Cryostat の 設 計 法

河 喜 多 能 正

株式会社 東理社 川口市青木町 3-5-1

(1976年 1 月28日 受理)

Introduction to cryostat design

Yoshimasa KAWAKITA

Torisha Co., LTD.

3-5-1, Aoki-cho, Kawaguchi

(Received Jan. 28, 1976)

Synopsis :

Recetly, the application of low-temperature processes and techniques has become quite important not only in basic research but also in industrial technology.

The cryostat is indispensable in these studies and this paper gives an outline of recent development in metallic cryostats. Several examples are shown to explain concretely design problems and recent trends.

1. ま え が き

Cryostat (以下 C.S. と略称) とは極低温における物性, 其他の研究にあたって, 試料を任意の温度に保つ恒温槽と定義されるが, 最近では教科書的な物性研究に使用されるのと同じ位, 実用的な低温装置への雛型としての利用度が多くなった様に考えられる。すなわち超電導送電, 磁気浮上, 磁石, ロケットや自動車の燃料装置, SQUID 等々。従って機械的な強度, 耐久力の問題, 安定した性能, 使い易さ等への要求が更に大となり, またその使用目的, 規模もそれぞれ異なったものが多く, ほとんど新設計によるものであるので, 特に材料の選定, 極端条件下においても無理のない設計, 製作上における管理の徹底を期さねばならない。しかしながら設計上における基本的姿勢は低温を扱うことに本質的に変るものではないので, ここでは基礎的な事項を主として其の要点を述べてみよう。

2. 各 C.S. における共通な設計上の要点

C.S. はあとで述べるようにその使用目的が多種多

様であり, 冷却方法としても, 低温液化ガス等の寒剤, 液化機, 冷凍機を使用するが, 何れも低温の気化し易いしかも高価なガスを使用することになるので, 設計上共通な点が多い。液体 He 使用の C.S. の例を図 1 に示す。

設計の方針とするのは, 他低温機器と同じく,

- 1) 熱侵入が少くかつ初期冷却に要する寒剤のロスが少ない。
- 2) 使用に際して破壊したり, リークが起ったりしない。
- 3) 試料を所期の低温度に保つことが出来かつ機械的保持が安定であること。
- 4) 光, 他の輻射線に対する窓は, 光軸に対し直角で, 散乱や反射が少なく, また吸収の少ないものである。
- 5) 低温収縮に対する考慮がなされていること。
- 6) 目的とする温度, 精度に適する温度計素子をつける。

等の基礎的な事項があげられる他, 使い易い事が大切な事である。

図 1

2.1 断熱について

熱の外部からの侵入は極力防止しなければならない。ことに液体 He 温度以下の温度を得ようとするものでは、熱シールドを何重にも作り、侵入熱を如何に少なくすることが出来るかということが重要な鍵である。

今、図 1 について熱侵入を考えて見るに、He 溜及試料部に対する固体熱伝導としては、上部のパイプ類、ヒーターリード、熱電対、下部におけるスペーサー等があるが、周囲は全部液体 N₂ 温度のシールドを施してあり、リード線類も図のように液体 N₂ 部分にトラップしてあるとすれば、各部からの流入熱量は、概略

$$W_c = \frac{A}{L} \bar{k} (T_2 - T_1) \text{ より}$$

W_c : 伝導熱量 W , A : 固体断面積 cm^2 , L : 長さ cm , $\bar{k}$: 平均熱伝導率 $W/\text{cm deg K}$, T_2 , T_1 : 高温部, 低温部の絶対温度ここでは 77°K , 4.2°K ステンレスパイプ 3 本 ($\bar{k}=0.045 W/\text{cm deg K}$ ①) $0.053 W$, Nylon スペーサー ($\bar{k}=0.0014 W/\text{cm deg K}$ ②) $0.165 W$, ヒーターリード 3 本 ($\bar{k}/(\text{Cu})=9.8 W/\text{cm deg K}$ ③) $0.026 W$, 熱電対 $Au(\text{CO})$ 1 本 $\bar{k}=3.5 W/\text{cm deg K}$ ④) $0.003 W$,

となるが此の内パイプよりの伝熱は、パイプ上部を常温部分で互に連結し、3 本のパイプ全部に蒸発 He ガスを通すようにしてあるので、相当量迄キャンセルすることが出来る。問題になるのはスペーサーであるが、この計算は Nylon 両端における接触抵抗がないとしたもので、実際には接触点も少く経路も長い構造とする。本例では星形として約 $0.03 W$ 位の伝熱量が考えられる。また振動を考えなければ略することもできる。熱伝対ヒーターリードはなるべく細いもの(本例では 0.2%)を用い、本例では行わないが超電導コイルのパワーリード等気化ガス中を通せる場合には熱交換を十分に行わしめる。また直径の大きなパイプを使用したもの、円筒型容器では輻射

防止板を入れた断熱性蓋を使用しかつ気化ガスがこの板やパイプ壁を冷却する構造とする。これを総合すれば本例での固体熱伝導による流入熱量は、大約 $0.11 W$ と考えられる。

常温の真空壁面を通じての輻射熱侵入には、高低温の両真空壁を研磨したり emissivity の少ない金属を鍍金するとか或は super insulation を施す。ただし試料交換のため真直面を外気にさらしたり、しばしば手にて触れたりする方式の C.S. にあっては、ステンレス製のものでは研磨、銅では手を触れる部分には金鍍金の方がよく、銀鍍金、アルミ合金、銅研磨の場合には更に表面に透明塗料を薄く塗ったものの方が emissivity を長保ちさせる研究²⁾もある。極低温部分に

対しては液体 N₂ 温度あるいは液体 He 温度の熱シールドを設ける。真空封じ切り式の C. S. ではしばしば superinsulation 方式が用いられる。これは金属箔と薄い熱絶物を交互に組合はせたもので、金属箔にはアルミ箔、アルミ蒸着マイラー、熱絶縁物にはガラス繊維等が用いられる。従って熱の伝導には輻射による部分と、固体伝導による部分があるが、温度が高い方では輻射の方の影響が多く、低温部分では固体伝導による割合が大きい事は次出の式の Q_E が温度の 4 乗に比例することで明らかなことであろう。従って断熱能力としては全体としてのスーパー材の性質、巻き方巻き回数等による他、低温部分と高温部分とに異った応用の仕方を考えなければならない。

図 1 につき輻射による熱流入を考えてみると、真空面を通じての輻射、上部パイプからの inflow daun, 下部窓を通じてのもの、等に分けられる。

Stefan-Boltzmann の式 $W = \sigma e A T^4$

e : 温度 T においての全 emissivity

A : 面積

σ : $5.67 \times 10^{-12} \text{ watt cm}^{-2} (\text{deg K})^{-4}$

よりその概略値としての式

$$\frac{Q_E}{A_1} = \sigma \frac{1(T_2^4 - T_1^4) \textcircled{3}}{\frac{1}{e_1} + \frac{A_1}{A_2} \left(\frac{1}{e_2} - 1 \right)}$$

但し 1.2 は夫々内容器外容器を示す

液体 N₂ 温度シールドより液体 He 溜り試料部への輻射流入熱量はシールドを銅研摩として約 0.009W

パイプ上部からの輻射 " 0.003W

窓から ($\phi 30\%$ 2 ケ) " 0.186W

この場合光学窓の通路には常温部分から輻射熱流入を成可く少くするため、光軸に副って液体 N₂ 温度のパイプを作り中を黒くしておく。また窓からの輻射流入熱が他に比べて極端に多いため本例では使用しなかったがこれを防止するには可視光線を通して赤外線を通し難い窓、heat absorbing filter が使用されその大部分を吸収できる。上記の計算を総合すれば図 1 における輻射流入熱量は略 0.2 W となる。本例では試料部分の近くの液体 N₂ シールドはウッドメタル等にてロー付してあり部分的な温度傾度は殆んどないが、図 1' に示すようにフランジにてネジ止とすれば、その接触状態により上部液体 N₂ 温度のシールドより高い温度になっている場合が多い。その結果としてシールド部からの輻射は急増し、液体 He の蒸発量の増加、試料部の温度上昇を来たす。ことに試料部が He 溜りにネジ

止の場合は、どうしても液体 He 温度近くまで下がらないという結果が多い。ゆえに N₂ シールドの温度が 100°K であれば輻射は 3 倍近く 120°K では 6 倍近くなる。

上記の例のように接触部分があるために熱シールドの温度が十分下らないとか、ヒートスイッチ等において接触部分の熱伝導は重要な問題である。C. S. 等において熱伝導をよくすべき場所に止むを得ず接触部を作る場合は接触部の間にインジウム、金、銀線を入れ強く締付ける等のことを行う。またこれは真空のシールドにも応用できる。

残留ガスによる熱伝導はわずかであり、また液体 He が入れば真空度が上るのであまり問題はないが容器にリークがあれば問題は別である。残留ガスの熱伝導については、Knudsen の式から

$$W = 2.467 \times 10^{-4} A_1 \frac{\alpha_1 \alpha_2}{\alpha_2 + \frac{A_1}{A_2} (1 - \alpha_2) \alpha_1} \frac{\bar{\gamma} + 1}{\bar{\gamma} - 1} \frac{P}{\sqrt{MT}} (T_2 - T_1)$$

W : 伝熱量 Watt, $A_1 A_2$: 内外壁の面積 cm², P : ミクロン Hg, $T_1 T_2$: 夫々圧力計、内外シリンダー壁の温度°K $\bar{\gamma}$: C_p/C_v

図 1 の C. S. において真空度の変化とそれによる侵入熱(残留ガスの分子伝導)、蒸発量の関係を表わせば表 1 のようになり真空度の低下により急に大きな熱伝導量になる。図 1 の C. S. では液体 He を入れて真空度は 10^{-7} torr 程度となりそれによる熱伝導は 10^{-4} W 位と考えられる。ただし複雑な構造の C. S. や極端条件下での使用において、気体のリークをなくすことは仲々困難であり、ことに低温部での各種シールド、すなわち電氣的引出し線、光学あるいは放射線の窓等は C. S. を製作する上の大きなポイントの一つである。シールド

表 1 断熱壁の真空度と液体 He の蒸発量

He	accommodation coefficient 0.5		
	torr	10^{-5}	10^{-4}
	watt	7.85×10^{-3}	7.85×10^{-2}
	cc/h	10	104
N ₂	accommodation coefficient 1.0		
	torr	10^{-5}	10^{-4}
	watt	1.35×10^{-2}	1.35×10^{-1}
	cc/h	18	179

上の He は真空中への He の洩れ

下の N₂ は真空中への N₂ の洩れの場合であるが実際には洩れた N₂ ガスは He 溜壁に吸着される。

として使用されるパツキンには、インジウム、充填剤入り tefron, SUS 製中空パツキン等が使用される。その他溶接部やハーメチックシールからのリーク、コールドリーク等とアウトガス、蒸気圧の大きなものや吸着剤の存在する場合との区別等タリークハンティングに多大の時間を費すのが現実である。He の質量分析型リークディテクターは非常に有用である。

さらに図 1 の C.S. の例における液体 He の消費量は、侵入熱を総合すれば前出の計算により、

固体熱伝導によるもの	0.11 W	
(但しパイプからの熱伝導は 1/2 以上 ~ 2/3 ガスの		
顕熱により相殺されるとみれば)	0.08 W	合計 0.28 W
輻射熱伝導によるもの	0.2 W	
残留ガス伝導によるもの	10^{-4} W	

これ等が全部液体 He に対する気化熱となったとして、He の気化熱は、650 cal/l から、液体 He の蒸発量は約 370 cc/hour となる。実測では 400cc/hour であった。外部流入熱に対する低温気化ガスの有する顕熱によるキャンセル量、emissivity の研摩仕上度による微妙な相違、窓からの入射量、スペーサーの熱伝達等仲々計算通りには行かない。また構成材料は試料台及び熱シールドが銅であることを除く他 SUS 27 を熱処理したものであり、初期冷却及び充填には transferloss を加算して液体 He 約 3.8 l を要した。これは液体 N₂ にて予冷後、液体 He が満杯になるまでであり、He 溜はできるだけ熱容量を少く、注入には初期冷却を含めて約 30 分を要した。He 溜のみの初期冷却の計算値は約 130 cc である。但し He 溜は容積約 2 l で溜部 SUS 304, 550 g, 試料台 Cu 200 g, SUS 及び Cu の 80°K でのエンタルピーはそれぞれ 4 joules/g 1-⑤ 5 joules/g 1-⑥, He の気化熱 0.65 cal/cc, He ガスのエンタルピーは 80°K までで約 12 cal/cc (液体換算) であるがその半分が冷却に使用されたとして約 6 cal/cc。

以上図 1 により断熱につき述べたが、C.S. において液化ガスの蒸発量が少いということは第一段階として大切ではあるがさらに試料の温度が所期の温度に下がること、温度制御がうまく行われること、温度測定が正しく行われること等が欠かせない要件である。

2.3 試料の温度の下限

試料の温度は、温度調節を行って上昇せしめることは割に容易であるが、用いた低温液化ガスの温度と同じにすることは、その液化ガスに浸す以外はなかなか困難である。普通使用液化ガスの温度に極く近い低い

温度が必要な時には液溜に試料台をつけこれに試料を取り付けその周囲に液溜から同温度の熱シールドをつける。液体 He の C.S. において、条件のよい時 5~6°K 附近、前項の接触部分の存在や光の入射等があれば 10°K 以下にするのは熟練を要する。また試料が薄膜状のものであったり、電氣的に絶縁するため試料への熱が伝わり難いようなときには He ガスの交換ガスを用いて冷却する場合もある。

2.2 温度調節について

C.S. では所要温度の調節にヒーターを使用する機会が多いが、若し真空中で使用する時には、ヒーター自身の温度だけが上昇しやすく、許容電流は空気中での 1/5~1/10 位に止めておいた方が無難であり、最高使用電圧、電源の区別を表示してあるのが普通である。ヒーターの絶縁物としては、Tefron 同等品、フオルマール、ガラス繊維等の被覆線、シーズヒーター、またカーボン等の抵抗体や裸線も使用し、マイカ、石英、サファイヤ、ベリリヤ磁器等を介在せしめる。ガス中では問題はないが真空中では特に被加熱体との間に Apezon greece, GE 7031 等の接着剤を充填物として使用し、試料台との温度差を少くする場合もある。シーズヒーターはその点最も効率よく、ヒーターとシーズが耐熱性物質で絶縁されており、直接被加熱部に巻きつけ且ろう接が可能である。ただしリード線との接続には問題があり絶縁、out gas, 過熱等に注意を要するが、最近では同一のシーズ内に、リード線とヒーター共々封入したものもある。温度調節の方法を大別すれば、

1) ポンプ吸引による方法。図 2 に示す。

a, b の例はポンプにて C.S. 内液化ガスを吸引し、別試料部に低温の液またはガスを導き接触せしめ、その流量、圧力を調節することにより目的を達す。c は液化ガスの蒸気圧を真空ポンプにて調整してそれに接たし試料の温度を調節する。主として液化ガスの温度以下。

2) 液化ガスからの熱伝導による方法、図 3 に示す。a, c 液試料間の熱伝導度をかえて、b, 試料を熱抵抗を経て取付けたもの。これは液温から常温までの調節は無理で、高い温度では液化ガスのロスが多い。

3) 液化ガスとの間のガスの熱伝導によるもの、図 4。

2.3 温度計

C.S. において試料の正確な温度を知るには、

1) その温度に応じた、感度のよい素子を選ぶ。

図 2

図 3

図 4

2) 試料と測定素子との温度差を少なくする。

以上の2点が要点であるが、極低温用の数例をあげれば、

○熱電対では、金合金が多く用いられ、 $Au(Co)-Cu$ 、 $An(Co)-chromel$ 経年変化有、 $Au(Fe)-Cu^{4)}$ 低温での起電力大、 $4^{\circ}K$ で約 $12\mu V/deg$ 、 $10^{\circ}K$ 附近にピークがあって常温では起電力少く、零接点を $0^{\circ}C$ にすれば誤差が少い利点がある。

$An(Fe)-chromel^{4)}$ $20^{\circ}C$ 以下の測定に適し、液体 N_2 附近に零接点をとれば $10^{\circ}K$ 以下の測定に好都合であ

る。

○半導体素子では、 Ge やカーボン抵抗 ($1/8 \sim 1/10W$) が主で、感度よく極低温用二次温度計として有用であるが、取り付け方法による誤差が生じ易く、試料台に穴をあけて Apiezon グリース、GE 7031 等で接着するのが普通である。

○この他温度校正用として気体温度計、液体 He 温度以下には He の蒸気圧測定により、 $4.2^{\circ}K$ 附近にて $1/100 \sim 1/1000^{\circ}$ の測定が可能である。

3. 各目的の C. S. の設計上の注意点

電気関係の C. S. においては、リード線、導波管を通じての熱流入が多く、導波管には洋白管を使用する。外部引出線の絶縁部にはハーメチックシール等を使用するが気化ガスや伝導により冷えない場所を選ぶ。内部配線は熱絶縁及び低温における絶縁物破壊に留意する。他線間の誘導、鉛、錫、半田等の超電導に対する考慮。

磁気関係用では、強磁場の狭い磁極間に入れる場合が多く、その間に各々真空壁を介して液体 N_2 温度シールド及び液体 He 温度部分が必要にて、その極低温壁内から常温壁まで片方で実用的に最少 4% 位が必要であり、ナイロンの玉や糸をスペーサーとして使用する。

光学用では窓に対するシールことに低温部のシールが困難にて、低温用接着剤、インジウム、特殊加工 Tefron 相等品、中空金属 パツキンのシールを使用する。その他低温収縮による光軸の移動、窓材の選定が大切。

機械的性質試験用としては、寒剤を初期冷却、伝導に多く消費するものが多く、従って温度の均一性、機

1. 吸着室排気弁
 2. サンプル室排気弁
 3. He^4 入口
 4. 測定用リード線
取出口
 5. He^4 液面計入口
 6. He^3 導入管
 7. 排気用管
 8. 吸着筒断熱管
 9. 制御ヒーター
 10. 高吸着性チャ
ーコル
 11. 温度検出用カー
ボン抵抗
 12. He^3 コンデンサー
 13. He^3 液溜
 14. 温度検出用ゲル
マニウム
 15. サンプル台
 16. 超電導コイル
 17. ライトコーン
 18. He デューワー内径
 $\phi 80$
 19. ライトパイプ
- (例 赤外線検知器用 C.S.)

図 5

機械的強度の保持等を考慮する。

液体 He 温度以下の C.S. 特に熱の侵入防止がその到達温度、能率を左右するものである。この 1 例として吸着型 He^3 C.S. を説明する。これは遠赤外線検出用のものである。図 5 はその要部を示すもので、活性炭の入った吸着部、 He^3 のコンデンサー、検出器の保持台に連結された液体 He^3 溜、ライトパイプ及び light cone、フィルターを備えた遠赤外線導入系、低温保持用各ガス供給管や真空用排気管及び電気的リード線端子をつけた上部フランジ等からなっている。これ等は上部フランジを除いて減圧した液体 He^4 の中に浸してあり、従ってさらにその外側には真空壁をへだてて、液体 N_2 シールドがあるわけである。

吸着室の大きさは 23 cm^3 でその中に 9 g のチャーコル及びヒーターを巻いた筒が吸着室の壁に直接接触れないよう内蔵されており、その下部のステンレスパイプには銅製のラジエーションシールド及びコンデンサーがありステンレス管壁と共に何れも減圧液体 He^4 温度にて He^3 のコンデンサーとして動作する。液体 He^3 溜は銅製にて、コンデンサーに長さ 80 mm 、径 12 mm 、厚み 0.3 mm のステンレス管にて連結している。ま

たこの He^3 溜は検出器台を兼ねており重さは 30 g にて銅製である。図の右の方は遠赤外線導入系で下方に気密にしたサファイヤ窓及び冷却フィルターを持つライトパイプ、その下部に銅製 light cone が検出器台から 2 mm はなれた所まできている。その外部には断熱用真空シールドがありフランジにインジウムシールを施してかつその外側に超電導マグネットを備えている。温度計、検出素子のリード線には 0.08 mm のマンガン線が使用され heat trap としてステンレスパイプに GE 7031 にて接着してあり、真空壁から He^4 溜への引出し部には細いパイプを通して stycast にて封じる。温度計素子としては、 Au(Fe)-chromel 、カーボン抵抗、ゲルマニウムが使用される。

その働きは吸着室に He^3 ガスを入れると低温の活性炭は He^3 を吸着する。上部のバルブを閉じ、ヒーターにて活性炭を加熱すればガスは脱着してコンデンサーにて液化し受器に溜まる。十分液化してヒーターの加熱を止めると活性炭は再び吸着を始め溜内の液化 He^3 は気化し温度は下降する。 He^3 溜の到達温度は同部への侵入熱と活性炭の温度及び活性炭の性能（活性度）による。結果として

減圧 He^4 の温度 $2^\circ \rightarrow 1.5^\circ \text{K}$

活性炭の温度 吸着時 9°K 以下（脱着時 40°K ）

入力熱量（検出器への入力も含めて）約 $100 \mu \text{W}$ として

He^3 溜の温度（検出器の温度） 0.40°K

同上温度への到達時間 3 分 冷却開始より

同上温度の持続時間 5-7 時間

He^3 ガス量 1 l/STP

C.S. の例は枚挙にいとまなく、今後も低温研究の資として、その必要性和利用度はさらに広範にわたってくるものと思われる。最後に本稿の赤外線検出用 C.S. では阪大山本氏のレポート⑤による特殊な例を挙げたが、紙面をかりて同氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) NBS properties of materials at low temperature. part 2 thermalconductivity of Solids.
1—① 3,301 1—② 3,501 1—③ 3,112-1
1—④ 3,112-2 part 3 specific heat and enthalpy of cryogenic solids 1—⑤ 4,112-1
1—⑥ 4,181
- 2) 山本純也：低温工学発表会15回低温構造材料の赤外分光反射率 1975
- 3) R. B. Scott : Cryogenic engineering. p.153
- 4) 高野安正, 阿部仁志, 信貴豊一郎, 松原洋一, 柳井正誼, Au(Fe) 合金を用いた極低温熱電対：低温工学 Vol. 9 No.2 1974
- 5) J. Yamamoto “A He^3 Cryostat using a charcoal adsorption pump for a far-infrared detector,” : J. J. A. P. Vol.14 No.11 1975