

低温重力波干渉計のための 冷却システムの高性能化 に関する研究

H18~H19年度超伝導低温工学センター

基礎開発研究報告会

2007.6.1

都丸

おしながき

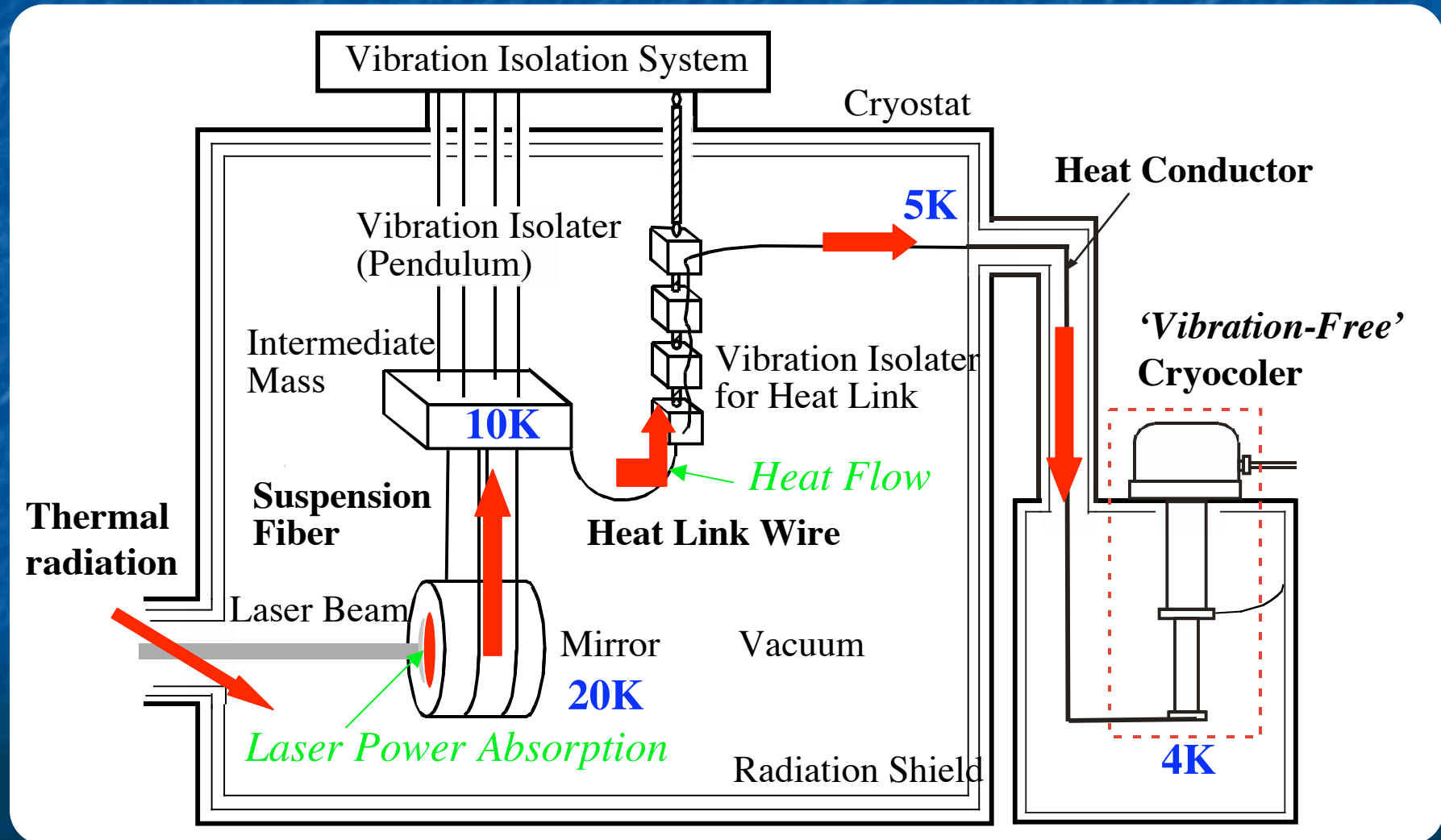
1. H18年度研究報告

- ・輻射伝搬効果の検証実験
- ・サファイア鏡基材の改質
- ・アルミヒートリンクの接触熱抵抗の低減
- ・各種材料の赤外吸収率計測

2. H19年度研究計画

1. H18年度研究報告

低温干渉計型重力波検出器の冷却システム



○ サファイア鏡基材の改質

サファイアの光吸収率@1064nmはどの程度か？

(H7年くらいの研究課題)

→ 熱レンズ効果にとって重要

低温干渉計では発熱負荷としても重要

光学性能に優れる合成石英の光吸収率は数ppm/cm。

サファイアへの要請は10~20ppm/cmくらい。

Stanfordの結果 : 120ppm/cm

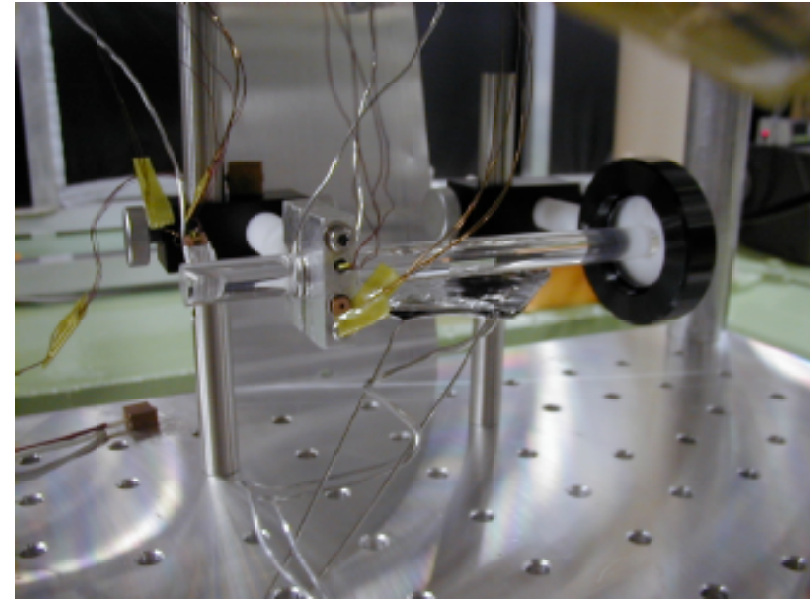
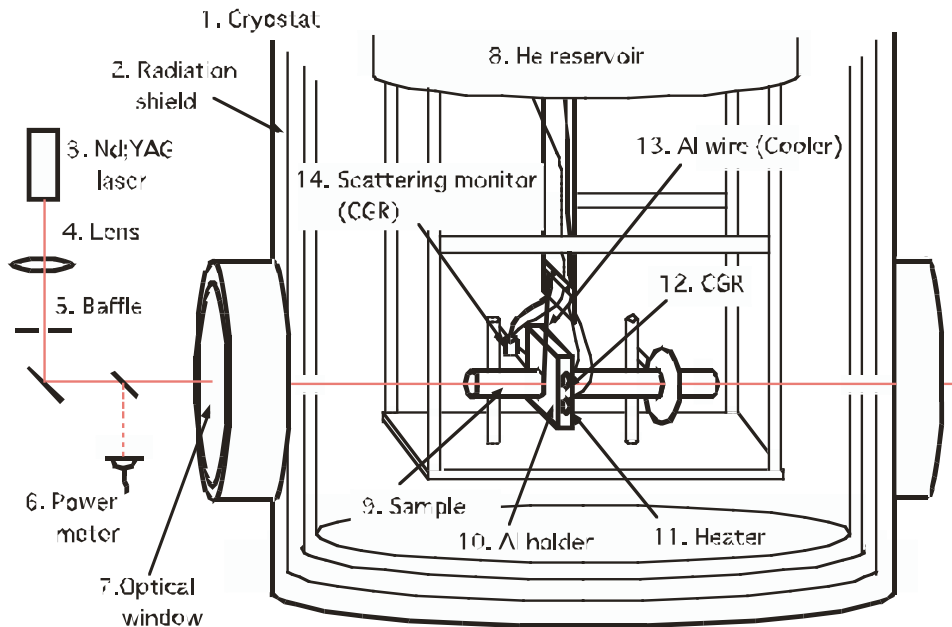
UWAの結果 : 3ppm/cm

どっちが正しい??

- ・カロリメトリー法 → KEK, AIST
- ・Photo-Thermal法 → Stanford, LMA, UWA
- ・Photo-Acoustic法 → 東大新領域

低温レーザーカロリメトリー法

Tomaru et al. Phys. Lett A 283 (2001) 80.



データ

Sample	LCGT (5K)	AIST	Stanford	VIRGO	UWA
Hemex Ultra			140		55
Hemlite	90 - 99				
CSI White	88 - 93	168			
CSI White			120		3
CSI White					40
CSI White			68	142	
CSI White			58	90	
CSI White			47		
CSI White			25		

ppm/cm

現在得られている典型的な値: 40~50ppm/cm

→ 20ppm/cm以下に減らしたい。

その後のStanfordの研究

- ・不純物の研究

1 μ m付近に大きな吸収を持つ不純物はなさそう。酸素欠陥か？

- ・サファイア小サンプルのアニールの研究

アニールにより部分的に10ppm/cmレベルを達成。再現性？

- ・アニール後のCool Downの研究

Cool Down条件により改善が見られるようだ。

我々の疑問

- ・本当に光吸収率が測れているのか？

- ・酸素欠陥などの光吸収源は正しいか？

→ HIP (Hot Isostatic Pressing) 処理前後での分光解析

HIP処理

山梨大クリスタル科学研究センターに依頼

処理条件

全圧: 2000atm

アルゴン80%

酸素20% (400atm)

温度: 1200°C

期間: 1週間

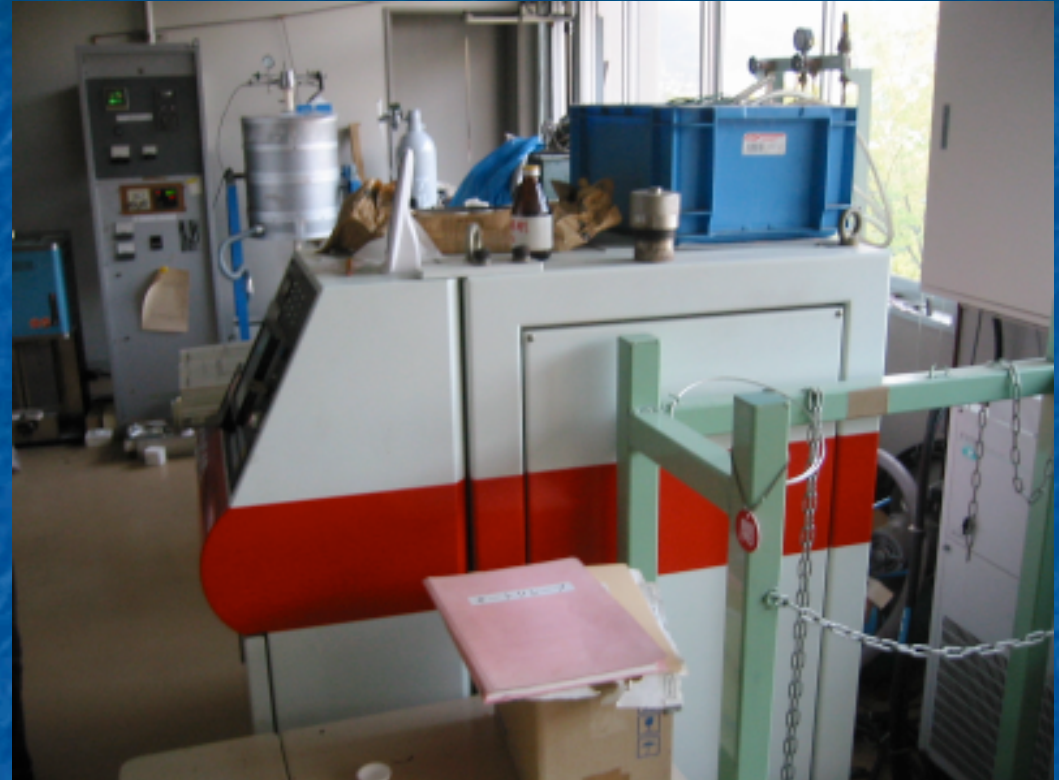
ヒーター: 白金ロジウム

サファイアの融点2050°C

サンプル

サイズ: $\Phi 10 \times t 10 \text{mm}$

種類: CSI white (HEM)、オルベパイオニア()



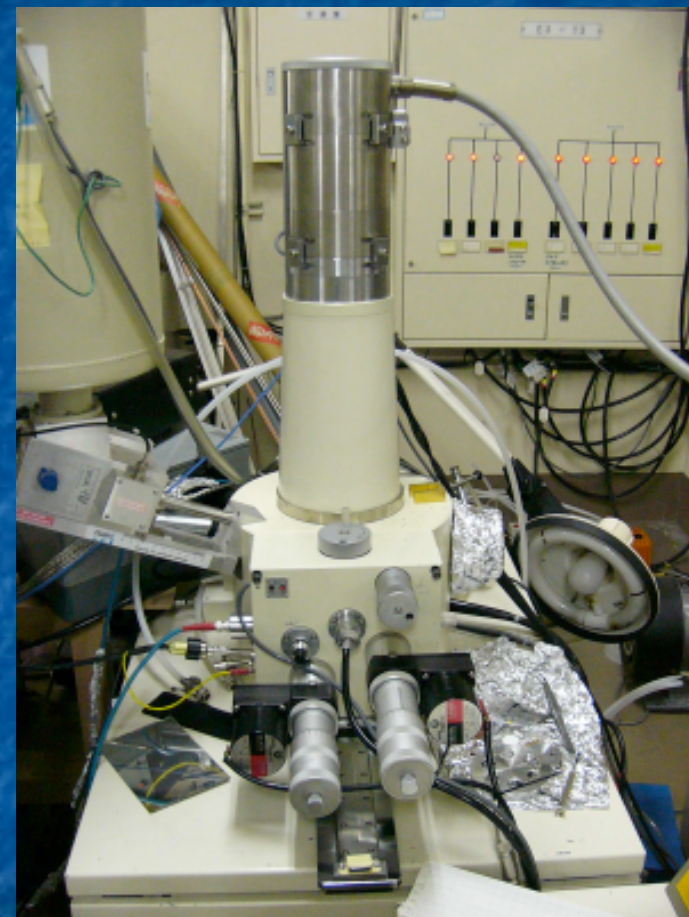
評価方法

- ・質量分析 @日本宝石学協会
- ・カソードルミネッセンス計測
- ・吸収スペクトル計測
- ・蛍光ラマン計測@1064nm、532nm

FTラマン分光光度計
@ジャスコエンジニアリング



カソードルミネッセンス
@KEK



質量分析結果

日本宝石学協会の分析では何もでなかった。

Stanfordのデータ

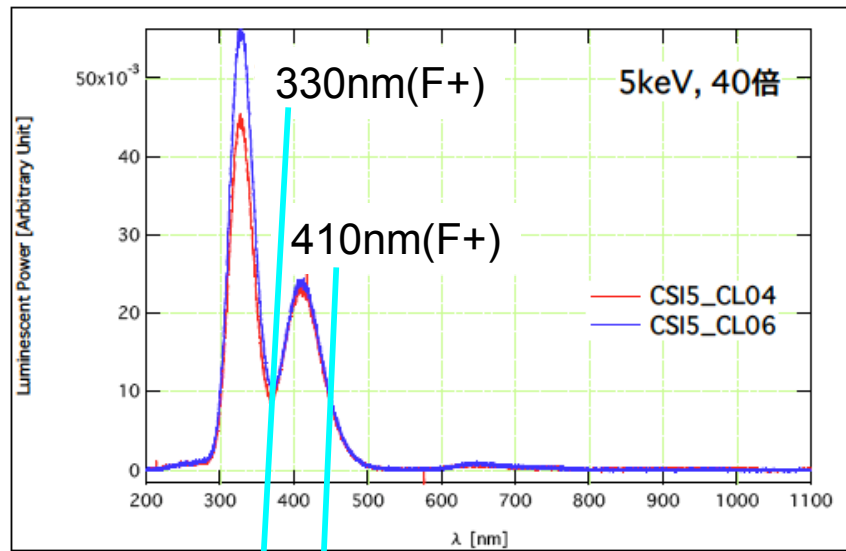
Compositional analysis by GDMS: ppms of everything

	LIGO #1T Sample #10 ppmw	LIGO #1M Sample #11 ppmw	LIGO #1B Sample #12 ppmw	LIGO #2T Sample #07 ppmw	LIGO #2M Sample #10 ppmw	LIGO #2B Sample #08 ppmw	LIGO #3T Sample #04 ppmw	LIGO #3M Sample #05 ppmw	LIGO #3B Sample #06 ppmw	LIGO #4T Sample #01 ppmw	LIGO #4M Sample #02 ppmw	LIGO #4B Sample #03 ppmw	LIGO #5T Sample #13 ppmw
Li	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Be	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
O	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major
F	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Na	0.21	0.42	0.40	0.25	0.75	0.35	0.36	0.44	0.81	0.82	3.2	0.95	0.20
Mg	0.16	0.27	0.30	0.22	0.29	0.18	0.19	0.25	0.25	0.53	0.39	0.20	0.15
Al	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major	Major
Si	12	8.5	10	8.5	7.5	9.5	4.2	5.9	9.5	10	15	8.5	15
P	0.1	0.053	0.20	0.11	0.11	0.11	0.1	0.15	0.15	0.21	0.19	0.1	0.045
S	1.1	1.5	1.8	0.79	1.2	1.6	1.5	1.5	0.21	1.5	1.8	1.1	0.88
Cl	1.2	5.5	4.2	1.5	2.5	2.5	2.6	2.9	3.1	4.7	6.0	1.0	2.5
K	0.29	0.25	0.39	0.33	0.33	0.35	0.23	0.35	0.33	1.1	1.2	0.40	0.25
Ca	1.1	1.2	1.1	1.1	1.1	1.5	1.2	0.63	0.75	1.7	1.4	0.75	0.80
Ti	0.37	0.11	0.45	0.12	0.36	0.45	0.089	0.39	0.27	0.22	0.14	0.12	0.11
V	0.10	0.037	0.026	0.12	0.23	0.37	0.026	0.021	0.04	0.11	0.086	0.095	0.056
*Cr	2.5	1.1	1.5	1.2	1.1	1.5	1.0	1.4	1.4	1.3	1.0	1.1	1.0
Mn	0.10	0.088	0.065	0.021	0.083	0.15	0.033	0.055	0.068	0.073	0.065	0.03	0.034
*Fe	2.5	2.2	5.5	1.8	1.4	1.5	2.1	1.8	1.8	1.5	1.3	1.5	2.7
Co	0.10	0.018	0.02	0.02	0.01	0.012	0.01	0.018	0.06	0.01	0.01	0.01	0.01
Ni	0.46	0.025	0.23	0.11	0.11	0.067	0.066	0.17	0.28	0.074	0.025	0.060	0.045
Cu	0.23	0.11	0.15	0.31	0.24	0.20	0.38	0.20	0.22	0.096	0.19	0.30	0.10
Zn	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Ga	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
As	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Zr	0.14	0.02	0.15	0.12	0.050	0.22	0.048	0.13	0.15	0.38	0.12	0.14	0.045
Nb	0.027	0.13	0.11	0.047	0.037	0.041	0.065	0.092	0.025	0.019	0.045	0.045	0.021
Mo	0.25	0.24	0.24	0.18	0.37	0.29	0.29	0.29	0.15	0.18	0.26	0.29	0.15
Cd	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2
Sn	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3
Sb	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Ba	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
La	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Ce	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Hf	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
W	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2
Pb	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Bi	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05

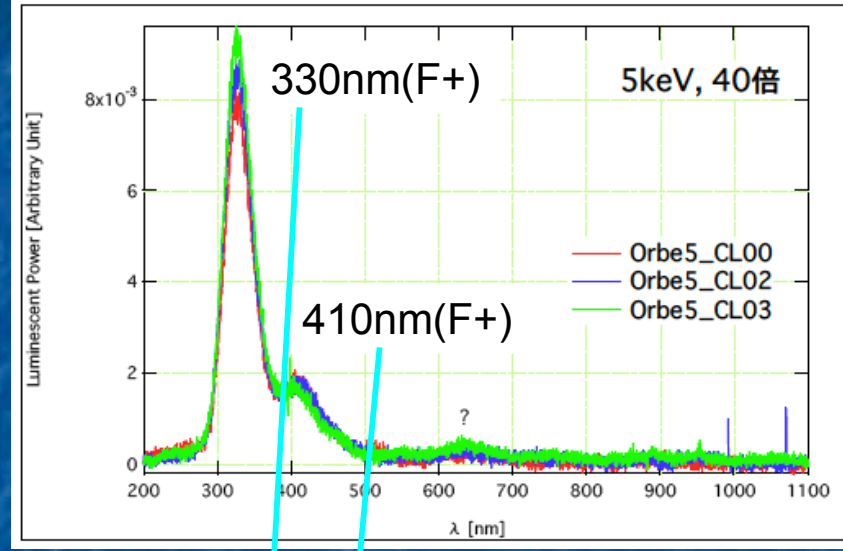


カソードルミネッセンス分析結果

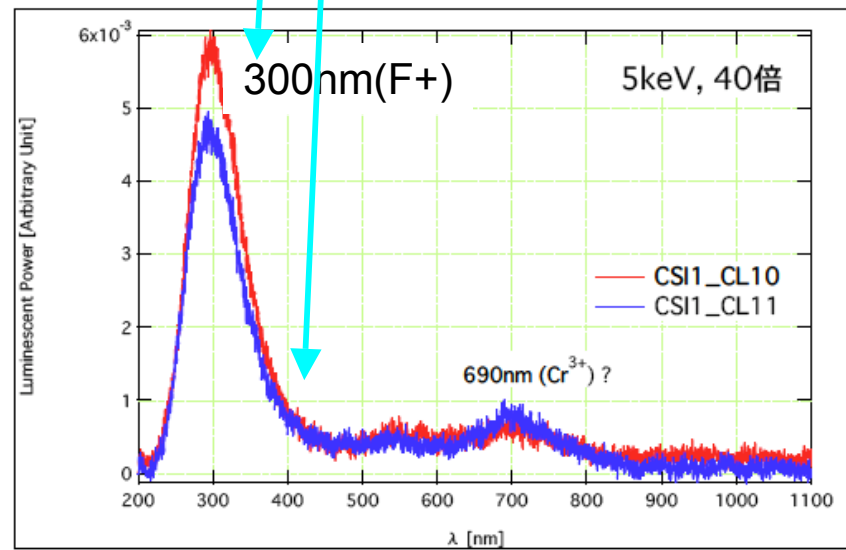
CSI No.5 (購入直後)



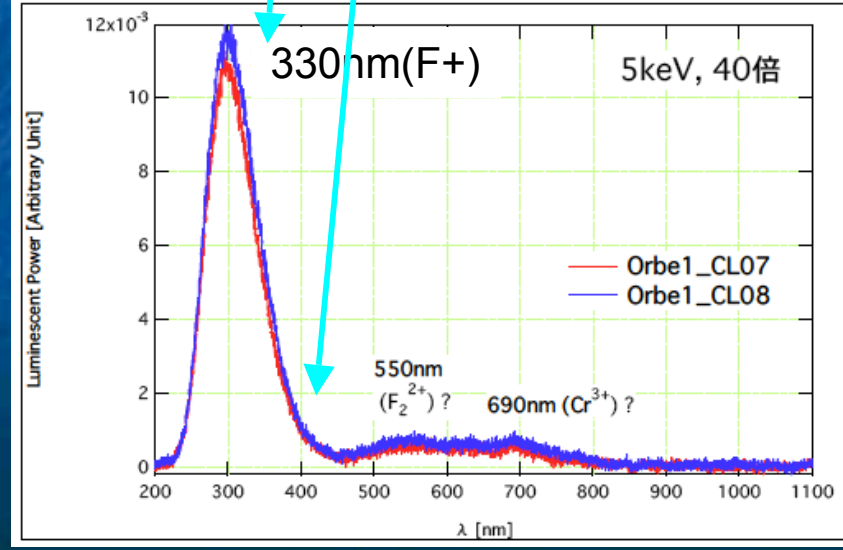
Orbe No.5 (購入直後)



CSI No.1 (HIP処理後) 温度: 1200℃、 期間: 1週間



Orbe No.1 (HIP処理後) 温度: 1200℃、 期間: 1週間

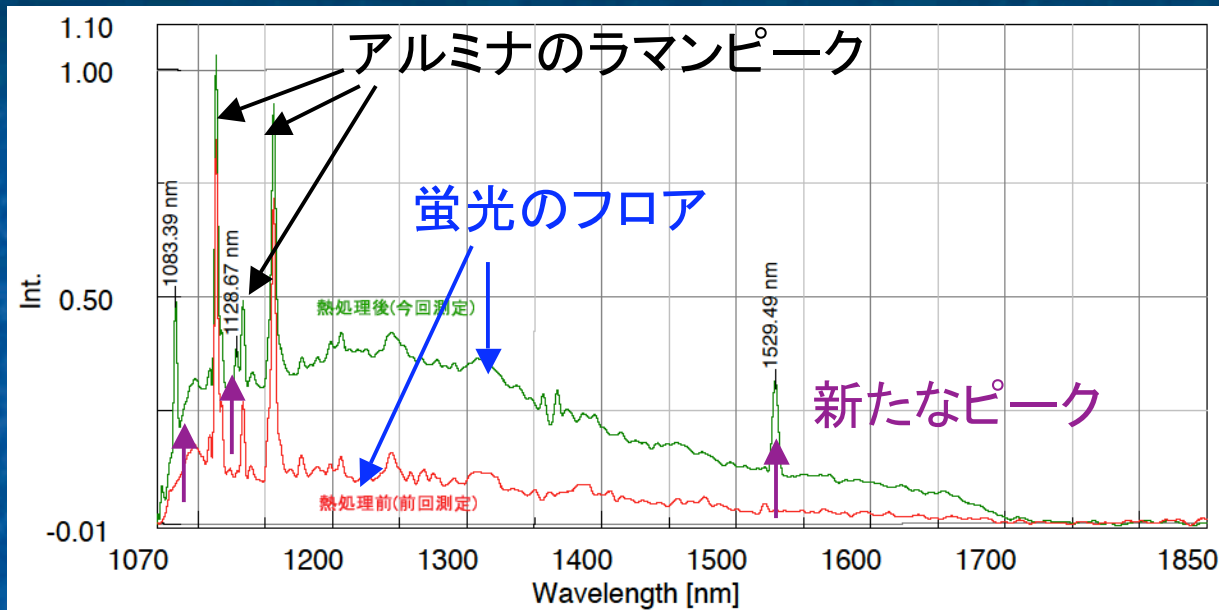


蛍光ラマンスペクトル

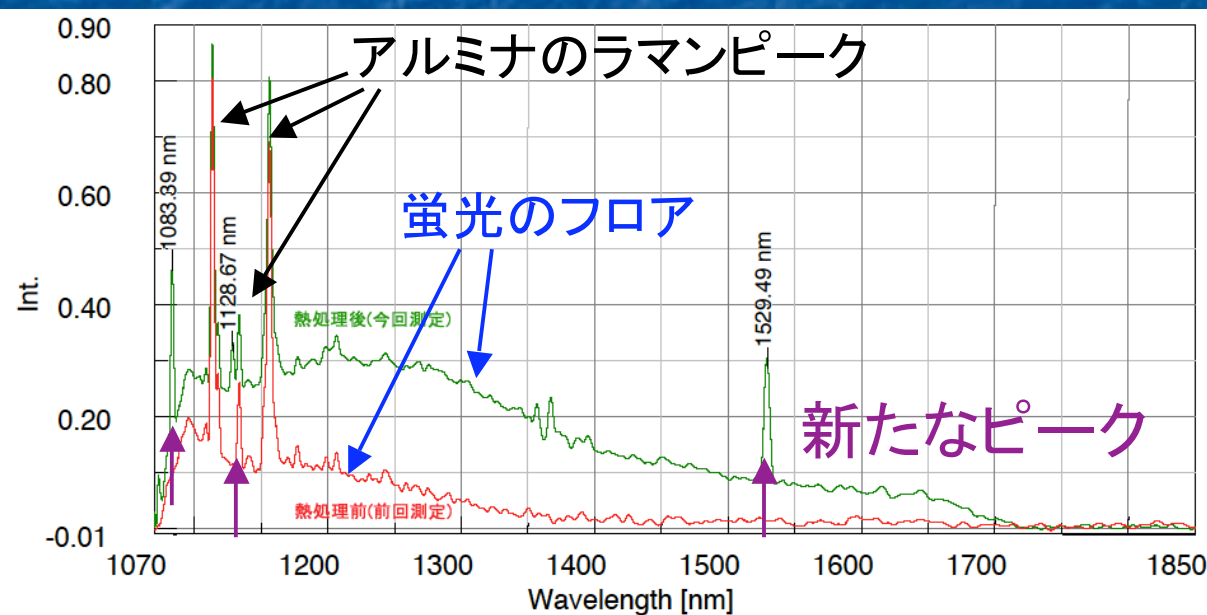
赤:HIP前、緑:HIP後

1064nm励起

CSI

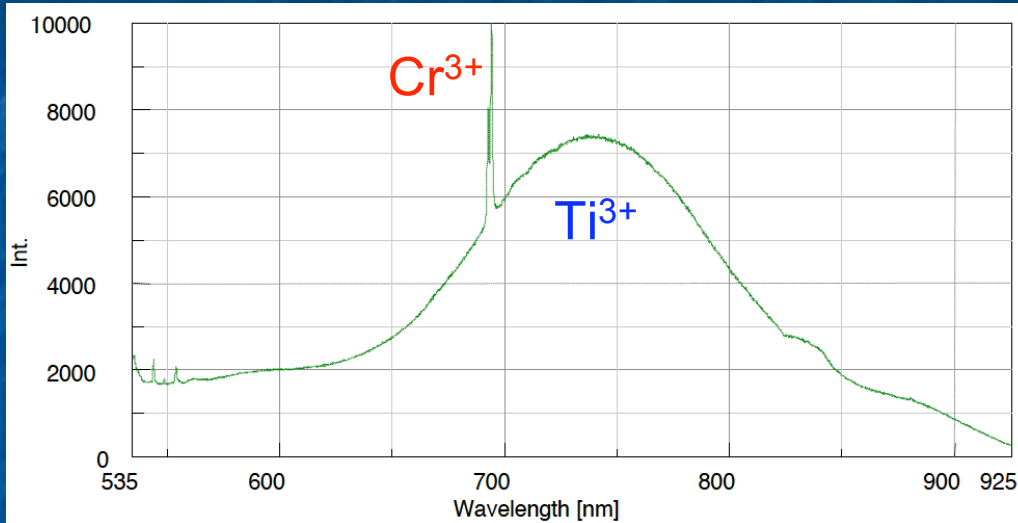


オルベ

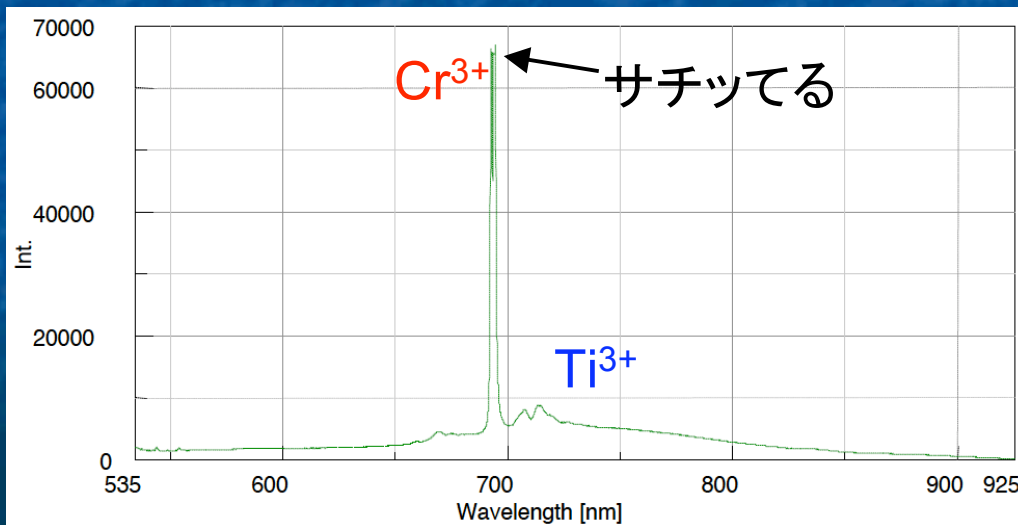


532nm励起

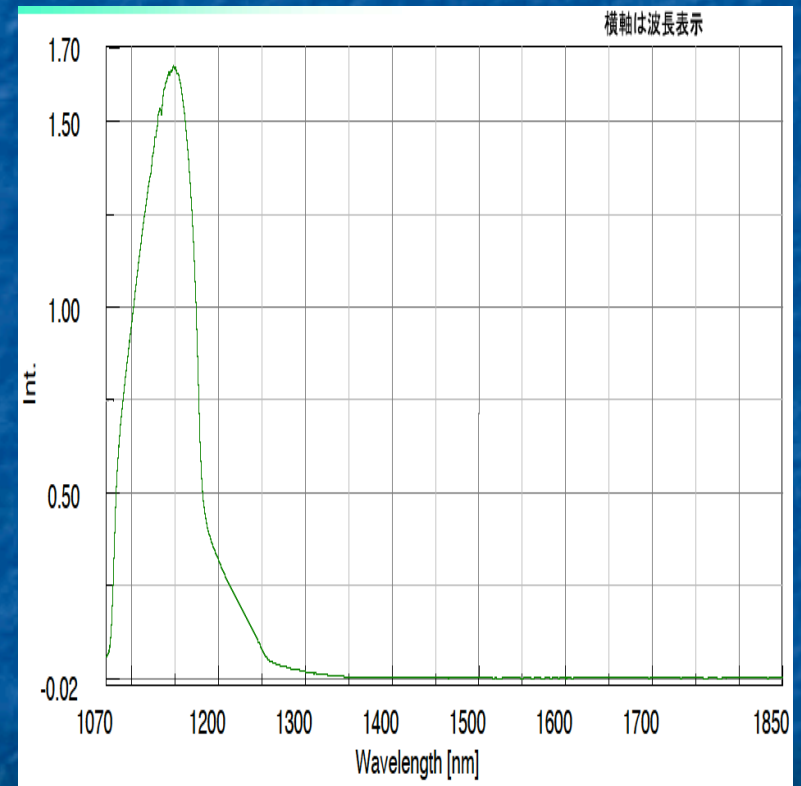
CSI



オルベ



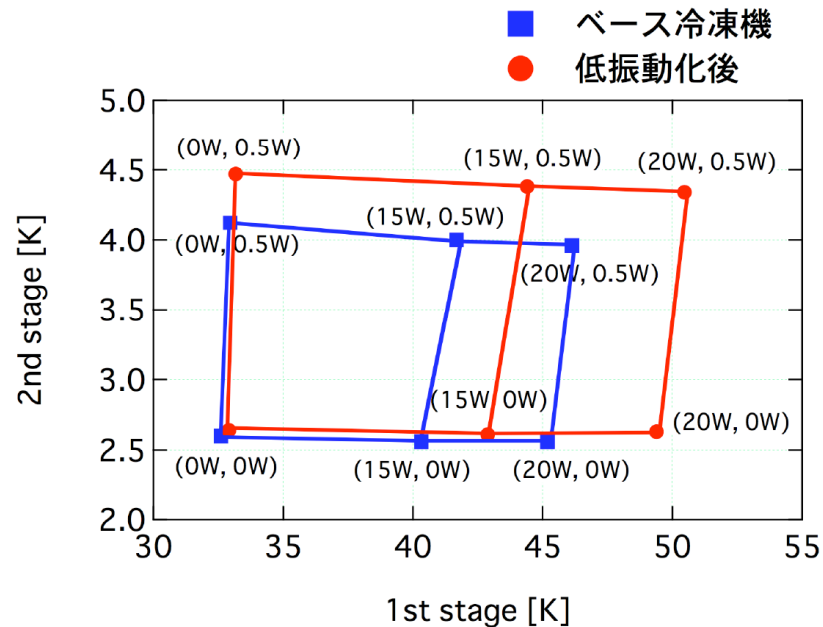
1064nmでのSiの蛍光



サファイアの分光分析で 分かったこと・分からなかったこと

- ・カソードルミネッセンス計測より、F-Centerの存在を確認。
 - 酸素欠陥は多量に存在する。
- ・HIP処理によりF-Centerに変化が現れた。
 - HIPで酸素欠陥中の電子状態に変化が生じのは間違いない。
しかし、酸素欠陥が埋まったかどうかまでは判断できない。
- ・1064nm励起で<1700nmに蛍光フロアを持つ。
 - 光吸収に関与している可能性がある
- ・HIP処理により蛍光フロアは増大した。
 - 酸素が関与している可能性はある。酸素のコンタミ？
欠陥自身が1064nmの吸収に寄与しているのでは
無いかもしれない。
- ・不純物の Cr^{3+} 、Siはあまり1064nmでの吸収と関係なさそう。
- ・Tiイオンは低温で Ti^{3+} 、高温で Ti^{4+} が安定。
イオンの価数変化が影響している可能性もある。

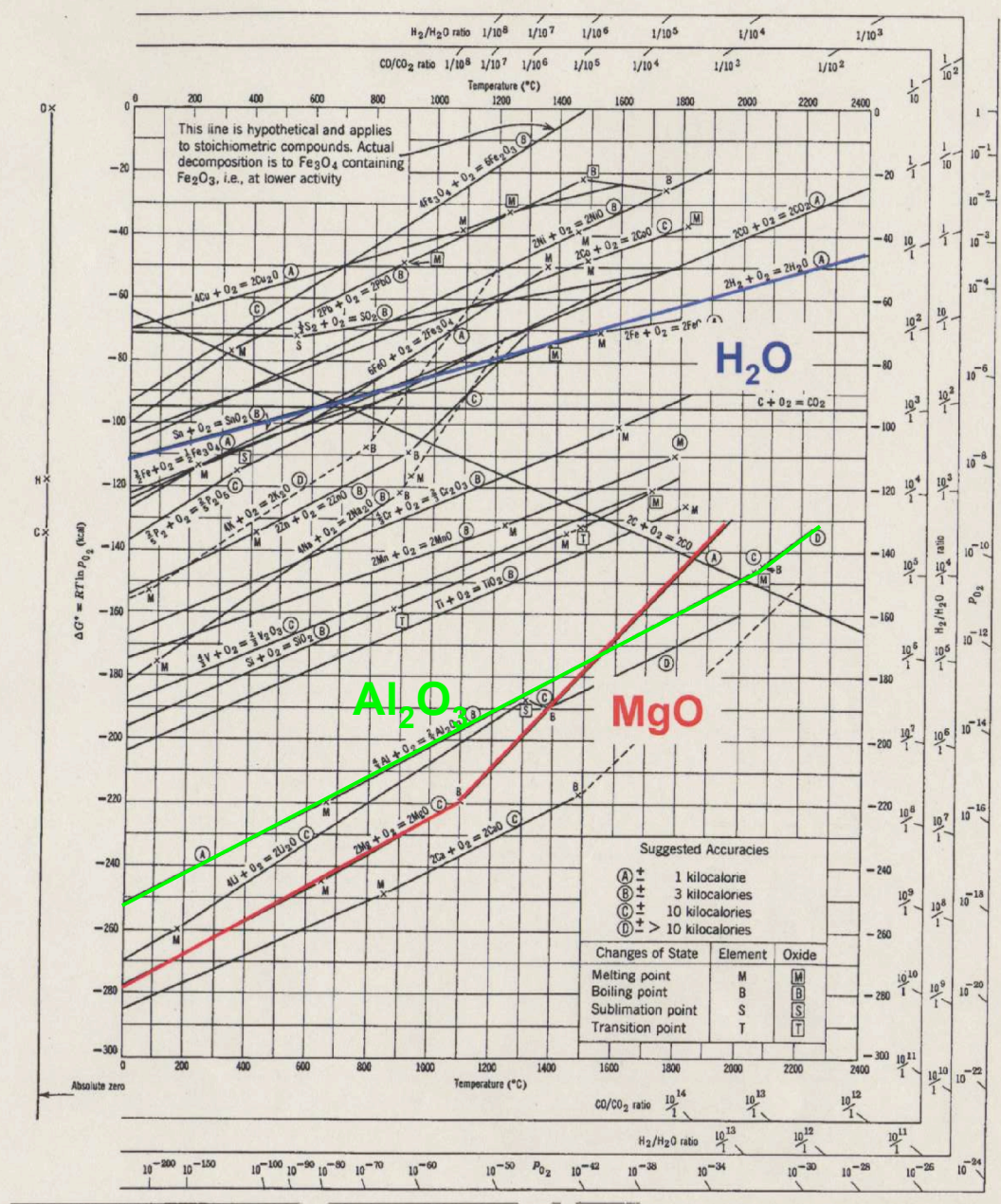
○ アルミヒートリンクの接触熱抵抗の低減



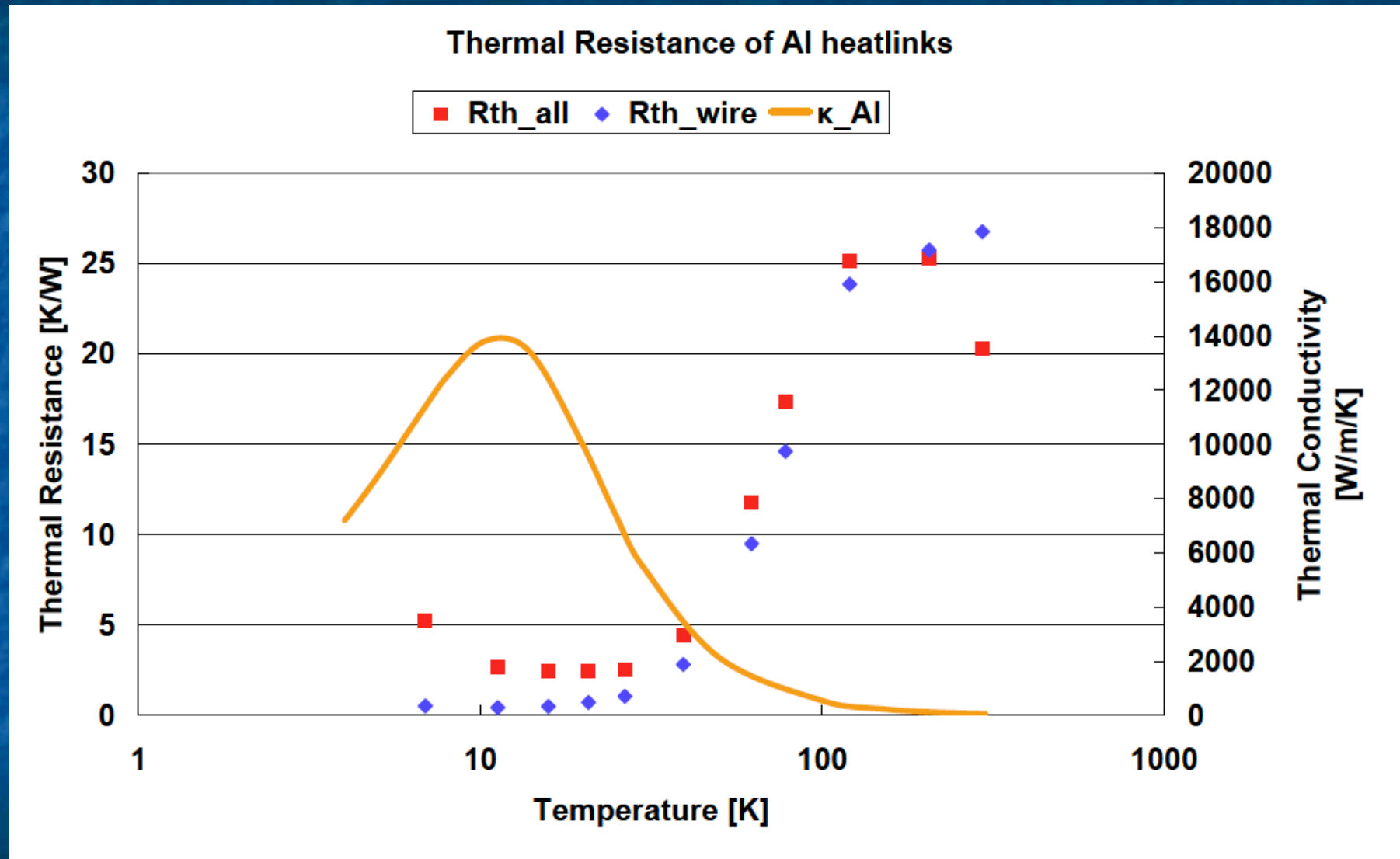
冷凍機のヒートリンクでアルミを用いたところ、熱抵抗を観測。銅ヒートリンクよりも大きかった。アルミ表面の接触熱抵抗と思われる。

アルミの酸化力

表面に薄く強固な酸化皮膜を形成している。



アルミ(スリーブ有り・無し)の熱抵抗測定データ



Superconducting aluminum heat switch and plated press-contacts for use at ultralow temperatures

R. M. Mueller, C. Buchal, T. Oversluizen, and F. Pobell

Institut für Festkörperforschung, Kernforschungsanlage Jülich, D-517 Jülich, West Germany
(Received 2 November 1977; in final form, 21 December 1977)

We have measured the thermal conductivity of a 0.1-mm-thick Al foil in the normal and superconducting state down to 58 mK. At this temperature, our data give a ratio for the conductivities of $k_n/k_s = 1600 \text{ T}^{-2}$. They show that Al is a better material for a heat switch than the usually used superconductors because of its large k_n and large Debye temperature (reducing the lattice conductivity k_s). In addition, we describe the design of a heat switch and an excellent performing demountable press-contact between Al and Cu, both gold plated, as joint to the switch.

INTRODUCTION

An essential part of an ultralow temperature apparatus is a heat switch connecting and disconnecting various parts of the setup at the will of the experimentalist. Superconducting heat switches have been used almost exclusively for this purpose.¹ The quality of a superconducting heat switch is expressed as its switching ratio, defined as the ratio of the normal state to superconducting state conductivity, k_n/k_s .

The known properties of Al indicate that it should have a substantially better switching ratio than the usually used Sn,²⁻⁴ In,² Pb,^{2,5} or Zn.⁶ In addition, Al has good durability, it is easily available in very high purity, and it has a convenient critical magnetic field. Previously published data for the thermal conductivity of Al extend only to 0.3 K.⁷ Our data extend to about 58 mK, and show that Al indeed is a better heat switch material. They agree well with theoretical predictions based on the BCS-theory.⁸

The contact problem caused by surface oxide has been solved by electroplating Al. In addition, we describe the heat switch's construction and its demountable joints which might also be useful in other parts of an ultralow temperature system.

I. EXPERIMENTAL

A. Removal of Al-oxide and electroplating

Aluminum has not yet been used as heat switch material possibly because of the contact problem caused by its tenacious surface oxide. The oxide can be displaced by ultrasonic soldering Al to other parts, but this usually results in alloys with large thermal resistances.

In an early version of our heat switch we clamped 0.1-mm Cu wires between Al and Cu foils to severely deform the Al, break-up the oxide layer, and to give at least some intimate metal-to-metal contacts. Although this method is easy, and resulted in an appreciable improvement, the Al-Cu contacts still had a resistance about an order of magnitude larger than the Al foils of our switch in their normal conducting state. At 67

mK, the conductance of this joint was about $1 \mu\text{W/mK}$. It varied roughly as T^2 , a result which has been observed earlier for dirty contacts between metals.⁹

Excellent results have been obtained with press contacts between Cu foils and Al foils, when both are gold plated. The plating of the copper is no problem, it was done as stated under item 8 in the appendix after the foils had been thoroughly cleaned with dilute nitric acid. For the more complicated treatment of the Al foils, we have slightly modified a plating method described by Vanden Berg.¹⁰ In particular, substantial controlled etching of the surface is allowed to occur in order to increase the area of contact between the aluminum and other metals, and to roughen the otherwise bright, freshly rolled foils to encourage diffuse instead of specular scattering of phonons at the surface.

The composition of the required solutions and the plating procedure are given in the appendix. The zincate solution is strongly basic so it removes the aluminum oxide film but it simultaneously deposits a thin layer of zinc metal onto the exposed aluminum. The process is self-limiting to the extent that the film remains fairly thin, even after prolonged dips, but it is recommended that the length of the final dip in this solution be kept short as heavy zinc films are detrimental. A cyanide plating bath then deposits only a thin layer of copper, but unlike less toxic acid copper plating baths, this solution does not destroy the zinc film before a protective copper layer has been formed. The final gold plate is most easily deposited from one of the proprietary solutions according to the instructions provided with it (see Appendix).

B. Design of the heat switch and press contacts

The heat switch was constructed from Al foils rolled to 0.1-mm thickness, starting from a 99.999% pure aluminum rod. The steel rollers have never been used except for aluminum in order to reduce the hazards of contamination. The finished foils were not annealed; their resistance ratio was 1400. The $15 \times 10 \text{ mm}^2$ contact areas at each end of the Al foils are electroplated

アルミ表面をエッチングして、金メッキする方法

母材: $10 \mu\text{W/m/K}$
(RRR=1400)

含接合部: $21 \mu\text{W/m/K}$

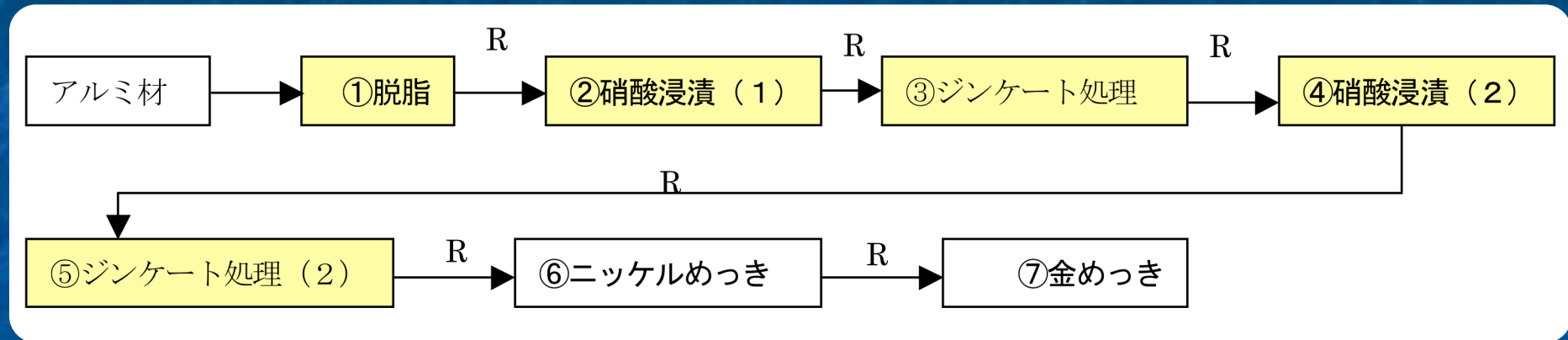
@66mK

我々の要求:

・4K以上

・ $>10000 \text{ W/m/K}$
(RRR=数1000)

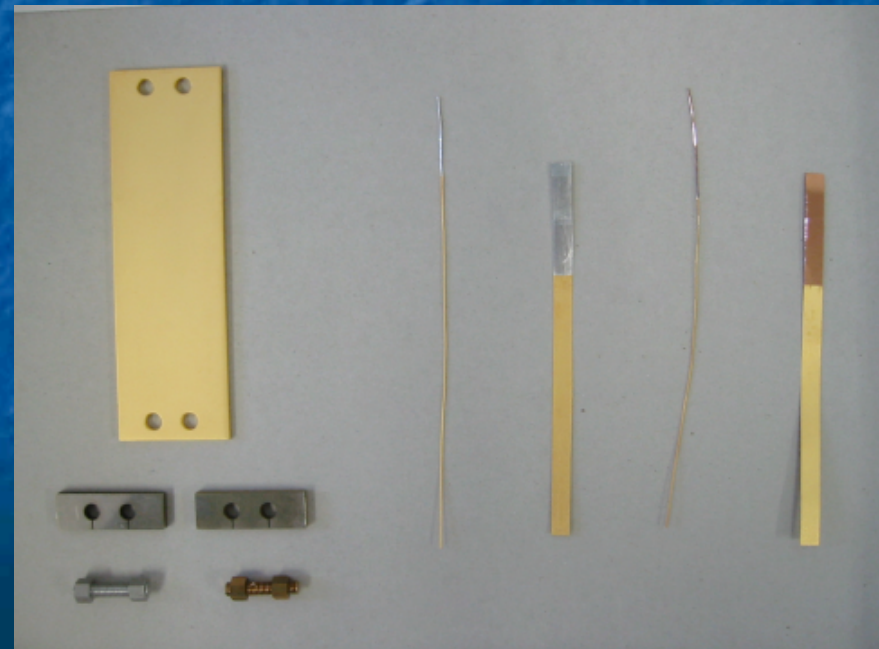
アルミへの金メッキ処理プロセス



サンプル: 5N Al線・板
5N Cu線・板

パッド: スーパーインバー
タングステン

ボルト: SUS
ジュラルミン
ベリリウム銅



実験効率を考えるととり
あえずRRRによる評価

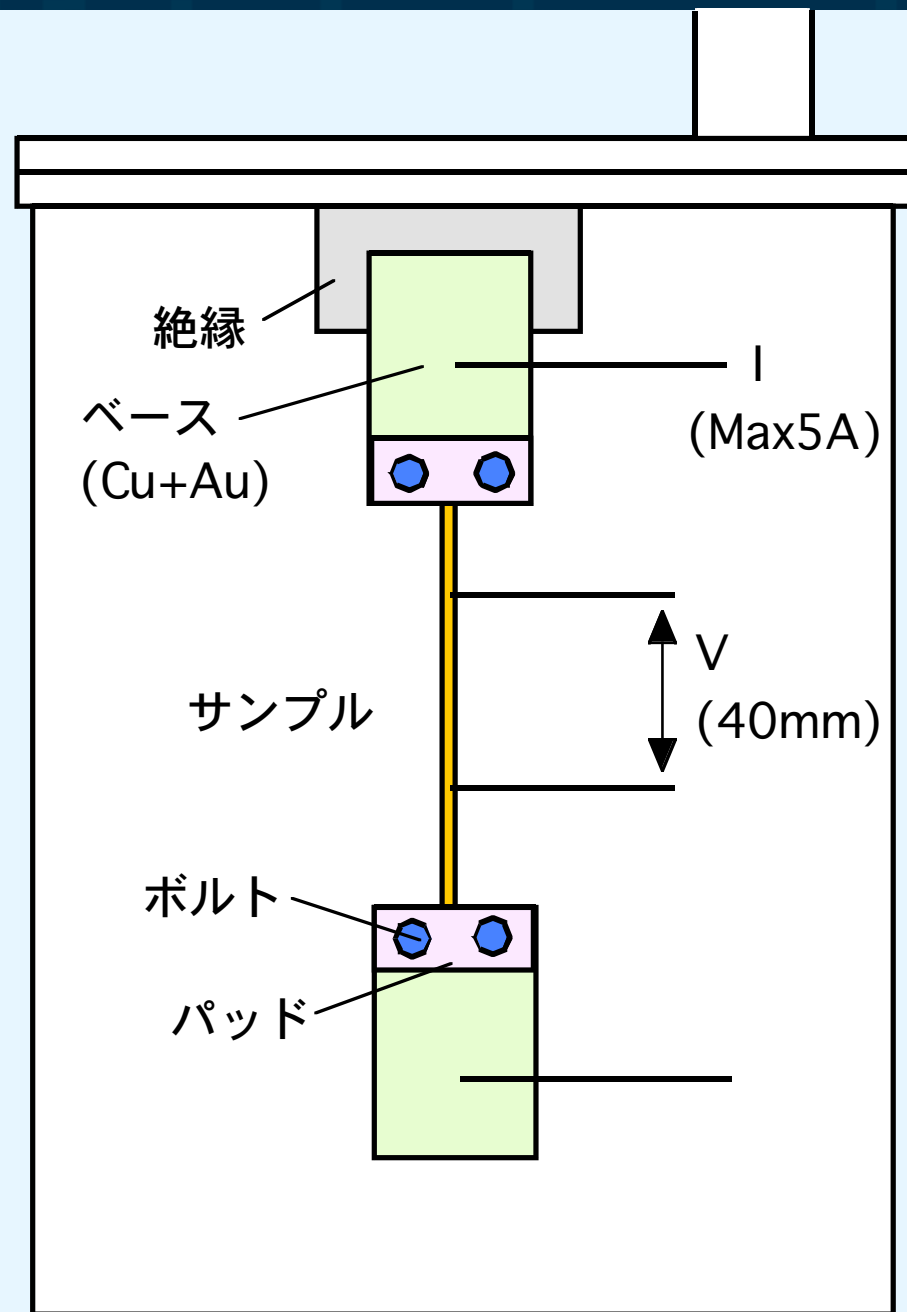
接触箇所： 2

接触面：L5mm×直径0.5mm
+潰れた分

トルクとRRRの相関を計測

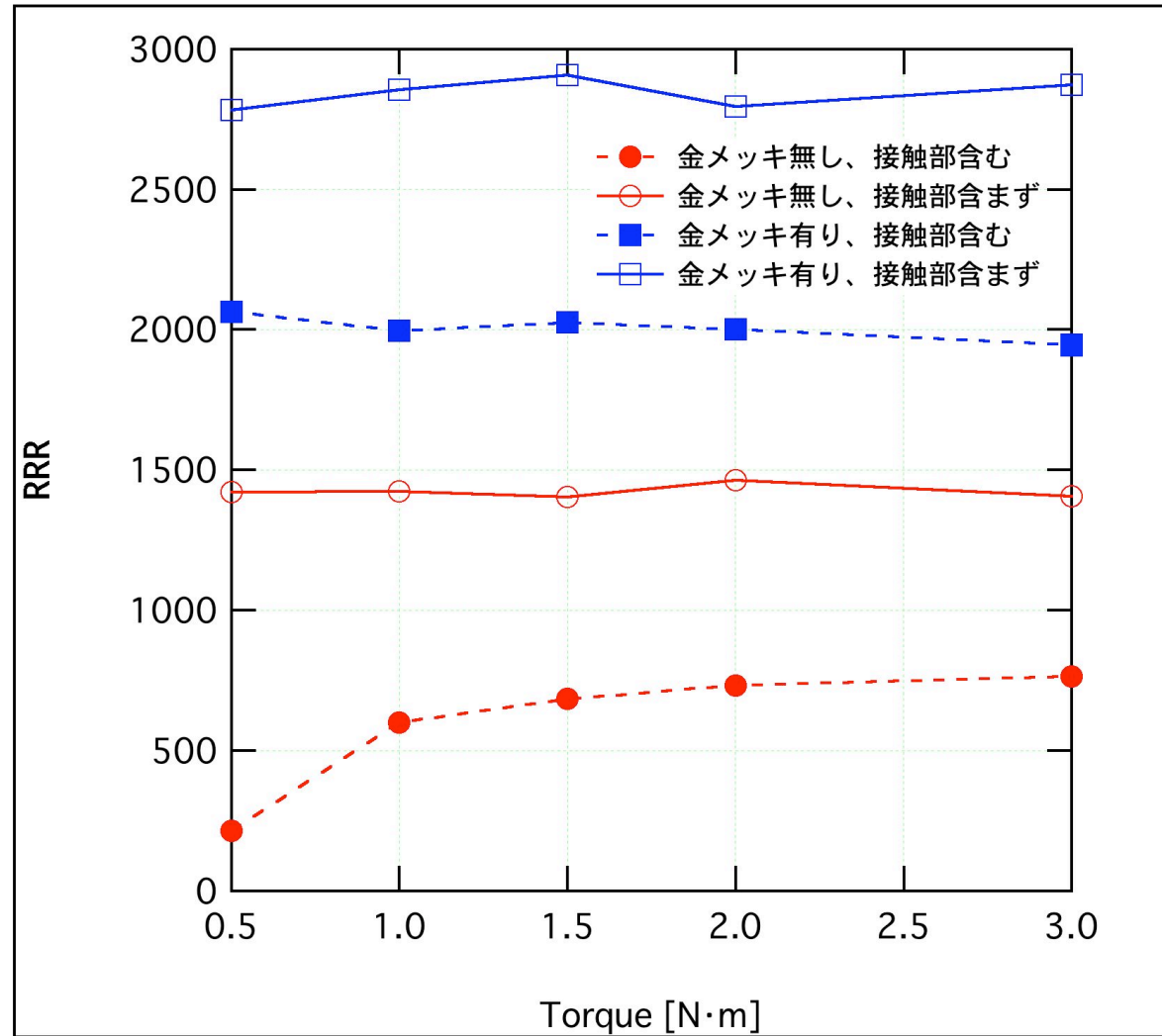
電流：Max 5Aで両極性
を計測

計測温度：室温
LN₂
LHe



接触電気抵抗計測結果

2007.4



サンプル：φ0.5×83mm

接触抵抗低減実験のまとめと課題

- ・金メッキは効果がありそう。
- ・熱伝導率を計測予定。
- ・他のパッド・ボルトも試してみる予定。

2. H19年度の研究計画

パラメトリックX線発生装置

(1) サファイアの改質(継続)

- ・高温アニール後の蛍光ラマン解析
- ・X線トモグラフィー

日大電子線利用研究施設の利用
申請済み



(2) 接触熱抵抗の低減(継続)

- ・純アルミ撚り線ヒートリンクへの金メッキをトライ。
スリーブも純アルミ+金メッキへ交換し、接触熱抵抗を計測。

要求予算

区分	員数	単価	金額
分光計測	4回	50千円	200千円
光学部品	3コ	50千円	150千円
金メッキ費用	1式	500千円	500千円
金属材料	1セット	150千円	150千円
真空部品	1式	100千円	100千円

総計 1,100千円