低温センターだより編集委員会

(1992.6現在)

編集委員長

北澤宏一センター長 工・工業化学 (7201)

編集委員

池 畑 誠一郎	理・物理	(4161)
坪 野 公 夫	理・物理	(4142)
田 島 裕 之	理・化学	(4333)
内 田 慎 一	工・物工	(7717)
寺 崎 一 郎	工・物工	(6848)
柴 田 浩 司	工・金属材料	(7147)
小宮山 進	養・基礎科	(93-453)
佐 藤 直 樹	養・化学	(93-311)
湯 本 昌	医・解剖	(3335)
西 沢 直 子	農・農芸化学	(5107)
大 塚 洋 一	低温セ	(2860)
島 田 宏	低温セ	(2861)