

NETSUSOKUTEI 5(4) 174-176 (1978)

低温カロリメトリ—装置の自動化

清水 悟*, 鈴木広良*

1. はじめに

低温における熱測定は長い歴史をもち、その基礎は確立していると言える。しかし最近デジタル処理、信号処理の進歩をとり入れ測定の革新をはかることも進みつつある。比熱の数値は低温物理、低温工学において基礎的重要性をもっている。さらに相転移の研究の進展が転移点前後の異常比熱の精密測定を必要とし、これら実験技術革新の契機となっている。

低温熱測定の特徴を一言で述べるならば、関与するパラメーターの変域が大きいくことであろう。転移点で発散する場合を除いても、比熱の値は物質により温度により 10^3 倍以上の幅がある。熱伝導度も同程度かそれ以上の幅がある。

多様な物性に加えて、さらにより本質的なことであるが、測定の目的も多様である。

しかしながら、種々の測定に共通の要素を抽出して汎用性ある測定システムを構成することも重要である。

我々の研究室では、主として磁性体と液体ヘリウムを対象に0.1 K~30 Kでの比熱測定を行っている。この目的に、汎用性を意識した熱測定用データ集録システムを作成し、1972年より使用して来た。

本システムは、現在までの所、よく知られた断熱型カロリメータと組合せての使用実績しかもたないが、他の形の熱測定にも使用できるよう設計されている。適用を想定した測定法は、他に緩和法¹⁾、いわゆる動的測定法²⁾等である。

これらの方式は、いずれも試料周辺の熱的環境をととのえ、既知の波形の power を試料部分に与え、その応答を観測することを基本としている。

この報告では、我々が現在までに経験を有する断熱型カロリメータにかぎって、測定、データ処理について述べ、今後の方向をさぐる材料としたい。

2. カロリメータ

測定を自動化するためにはカロリメータにおける、断熱、伝熱、測温等の技術が確立していることが重要であ

る。我々の用いているカロリメータは1 K以上用、³He領域用、断熱消磁用等数種にわたるが、そこで用いられている共通の技術について簡単に述べる。

断熱消磁用を除き、試料冷却は、機械式熱スイッチを用いている。スイッチの性能については種々の議論があるが、我々の経験では、冷却時間の短縮には予冷を確実に行うことが最も重要である。

断熱性の再現性をよくするためには、カロリメータ内に温度が不確定になるような部分をつくらぬ工夫が重要である。He bathと等温になるべき部分(フレーム等)は、高純度銅を用いるよりは、bathと通じたパイプを用いるのが確実である。プラスチック類は、熱伝導が悪く長時間持続する熱の供給源となるので使用に注意を要する。我々のクライオスタットにおけるヒートリークの実測例を述べると、各試料温度に対し、20 K; 400 μ W, 10 K; 20 μ W, 5 K; 2 μ W 等であった。Bathは4.2 K. shieldは用いていない時の例である。4.2 K以下では、bathは減圧するがこの時のヒートリークは0.1 μ W ~ 0.01 μ W である。

粉末試料ではいろいろ熱媒体を用いる。真空グリース類、アルコール類、He gas等を使い分けている。我々の研究室では、石油エーテルが、混和が容易で、熱特性もすぐれていることを見出し多用している³⁾。

温度計測は高分解能を要求しないときは、半導体(ゲルマニウム、またはカーボン)抵抗温度計に定電流を流しデジタル電圧計で計測する。低抵抗では熱起電力、高抵抗では電圧計の入力オフセット電流、外來雑音の pick upが誤差を与える。我々の用いている電圧計(タケダ理研、TR6515D+プラグインTR6018D等)システムでは、測定温度領域で1 K前後になる温度計が optimum のようである。分解能は数度 K で 0.1 mK 前後である。さらに高分解能を要する場合は、ACブリッジを用いている。現在 liq He 試料の λ 点付近の比熱測定に用いている測温システムでは、温度換算の noise level $\sim 1 \times 10^{-7}$ K を得ている⁴⁾。

3. 計測システムとデータ処理

Fig. 1に我々の研究室のシステムの概要を示す。紙テープにデータを集録し、大形計算機センターのバッチ処

* 北海道大学理学部物理教室：〒060 札幌市北区北10条西8丁目

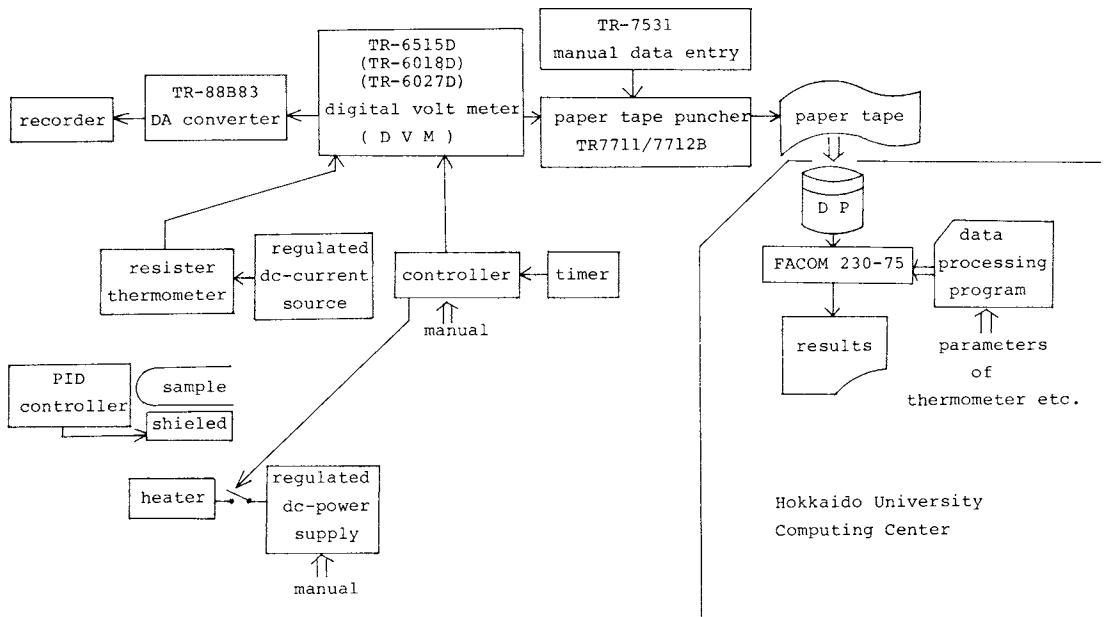


Fig.1

理の入力データとする。自動化されているのは、一定時間間隔で温度を計測することと、ヒーターのオンオフである。シーケンスコントローラーは、1 サイクル 16 ステップで、各ステップで、DVMのスタート、ヒーターのオンオフ、外部リレー（DVMの入力切り替え）のオンオフが指定できる。指定はパネル面のスイッチで行う。ステップを進めるタイミングパルスは水晶発振子を基準とし、広い範囲の応用に適するように 0.1 秒～800 秒の間でセット可能である。加熱時間と熱平衡を待つ時間の比は、ヒータースイッチの設定により定まり最小 1 : 15 となる。タイミングユニット、ヒータ電圧等のパラメータは、測定の開始時、または変更時に、手動でパンチする。これらパラメータは、実験者がレコーダを参照して、適切なものに切り替えていく。紙テープにはDVMからのデータ（数値 5 桁、レンジ、単位）とともにヒータのオンオフ等の状態が記録されるのでこれをキーにしてデータの解析を行う。16 ステップ中加熱期間を除いた最大 15 ステップの温度測定データをドリフトを与える式、

$$T(t_i) = A \exp(-t_i/B) + C t_i + D$$

に最小二乗法でせ、加熱による温度上昇 ΔT を求める。なお、温度計の特性は別に校正し、処理プログラムのデータとして与える。温度計の特性の実験式、温度ドリフトの式は、使用者が適当な形式にプログラムできる。

プログラムの大きさは、一例では、FORTRAN (FACOM 230-60) で 400 行ほどである。比熱を求める所までで、それ以上を含め場合である。紙テープレ

コードの解説、分類に 100 行ほどを要した。

4. 使用結果と問題点

本装置でいくつかの仕事がなされた^{3,4,6,7,8}。その意味では研究実験での実用性という所期の目標は達成されたと言える。

しかし使用を通じていくつかの問題点も明らかになった。その一つは全体の自由度がありすぎ、実験者は装置、データ処理プログラムの双方を熟知していなければならぬことである。当初、大型計算機で高級言語を用いてプログラムするのであるから、処理プログラムの作成は容易であると考えていた。しかし実際は、このような生データをバッチ処理にゆだねるためには、いろいろの irregular data に対する処理をあらかじめ組込むことを要し、プログラムは複雑にならざるを得ない。任意時点での自動測定中断、パラメータ変更等は便利ではあるが、処理プログラムを複雑にした。

データ処理には最小二乗法による curve fitting が含まれる。精度をあげるため必須であり、計算機を用いる理由の一つである。

前述のドリフトの補正もこれによっている。このような簡単な実験式の fitting でも常に成功するとはかぎらず overflow をもたらすことがある。我々はこの場合は、強引にドリフトを直線にみならず処理に切りかえることを行ったが、このあたりのアルゴリズムは改良の余地がある。

基本的にはデータ処理で overflow になるような実験条件は、測定として不適当なのであって、このことを有無をいわずに自覚させられたのは自動化の大きな成果であった。自動化の意義は、データ処理のプログラムのわくの中におさまる程度まで、ドリフトやノイズをへらし、実験条件を規格化することを実験者に強いることにあるとも言える。

労力の軽減については、かつては数分毎に行っていたヒーターのオン・オフ、から開放されたこと、レコーダーチャートの読みとりを必要としなくなっただけでも大きい。低温実験では、試料のセットからクライオスタットの取扱いで実験者の注意を要する操作が多い。労力の軽減はミスを防ぐことにもなる。

on line の計算機があれば、より高度の制御が可能であることは明らかである。すでにそのようなシステムの構成例も発表されている⁹⁾。マイクロプロセッサの進歩から今後はいろいろの形態の自動熱測定装置が作られるであろう。我々の経験では、温度計測器としてのデジタルポルトメーターの性能向上がもっとも望まれる。その他の要素(シーケンスコントローラ、ヒーター用電源等)は、現在のレベルで十分使用にたえるし、マイクロプロセッサ制御により、パラメータの自動変更

も可能と思われる。

現在我々はその方向への準備をすすめてつある。

最後に本システムの作製、運用は、研究室代表、渡辺昂先生の御指導によること、システムのハード部分の設計、製作は、真空理工KKにより行われ、同社社長前園明一氏より種々有益なる御助言をいただいたことをしるし感謝します。

文 献

- 1) R. Bachmann *et al. Phys. Rev.* **43** (205) 1972
- 2) 吉田育之; 実験物理学講座 12 “温度と熱” (沢田正三編), p. 293, 共立出版 (1970)
- 3) H. Suzuki, M. Koyama; *Cryogenics* **15** 38 (1975)
- 4) 高田 義, 岡路正博, 低温工学, **13**, 27(1978)
- 5) S. Nagata, *J. Phys. Soc. Japan* **37** 645 (1974)
- 6) M. Koyama, H. Suzuki, T. Watanabe, *J. Phys. Soc. Japan* **40** 1564 (1976)
- 7) S. Simizu, T. Nishitani, T. Watanabe, *J. Phys. Soc. Japan* **41** 1884 (1976)
- 8) Y. Kimishima *et al. J. Phys. Soc. Japan* **46** 1054 (1975)
- 9) R. E. Schwall *et al, Rev. Sci. Instrum.* **46** 1054 (1975)

NETSUSOKUTEI 5(4) 176-178 (1978)

超伝導マグネット用材料の開発

太刀川 恭治

超伝導線材を用いると電力消費なしに、大電流を流したり、強い磁界を発生することができる。そのためとした超伝導コイルに電流を流すとコイル内の電流が減衰しないで流れる、いわゆる永久電流の状態がえられる。このような超伝導現象は、(1) 強磁界の発生、(2) 大電流の輸送、(3) 素子の3分野に大別される用途に利用され、特に省エネルギーや新エネルギー開発の観点から重要視されている。

第1の利用分野はこれまで最も強い関心が払われており、電気回転機械、エネルギー貯蔵、MHD発電、核融合炉、磁気浮上列車、磁気分離、物性あるいは高エネルギー物理研究用マグネットなどへの利用がはかられている。その利点は、鉄心電磁石の数倍強い磁界が発生でき

て機器が小型、軽量化できること、磁界発生にほとんど電力を消費せず効率の改善がえられることなどである。たとえば直径50mmの空間に15 Teslaの磁界を発生するには、銅マグネットでは約5000 kWの電力を要するが、超伝導マグネットではリード線部分などで1 kW程度の電力を消費するにすぎない。さらに銅マグネットでは、電力消費により内部に発生するジュール熱を除去するのに、莫大の量の冷却水を必要とする。核融合炉を例にとると、このような強磁界を直径数mの大きい空間に発生することが必要となるため、磁界発生に要する電力が核融合反応の出力を上まわり発電方式として成立しなくなるので、超伝導の利用が不可欠となる。また、第2の超伝導送電の分野では、従来方式より約2桁高い電流密度で送電できるとともに送電損失を減少させることができる。さらに、ジョセフソン効果を利用した超伝導素子に

* 金属材料技術研究所: 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12