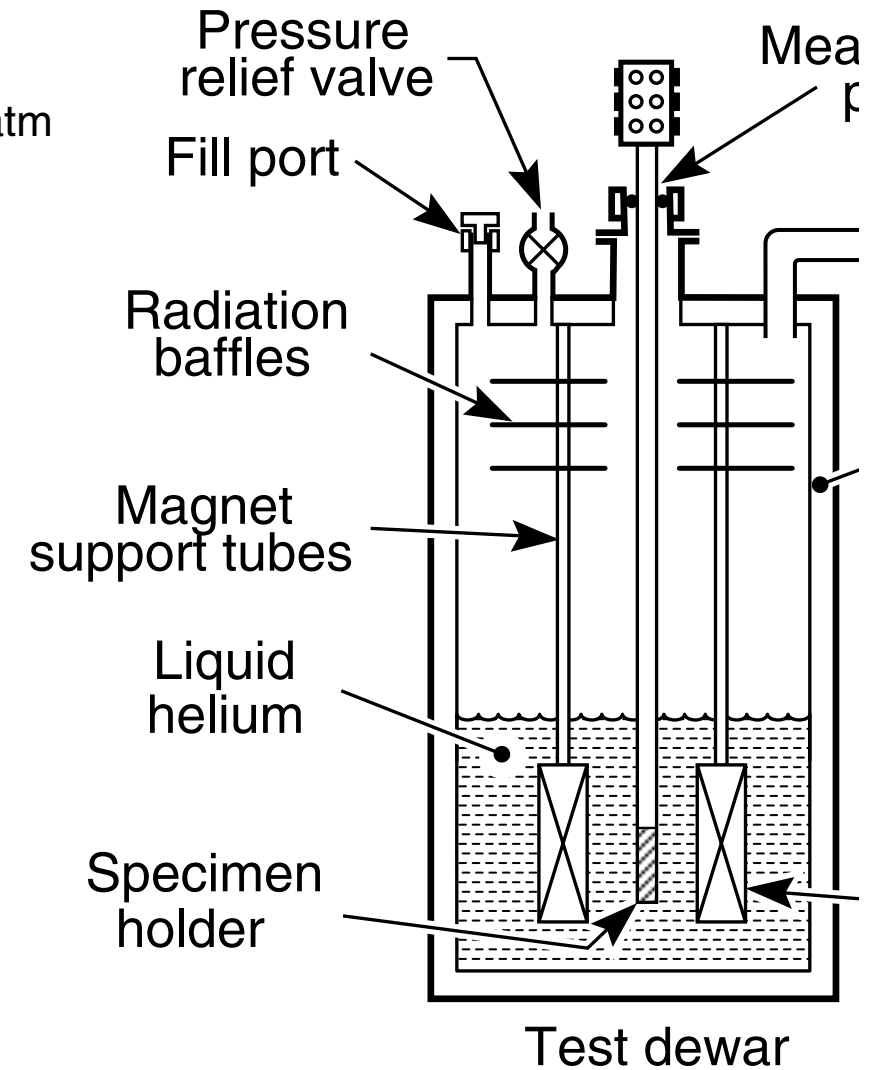
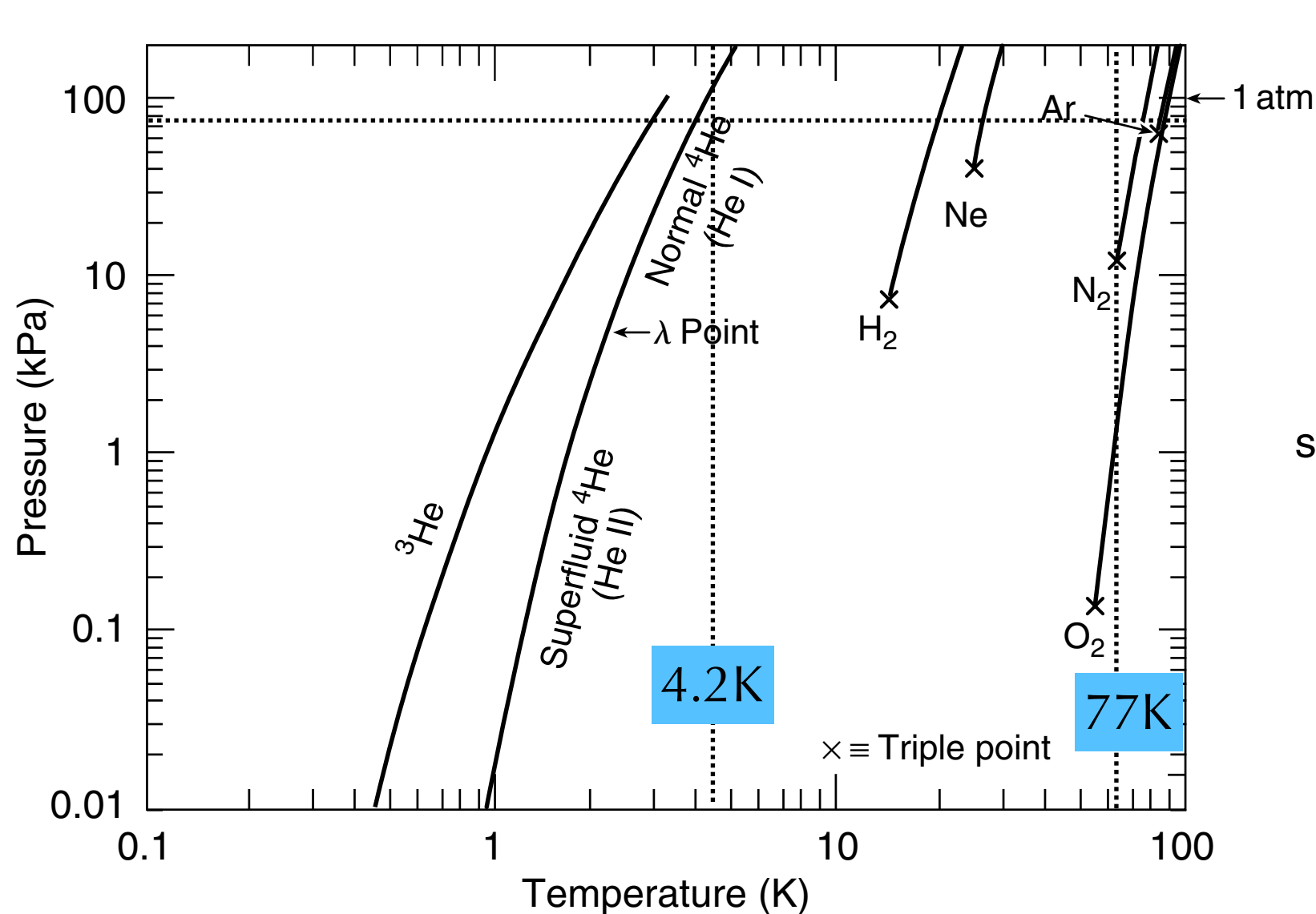


# Cryogenic liquids ("cryogen")



- 沸点が低い液体 :  $\text{He}_4$ ,  $\text{N}_2$  etc.
- 液相+気相 : 蒸気圧曲線上でのみ平衡状態 → 圧力決めれば温度が一意に決まる  
「圧力」 = 分圧     $\text{He}_4$ のガスで密封していて、そのガスの圧力
- 蒸発熱で冷却 : 全部蒸発したら終わり

# Cryogenic liquids ("cryogen")

## A1.6a COOLING POWER DATA FOR <sup>4</sup>He, H<sub>2</sub>, AND N<sub>2</sub> (SEC. 1.2)

Tabulated values are consumption rates resulting from 1 W dissipated directly in the indicated cryogenic liquid at atmospheric pressure.

Cryogenic liquid	Volume of liquid boiled off from 1 W [L/h]	Flow of gas at 0°C, 1 atm from 1 W [L/min]	Enthalpy change at 1 atm pressure [J/g]
<sup>4</sup> He	1.377	16.05	87 (4.2–20 K)
			384 (4.2–77 K)
			1542 (4.2–300 K)
H <sub>2</sub>	0.1145	1.505	590 (20–77 K)
			3490 (20–300 K)
N <sub>2</sub>	0.0225	0.243	233.5 (77–300 K)

Source: Data compiled from:  
V. Johnson (1960), NBS, Wright Air Development Div. (WADD) Technical Report 60–56, Part II, US Government Printing Office, Washington, DC.  
D. H. J. Goodall (1970), A.P.T. Division, Culham Science Center, Abingdon, Oxfordshire, UK.

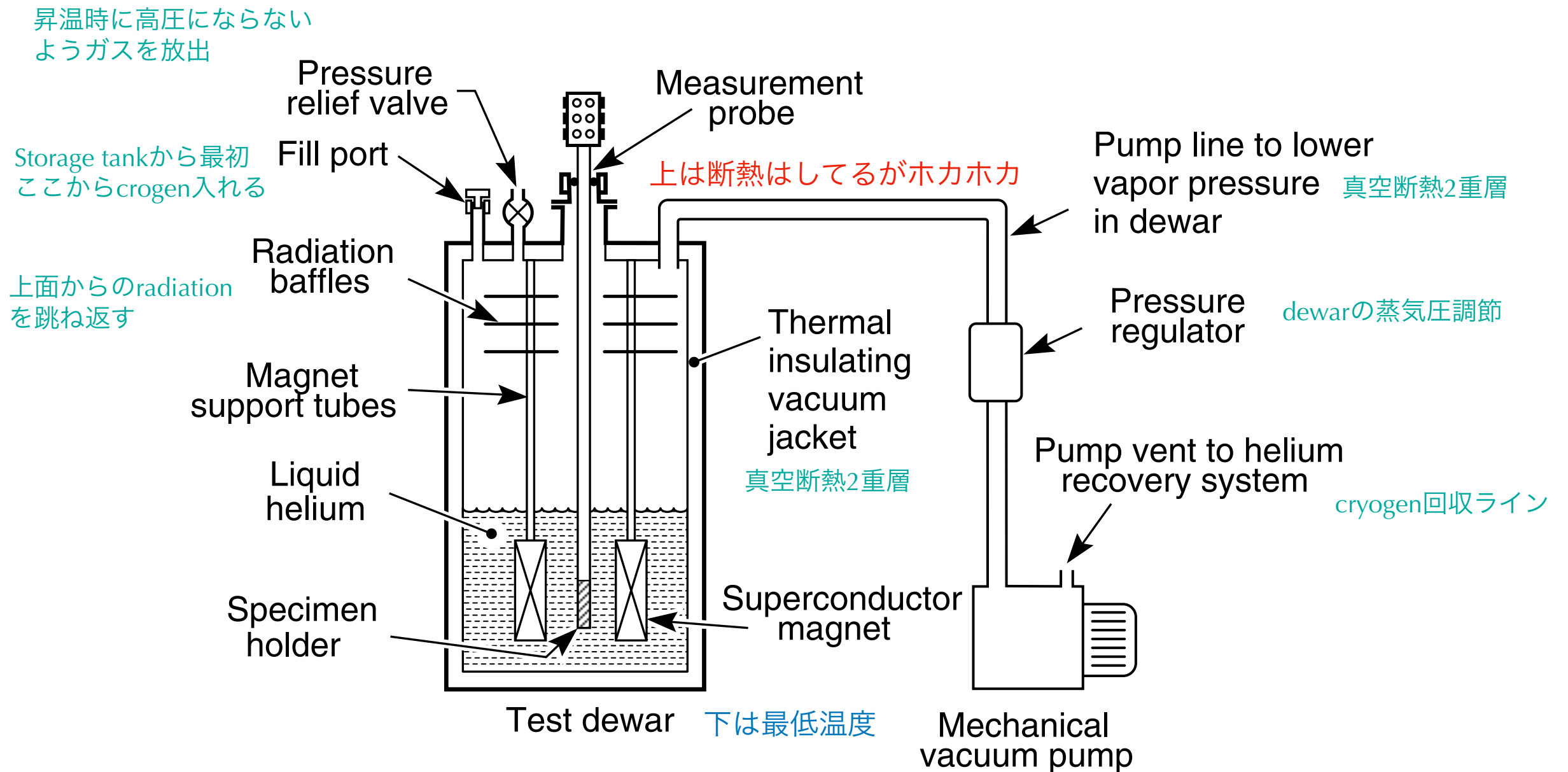
## A1.6b COOLING POWER DATA: AMOUNT OF CRYOGENIC FLUID NEEDED TO COOL COMMON METALS (SEC. 1.2)

Cryogenic fluid:		<sup>4</sup> He (T <sub>b</sub> = 4.2 K)		H <sub>2</sub> (T <sub>b</sub> = 20.3 K)		N <sub>2</sub> (T <sub>b</sub> = 77.3 K)
	Initial temp. of metal	300 K [L/kg]	77 K [L/kg]	300 K [L/kg]	77 K [L/kg]	300 K [L/kg]
Using the latent heat of vaporization only	Aluminum	58	2.6	5.4	0.25	1.01
	Copper	27	1.8	2.4	0.17	0.46
	Stainless steel	30	1.2	2.8	0.12	0.54
Using both the latent heat and the enthalpy of the gas	Aluminum	1.60	0.22	1.03	0.14	0.64
	Copper	0.80	0.15	0.51	0.092	0.29
	Stainless steel	0.80	0.10	0.52	0.064	0.34

Source: Determined from data by J. B. Jacobs (1962), *Adv. Cryog. Eng.* 8, 529.  
For temperature combinations other than those given in this table, see Jacobs (1962, reference above).  
T<sub>b</sub> is the boiling temperature at atmospheric pressure.

- PracticalにはHe3・He4・N<sub>2</sub>しか使ってない
- Ne: 高い→回収が必要
- H<sub>2</sub>: 空気と混ざると爆発物になる (4-75%) →室外に出す機構 or 回収が必要
- O<sub>2</sub>: 発火, 磁性体 (磁場を使った測定と併用不可)

# Wet 典型的な例



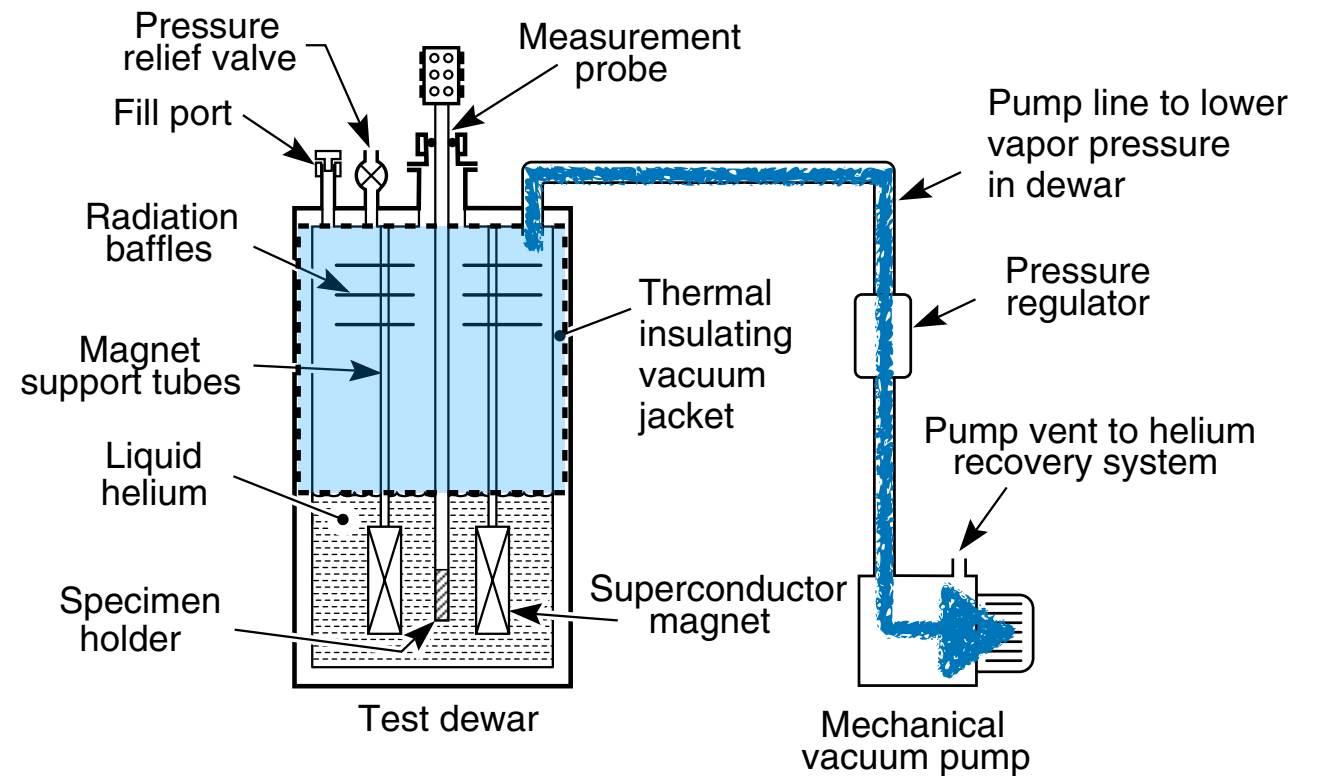
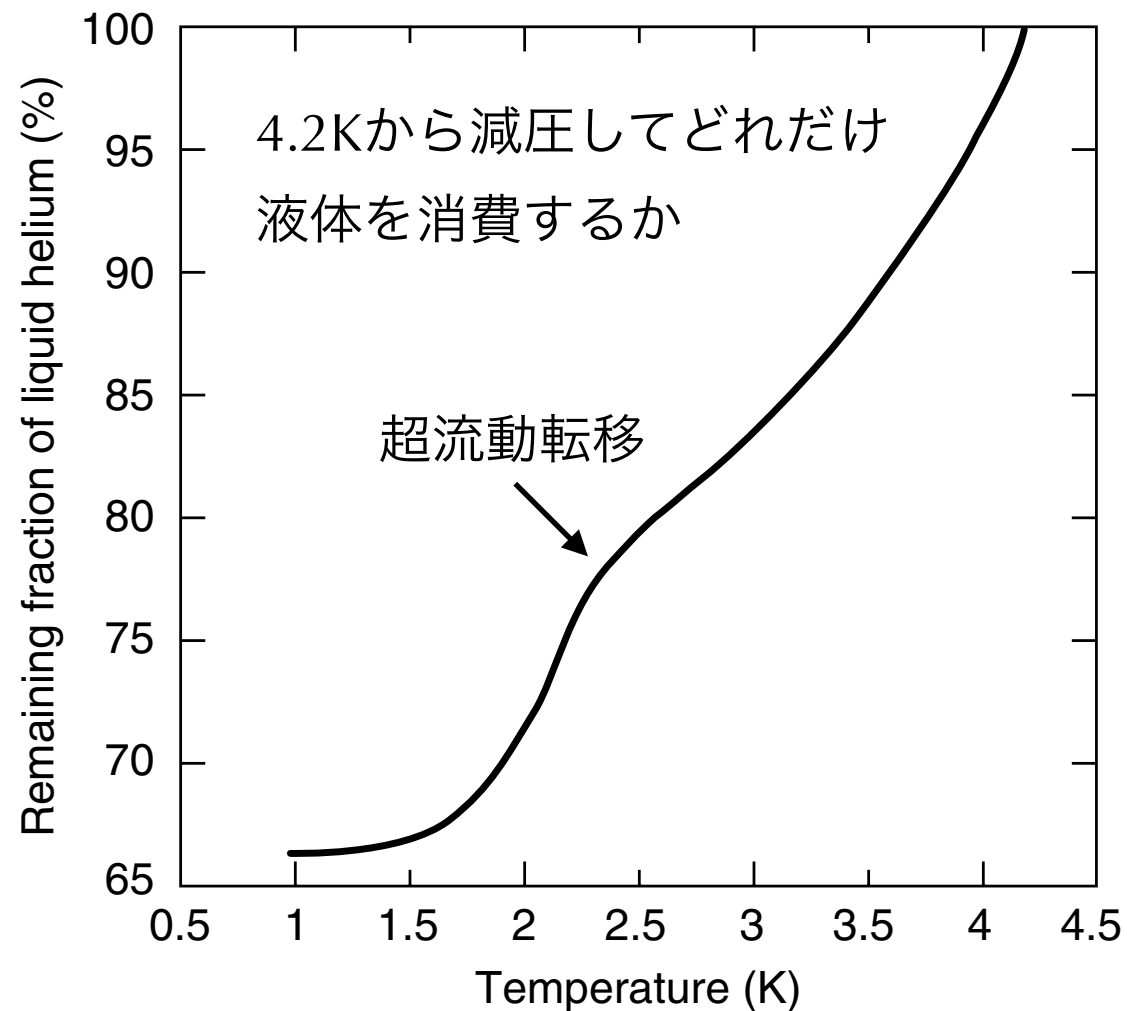
## Immersing (dipping) "ジャボ漬け"

- A few mKレベルの温度安定性
- Cryogen gasの圧力調整で温度調整

## Coldhead attachment

- Cryogenで冷やした銅板などに接着
- 取り回しが楽だが冷却能力で劣る

# 温度を下げる - Pumping



- ストレージのタンクから冷凍機の実験空間容器 ("dewar") にLHe4を充填：4.2Kからスタート
- 気相を排気することで減圧
- その間蒸発は続く：どれくらいLHeを消費するかは系の熱容量（～He自身の熱容量）で決まる
- 2.177Kで超流動転移：比熱が一瞬発散するためいっぱい消費

# 温度を下げる - Pumping

- ある温度に到達し維持するために必要な真空ポンプの排気速度は、その目標温度と熱流入によって決まる

- LHe4の潜熱 20.8 J/g → 83 J/mol

- 熱流入が  $\dot{Q} = 0.1 \text{ W}$  だったとき、これを打ち消すための蒸発のレートは

$$\dot{n} = 0.1 \text{ W} / 83 \text{ J/mol} = 1.2 \times 10^{-3} \text{ mol/s.}$$

T=1.4Kのときの蒸気圧は0.3kPaなので

$$\begin{aligned}\dot{V} &= \dot{n}RT/P = (1.2 \times 10^{-3} \text{ mol/s}) (8.314 \text{ Pa m}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ K}^{-1}) (295 \text{ K}) / (300 \text{ Pa}) \\ &\approx 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s} = 10 \text{ L/s} = 36 \text{ m}^3/\text{h},\end{aligned}$$

これはロータリーポンプで実現可能

- 空気じゃなくてHeの場合は排気効率が落ちる (分子が軽いので) ことを念頭におく必要がある

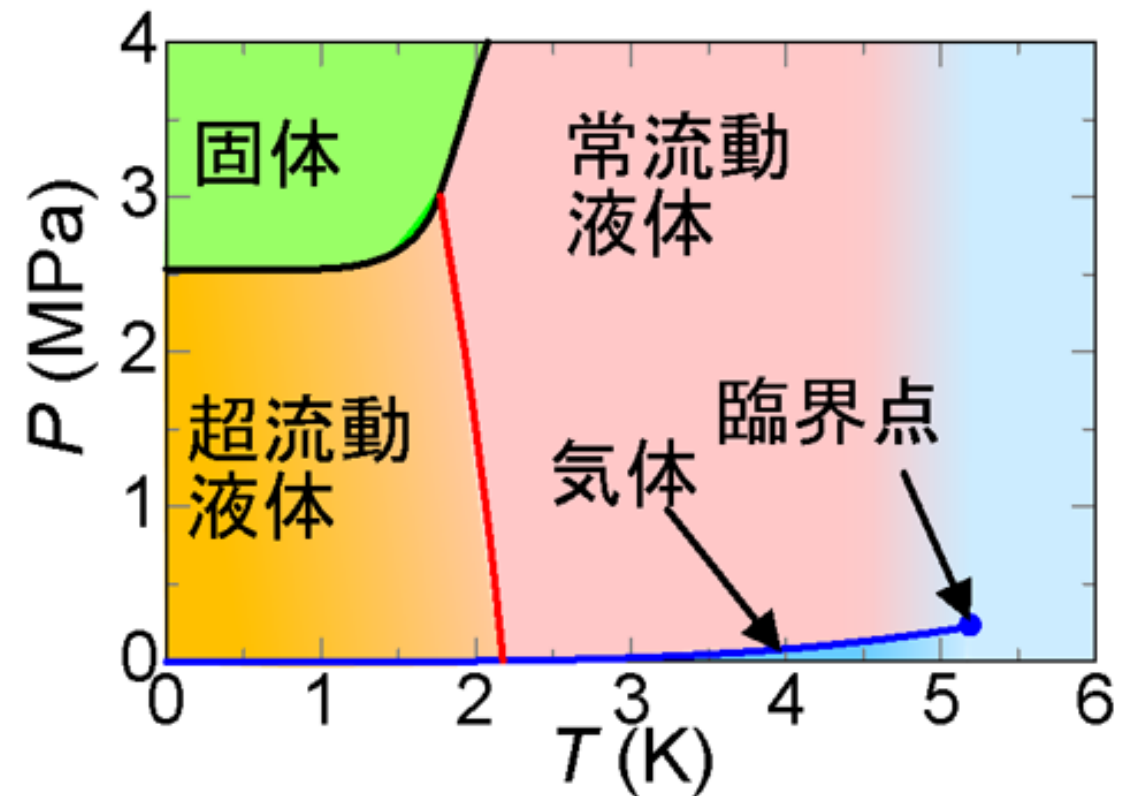
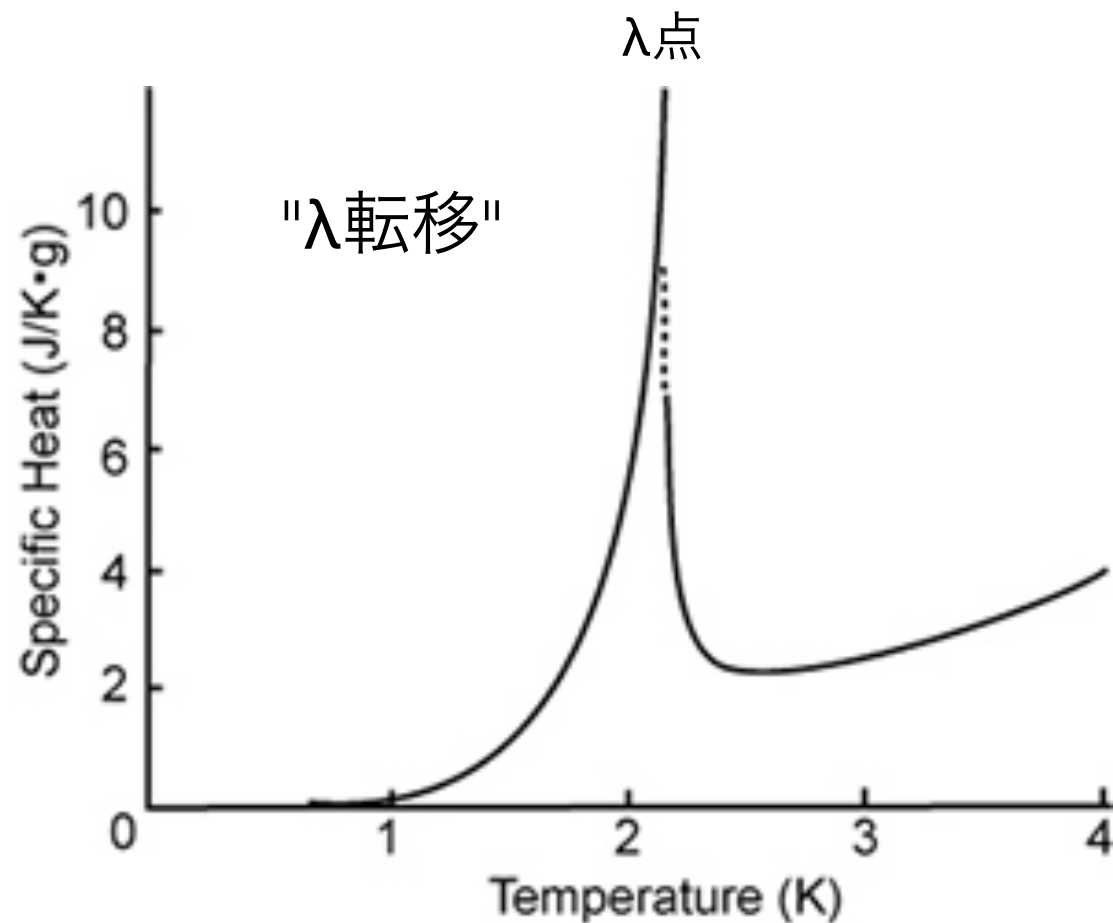
あと結構大排気量なので摩擦とかで発熱しないようにチラーを使用する

- 排気を高めたい場合はもっとポンプを足す (e.g. Roots blower) 今だったらターボかな

- ポンプはdewarの外に出した方がいい。騒音・振動・オイル排気 (特に最初はいっぱい出る)

排気量次第ではパイプも太くする必要あり

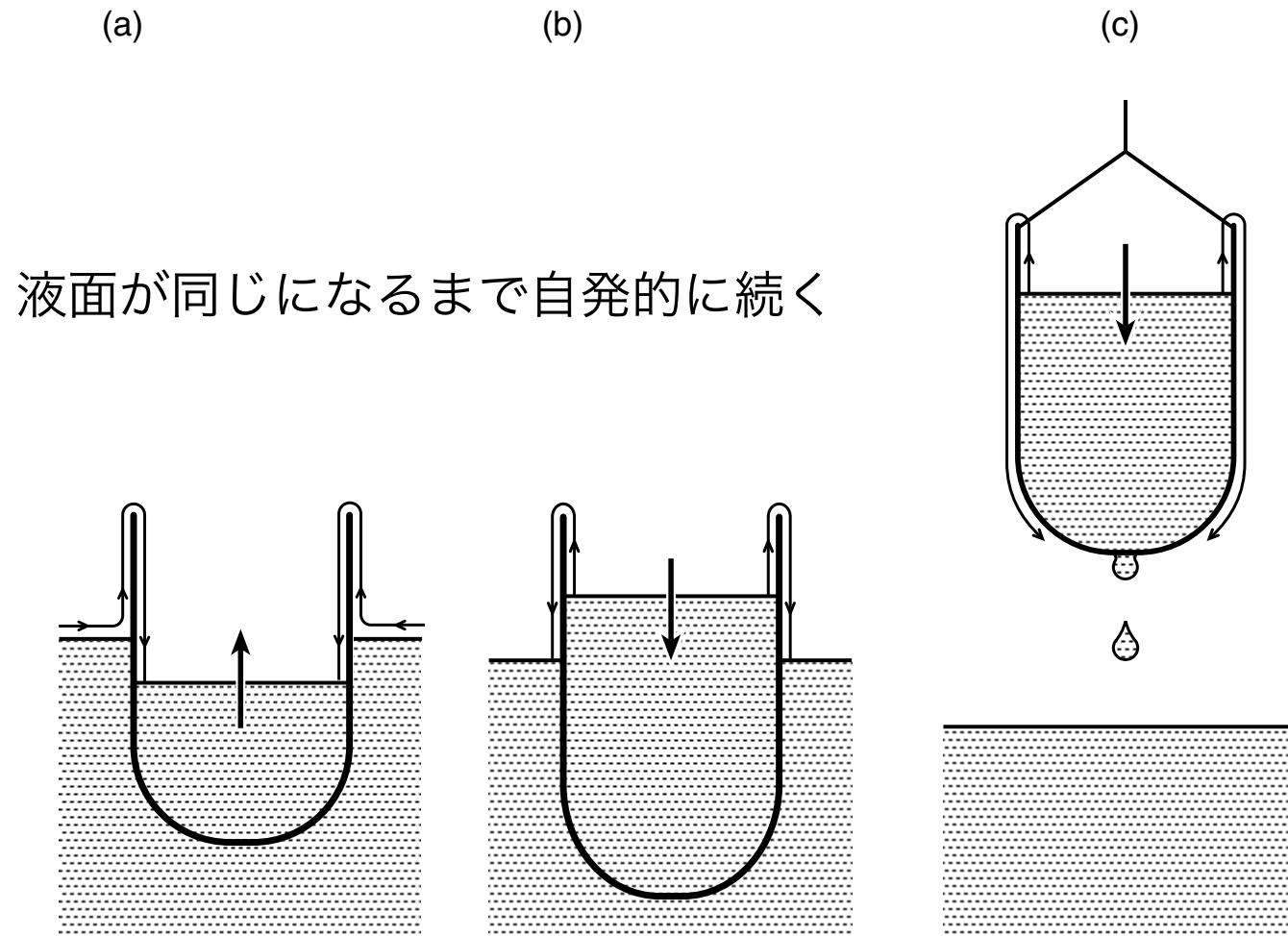
# Superfluid



- λ点周辺では比熱が発散する
- 熱伝導率もめっちゃよい：10-100kW/(m×K)    Cuの1-3桁高い    熱流の大きさ依存性あり
  - 一瞬で同じ温度になるので温度のnon-uniformityの心配はいらなくなる

# Superfluid

dewarが空になるまで自発的に続く



**Fig. 1.5** Superfluid film creep. Similar to the behavior of a siphon, a film of superfluid He II will creep up and over the sides of a container to either (a) fill a vessel or (b) empty a vessel, until the level in the vessel matches that in the liquid-helium reservoir. (c) Here, a glass vessel is partially filled with superfluid He II, and is suspended by threads above a reservoir of superfluid helium. Amazingly, superfluid-helium film will creep up and over the vessel wall, then collect at the bottom as a drop that drips into the reservoir (totally unlike a siphon). This process will continue spontaneously until the vessel is empty.

**Creep** 摩擦がないので好き勝手拡散してまわる

数原子層であれば液体の圧力が重力に勝つ → 上にもいける

# Superfluid

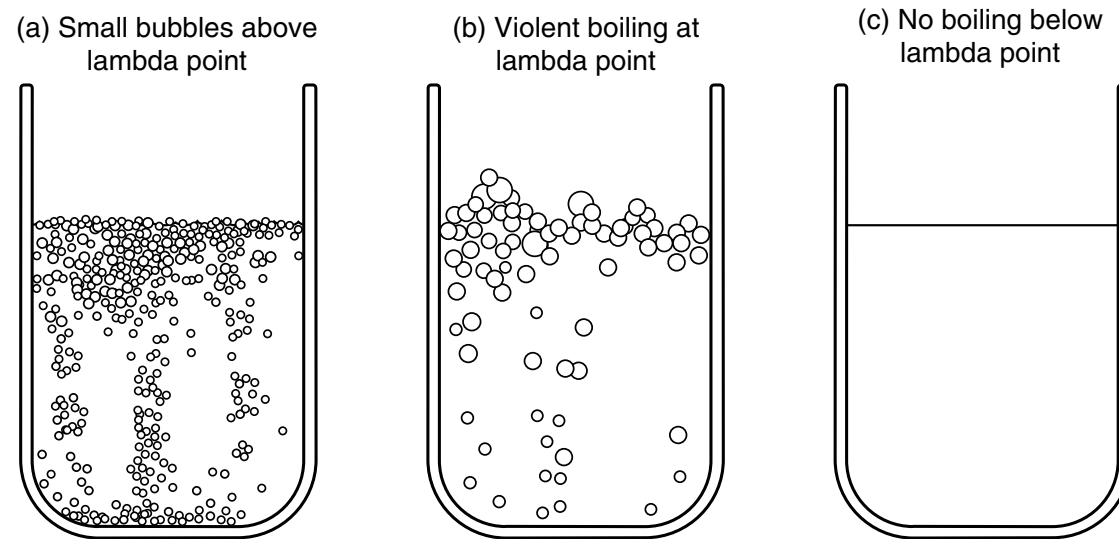
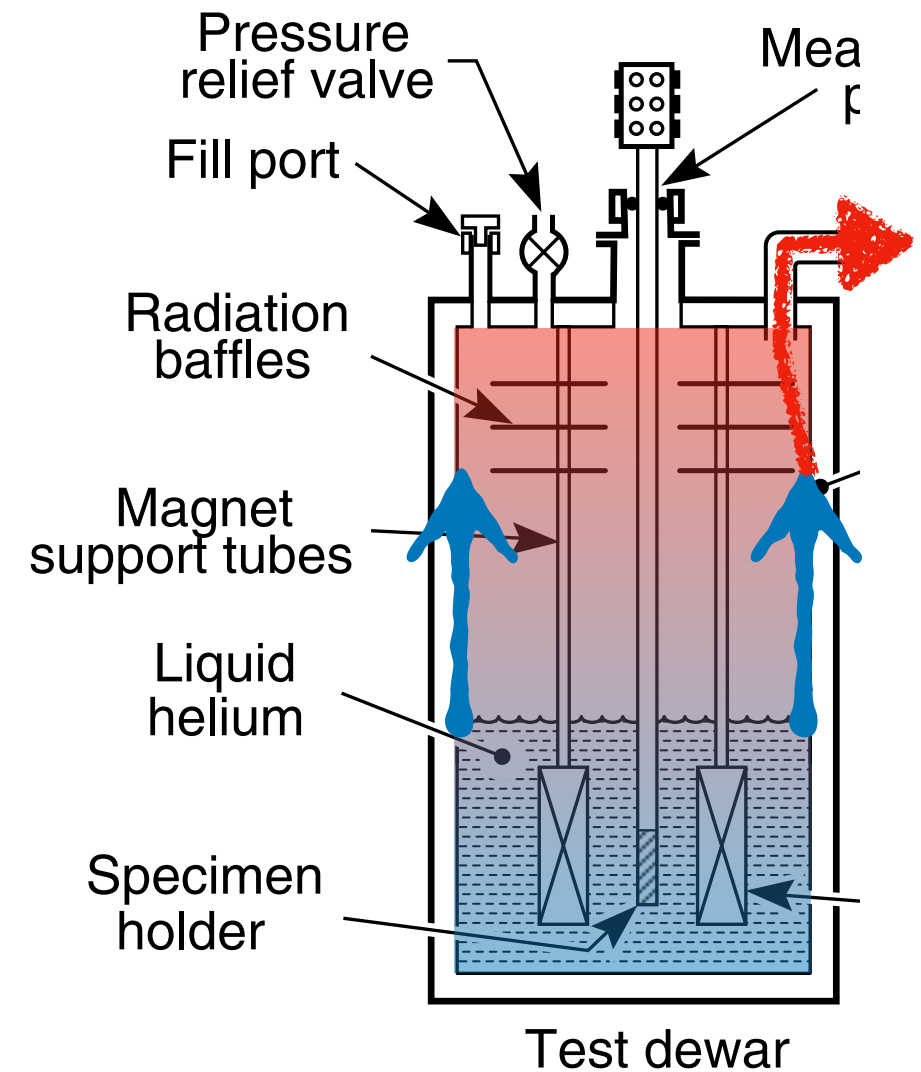


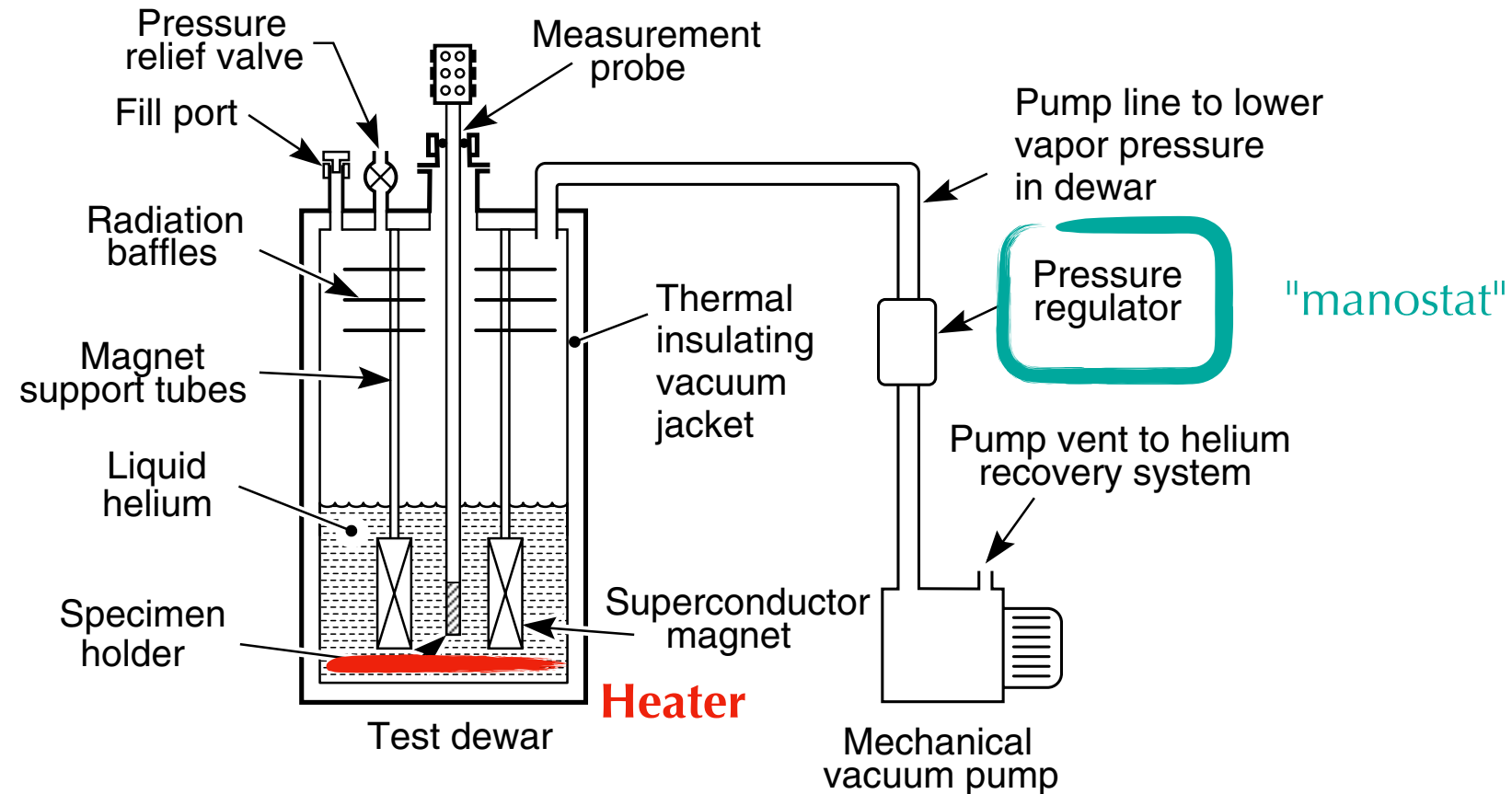
Fig. 1.4 Abrupt change in boiling behavior of liquid helium at the superfluid lambda-point transition (2.177 K). As normal He I is cooled by evaporation with a vacuum pump, it boils with small bubbles while in its normal state (a). As its temperature passes through the lambda point, liquid helium suddenly and briefly boils violently, schematically illustrated by (b), and then suddenly stops boiling completely (c). No boiling occurs below the transition point, even though the superfluid continues to be pumped, evaporated, and cooled.



- 泡できなくなる (沸騰しなくなる)
- Dewarの壁の上の方はあったかいので登って行ったLHe-IIは蒸発 → additionalな蒸発ソースとなるため  
ポンプの流量が増えて実効的に排気力が下がる→圧力上がる→冷却能力下がる



# 温度を上げる - Pressurizing



- ヒーターで蒸発を激しくしつつ、流量調節で圧力を一定にすることで温度を安定させる
- ヒーターで昇温。表面積が大きいと局所的に温度が上がって蒸発→もったいない  
大きな表面積でゆっくりあつためる → 沸騰しないで液体のまま温度上がる
- ヒーターの温度上昇は結構時間かかる (cryogenの熱容量が大きいので)  
30LのLHe4, 4.2K→5K, 15-20Wの加熱: 10-20min LN<sub>2</sub>はもっと長い

# 温度を上げる - Pressurizing

- 圧力は2atm以下 (それより上は危険)

2atm以下でもストッパーが飛んだり、Oリングシールが滑り始めたりする可能性を考慮する必要あり

- まず manostat の圧力を目標値よりわずかに高く設定し、heater に通電。

→ dewar の圧力設定値にすぐ到達

→ その後はmanostatが排気量をダイナミックに調節することで一定圧力を維持

温度だけじりじり上がり始める

- 目標温度に近づいてきたらmanostatの圧力も目標値にする

- 目標圧力に到達したときの流量を確認 → 温度の到達・温度均一度の判定

何回かovershootするのがいい

# 1.3 Cryostats設計の超大雑把なイントロ

以下3点を自分で設計する

- Supporting structure
- 熱アンカー
- 電氣的な取り回し

最初に考えるポイント

- Temperature : 必要な温度範囲
- Current : 必要な電流範囲
- B-field : 磁石のボアによる実験スペースの制限 狭くなる → 全てを小さく  
超マグの収縮を支える強度  
電磁雑音を抑える工夫 (リード線のツイストきつく)
- Mechanical : Orientational measurementあるか、光学パスとかいるか etc.

# Temperature

## 1. 定点温度での測定でよいか (LHe4: 4.2K, LNe: 27K, LN: 77K)

- ・ 臨界電流測定はこれでOKであることが多い ( $T < T_c$ であればよい)
- ・ ジャボ漬け。DewarのみでOK

## 2. 温度の範囲は狭くてよいか (e.g. LHe4: 1.7-5K, LN: 63-80K)

- ・ 狭くてOKならジャボ漬け + 圧力を使った沸点調節でいける。Dewarに排気口+真空ポンプ

## 3. 広い温度範囲がほしいとき (e.g. $T_c$ finding)

- ・ 温度ドリフトOKなら (e.g. 抵抗) プローブ高さで調節 (温度ムラを使うということ?)
- ・ 温度ドリフトNGなら (e.g. 比熱) ちゃんとした温度制御があるのでジャボ漬けは厳しい

## 4. 繰り返し測定する場合

- ・ PPMSとかがそうだが、dewarを最低温度にしたままプローブだけ出してサンプル交換が可能
  - ・ 大気が入らないようにHeのpurge gasを流している
- ・ サンプルホルダーとかの熱容量を小さく (すぐ冷える) ・ 熱伝導よく (すぐuniformに)
- ・ 一回のdipで蒸発するcryogenの量を抑えることができる

# Current

## 5. サンプルに電流を流す必要があるか

- ・ Yesなら高温部↔低温部をつばぐ配線が必要

## 6. 流す電流が1A以上か

- ・ 大電流はジャボ漬け: 電流リード、機械強度
- ・ 小電流はcoldhead attachment: 界面の熱伝達・真空リードスルー・温度測定/制御

## 7. サンプル交換とかで壊れる部位があるか

- ・ いずれにしてもサンプルホルダーはプローブから取れるようにするとよい

## 8. サンプルの回転が必要か

- ・ Yes → 柔軟な電流リードが必要

# B-field

9.  $B < 0.2\text{T}$ ? → 特別な考慮はいらない

10.  $B > 1\text{T}$ : → 強磁性体 (e.g. Fe, Ni) はNG

## 11. 磁化率などを測るか

測る場合は非強磁性体だけでなくそもそも磁化しないものを使う必要あり (信号をmaskするので)

- ・ SUS-300系は室温では準安定の非磁性相 (オーステナイト)  
低温で応力などがかかると強磁性相 (マルテンサイト) に変わることがある
- ・ ステンレスの溶接も融解・凝固で組織が乱れてマルテンサイトを作ることがある  
銀ろう付け推奨 (加熱するだけでステンレスの結晶構造は保持される)

# Mechanical properties

- サンプルが脆い場合はサンプルホルダー・サンプル間の熱収差を小さく・柔らかいリード
- 強磁場ありの場合、回転測定などで動かす部位は非磁性にする (Ti, Al合金, リン青銅 etc.)

# 1.4 Low current setupの例 ( $I < 1\text{ A}$ )

	冷却能力	温度の dynamic range (He4)	Cryogenの handling必要?	振動ですか	冷えてる状態で サンプル出せる?
Dipper probe	5-10W (10L)	1-5K	Yes	No	Yes
Liquid-flow cryostats (液体循環)	1-5 W (0.1L/min)	1-300K	ある程度Yes	No	No
Cryocooler (気体循環)	0.5-2 W (4K)	4-300K	No	Yes (GM) No (PTC)	No

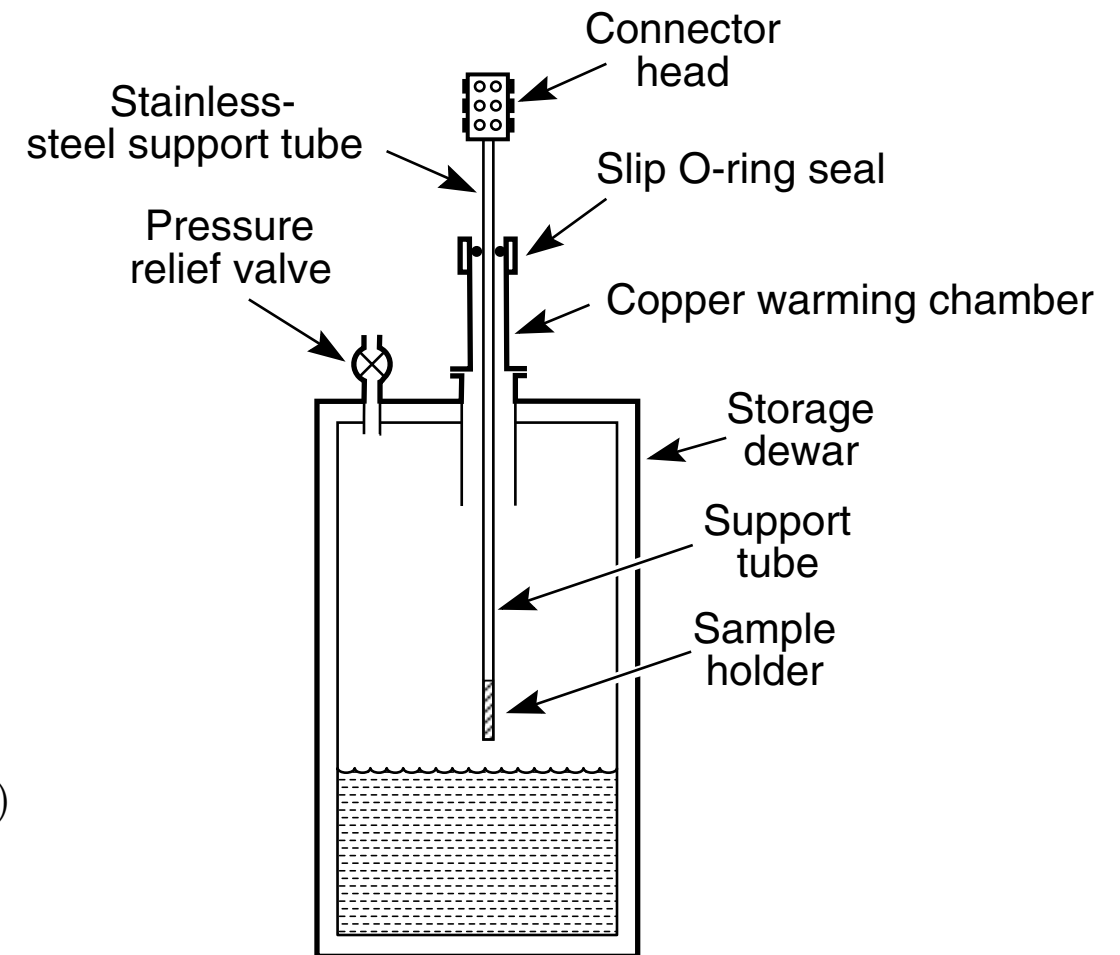
3種類考えられる

ちなみにhigh currentのときはdipper probe一択



# 1.4.2 Dipper probe

- 液面の中に漬ける→圧力調整で温度調整
- 気相での高さを使った温度調節もできる
  - ・ 気相は温度が一定ではない：上はあったかい
  - ・ 温度は高さの関数になっている
  - ・ ただし温度がドリフトする → 較正が必要
  - ・ 温度のドリフトに瞬時に適応できないといけなため  
サンプルホルダーに熱伝導悪いものは使わない (G10とか)
- Probeの棒はある程度の強度が必要
  - ・ ネック部分が凍ったときに氷を壊す需要



Dipper cryostat

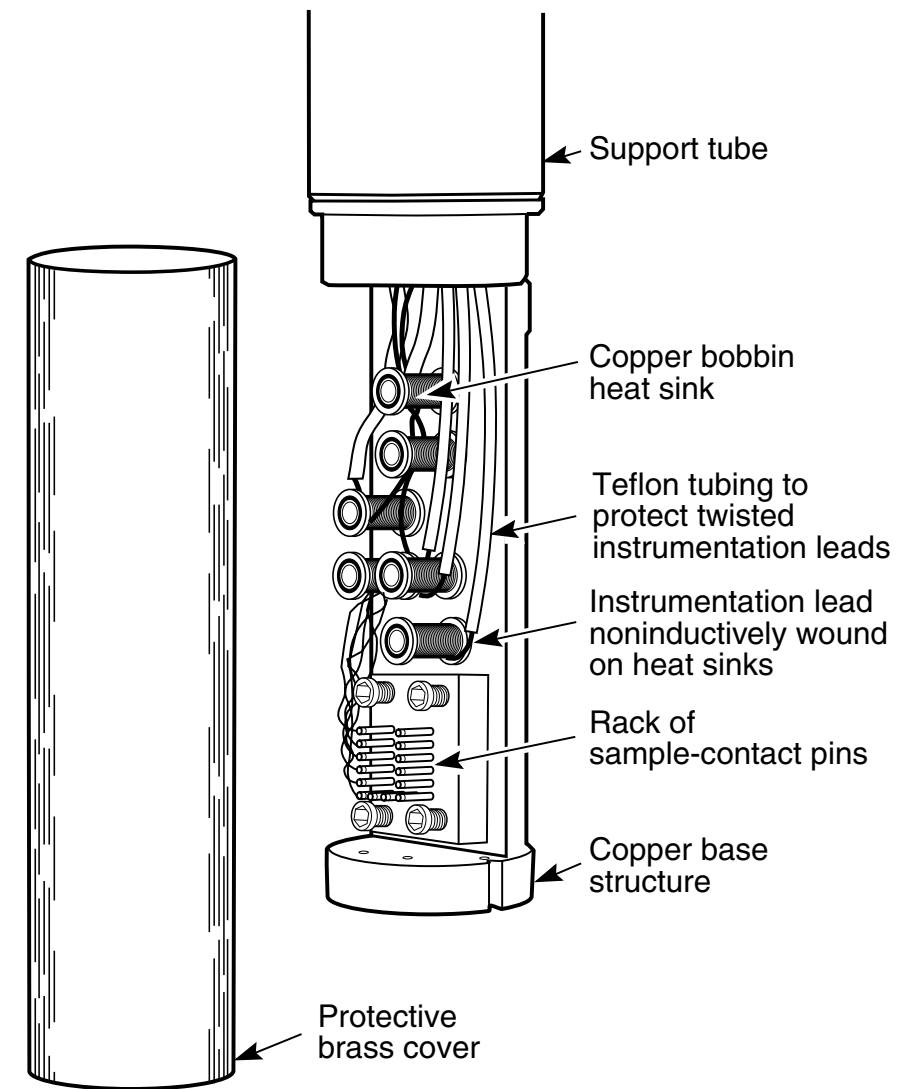
# 1.4.2 Dipper probe

## ○ リードはサンプルホルダーで熱アンカー → サンプルへの熱流入を防ぐ

- ・ Probeのrigが大口径 → 銅ボビンへの巻き付け
- ・ 無理なときはホルダーに巻き付け
- ・ 丈夫なリードでやろう。切れると巻き直しが面倒なので
- ・ リードの系統は予備も考えていっぱい作っておくとよい

## ○ シールドの筒はつけよう

- ・ 電磁気的なノイズ・気泡から守る
- ・ 紙コップでもないのと大違い (本当か?)



Thermal anchoring: required wire lengths

Material	$T_1$ [K]	$T_s$ [K]	Tempering length for various wire gauges <sup>a</sup> [cm]			
			0.005 mm <sup>2</sup> (#40 AWG) <sup>b</sup> (~0.080 mm) <sup>c</sup>	0.013 mm <sup>2</sup> (#36 AWG) (~0.125 mm)	0.032 mm <sup>2</sup> (#32 AWG) (~0.200 mm)	0.21 mm <sup>2</sup> (#24 AWG) (~0.500 mm)
			[cm]	[cm]	[cm]	[cm]
Copper	300	80	1.9	3.3	5.7	16.0
	300	4	8.0	13.8	23.3	68.8
Phosphor bronze	300	80	0.4	0.6	1.1	3.2
	300	4	0.4	0.7	1.3	3.8
Manganin	300	80	0.2	0.4	0.4	2.1
	300	4	0.2	0.4	0.7	2.0
Stainless steel 304	300	80	0.2	0.3	0.6	1.7
	300	4	0.2	0.3	0.5	1.4

# 1.4.2 Dipper probe

## ○ 低温のままサンプル交換したい → Warm chamberの実装

- ・ サンプル交換するときサンプルを室温にする場所
- ・ 乾燥ガスを導入してサンプルを結露させないで昇温
- ・ ネックをドライヤーであつためると早く常温に戻る
- ・ 引き上げるときプローブの棒は数Kになってる  
→ Oリングはテフロン製がよい

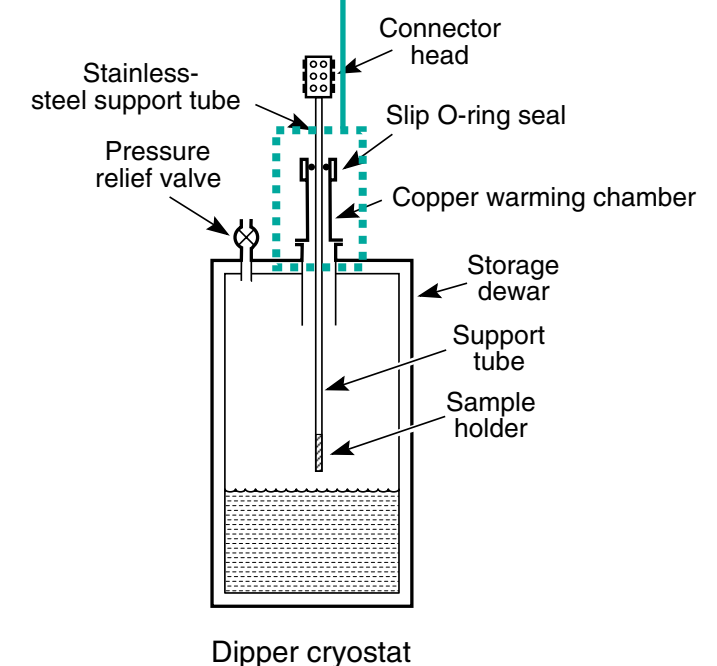
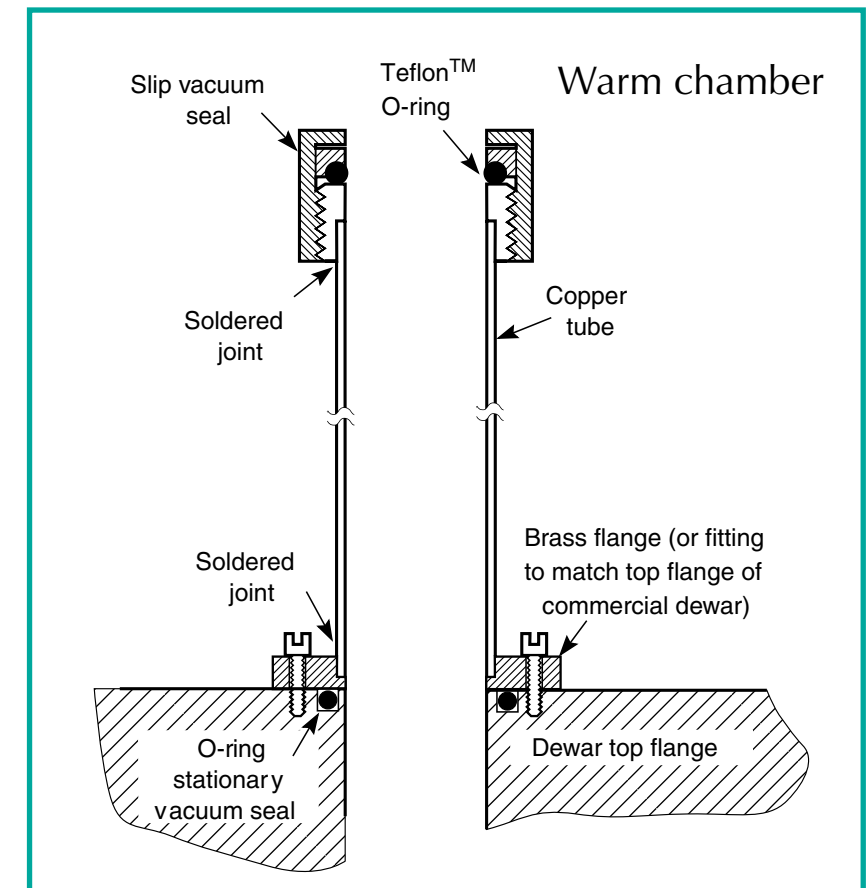
凍ったりprobeに張り付かないように

## ○ 急速にあつためるとcryogenが高圧になって危険

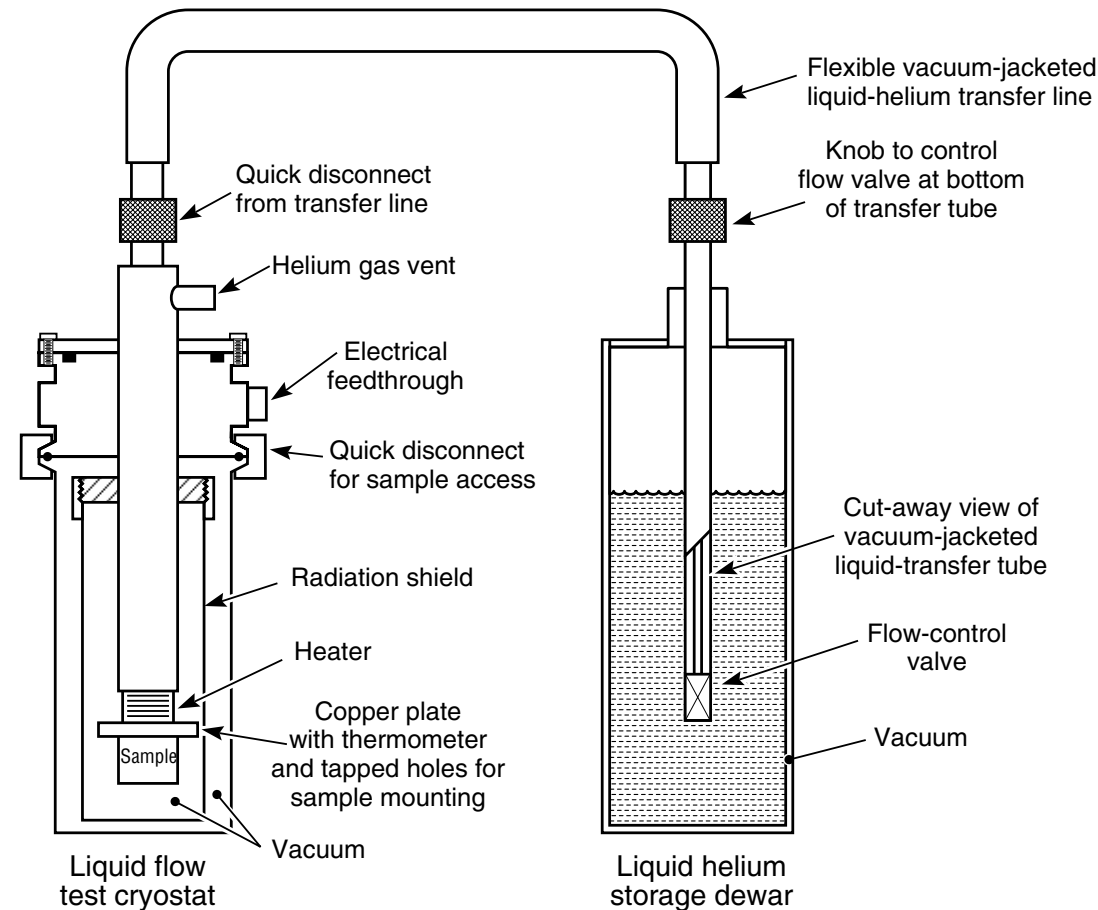
- ・ Release valveは絶対に必要

## ○ 交換時大気をdewarになるべく入れない

- ・ 入り口が凍る
- ・ 固体酸素のフレークが沈澱  
→ 磁石をつけると引き寄せられて磁気測定がめちゃくちゃに
- ・ 定期的なウォームアップで空気やO<sub>2</sub>飛ばす



# 1.4.3 Liquid-flow cryostats

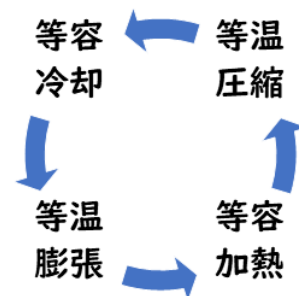
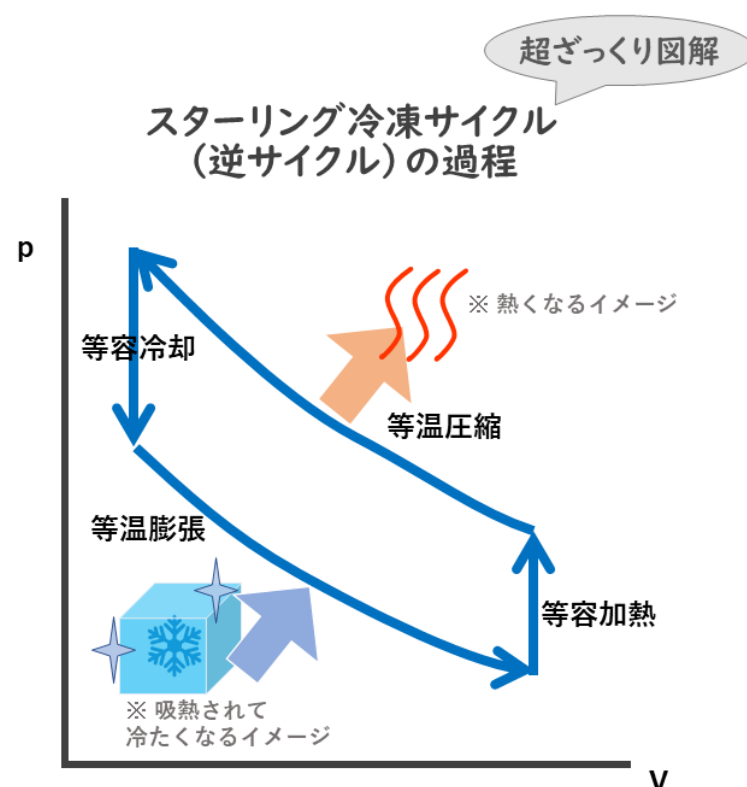


- **Coldhead** : LHeの管の冷端に接触している銅とかの板
  - ・ここにサンプルをattachして冷やす
  - ・温度調整はヒーター → 温度のレンジが広く取れる
- **Cold plate**とサンプルの熱接触は理想的にははんだ付け（ほんとに？）
  - ・ダメなら圧力接触：グリース・インジウム・金メッキ（弱い→強い）
- 蒸発したHeは同じ管で戻って行って排気

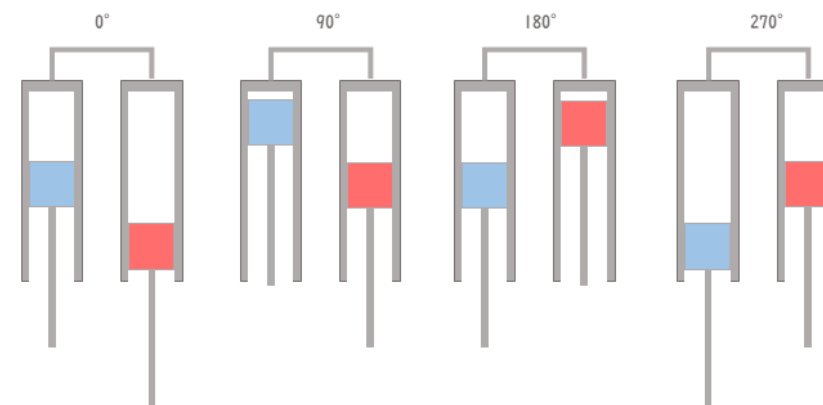
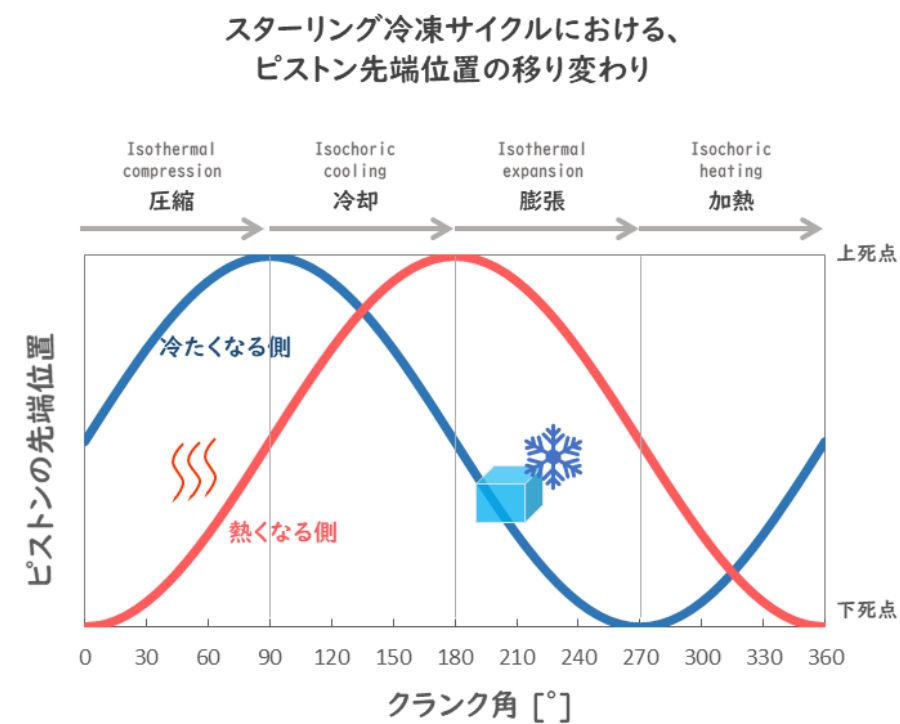
# 1.4.4 Cryocoolers

ref: <https://www.noboyu.com/stirling-refrigerator/>

- スターリングエンジン (熱を与えて動く) の逆サイクルで冷凍
- 高圧で等温圧縮・低圧で等温膨張

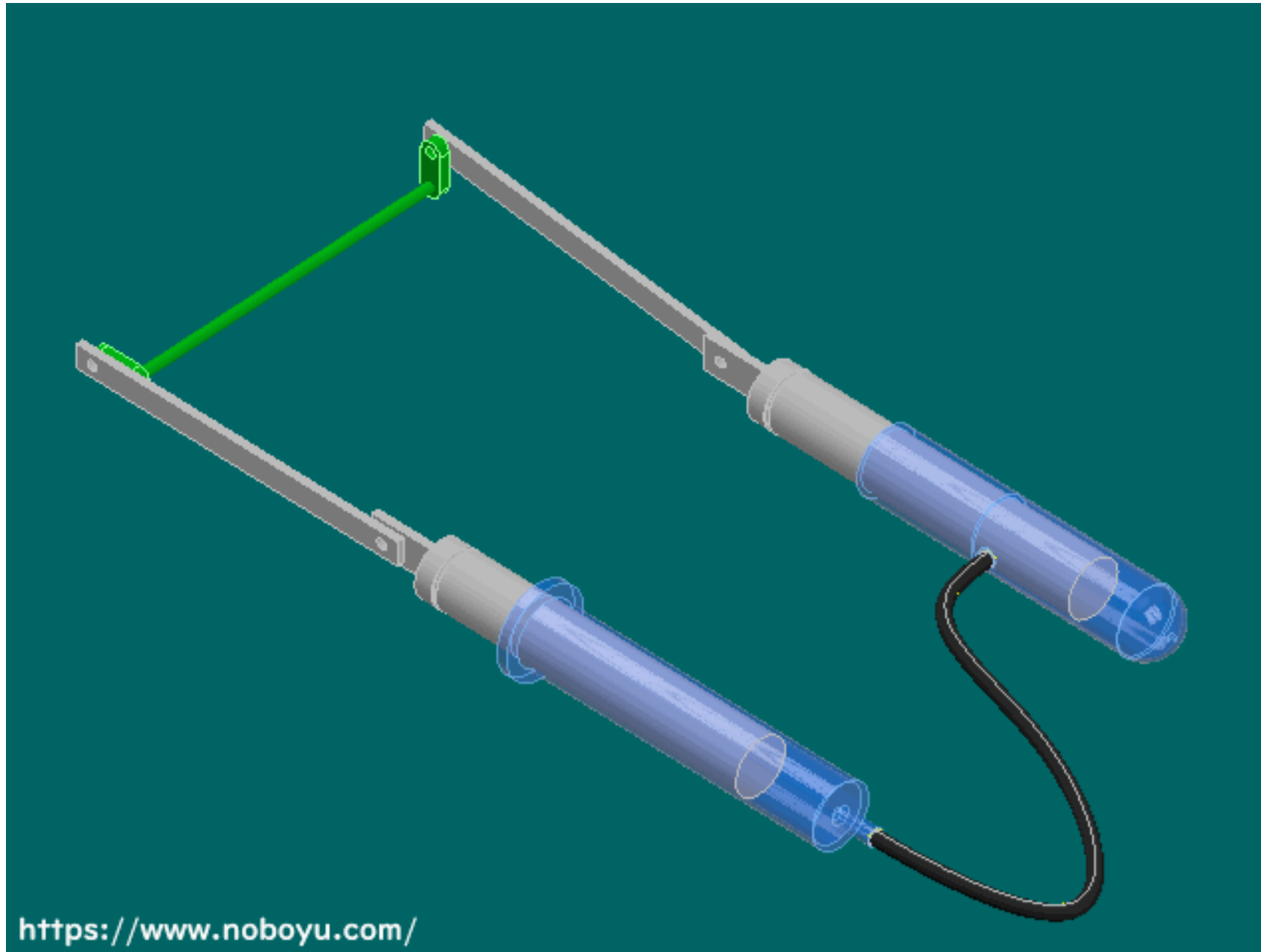


<https://www.noboyu.com/>

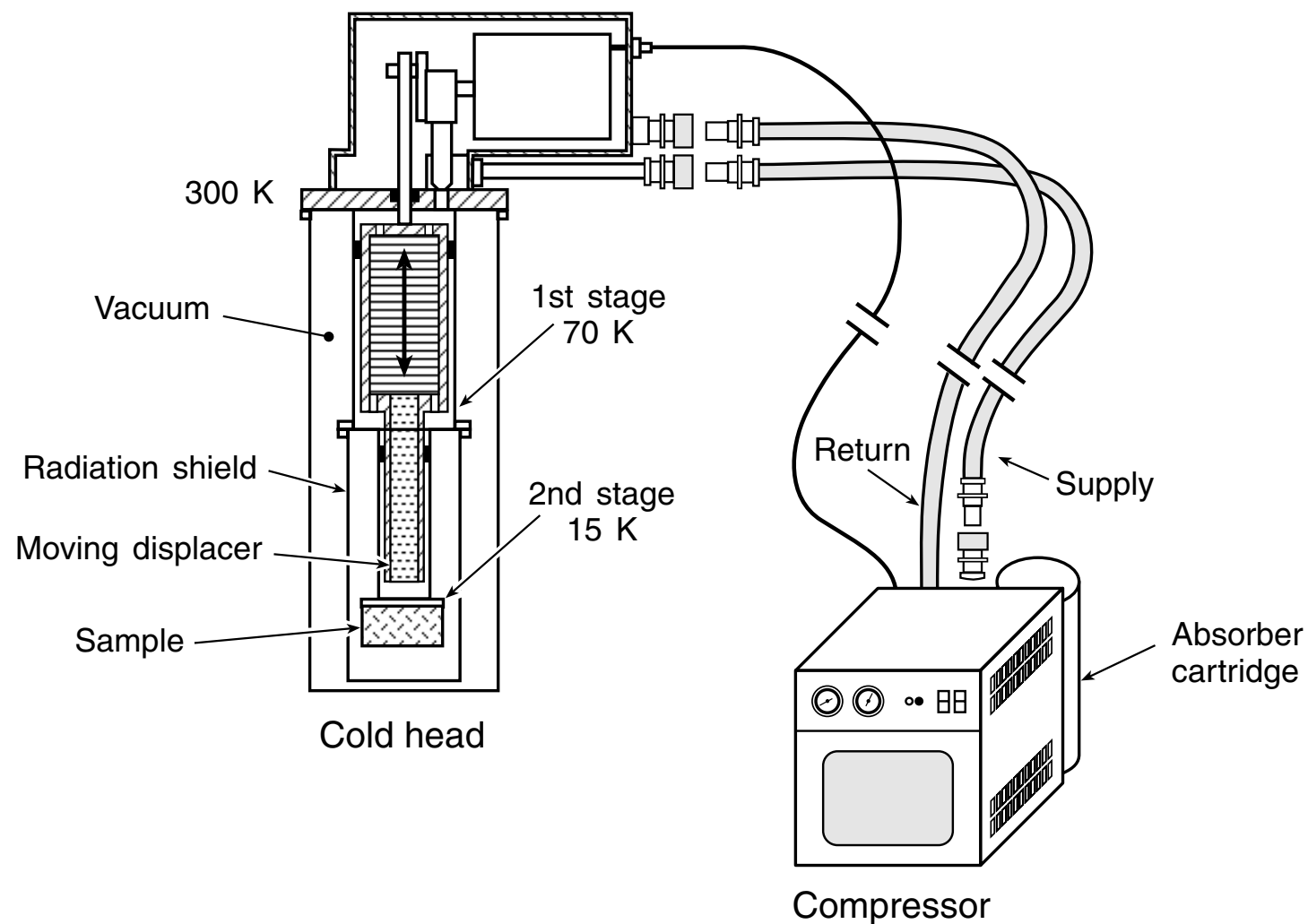


<https://www.noboyu.com/>

## 1.4.4 Cryocoolers



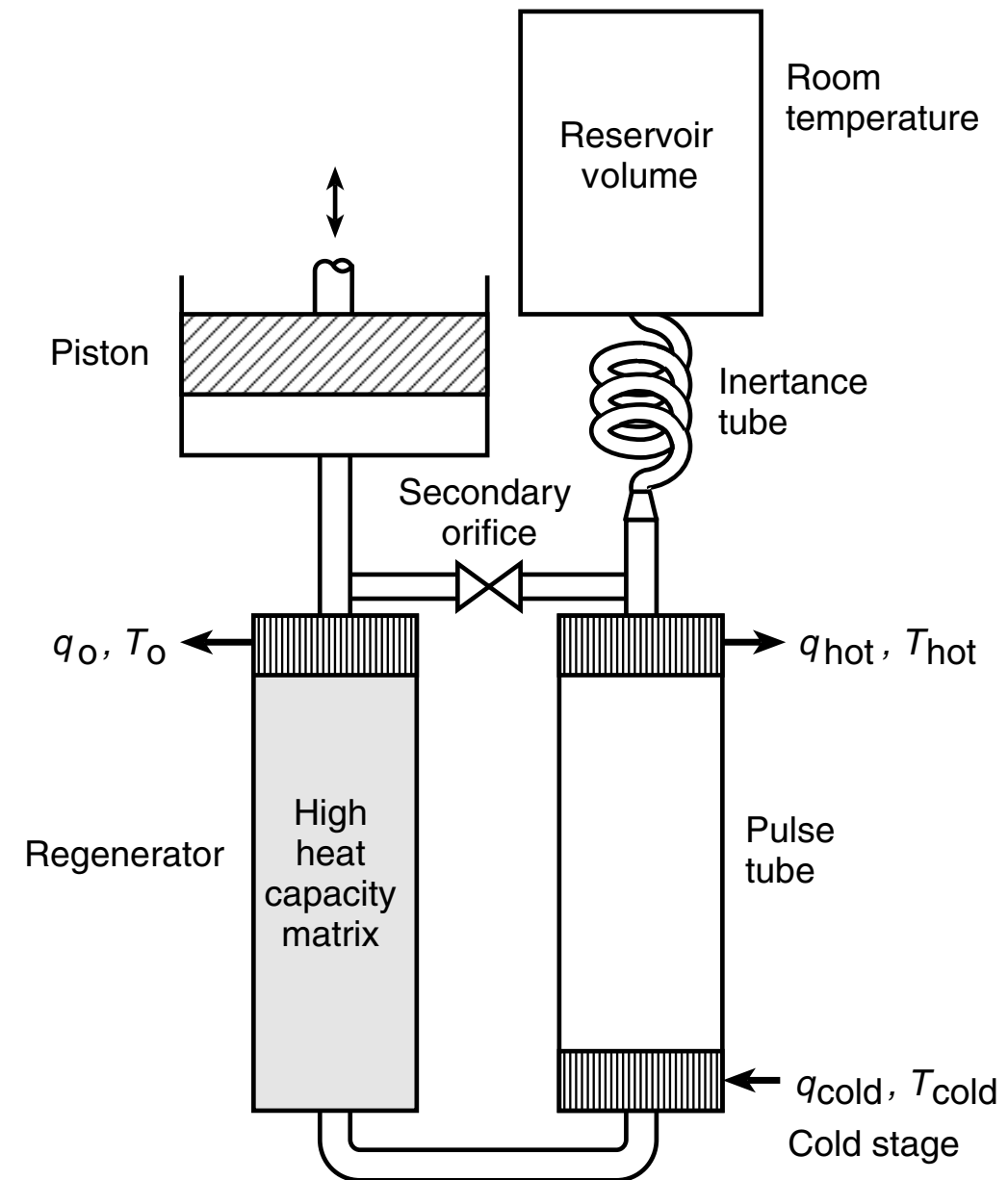
# GM冷凍機



- **Compressor & サンプル空間のピストン (moving displacer) → 位相をずらして駆動**
- 熱交換器：あたったらその温度になる物体 → 等温変化
- 10K、Regeneratorに希土金属を使うことで4Kまでいける (regeneratorどこにある?)
- 冷却能力 0.5-2W (1W typical)
- 1st stage: シールドの熱アンカー
- Coldheadに顕著な振動 (振幅100 $\mu$ m, 加速度1G)
- 寿命が早い (O-ring: 1-3年, valve: 3年, compressor: 5年)

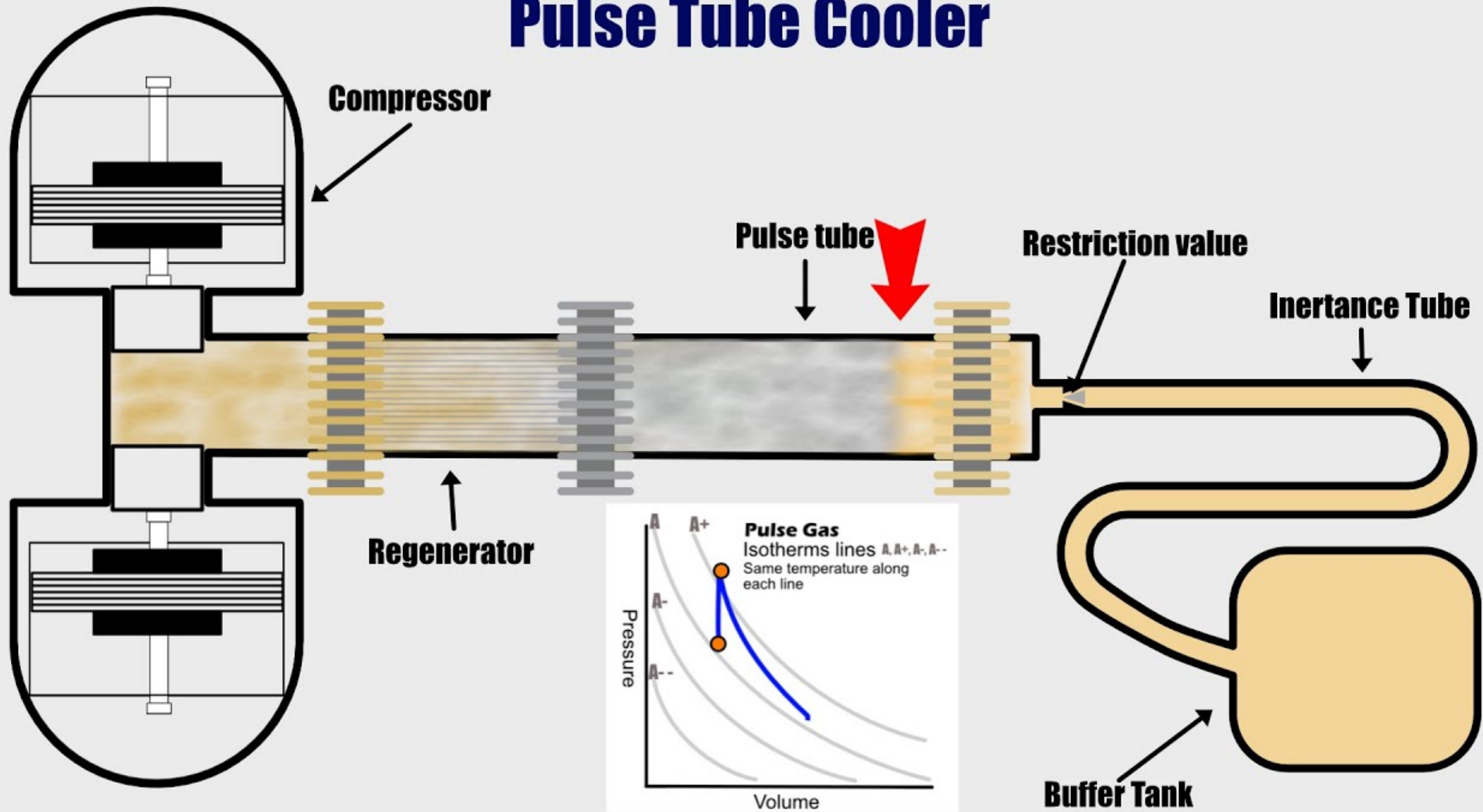
# Pulsetube冷凍機

- シリンダーがサンプル周辺にない  
→ 振動ない
- 位相差はreservoirまでの管による  
"inductance"みたいなので実現？





# Pulse Tube Cooler



# GM vs PTC

## 3. GM と PTC の違い

項目	GM 冷凍機	PTC (パルスチューブ)
動作原理	ディスプレイサの機械運動＋バルブ切替	ガスの圧力振動＋位相制御（オリフィス）
可動部	低温部にピストンがある	低温部に可動部なし（完全静的）
振動	ディスプレイサの機械振動が大きい（100 μm, 1 g 程度）	振動が小さい（冷却ステージに静止部しかない）
メンテナンス	シールやディスプレイサが摩耗 → 定期交換必要（1–3 年）	摩耗部がほぼ無い → 長寿命、低メンテナンス
冷却能力	高い（数 W @ 4 K も可能）	同等またはやや低いが向上中
コスト	安定した市販品あり（比較的安価）	高価だが研究用・高信頼システムで増加中
用途	一般実験室・冷凍機の定番	振動に敏感な応用（量子デバイス、光学系、MRI など）

# 1.6 Safety

## 高圧と危険ガスが主なリスク

- H<sub>2</sub>: 爆発物 (空気内に4.1-75%あると危ない) → 室外に出す機構 or 回収が必要
- O<sub>2</sub>: 発火, 磁性体 (磁場を使った測定と併用不可)

# Common problems

- **Storage tankから実験dewarへの移送**

- ・ 最初は誰かに見てもらうこと
- ・ 間違いを起こすポイントが多すぎる・最初はかかる時間とか圧力の感覚がないため
- ・ 必ず手袋とゴーグルを装着

- **Transfer tubeを引き抜く時に低温ガスが噴射**

- **液チを長時間大気に晒す**

- ・ 空気の酸素が液化してdewerに入る可能性
- ・ 循環系に入り込んで燃料 (潤滑油とか) と接触すると燃焼する可能性がある

# Less common problems

## ○ 液体水素

- ・ 空気と混ざって爆発物になるので必ず屋外ventすること
- ・ 建物の壁が吹っ飛んだことがある（そういう設計であればセーフ？）

## ○ 超マグが励磁してるときにケーブルを断線させる

数100A以上で動いてるので  $L=dl/dt$  がとんでもないことに ・ 高電圧  $V=LI^2$  がコイルの両端に

- ・ 放電 ・ 変なところに電流が流れる（e.g. 人体）危険性
- ・ 電圧でlimitするような保護回路を必ず設ける
- ・ 同様の理由で電流のramp up/downもゆっくりやる

# Less common problems

## ○ Dewarのoverpressure

- ・ Blow-off valveは必ず2つ以上
- ・ 過加圧になることがないと思われる用途でもつける
- ・ 真空窓は真空 (大気圧) に耐える仕様だがそれ以上は耐える設計になってない

## ○ 真空ポンプからの排気

室内ではなく屋外に出すべき

- ・ オイルミスト・クライオポンプの排ガス
- ・ 酸素が大量に吸着されたsorbは特にやばい。なんかの拍子に大量放出されると爆発の危険性

## ○ ゴーグル、少なくとも安全メガネ、最低でも何らかの眼鏡を必ず着用

「よく見たいから」と外してしまうと、最悪の場合二度と見えなくなります🙄

## ○ ガラスdewerを真空引きしてはいけない

# Unhealthy materials

## ○ 重金属

- ・ はんだの煙 (Pb, Cd, Be)、ろう付け合金、銅の粉塵
- ・ Bi/Y系の酸化物系超伝導体は触ったら手を洗う
- ・ TI系超伝導体はそもそも触るべきではない

## ○ はんだフラックス

- ・ 酸化物・塩化物を生成するのでつけた後必ず洗い流すこと
- ・ 特にステンレスをはんだ付けするときに使う酸フラックスは注意

## ○ 鉛: 思ってもないところに入っていることがある e.g. ステンレスボルトの潤滑剤

## ○ ガラス繊維-エポキシ材料 (G10) の粉塵

- ・ 濡らして加工時に粉塵が上がらないようにする (水でok)
- ・ どうしてもwebがダメだったら排気機構を導入
- ・ ゴーグルをする

# Unhealthy materials

## ○ ベリリウム銅

- ・ Bulkは安全だが粉塵を吸い込むと毒になる

- ・ 鋭利な切削・水で濡らすような工程は大丈夫

e.g. 打ち抜き、穴あけ、旋削、フライス削り、中ぐり、硬化熱処理

- ・ そうじゃない工程では $10\mu\text{m}$ 以下の小さな浮遊粉じん、煙、ミストが発生しうるので注意

e.g. バリ取り、研削、研磨、バフがけ、溶接、焼きなまし、ホーニング、のこぎり切断、ラッピング、高速機械加工、放電加工（EDM）

- ・ Brush Wellman (現: Materion) で何がやばい工程なのか確認できる: <https://berylliumsafety.com/>
- ・ ちなみにBe単体は普通に毒



# Transferring cryogenic liquids

## 液体窒素

- 潜熱 (latent heat, 161 J/mL) が大きいので断熱チューブじゃなくても移送可能  
冷えたら割れるような素材じゃなければ大丈夫
- 加圧して出す
  - ・ 気相+液相で存在。蒸発して圧力が高まったらバルブから排気する機構
  - ・ 気相は1atm程度で保持
  - ・ 液相を取り出すときはN<sub>2</sub>を導入し気相圧力をかける (1atmからちょっと高ければok)
  - ・ 液面に突っ込んだパイプから取り出す
- Self-pressurizingのタイプのもの: バルブをひねれば出てくる
  - ・ ちょっとバイパスして気化させている
  - ・ 我々が使ってるのはこのタイプ
- 大きな質量のものを液窒で予冷するときはゆっくり行うこと
  - ・ 冷えたガスをまず1時間以上かけて導入



# Transferring cryogenic liquids

## 液体He

- 潜熱が小さい ( $2.6\text{J/mL}$ ) → 蒸発しやすいので扱いが難しい
- LN2で測定dewarを予冷した後、LHeを突っ込むときはLN2が残っていないことを確認
  - ・ LN2が残っているとそいつを冷やすのにLHeが全部消費される
  - ・ 少し暖かい気体のN2でblowするのがよい
  - ・ 装置内に液体がポケット状に閉じ込められないように設計
- 移送には真空二重構造を持った断滅移送ラインが必要
  - ・ 柔軟なステンレス鋼ベローズ管がよい: dewarの位置が動かせるので
- 潜熱が小さくてもエンタルピーが巨大なので冷却能力は高い

