

京都教育大学大学院
令和元年度 修士論文

LHC の高輝度化計画に向けた ATLAS 実験用
シリコンピクセル検出器組み立てのための熱伝導接着剤の評価

2020 年 1 月 8 日

理科教育専修
基礎物理学研究室 修士 2 年

大川 賢悟

指導教員

高嶋 隆一

谷口 和成

概要

ATLAS(A Toroidal LHC ApparatuS) 検出器は、欧州合同原子核研究機構 (CERN) が保持する大型ハドロン衝突型加速器 (LHC:Large Hadron Collider) に設置されている検出器の 1 つである。ATLAS 実験では、LHC による世界最高エネルギーの陽子・陽子衝突実験で、新たな物理事象の探索を行い、新粒子やダークマターの存在を明らかにすることを目的としている。

LHC は 2023 年から 3 年間の Long Shutdown 期間を経て、2026 年頃より HL(High Luminosity)-LHC へアップグレードされる。HL-LHC では Luminosity の大幅な向上が予定されているため、ATLAS 検出器の最内層に位置する内部飛跡検出器に用いられているセンサーは、より位置分解能や放射線耐性が高いものへの総入れ替えが計画されている。

ATLAS 検出器の内部飛跡検出器で用いられる予定の新型シリコンピクセル検出器は位置分解能が大幅に向上し、より多くのデータを処理する必要があるため、特定用途向け集積回路 (ASIC) で発熱も大きくなる。そのため、新型シリコンピクセル検出器の組み立てでは、ASIC で発生した熱を取り除くための冷却能力が十分に備わっていないなければならない。

本論文では、ATLAS 検出器アップグレードに向けた、新型シリコンピクセル検出器開発の一環として大川が行った、組み立てに使用する熱伝導接着剤の評価についての研究内容を報告する。

目次

1	序論	7
1.1	LHC/ATLAS 実験	7
1.1.1	Luminosity	8
1.2	ATLAS 検出器	9
1.2.1	IBL	10
1.2.2	シリコンピクセル検出器 (Pixels)	10
1.2.3	新型シリコンピクセル検出器	11
1.3	シリコンセンサーの原理	12
1.3.1	半導体	12
1.3.2	エネルギーバンド	12
1.3.3	n 型半導体と p 型半導体	13
1.3.4	pn 接合	15
1.3.5	現行シリコンセンサー	16
2	新型シリコンピクセル検出器の組み立て	17
2.1	センサーと FPC の接着	18
2.2	ワイヤーボンディング	19
2.3	ASIC と Cooling Cell の接着	19
2.4	ワイヤー保護	19
2.4.1	ポッティング材による封止	19
2.4.2	CFRP-Roof による保護	19
3	熱伝導接着剤の熱伝導率測定	19
3.1	熱伝導接着剤	19
3.2	熱伝導率測定方法	20
3.2.1	定常法	20
3.2.2	熱伝導接着剤によって生じる ΔT の測定方法	21
3.3	熱伝導率測定器	23
3.3.1	熱電対	24
3.3.2	TC-08(データロガー)	26
3.3.3	各熱電対の測定値の較正	27
3.3.4	熱電対の挿入	29
3.3.5	コインサンプルの上下に生じる温度差の測定	30
3.4	コインサンプルの作成	33

3.4.1	アルミニウムコインの作成	33
3.4.2	熱伝導接着剤の塗布	34
3.5	測定環境	35
3.5.1	恒温槽での測定環境	35
3.5.2	真空槽での測定環境	37
4	測定結果	39
4.1	恒温槽での測定結果	40
4.1.1	熱伝導テープの熱伝導率測定	40
4.2	真空槽での測定結果	43
4.2.1	熱伝導シートを用いた各熱伝導接着剤の熱伝導率測定結果	46
4.2.2	CYRIC 照射について	49
5	結論	49
6	謝辞	50

図目次

1	LHC	7
2	LHC / HL-LHC Plan	8
3	ATLAS 検出器	9
4	Inner detector	10
5	現行 ATLAS シリコンピクセル検出器	11
6	伝導体、半導体、絶縁体のエネルギーバンドの状態	13
7	高純度のシリコン	13
8	リンをドーピングしたシリコン	14
9	ホウ素をドーピングしたシリコン	14
10	n 型半導体のエネルギーバンド	15
11	p 型半導体のエネルギーバンド	15
12	pn 接合	15
13	順バイアス電圧をかけると空乏層は縮小する	16
14	逆バイアス電圧をかけると空乏層は拡大する	16
15	n^+ -in-p 型シリコンセンサー	17
16	モジュール概要図	18
17	実際のモジュール	18
18	新型シリコンピクセル検出器の概要図	19
19	熱伝導率測定用コインサンプル	21
20	定常法	21
21	空気の混入を防ぐための熱伝導シートの挿入	22
22	熱伝導接着剤によって生じる温度差の測定方法	23
23	熱伝導率測定器	24
24	熱伝導率測定器の概要図	24
25	ゼーベック効果によって電圧が生じる	25
26	熱電対の仕組み	25
27	TC-08(青色) は USB ケーブルで PC に接続されている	26
28	DAT ファイルの例	27
29	熱電対を束ねてジップ付きの小袋に入れる (画像では 3 つしかないが、実際には 8 つの熱電対を入れて測定を行った)	28
30	挿入用の穴より小さい	29
31	アルミテープを巻き付けて太くした熱電対	29
32	太くした熱電対を挿入したところ	30
33	2 時間運転した際のグラフ。	32

34	丸抜きカッター	33
35	アルミ板をはさみ、各ホールサイズに対応した鉄芯を入れてハンマーで打ち抜く	33
36	厚さ 0.5 mm で打ち抜いたアルミニウムコイン	34
37	①～⑤の位置の厚みを測定した	34
38	コインサンプルの高さ調節	35
39	平坦な銅板の上にスペーサー (3 点) とコインサンプル 2 枚を乗せているところ。 この上にもう 1 枚の平坦な銅板を乗せる。	35
40	下からファン、ヒートシンク、ペルチェ素子 2 枚、測定器となっている	36
41	おもりは 4 本のねじの上に乗っている。	36
42	防風ボックスと断熱シートをかぶせた状態	36
43	電源装置などの配置	37
44	1 番上のアルミブロックはバネにのみ抑えられており、クランプは測定器全体を ペルチェ素子とヒートシンクに押し付けている。	38
45	クランプによる圧着の概要図	38
46	真空槽	38
47	真空シール	38
48	熱伝導率測定器は横にして真空槽に入れる。金属部が真空槽の内壁に接触しない ように筒で支えてある。	39
49	SE4445 CV で作製したコインサンプル	41
50	はみ出してしまった SE4445 CV(左のサンプルとは別サンプル)	41
51	熱伝導テープ	41
52	熱伝導テープで作成したサンプル。	41
53	delta2-3 のグラフがコインサンプルの上下に生じた温度差を示している。測定中 に 5 回与熱量を変えているため、5 回定常状態に達している。	42
54	コインサンプルを押し付ける力はバネの縮め具合で調節できる。	44
55	バネの押し縮め 15 mm での測定	44
56	バネの押し縮め 20 mm での測定	45
57	熱伝導シート	46
58	割れて剥がれた SE4445CV(左)	47
59	ΔT_1 の測定	48
60	ΔT_2 の測定	48

表目次

1	Luminosity の向上 (※ レベリングした値)	7
2	各パラメータの向上	9
3	現行 FE-I3、FE-I4 と RD53 の比較	11
4	K 熱電対の特徴	25
5	各種接着剤の TDS に記載の値	40
6	熱伝導テープの特性	42
7	各与熱量で生じた温度差と算出された熱伝導率	43
8	バネの特性	43
9	熱伝導テープの推定熱伝導率	45
10	熱伝導シートの特性	46
11	測定を行った熱伝導接着剤	47
12	8 つのサンプルの測定結果	49

1 序論

1.1 LHC/ATLAS 実験

LHC(Large Hadron Collider) は欧州合同原子核研究機構 (CERN) が保持し、スイス・フランスの国境をまたいで地下 100 m に設置されている全周 27 km の大型ハドロン衝突型加速器である。LHC では世界最高エネルギーでの陽子・陽子衝突実験を行っており、LHC 内に 4 か所ある衝突点には ATLAS,CMS,ALICE,LHCb などの検出器が設置され、それぞれの目的に応じて実験、解析が行われている。

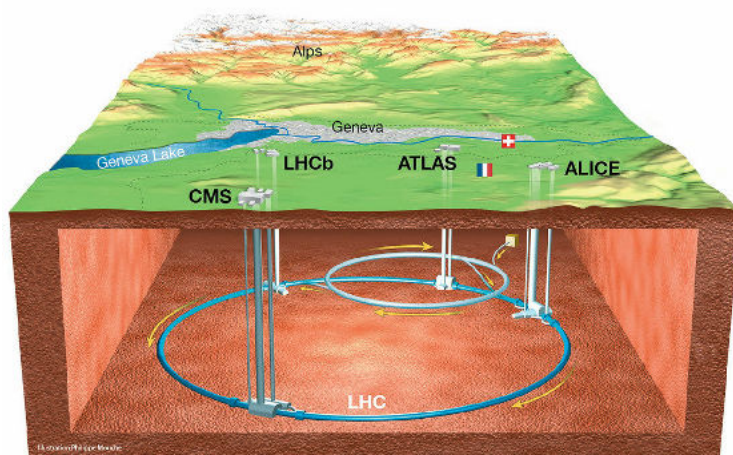


図 1: LHC

ATLAS 実験では、世界最高エネルギーでの陽子・陽子衝突によって生じる新粒子を観測することで、新物理の探索をすることを目的としている。

LHC は 2023 年から 3 年間の Long Shutdown 期間を経て、2026 年頃より HL(High Luminosity)-LHC へアップグレードされ、Luminosity などが表 1 のように向上する予定である。

表 1: Luminosity の向上 (※ レベリングした値)

	LHC(2023)	HL-LHC
重心系エネルギー (TeV)	14	14
瞬間 Luminosity($cm^{-2}s^{-1}$)※	1×10^{34}	5×10^{34}
積分 Luminosity(fb^{-1})	300	3000
バンチあたりの衝突事象	27	135

LHC は 2012 年までの Run1 で重心系エネルギー 7~8 TeV で運転し、ATLAS 検出器では $30fb^{-1}$ の積分 Luminosity を得た。その後 2 年の Long Shutdown 期間を経て、2015 年からの Run2 では 13~14 TeV で運転し、2018 年までに累計 $150fb^{-1}$ の積分 Luminosity を得ている。現在は 2 度目の Long Shutdown 期間であり、2020 年から 2023 年までの Run3 で累計 $300fb^{-1}$ を得る予定である。2023 年からの HL-LHC Installation に向けて、2021 年から新型シリコンピクセル検出器のモジュール量産を開始する予定であり、日本では 2000 モジュール程度を製作する。2026 年からの Run4 ではおよそ 10 年間で累計 $3000fb^{-1}$ の積分 Luminosity を目指している。

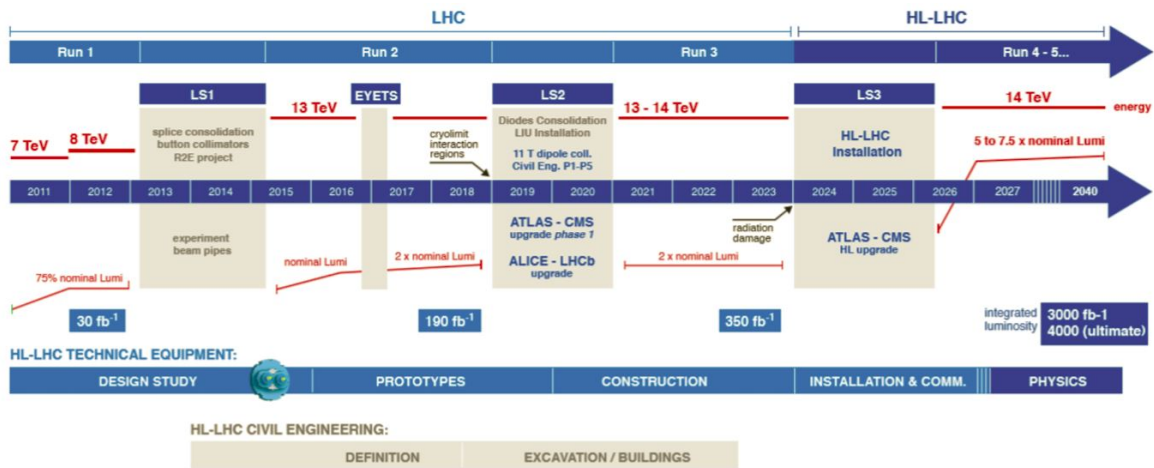


図 2: LHC / HL-LHC Plan

1.1.1 Luminosity

瞬間 Luminosity(L) は次のように表すことができる。

$$L = \gamma_r \frac{N_b^2 n_b f_{rev}}{4\pi \epsilon_n \beta^*} R; R = 1 / \sqrt{1 + \frac{(\theta_c \sigma_z)^2}{4\epsilon_n \beta^*}} \gamma_r$$

γ_r : ローレンツ因子

N_b^2 : Bunch あたりの陽子数

n_b : Bunch 数

f_{rev} : 1 秒あたりの周回数

ϵ_n : 横方向規格化エミッタンス

β^* : 衝突点での β 関数

R : 交差角による幾何的損失係数

θ_c : ビーム交差角

σ_z : 縦方向ビームサイズ

HL-LHC へのアップグレードにより各パラメータと瞬間 Luminosity は表 2 のように向上する予定である。

表 2: 各パラメータの向上

	LHC(2017)	HL-LHC
Bunch あたりの陽子数 (個)	1.15×10^{11}	2.2×10^{11}
横方向規格化エミッタンス $\epsilon_n(\mu m)$	3.75	2.5
衝突点での β 関数 $\beta^*(m)$	0.55	0.15
ビーム交差角 $\theta_c(\mu rad)$	285	590
瞬間 Luminosity($cm^{-2}s^{-1}$) [※]	1×10^{34}	5×10^{34}

1.2 ATLAS 検出器

ATLAS 検出器は LHC に 4 か所ある衝突点のうちの 1 か所に設置された、全長 44 m・直径 22 m・重さ 7,000 t の大型汎用検出器である。ATLAS 検出器の中心をビームパイプが通っており、衝突点から最も近い位置を囲むように内部飛跡検出器 (ITk:Inner Tracker) が設置されている。内部飛跡検出器は、最内層から順に IBL(Insertable B-Layer)、シリコンピクセル検出器 (Pixels)、シリコンストリップ型検出器 (SCT:SemiConductor Tracker)、連続飛跡検出器 (TRT:Transition Radiation Tracker) からなる。

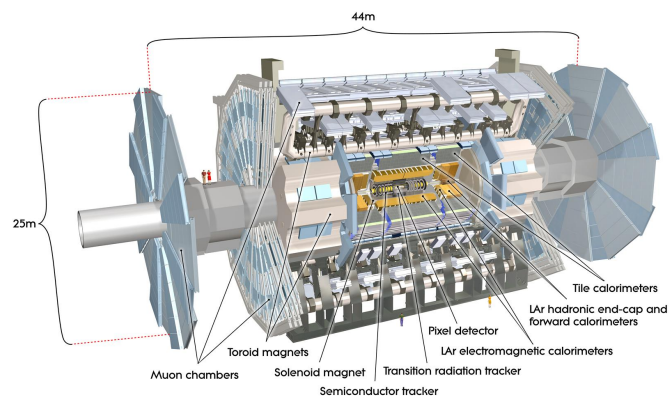


図 3: ATLAS 検出器

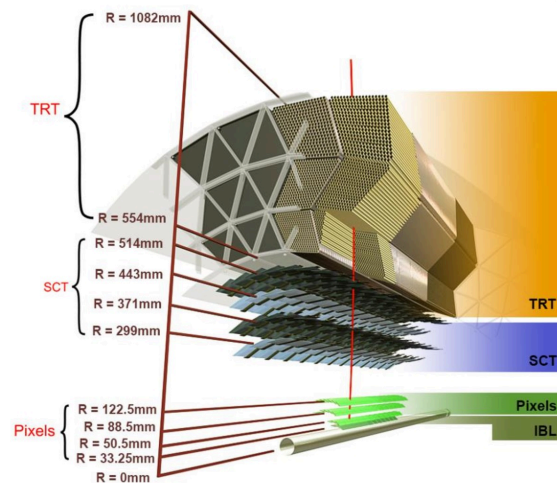


図 4: Inner detector

1.2.1 IBL

LHC では 2019 年からの Run3 で $2 \times 10^3 4cm^{-2}s^{-1}$ の瞬間 Luminosity を得ることを予定している。2012 年までの Run1 で使用されていたシリコンピクセル検出器は $1 \times 10^3 4cm^{-2}s^{-1}$ の瞬間 Luminosity を想定していたため、Run3 からの粒子の検出効率低下や過度な放射線損傷などの問題が生じる。これらの問題に対応すべく、2012 年から 2014 年の間の Long Shutdown 期間に IBL がインストールされた。

1.2.2 シリコンピクセル検出器 (Pixels)

シリコンピクセル検出器とは、シリコンセンサーにピクセル状の電極 (バンプ) を配列し、ピクセルごとに信号を読み出す検出器である。シリコンセンサーは特定用途向け集積回路 (ASIC: Application Specific Integrated Circuit) というフロントエンドチップとバンプボンディングによって電氣的に接続されており、これをベアモジュールという。IBL の外側 3 層のシリコンピクセル検出器では FE-I3、IBL では FE-I4 という ASIC がそれぞれ使用されている (10 ページ、図 4)。

ベアモジュールのセンサー側には Flex 基盤 (FPC) が接着剤によって接着され、ASIC と FPC は $25\mu m$ の金属ワイヤーによって電氣的に接続されている。各シリコンセンサーの信号を ASIC で読み出し、FPC から計算機へ転送する。

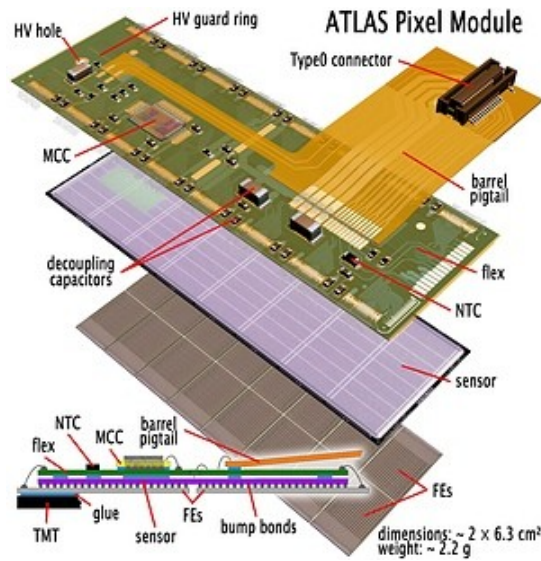


図 5: 現行 ATLAS シリコンピクセル検出器

1.2.3 新型シリコンピクセル検出器

2023 年からの HL-LHC Installation では、内部飛跡検出器で用いるすべてのシリコンピクセル検出器が新型のものへ入れ替えられる。Pixels は Inner Barrel が 2 層と Outer Barrel が 3 層の計 5 層になる予定である。この新型シリコンピクセル検出器は 2021 年から量産開始予定である。

現行の検出器との主な違いは使用されている ASIC の性能である。HL-LHC での Luminosity 増加にともない、より高い位置分解能 (より小さいピクセルサイズ) や読み出し速度が要求されている。以下の表に現行の ASIC (FE-I3、FE-I4) と新型検出器で使用予定の ASIC (RD53) の性能比較を載せる (表 3)。

表 3: 現行 FE-I3、FE-I4 と RD53 の比較

	FE-I3(Pixels)	FE-I4(IBL)	RD53(新型)
ピクセルサイズ ($\mu m \times \mu m$)	50 × 400	50 × 250	50 × 50
ピクセル数	18 × 160	80 × 336	400 × 192
チップサイズ ($mm \times mm$)	7.6 × 10.8	20.2 × 19.0	20.0 × 11.8
入力レート (Mbps)	40	40	160
出力レート	40 Mbps	160 Mbps	5 Gbps

1.3 シリコンセンサーの原理

シリコンセンサーの原理について、半導体の原理から簡単に説明する。

1.3.1 半導体

物質には電気を通しやすい導体と、電気を通さない絶縁体とがある。半導体とは、条件によって伝導性を示したり絶縁性を示すような、導体と絶縁体の中間の性質を持っている物質のことである。

シリコン (Si: ケイ素) も半導体の 1 つであるが、純粋なシリコンはほとんど電気を通さない。しかし、純粋なシリコンにホウ素やリンなどの不純物を少量加えることにより、電気を通すようになる。

1.3.2 エネルギーバンド

原子を構成する電子は、原子核などの電荷によってできる電界によって位置エネルギーを持つ。原子を構成する電子は原子核の周りの軌道上に存在するが、各軌道は離散的なエネルギーを持っており、それをエネルギー準位という。複数の原子が接近すると、それらの原子核がもつ正の電荷の増加により、原子核周りの電子軌道のエネルギー準位が下がる。これにより、電子が複数の原子の周りに共有されるようになる (共有結合)。共有結合の状態では、複数の電子軌道によって電子軌道群が作られる。電子軌道群では、各電子軌道のエネルギー準位差が小さくなるなり、離散的な状態から連続的な状態に近くなる。このような状態のエネルギー帯をエネルギーバンドという。

エネルギーバンド外の電子が存在できない領域を禁制帯という。電子はエネルギー準位が低いエネルギーバンドから埋まっていくが、絶対零度において電子が存在できる最大のエネルギー順位のことをフェルミ準位という。金属などの伝導体はエネルギーバンド内にフェルミ準位があるため電子が自由に移動できる。しかし、絶縁体や半導体では、フェルミ準位が禁制帯にあるため、フェルミ準位より下のエネルギーバンドは電子に満たされ、フェルミ準位より上のエネルギーバンドには電子がない状態になり、電子は自由に動けない。フェルミ準位より下のエネルギーバンドは価電子で満たされているため、価電子帯という。また、フェルミ準位より上のエネルギーバンドは自由電子が入るため伝導帯という。価電子帯と伝導帯の間の禁制帯の幅をバンドギャップという。半導体は絶縁体に比べてバンドギャップが小さいため、光エネルギーや熱エネルギーなどを価電子帯の電子に与えて伝導帯に励起させることで電気伝導性を持たせることができる。さらに、伝導体へ励起した電子の代わりに、価電子帯には正孔ができ、正電荷のように振る舞うことで電気伝導に参与する。電気伝導に参与する電子と正孔をまとめてキャリアと呼ぶ。

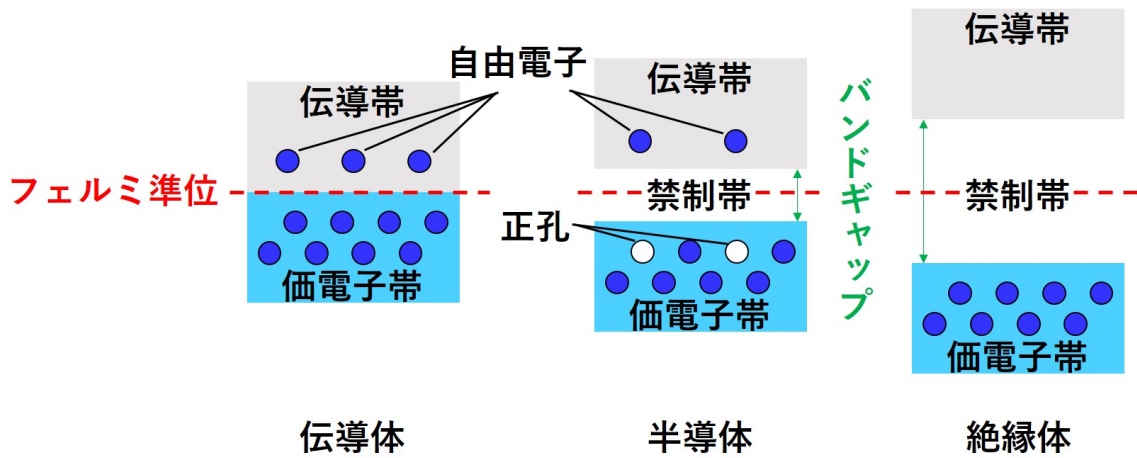


図 6: 伝導体、半導体、絶縁体のエネルギーバンドの状態

1.3.3 n 型半導体と p 型半導体

高純度のシリコンは図 7 のように、各シリコン原子がもつ 4 つの価電子をまわりの 4 つのシリコン原子と 1 つずつ共有しているため安定している。そのため、自由電子はなく電気伝導性に乏しい。

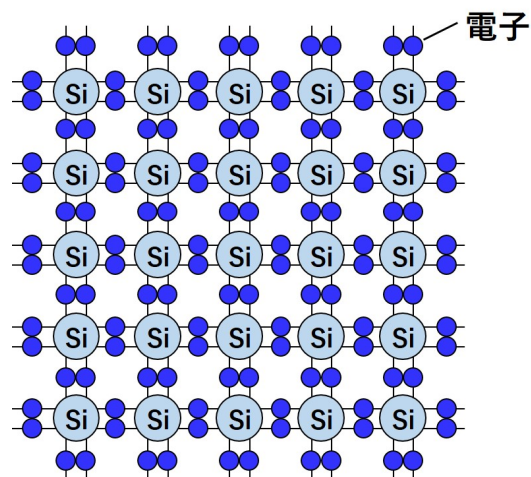


図 7: 高純度のシリコン

しかし、高純度のシリコンに少量のリンを添加 (ドーピング) すると、リンは価電子を 5 つもっているため、図 8 のようにリンのもっていた価電子の 1 つが余る。このように、5 族のリンやヒ素などを不純物 (ドナー) として少量ドーピングする半導体を n 型半導体という。

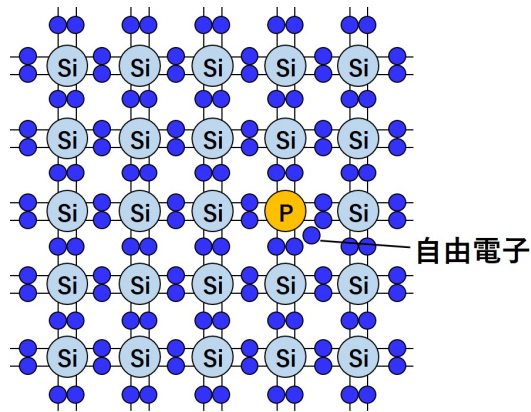


図 8: リンをドーピングしたシリコン

また、高純度のシリコンに少量のホウ素をドーピングすると、ホウ素は価電子を 3 つしかもっていないため、図 9 のようにドーピングされたホウ素の周りに正孔が 1 つできる。このように、3 族のホウ素やアルミニウムなどを不純物 (アクセプター) として少量ドーピングする半導体を p 型半導体という。

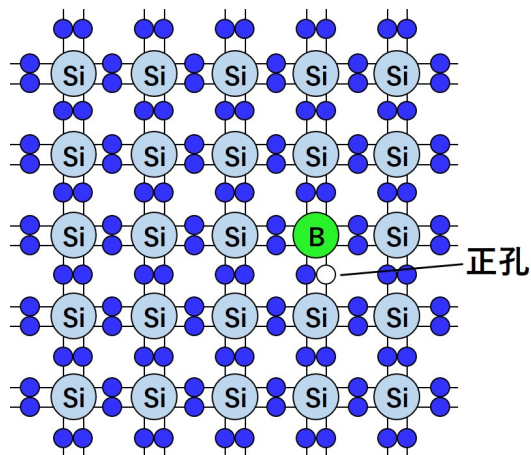


図 9: ホウ素をドーピングしたシリコン

n 型半導体では、ドナーのエネルギー準位が伝導帯のエネルギー準位に近くバンドギャップが小さいため、ドナーのもつ余った価電子は比較的容易に伝導帯へ励起する。励起された電子は伝導帯で電気伝導に関与する。つまり、n 型半導体のキャリアは、この伝導帯へ励起された電子である。

逆に、p 型半導体では、アクセプターのエネルギー準位が価電子帯のエネルギー準位に近いので、価電子帯にある電子がアクセプターのもつ正孔に励起される。これにより、荷電したに正孔ができ、これが電気伝導に関与する。つまり、p 型半導体のキャリアは、価電子帯にできた正孔である。

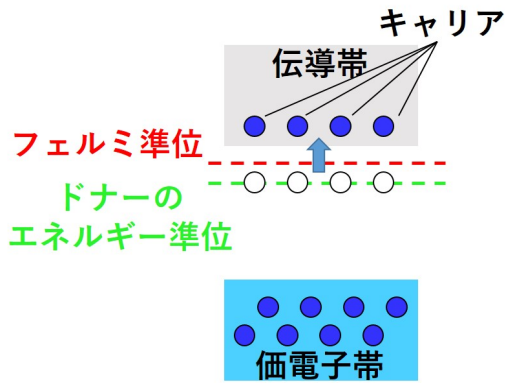


図 10: n 型半導体のエネルギーバンド

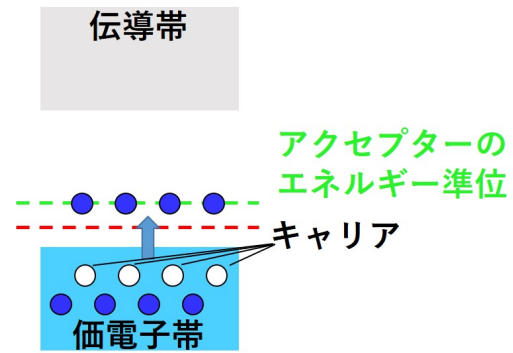


図 11: p 型半導体のエネルギーバンド

1.3.4 pn 接合

n 型半導体と p 型半導体を接合すると、n 型のキャリアである電子と p 型のキャリアである正孔が接合面付近で結合して、接合面付近のキャリアが消滅する。このように、p 型半導体と n 型半導体を接合してできたキャリアのない領域を空乏層といい、絶縁状態になる。

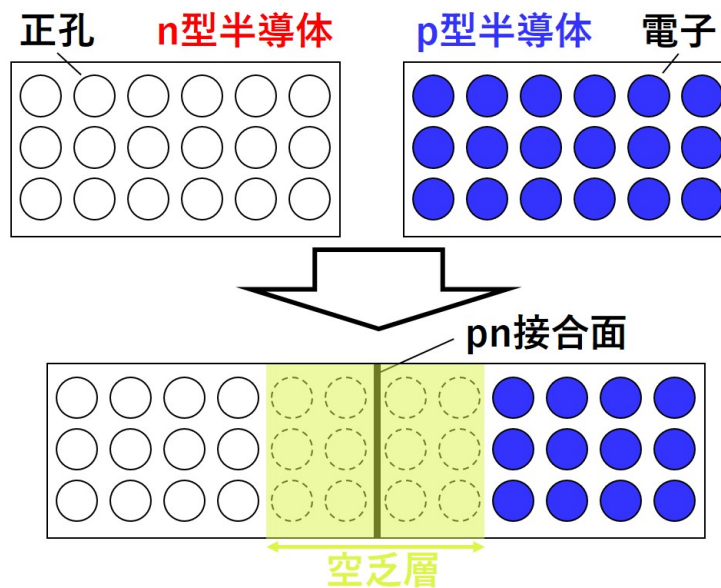


図 12: pn 接合

pn 接合した p 型半導体を + 極、n 型半導体を - 極につないで電圧をかけると p 型の正孔と n 型の電子が互いに増加し、空乏層が縮小する。このように、空乏層が縮小する方向にかける電圧を順バイアス電圧という。

逆に、p 型を一極、n 型を+極につないで電圧をかけると pn 接合面付近の正孔と電子がさらに結合して、空乏層が拡大する。このように、空乏層が拡大する方向にかける電圧を逆バイアス電圧という。電圧を上げると空乏層はより拡大し、半導体全体が空乏化する電圧を完全空乏化電圧という。

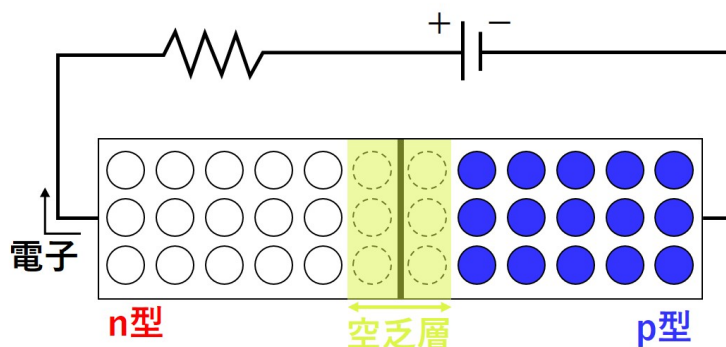


図 13: 順バイアス電圧をかけると空乏層は縮小する

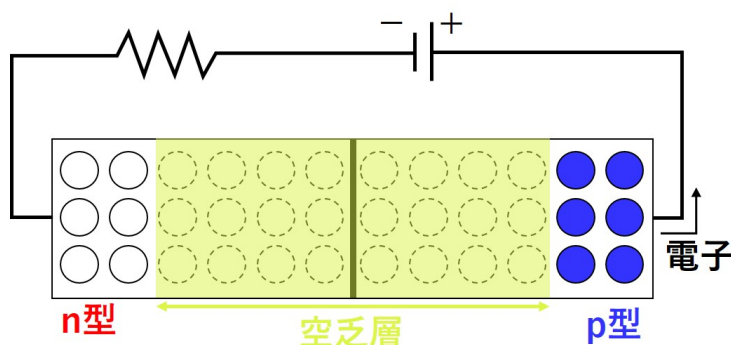


図 14: 逆バイアス電圧をかけると空乏層は拡大する

1.3.5 現行シリコンセンサー

現行の内部飛跡検出器で用いられている Pixels(図 4、10 ページ) のシリコンピクセル検出器は n^+ -in-p 型シリコンセンサーを使用している。図 15 のように p 型半導体のバルクに高濃度のリンがドーパされた n 型半導体がピクセル状に埋め込まれている。バルク層に逆バイアス電圧をかけることで空乏化が進む。空乏層を荷電粒子が通過すると、空乏層中のシリコンがイオン化し、正孔電子対が生成される。これを電気信号として ASIC で読み出される。 n^+ -in-p 型では、バルク層に逆バイアス電圧をかけると ASIC 側から空乏化が進むため、部分空乏化でも信号の読み出しが可能となっている。

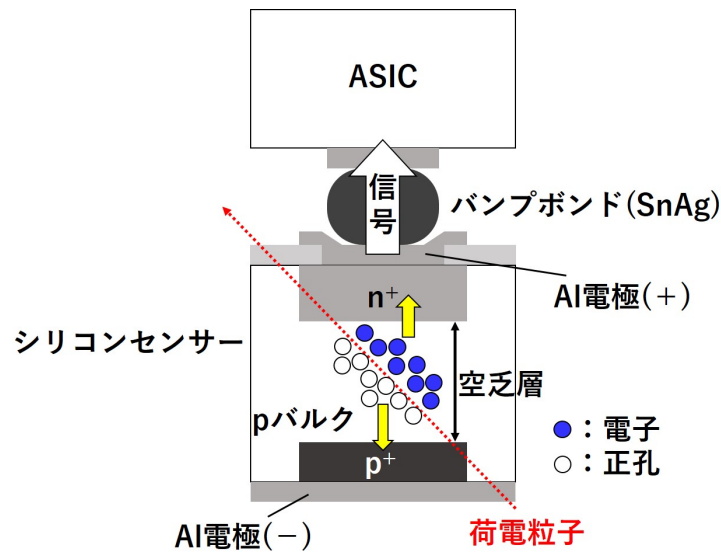


図 15: n^+ -in-p 型シリコンセンサー

2 新型シリコンピクセル検出器の組み立て

新型シリコンピクセル検出器の組み立てには大きく分けて 4 つの工程がある。1 つ目はベアモジュールのセンサー側と FPC を接着剤で接着する工程。2 つ目は ASIC と FPC を $25\mu m$ の金属ワイヤーによって電氣的に接続するワイヤーボンディングの工程。3 つ目は TPG (Thermal Pyrolytic Graphite) と CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastics) という 2 種類の炭素素材からなる Cooling Cell を熱伝導接着剤で ASIC と接着する工程。4 つ目はワイヤーボンディングのワイヤーを保護するための工程である。

FPC から Cooling Cell まで組み立てたものを 1 つのモジュールとして、日本ではおよそ 2000 個のモジュール量産を予定している。そのため、低コストかつ簡易に精度・品質の良いモジュールの組み立て工程が開発されている。

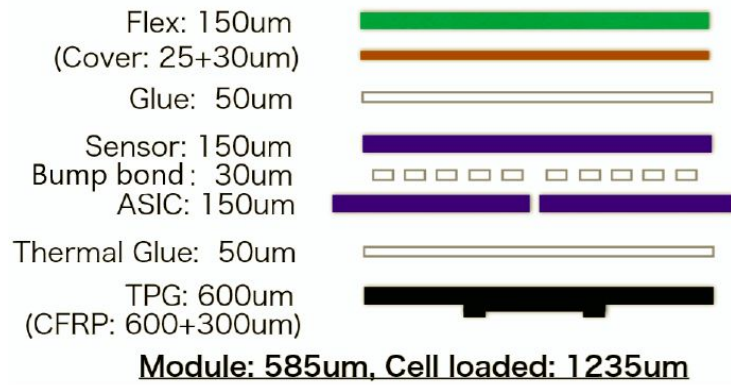


図 16: モジュール概要図

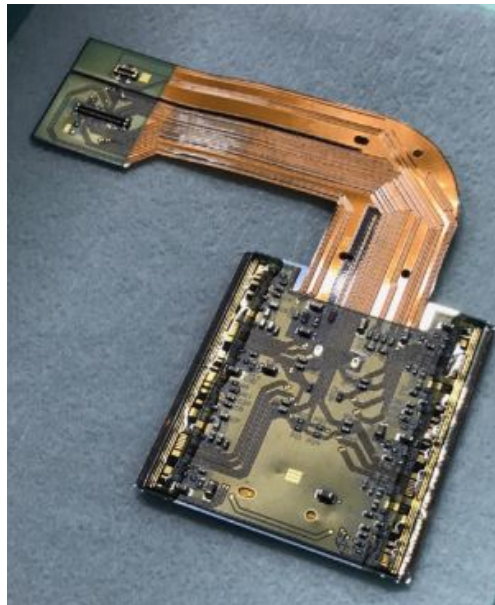


図 17: 実際のモジュール

2.1 センサーと FPC の接着

ベアモジュールのセンサー側と FPC の接着には Module base と Flex base の 2 種類の治具を用いる。

2.2 ワイヤーボンディング

2.3 ASIC と Cooling Cell の接着

2.4 ワイヤー保護

2.4.1 ポッティング材による封止

2.4.2 CFRP-Roof による保護

3 熱伝導接着剤の熱伝導率測定

シリコンピクセル検出器で用いられるシリコンセンサーは性能保証温度が -2°C 以下である。しかし、シリコンピクセル検出器ではシリコンセンサーの信号を読み出すためにセンサーと bumps ボンドされている ASIC が主な熱源となっている。そのため、ASIC で発生した熱を効率よく取り除くために炭素素材である TPG(Thermal Pyrolytic Graphite) と CFRP(Carbon Fiber Reinforced Plastics) からなる Cooling Cell に ASIC を熱伝導接着剤で接着する必要がある。Cooling Cell は -35°C の CO_2 が流れる Cooling Pipe に固定される。熱伝導接着剤には厳しい放射線環境下でも ASIC の冷却に十分な熱伝導率と接着力を保持し続けることができるような高い放射線耐性が要求されている。

そのため、シリコンピクセル検出器に用いる熱伝導接着剤は通常時の熱伝導率測定に加え、放射線被ばく後の熱伝導率測定の必要がある。

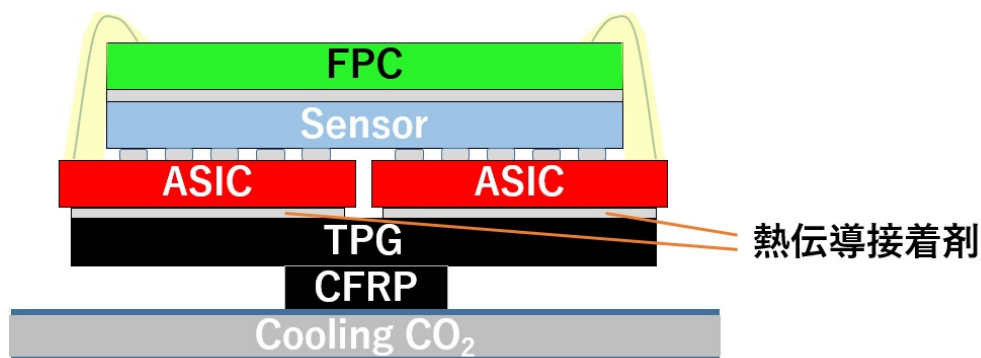


図 18: 新型シリコンピクセル検出器の概要図

3.1 熱伝導接着剤

シリコンピクセル検出器は ATLAS 検出器内で最内層に位置する内部飛跡検出器に用いられる検出器であり、HL-LHC では、瞬間 Luminosity が現行 LHC の 5 倍程度になる予定であるため、新型シリコンピクセル検出器は次のような高い放射線耐性が要求されている。

- Inner Barrel : $\sim 1.0 \times 10^{16} [1\text{MeV} \cdot n_{eq}/\text{cm}^2]$ (約 7MGy)
- Outer Barrel : $\sim 3.0 \times 10^{15} [1\text{MeV} \cdot n_{eq}/\text{cm}^2]$ (約 2MGy)

つまり、新型シリコンピクセル検出器で用いる接着剤は高い放射線耐性が要求されるためシリコン、エポキシ、ウレタンなどの樹脂を主成分としたものに絞られる。しかし、これらの樹脂自体は熱伝導率が低く、熱伝導接着剤としては機能しないため、熱伝導フィラーを混合して熱伝導率を高めた製品を使用する必要がある。以下に、新型シリコンピクセル検出器で用いる熱伝導接着剤の条件についてまとめる。(※全ての条件において、放射線被ばく前後でその条件を満たしている必要がある)

- 熱伝導率が 1 W/m/K 以上であること。
- ディスペンサーで塗布可能な程度の粘度であること。
- 主剤と硬化剤を混合して使用する 2 液型であること。
- ポットライフが 30 分以上であること。
- 電気絶縁性があること。
- 使用されている熱伝導フィラーの径が $50\mu\text{m}$ 以下程度であること。
- 常温で硬化可能であること。
- 硬化時間が 1~数日程度であること。
- 十分な接着力があること。

現行のシリコンピクセル検出器で用いられている熱伝導接着剤は SE4445 CV というシリコン系のものである。また、現行 SCT のストリップ検出器で用いられている熱伝導接着剤は Araldite 2011 というエポキシ系の接着剤に窒化ホウ素 (熱伝導フィラー) を混合したものである。

3.2 熱伝導率測定方法

熱伝導率とは物質内の熱の伝わりやすさを表す物理量であり、単位は [W/m/K] である。

熱伝導率の測定方法は大きく分けて、定常法と非定常法の 2 つがある。

定常法とは、試料に定常的な温度勾配を与えて熱伝導率を測定する方法で、試料の片側を高温、もう片側を低温にして、試料の各点の温度を測定することで熱伝導率を算出する。

非定常法とは、試料に非定常的な温度変化を与えて熱伝導率を測定する方法で、試料の表面に温度変化を与えて、裏面の温度変化を測定して、熱伝導率を算出する。

定常法は温度測定から直接熱伝導率を算出できるのに対し、非定常法では熱伝導率の算出に非熱容量の値が必要であることから、本研究では定常法による熱伝導率測定を行った。

3.2.1 定常法

本研究で用いた定常法について説明する。前述したように、定常法では、高温側と低温側で試料を挟む必要がある。本研究で熱伝導率を測定する試料は熱伝導接着剤であるため、測定に適した形

状に硬化させる必要がある。そのため、図 19 のようにアルミコイン 2 枚を熱伝導接着剤で接着して、熱伝導率測定用のコイン状サンプルを作成した。

作成したコインサンプルを図 20 のようにアルミの支柱で挟み込み、アルミ支柱の上下に発熱部と冷却部を設けた。熱電対をアルミ支柱内に挿入し、コインサンプルの上下の温度を測定することで、熱伝導接着剤の熱伝導率を算出した。

熱伝導率 C は以下の式で求められる。

$$C = \frac{Wd}{S\Delta T} \text{ (W/m/K)} \quad (1)$$

W : 発熱部で与える熱量 (W)

d : 接着剤の厚み (m)

S : コインサンプルの底面積 (m^2)

ΔT : コインサンプルの上下に生じる温度差 (K)

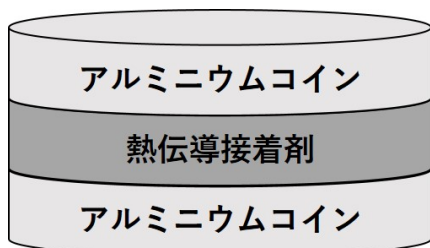


図 19: 熱伝導率測定用コインサンプル

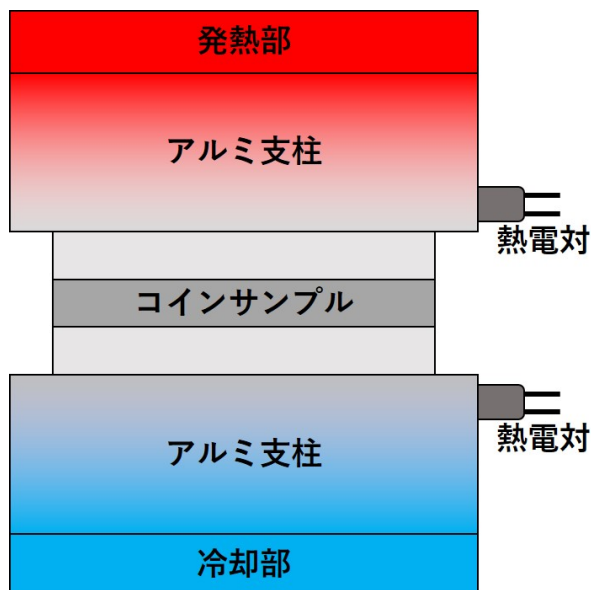


図 20: 定常法

3.2.2 熱伝導接着剤によって生じる ΔT の測定方法

実際に図 20 のようにアルミ支柱にコインサンプルを直接挟み込んだ場合、アルミニウムコインとアルミ支柱の接触面に薄い空気の層が混入する可能性があるため、コインサンプルとアルミ支柱の接触面には図 21 のように熱伝導シートを挿入した。

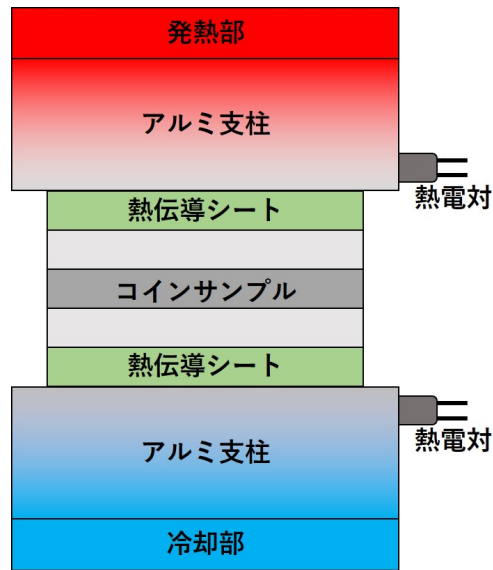


図 21: 空気の混入を防ぐための熱伝導シートの挿入

アルミニウムの熱伝導率は 236 W/m/K であり、熱伝導接着剤や熱伝導シートの熱伝導率は $1 \sim 5 \text{ W/m/K}$ 程度である。そのため、図 21 でアルミニウムコインによって生じる温度差は熱伝導接着剤や熱伝導シートによって生じる温度差に比べて十分に小さいと考えられる。したがって、図 22 のように熱伝導シート 2 枚とアルミコインによって生じる温度差 ΔT_1 を測定した後、熱伝導シート 2 枚とコインサンプルによって生じる温度差 ΔT_2 を測定することで、熱伝導接着剤のみによって生じる温度差 ΔT は次のように求められる。

$$\Delta T = \Delta T_2 - \Delta T_1$$

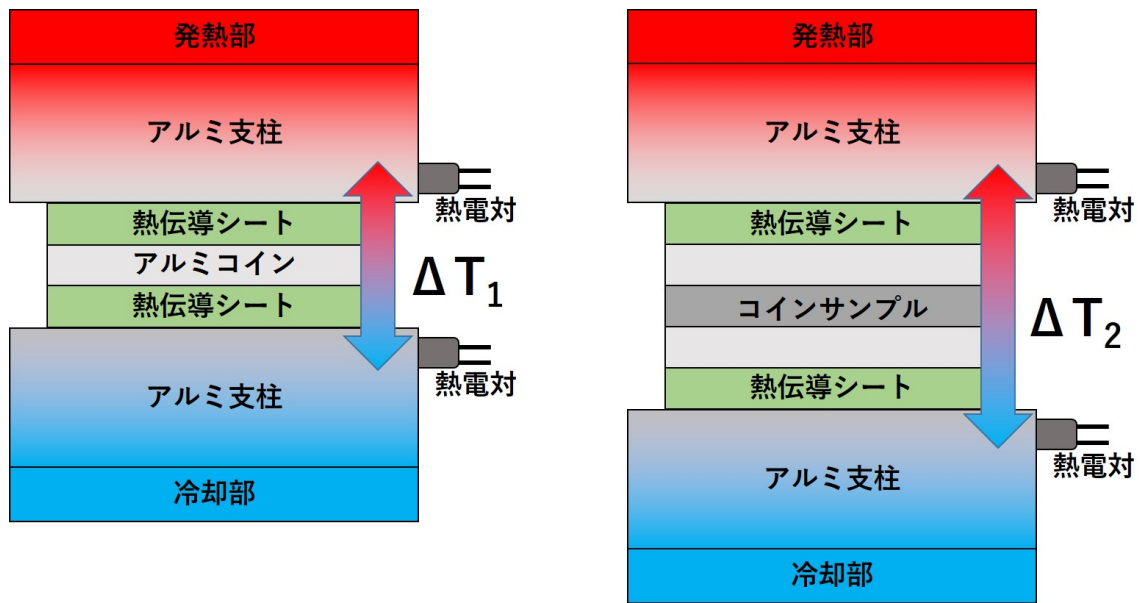


図 22: 熱伝導接着剤によって生じる温度差の測定方法

3.3 熱伝導率測定器

実際の熱伝導率測定器 (図 23) とその概要図 (図 24) である。

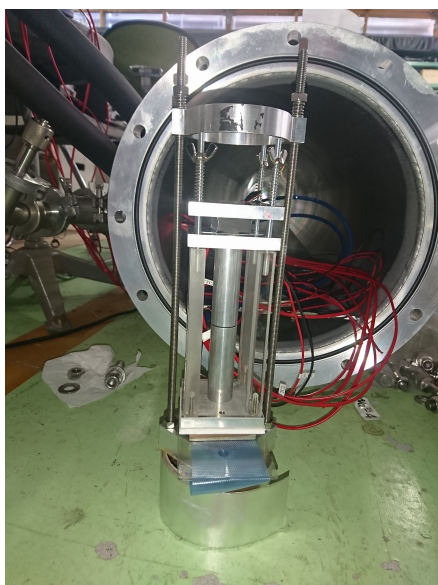


図 23: 熱伝導率測定器

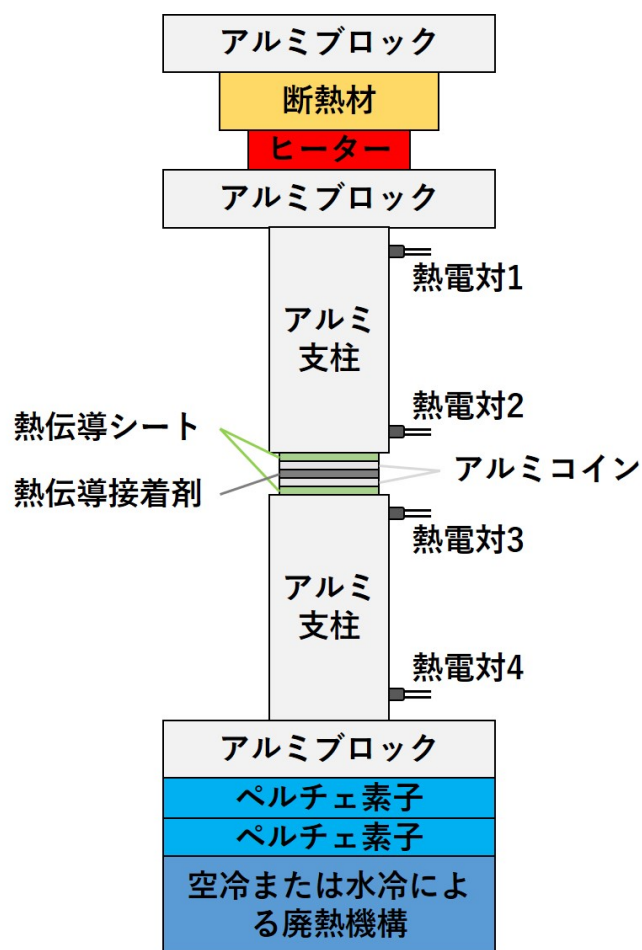


図 24: 熱伝導率測定器の概要図

測定器には上の支柱の上下、下の支柱の上下にそれぞれ熱電対が取り付けられるように設計されている。コインサンプルの熱伝導率測定に用いるのは、図 24 に示した、熱電対 1 と熱電対 2 の 2 つである。上下の支柱はどちらも片側にアルミブロックがついている。上部のアルミブロックと単体のアルミブロックで挟み込むことで、ヒーターを支柱上部に固定している。さらに、ヒーターの熱が支柱側に伝わりやすいように、ヒーターとその上のアルミブロックの間には断熱材としてブロック状の紫檀を挟み込んである。下部のアルミブロックの下にはペルチェ素子を 2 枚重ねて置き、ペルチェ素子の下部には空冷または水冷による排熱機構が設置されている。

ヒーターとペルチェ素子、排熱機構を稼働させてから 1～数時間で測定器全体の温度勾配が定常状態になる (※ 定常状態になるまでにかかる時間はヒーターやペルチェ素子の稼働電力や、稼働前の測定器全体の温度勾配の状況によって変化する)。

3.3.1 熱電対

温度測定には熱電対を使用した。

熱電対とはゼーベック効果を利用した温度センサーである。異なる 2 種類の金属線の両端を接続

して両端に温度差を与えたときに電圧(起電力)が発生するため、図 26 のように 2 種類の金属の片側を接続し、もう一端をそれぞれ電圧計に接続することで低温側と高温側の温度差に応じた起電力を得ることができる。電圧計の代わりに熱電対用のデータロガーを使用すれば、得られた起電力を瞬時に温度へ変換、記録することができる。



図 25: ゼーベック効果によって電圧が生じる

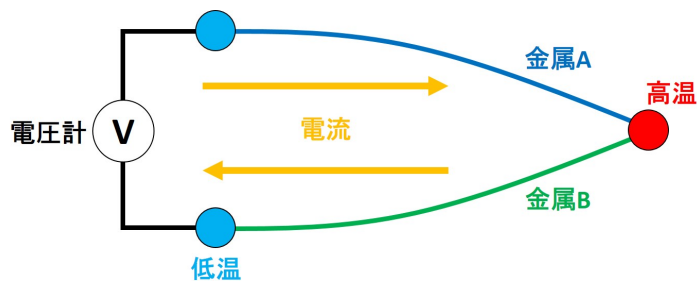


図 26: 熱電対の仕組み

熱電対には、使用している金属の組み合わせに違いにより様々な種類があるが、本研究で使用した熱電対は K 熱電対である。表 4 に、K 熱電対の特徴についてまとめる。なお、測定精度については測定で使用した温度範囲(およそ 0 °C ~ 60 °C 程度)での値である。

表 4: K 熱電対の特徴

＋脚の金属	ニッケルとクロムを主とした合金(クロメル)
－脚の金属	ニッケルを主とした合金(アルメル)
可使用温度範囲	-200 °C ~ 1200 °C
測定精度	± 1.5 °C
特徴	比較的安価で、熱起電力の直線性が優れているため、最も一般的に普及している。

3.3.2 TC-08(データロガー)

前述したとおり、熱電対で生じた起電力 (V) をデータロガーを用いて瞬時に温度 (°C) へ変換し、記録することができる。本研究では、Pico Technology 社の TC-08 というデータロガーを使用し、1 秒毎に複数の熱電対の測定温度を PC で読み出し、記録した。

TC-08 は一度に最大 8 チャンネルの読み出し、記録が可能となっている。熱電対で温度測定を行う場合、図 26 に示した低温部の温度が補償されている必要があるが、TC-08 は内部に自動冷接点補償機能が備わっている。



図 27: TC-08(青色) は USB ケーブルで PC に接続されている

測定値は図 28 のような DAT ファイルとして保存される。半角スペースで列を区切ってあり、左から 1 列目はタイムスタンプである。2 列目は TC-08 内部で測定している室温であり、3 列目から 10 列目までは TC-08 の各ポートに接続された熱電対から読み出した温度 (°C) の値である。3 列目がポート 1、4 列目がポート 2、・・・、10 列目がポート 8 とそれぞれ対応している (以下、ポート 1、ポート 2、・・・、ポート 8 に接続された熱電対をそれぞれ熱電対 1、熱電対 2、・・・、熱電対 8 とする)。測定値の読み出しは常に 1 秒毎に行った。

```

1574322629 25.741486 27.216881 25.303644 17.385727 14.825403 25.929123 24.913639 25.075529 24.571465
1574322630 25.741486 27.220558 25.296286 17.374580 14.803108 25.929123 24.913639 25.079206 24.556746
1574322631 25.741322 27.213047 25.292454 17.374426 14.784372 25.928974 24.902447 25.075375 24.534517
1574322632 25.741159 27.209179 25.288586 17.366802 14.769320 25.921425 24.898581 25.075188 24.545368
1574322633 25.741159 27.220219 25.295944 17.366802 14.765602 25.932465 24.920656 25.082546 24.541687
1574322634 25.740997 27.220062 25.292109 17.359213 14.739433 25.935986 24.909462 25.075031 24.534174
1574322635 25.740997 27.234779 25.303146 17.359213 14.746865 25.943344 24.920498 25.078709 24.545212
1574322636 25.740835 27.234646 25.299335 17.362795 14.717004 25.943213 24.924046 25.082256 24.552437
1574322637 25.740835 27.234646 25.295656 17.351648 14.705856 25.950573 24.927725 25.078577 24.534044
1574322638 25.740673 27.234438 25.299126 17.344004 14.720508 25.943005 24.905441 25.059971 24.533833
1574322639 25.740673 27.241795 25.299126 17.340288 14.746520 25.961399 24.923888 25.071011 24.530153
1574322640 25.740611 27.241663 25.298994 17.332722 14.783546 25.957588 24.923704 25.074556 24.537380
1574322641 25.740347 27.237829 25.291481 17.332565 14.809402 25.953751 24.923550 25.078079 24.529863
1574322642 25.740347 27.245186 25.298638 17.328850 14.839128 25.964790 24.927227 25.074402 24.533543
1574322643 25.740347 27.249867 25.285158 17.328850 14.853993 25.953751 24.923550 25.059683 24.529863
1574322644 25.740187 27.237640 25.287611 17.302847 14.857519 25.949884 24.912323 25.074213 24.537033
1574322645 25.740025 27.244850 25.291142 17.298779 14.846218 25.942377 24.923210 25.066704 24.536884
1574322646 25.740025 27.237488 25.283783 17.295063 14.820207 25.931339 24.912172 25.061987 24.533205
1574322647 25.739861 27.244696 25.287308 17.283760 14.782893 25.938543 24.923058 25.070229 24.536732
1574322648 25.739861 27.244696 25.279949 17.276329 14.727154 25.927505 24.919378 25.073910 24.540409
1574322649 25.739698 27.251863 25.283438 17.279852 14.700947 25.938353 24.930225 25.077396 24.558617
1574322650 25.739534 27.262764 25.286982 17.272282 14.671083 25.941898 24.930090 25.080940 24.565840
1574322651 25.739534 27.259085 25.290661 17.261135 14.633923 25.930861 24.908012 25.066223 24.554800
1574322652 25.739374 27.255257 25.286831 17.253551 14.626339 25.934389 24.911543 25.068714 24.550872
1574322653 25.739374 27.255257 25.279472 17.249836 14.622623 25.934389 24.922581 25.060791 24.562008
1574322654 25.739212 27.266102 25.293995 17.253355 14.592699 25.937874 24.933426 25.060597 24.561815
1574322655 25.739212 27.262421 25.290318 17.242207 14.577835 25.930513 24.918707 25.073238 24.569174
1574322656 25.739050 27.265949 25.282808 17.242056 14.566535 25.934044 24.914879 25.069408 24.561665
1574322657 25.738888 27.265797 25.278976 17.234468 14.547801 25.941250 24.911045 25.076614 24.561512
1574322658 25.739050 27.273306 25.297523 17.230907 14.536807 25.941402 24.914879 25.065729 24.557987
1574322659 25.738888 27.273155 25.282654 17.223320 14.532936 25.952288 24.929441 25.080294 24.568871
1574322660 25.738888 27.273155 25.290012 17.219604 14.532936 25.941250 24.918404 25.065575 24.557833
1574322661 25.738728 27.273022 25.282522 17.212038 14.540235 25.948475 24.921951 25.063639 24.565090
1574322662 25.738728 27.273022 25.286201 17.197174 14.569963 25.948475 24.925631 25.067521 24.565090
1574322663 25.738728 27.269344 25.278843 17.193459 14.625702 25.952154 24.925631 25.067521 24.565090
1574322664 25.738728 27.276703 25.288981 17.193459 14.681442 25.955833 24.918272 25.063839 24.572419
1574322665 25.738564 27.269131 25.282310 17.174664 14.707241 25.951942 24.921740 25.083630 24.561169
1574322666 25.738400 27.276358 25.271139 17.167099 14.703390 25.940773 24.925285 25.087175 24.557356
1574322667 25.738400 27.276358 25.278498 17.163383 14.681095 25.940773 24.917927 25.076138 24.568394
1574322668 25.738400 27.280039 25.282179 17.167099 14.636503 25.937092 24.914248 25.065100 24.564714
1574322669 25.738237 27.276203 25.282024 17.155796 14.591757 25.940620 24.921453 25.079662 24.564562
1574322670 25.738237 27.279884 25.274666 17.144650 14.539732 25.933258 24.925133 25.075983 24.560883
1574322671 25.738075 27.290730 25.278154 17.133308 14.509811 25.922031 24.917583 25.075792 24.545875
1574322672 25.738075 27.279692 25.278154 17.129591 14.483799 25.933069 24.917583 25.079472 24.571730
1574322673 25.737915 27.279541 25.278000 17.133152 14.476212 25.929237 24.924788 25.082998 24.567898
1574322674 25.737915 27.279541 25.278000 17.122005 14.446484 25.932915 24.921108 25.082998 24.578934
1574322675 25.737915 27.283218 25.278000 17.114573 14.435337 25.932915 24.938507 25.080355 24.575256
1574322676 25.737915 27.275860 25.278000 17.114573 14.416757 25.929237 24.928469 25.079319 24.571575
1574322677 25.737753 27.283068 25.285210 17.099558 14.412889 25.943806 24.935677 25.080206 24.582464
1574322678 25.737753 27.283068 25.274172 17.106991 14.424037 25.943806 24.935677 25.079170 24.586143
1574322679 25.737753 27.294109 25.285210 17.095840 14.464813 25.947483 24.935677 25.082848 24.571426
1574322680 25.737589 27.293915 25.281338 17.099365 14.509312 25.954651 24.935486 25.075298 24.585851
1574322681 25.737589 27.301275 25.277660 17.091932 14.553904 25.950970 24.942844 25.082657 24.593309

```

図 28: DAT ファイルの例

3.3.3 各熱電対の測定値の較正

測定に使用した K 熱電対は± 1.5 °C 程度、測定値にばらつきがある。熱伝導率の算出には各熱電対が測定した温度の温度差を利用するため、熱電対の個体差を構成する必要がある。そのため、8 つの熱電対を束ねて図 29 のように恒温槽内へ入れて温度測定を行った。熱電対に小さな袋をかぶせることで、空気の流れの影響はほとんどなく、8 つの熱電対が同じ温度を測定していることになる。



図 29: 熱電対を束ねてジップ付きの小袋に入れる (画像では 3 つしかないが、実際には 8 つの熱電対を入れて測定を行った)

恒温槽に入れた直後は各熱電対が熱平衡に達していないと考えられるため、1 時間以上おいてから測定を開始し、測定時間も 1 時間以上とした。各熱電対の測定値にはばらつきがあり、どの測定値が最も正しく測定できているかはわからないが、熱伝導率を算出するためには、各熱電対の測定値の差だけが正確に分かれればよいため、熱電対 1 を基準に熱電対 2~9 までの測定値を較正することにした。

得られた DAT ファイルに対して、下のようなプログラムを実行し、1 秒毎の熱電対 1 と各熱電対の測定値の差を計算し、その平均を求める。求めた平均値を熱電対 2~8 の較正值とする。プログラムコード中の temp1 は TC-08 内部で測定した室温の値で、temp2~temp9 がそれぞれ熱電対 1~熱電対 8 の測定値に対応している。このプログラムでは熱伝導測定に実際に用いた熱電対 1~6 までの較正值の計算を行っている。測定器のセットアップを組み替えや、熱電対の交換などの場合にその都度、熱電対の較正を行った

Listing 1: 熱電対測定値較正用プログラム

```
1 {
2 #include <fstream>
3 #include <stdio.h>
4
5 //
6
7 int dummy;
8 double timestamp2[400000];
9 double temp1[400000],temp2[400000],temp3[400000],temp4[400000],temp5[400000],temp6[400000],
   temp7[400000],temp8[400000],temp9[400000];
10 double sum23,sum24,sum25,sum26,sum27;
11
12 int n = 0;
13
14 ifstream fin("TC08_2019_10_06_01_08.dat");
15 //char line[255];
16 //fin.getline(line,sizeof(line)); // skip the 1st dummy line
17 while (fin >> dummy >> temp1[n] >> temp2[n] >> temp3[n] >> temp4[n] >> temp5[n] >> temp6[
   n] >> temp7[n] >> temp8[n] >> temp9[n]){
18     timestamp2[n]=(double)n;
19     sum23 += temp2[n] - temp3[n];
20     sum24 += temp2[n] - temp4[n];
```

```

21     sum25 += temp2[n] - temp5[n];
22     sum26 += temp2[n] - temp6[n];
23     sum27 += temp2[n] - temp7[n];
24
25     n++;
26
27 }
28
29     fin.close();
30 //cout << "average45" << sum45/(double)n ;// << "average46:" << sum46/n << "average47:" <<
    sum47/n ; > average.txt
31
32 std::cout << "calibration2:␣" << sum23/(double)n << std::endl;
33 std::cout << "calibration3:␣" << sum24/(double)n << std::endl;
34 std::cout << "calibration4:␣" << sum25/(double)n << std::endl;
35 std::cout << "calibration5:␣" << sum26/(double)n << std::endl;
36 std::cout << "calibration6:␣" << sum27/(double)n << std::endl;
37
38 return 0;
39
40 }

```

実際に得られた較正值は $\sim \pm 0.5$ °C程度であった。

3.3.4 熱電対の挿入

測定に使用した熱電対は2種類あるが、どちらも測定器の熱電対挿入用の穴に対して小さいため、熱電対の周りにアルミニウムテープを巻き付けて、穴にちょうど収まるようにした。

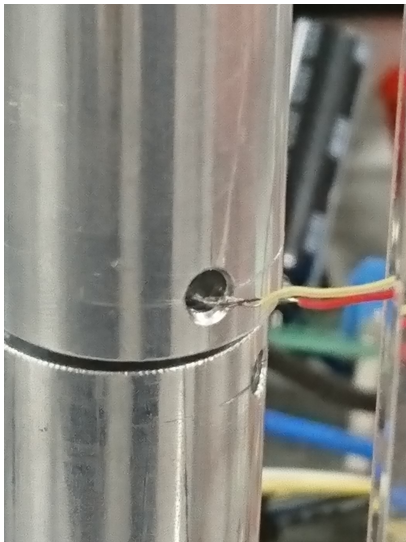


図 30: 挿入用の穴より小さい



図 31: アルミテープを巻き付けて太くした熱電対

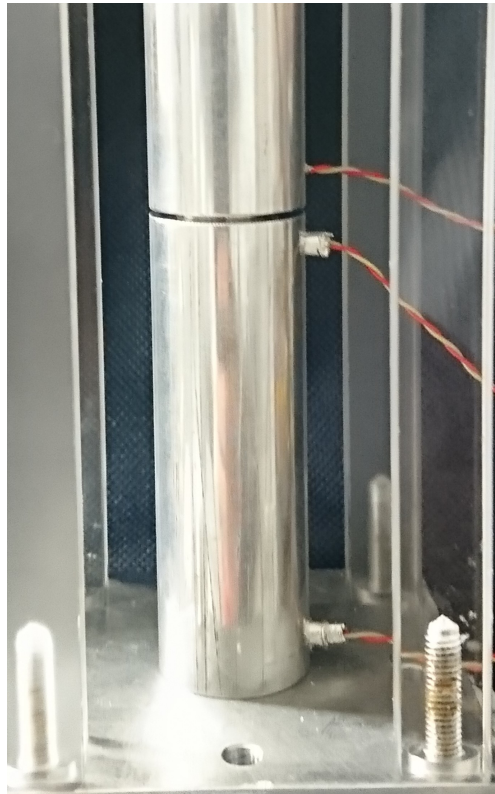


図 32: 太くした熱電対を挿入したところ

3.3.5 コインサンプルの上下に生じる温度差の測定

図 24(24 ページ) のセットアップを組んでヒーター、ペルチェ素子、排熱機構を運転すると、温度勾配が定常状態になるのに数時間かかる。しかし、1つのサンプルに対して測定は複数回行うため、2回目以降は測定開始時から定常状態に近い状態からの運転となり、定常状態になるまでの時間が1時間程度となる。熱伝導測定の方法が確立できてからは、基本的にヒーターやペルチェ素子などにかかる電圧は一定であったため、常に運転した状態にしておき、毎回の測定が1時間で終了するようにした。

実際にコインサンプルをはさんで測定を行って得られた DAT ファイルに対して、ROOT で下のようなプログラムを実行すると、図 33 のようなグラフが得られる。黒のグラフ (delta1-2)、赤のグラフ (delta2-3)、緑のグラフ (delta3-4) はそれぞれ、図 24(24 ページ) の熱電対 1-2 間、熱電対 2-3 間、熱電対 3-4 間の温度差に対応している。

delta12、delta23、delta34 の計算式の最後に 0.154272 などの数値が足し引きされているが、これらの数値が temp3(つまり熱電対 2 の測定値) などの較正值である。

Listing 2: 1 秒毎の熱電対 1-2 間、2-3 間、3-4 間の温度差をプロットするプログラム

```

2 {
3 #include <fstream>
4 c19=new TCanvas("c19","c19",200,100,700,500);
5
6
7 //
8 int dummy;
9 double timestamp2[400000];
10 double temp1[400000],temp2[400000],temp3[400000],temp4[400000],temp5[400000],temp6[400000],
    temp7[400000],temp8[400000],temp9[400000];
11 double delta12[400000],delta23[400000],delta34[400000];
12
13 int n = 0;
14
15 ifstream fin("TC08_2019_11_22_12_26.dat");
16 //char line[25554]
17 //fin.getline(line,sizeof(line)); // skip the 1st dummy line
18 while (fin >> dummy >> temp1[n] >> temp2[n] >> temp3[n] >> temp4[n] >> temp5[n] >> temp6[
    n] >> temp7[n] >> temp8[n] >> temp9[n]){
19     delta12[n] = temp2[n] - temp3[n] - 0.154272;
20     delta23[n] = temp3[n] - temp4[n] + 0.154272 - 0.305021;
21     delta34[n] = temp4[n] - temp5[n] + 0.305021 - 0.536085;
22     timestamp2[n]=(double)n;
23
24     n++;
25
26 }
27
28 fin.close();
29
30
31 //
32 //gPad->SetLogx();
33 //gPad->SetLogy();
34 leg = new TLegend(0.73 ,0.6 ,0.92,0.93,"temperature");
35 tempera1= new TGraph(n,timestamp2,delta12);
36 tempera2= new TGraph(n,timestamp2,delta23);
37 tempera3= new TGraph(n,timestamp2,delta34);
38 tempera1->SetLineColor(1);
39 tempera2->SetLineColor(2);
40 tempera3->SetLineColor(3);
41 tempera1->GetXaxis()->SetTitle("time(s)");
42 tempera1->GetYaxis()->SetTitle("temperature(Celsius)");
43 tempera1->Draw("AL");
44 tempera2->Draw("SAME");
45 tempera3->Draw("SAME");
46 tempera1 -> SetMaximum(25.0);
47 tempera1 -> SetMinimum(0.0);
48
49     leg->AddEntry(tempera1, "delta1-2","l");
50     leg->AddEntry(tempera2, "delta2-3","l");
51     leg->AddEntry(tempera3, "delta3-4","l");
52 leg->SetFillColor(10);
53 leg->SetBorderSize(0);
54 leg->Draw();
55
56 }

```

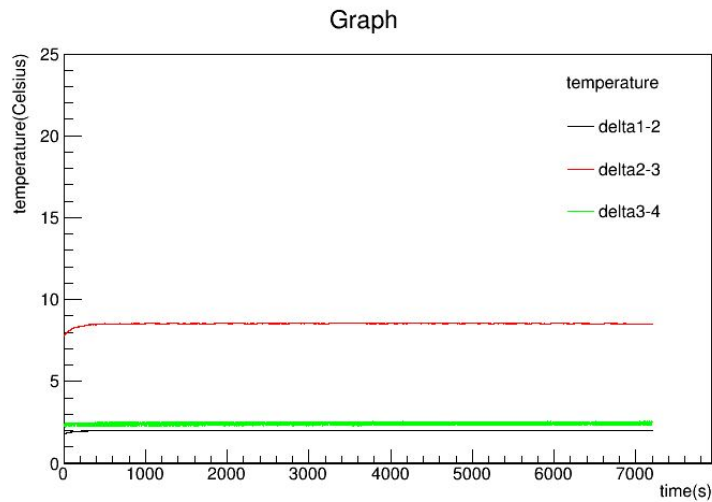



図 33: 2 時間運転した際のグラフ。

図 33 のように 1 時間 (3600 秒) の時点では十分に定常状態になっているため、基本的には 1 時間測定を行い、最後 60 秒間の熱電対 2-3 間の平均温度差をコインサンプルの上下に生じた温度差として熱伝導率を計算した。平均温度差の計算では次のようなプログラムを ROOT で実行した。

Listing 3: 平均温度差の計算用プログラム

```

1
2 {
3 #include <fstream>
4 c19=new TCanvas("c19","c19",200,100,700,500);
5
6
7 int dummy;
8 double timestamp[31000];
9 double temp11[31000],temp21[31000],temp31[31000],temp41[31000],temp51[31000],temp61[31000],
10 temp71[31000],temp81[31000],temp91[31000],T2[31000],T3[31000];
11 double deltaave[31000];
12 double average,sum;
13
14 int n = 0;
15
16 ifstream fin("TC08_2019_11_22_12_26.dat");
17 while (fin >> dummy >> temp11[n] >> temp21[n] >> temp31[n] >> temp41[n] >> temp51[n] >>
18 temp61[n] >> temp71[n] >> temp81[n] >> temp91[n]){
19 T2[n] = temp31[n] + 0.154272;
20 T3[n] = temp41[n] + 0.305021;
21 timestamp[n]=(double)n;
22
23 if(n == 3600) break;
24
25 n++;
26
27 }
28
29 fin.close();
30
31 for ( n=0; n<3600; n=n+1 ){
32 deltaave[n] = T2[n] - T3[n];
33
34 }
35
36 sum = 0.0;

```

```

34     for ( n=3540; n<3600; n=n+1 ){
35         sum = sum + deltaave[n];
36     }
37
38     average = sum / 60.0;
39
40     std::cout << "average=" << average;
41
42 }

```

3.4 コインサンプルの作成

熱伝導率は(1)式(21ページ)より、サンプルの底面積と厚み、ヒーターの与熱量、サンプルの上下に生じる温度差から算出するため、サンプルは底面積と厚みを正確にコントロールして作成する必要がある。本研究では熱伝導接着剤の熱伝導率を測定するが、測定器に接着剤を直接塗布することはできないため、2枚のアルミニウムコインを熱伝導接着剤で接着してコイン状のサンプルを作成することにした。アルミコインを使用するのは、熱伝導接着剤の熱伝導率1~2 W/m/Kに対して、アルミニウムの熱伝導率236 W/m/Kが十分に大きく、作成したコインサンプルを測定器に挟み温度勾配を発生させたときに生じるコインサンプルの上下の温度差が熱伝導接着剤のみによって生じたものとみなすためである。

コインサンプル作成の方法について、アルミニウムコインの作成と熱伝導接着剤の塗布の2工程に分けて説明する。

3.4.1 アルミニウムコインの作成

本研究では基本的に0.5 mm厚のアルミ板から図34の丸抜きカッターを用いて直径12 mm(113 mm²)に打ち抜いたアルミコインを利用した。



図34: 丸抜きカッター

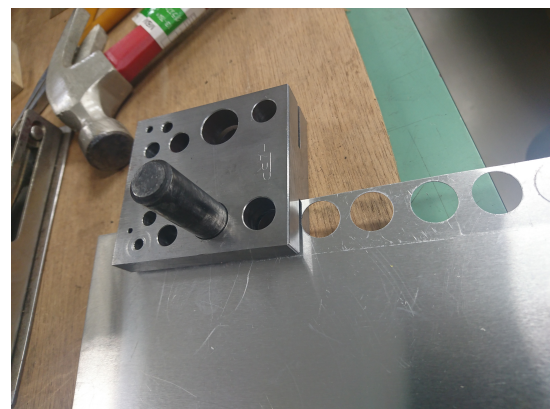


図35: アルミ板をはさみ、各ホールサイズに対応した鉄芯を入れてハンマーで打ち抜く



図 36: 厚さ 0.5 mm で打ち抜いたアルミニウムコイン

打ち抜いたアルミコインの縁にはバリがついている。そのため、研磨剤を用いて両面を十分に研磨した。研磨後、お湯と中性洗剤で研磨剤を洗い流して水分をふき取ってから、マイクロメーターで図 37 に示した 5 点の厚みを測定し、その平均値をアルミコインの厚みとした。マイクロメーターの最小目盛は 0.01 mm であり、目測にて 0.001 mm 刻みで読み取った値を記録している。

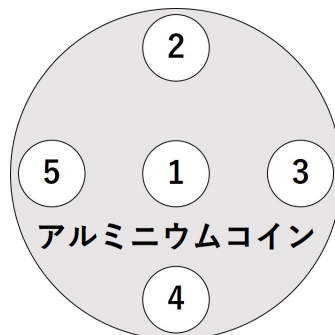


図 37: ①～⑤の位置の厚みを測定した

また、0.2 mm 厚のアルミコイン (既製品) を九州大学から複数枚入手できたため、これを用いて作成したコインサンプルもいくつかある。

3.4.2 熱伝導接着剤の塗布

コインサンプルはアルミコイン 2 枚を熱伝導接着剤で接着して作成するが、硬化するまでの間のコインサンプル全体の高さをコントロールして上下の面が平坦になるようにする必要がある。そのため、平坦な板の上にスペーサーと接着剤を塗布したアルミコインを置き、その上からもう 1 枚の平坦な板を重ねることで、ねらった高さまで接着剤の層が押しつぶされるようにした。接着剤の厚みは基本的に 0.2 mm をねらったため、厚さ 0.5 mm のアルミコイン 2 枚と合わせてコインサンプル全体の全体の高さは 1.2 mm になるように厚さ 0.3 mm のシリコン板を 4 枚重ねたものを

スペーサーとして用いた (厚さ 0.2 mm のアルミコインを用いた場合はシリコン板 2 枚を重ねてスペーサーとし、全体の高さが 0.6 mm になるようにした)。使用した熱伝導接着剤の粘度があまり低くはなかったため、上側のアルミコインの重さによって熱伝導接着剤の層が押しつぶされるということはほとんどなかった。

熱伝導接着剤の塗布量は体積が 22.6 mm^3 (底面積が 113 mm^2 、高さが 0.2 mm) となるように、使用した接着剤の密度から塗布すべき質量を計算した。アルミコインへ塗布する際は、精度が 0.001 mg の質量計で塗布量を測定した。硬化後、コインサンプルの側面からあふれ出ている接着剤があれば、コインの側面に沿ってカッターで削り取った。

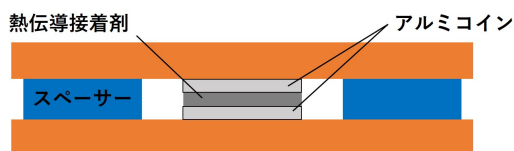


図 38: コインサンプルの高さ調節



図 39: 平坦な銅板の上にスペーサー (3 点) とコインサンプル 2 枚を乗せているところ。この上にもう 1 枚の平坦な銅板を乗せる。

3.5 測定環境

図 23(24 ページ) の測定器を用いる場合は、空気への放熱による熱量のロスを抑制するために、真空槽内で測定を行うのが理想的であると考えられる。しかし、適した真空槽が用意できない期間が多かったため、本研究では恒温槽内での測定と真空槽内での測定を行っている。

3.5.1 恒温槽での測定環境

恒温槽内で測定を行う場合は、ペルチェ素子の排熱を空冷にて行った。図??のようにペルチェ素子下部に空冷用ヒートシンクとファンを設置した。測定器の底面とペルチェ素子 2 枚、ヒートシンクがしっかりと接触するよう、測定器の上に重りを乗せることで圧着した。ヒートシンクとペルチェ素子、ペルチェ素子同士の間には熱伝導グリースを塗ってある。また、恒温槽内は空気の対流が大きいため、測定器の周りを発泡スチロール版で作成した防風ボックスで囲うことで、測定器周りの対流を抑えるようにしている。さらに、ボックスとヒートシンクとの間に若干の隙間があるため、それを覆うように断熱シートを巻いた。

熱電対は TC-08 に接続する。TC-08 は PC に接続し、毎秒各熱電対の測定温度を読みだし記録する。ヒーターとペルチェ素子、ファンはそれぞれ電源装置に接続する。配線は恒温槽上部にある穴を通す。さらに、恒温槽内の湿度をモニターするために、湿度計を恒温槽内に入れる。

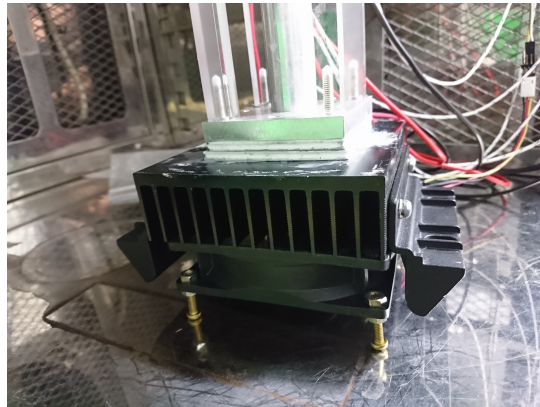


図 40: 下からファン、ヒートシンク、ペルチェ素子 2 枚、測定器となっている

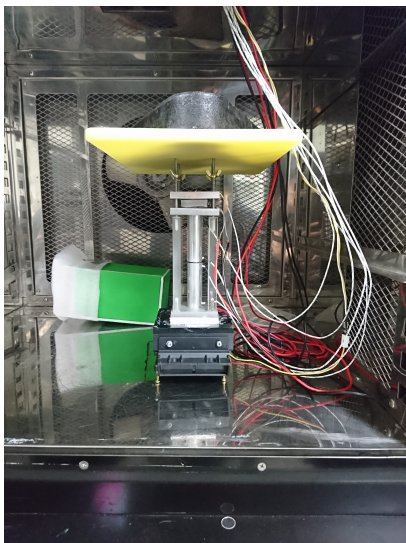


図 41: おもりは 4 本のねじの上に乗っている。



図 42: 防風ボックスと断熱シートをかぶせた状態

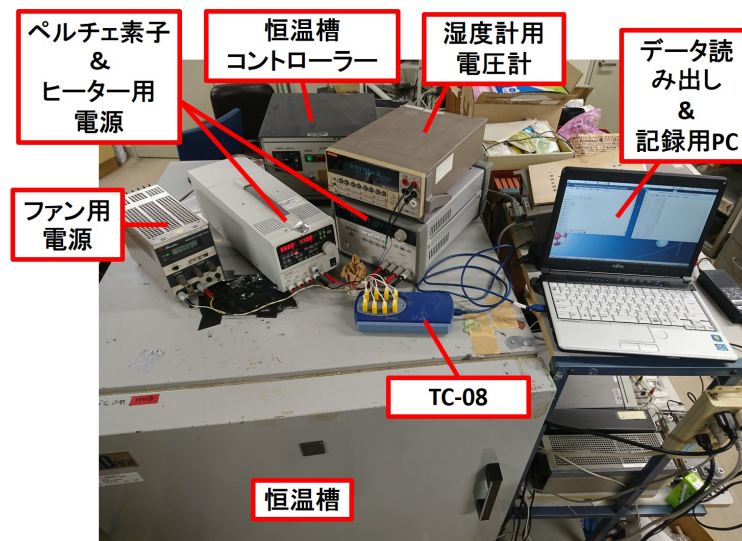


図 43: 電源装置などの配置

3.5.2 真空槽での測定環境

真空槽内で測定を行う場合は、ペルチェ素子の排熱を水冷にて行う。ペルチェ素子下部に水冷用ヒートシンクを設置する。測定器の底面とペルチェ素子 2 枚、放熱板がしっかりと接触するよう、図??のように測定器、ペルチェ素子、ヒートシンクをクランプで押さえつける。真空槽内では熱伝導グリースが使えないため、代わりとしてグラファイトシートをヒートシンクとペルチェ素子、ペルチェ素子同士の間挟んだ。

配線は温度測定用の熱電対が 12 本 (2 本で 1 対なので 6 対分) とヒーターの電力供給用導線が 2 本、ペルチェ素子 2 つ分の電力供給用導線が 4 本で計 18 本の導線に加え、水冷用のチューブが 2 本ある。これらを真空シールを通して真空槽内に入れる。水冷用チューブは図??のチラーにつながっており、チラーは-5 °Cで運転した。

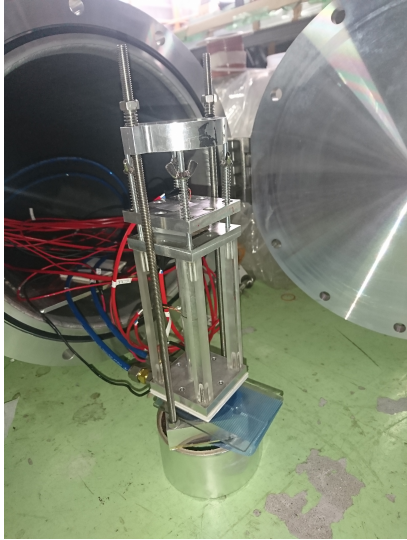


図 44: 1 番上のアルミブロックはバネにのみ抑えられており、クランプは測定器全体をペルチェ素子とヒートシンクに押し付けている。

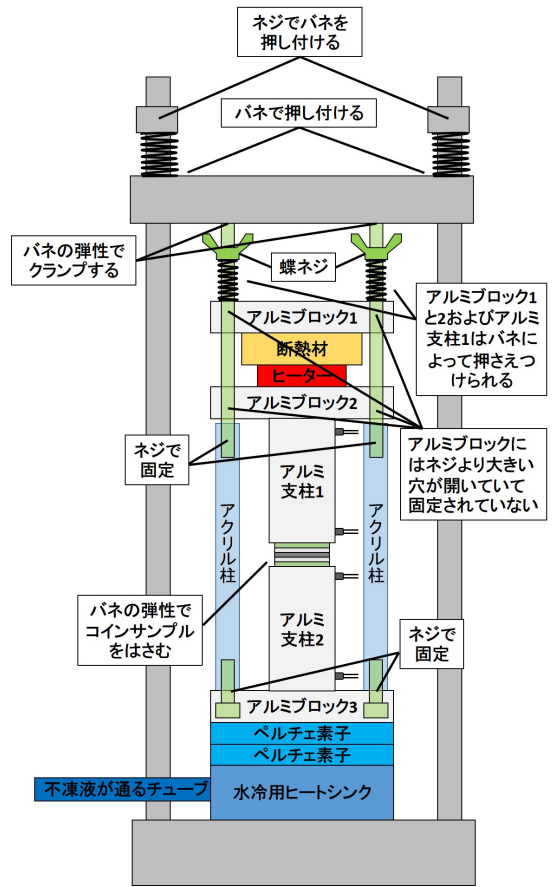


図 45: クランプによる圧着の概要図



図 46: 真空槽

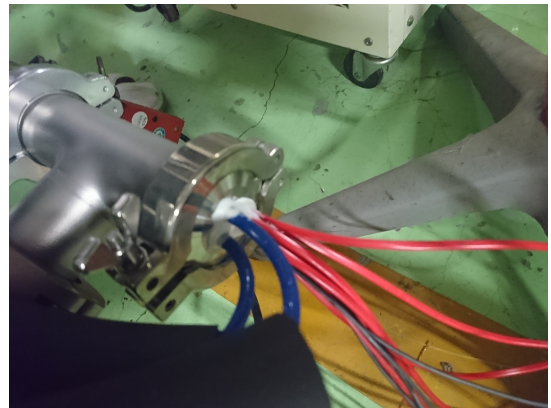


図 47: 真空シール

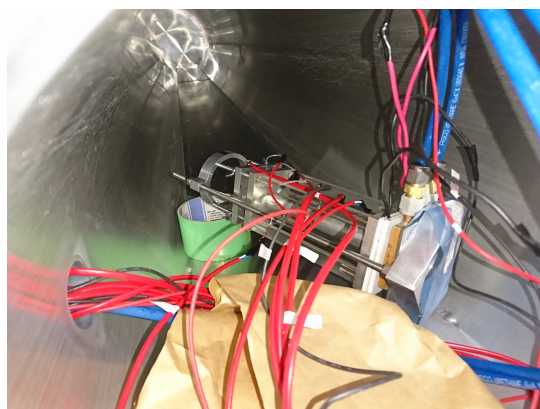


図 48: 熱伝導率測定器は横にして真空槽に入れる。金属部が真空槽の内壁に接触しないように筒で支えてある。

4 測定結果

本研究で熱伝導率測定を行った熱伝導接着剤は SE4445 CV(様々な問題が発生し実際には測定できなかった) というシリコン系のものと、Stycast 2850FTJ、EG7655 LV というエポキシ系のもので、どちらも 2 液混合型のものである。各接着剤についての製品情報としてテクニカルデータシートに記載の各種測定値を以下の表にまとめる。SE4445 CV は加熱硬化推奨のため、室温での硬化時間が記載されていないが、常温で 3 日以上硬化させて使用した。また、EG7655 LV はオリジナルの EG7655 をベースに粘度を低くしたものを特注したものであり、その詳細については不明である。

表 5: 各種接着剤の TDS に記載の値

	SE4445 CV	Stycast 2850FTJ	EG7655 LV
熱伝導率 (W/m/K)	1.34	1.47	1.70
粘度 (mPa・s)	15,025	90,000	-
ポットライフ (min)	300	30	-
硬化時間 (時間@ 温度)	45 min @ 125 °C	16 h~24 h @ 25 °C	-
絶縁破壊強度 (kV/mm)	5	14.4	-
密度 (g/cm ³)	2.36	2.29	-

熱伝導率測定の結果については真空槽での測定結果がより信頼できるデータであると考えてはいるが、測定のはほとんどは設備の都合により恒温槽内での測定である。そのため、恒温槽内での測定も含め熱伝導率測定での試行錯誤などについても報告する。

4.1 恒温槽での測定結果

本研究室では熱伝導率測定に適した真空槽を用意できなかったため、恒温槽内での熱伝導率測定を行った。恒温槽を用いるのは、測定環境の温度を一定に保つためである。

4.1.1 熱伝導テープの熱伝導率測定

測定の初期段階では本研究室に保存してあった SE4445 CV を用いて作製したコインサンプルで熱伝導率測定を始めたが、SE4445 CV は硬化後も柔らかい状態であるため、何度か測定をしていると押しつぶされてコインサンプルの側面からはみ出してしまうという事態になった。

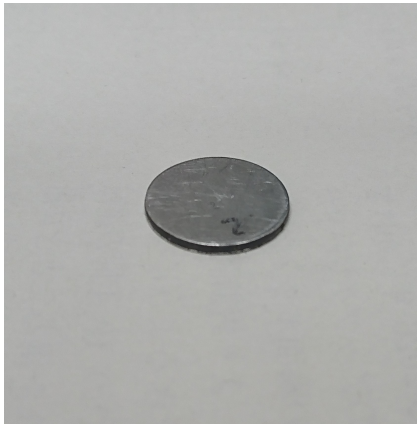


図 49: SE4445 CV で作製したコインサンプル 図 50: はみ出してしまった SE4445 CV(左のサンプルとは別サンプル)

そこで、SE4445 CV の代わりに扱いやすい熱伝導テープを用いてコインサンプルを作製し、熱伝導テープの熱伝導率を測定することで測定機の性能を試験することにした。また、コインサンプルとアルミ支柱の間に挟む熱伝導シートも熱伝導テープとしていた (図 52)。

使用した熱伝導テープの特性については表 7 にまとめる。熱伝導テープは図 34(33 ページ) の丸抜きカッターを使用してアルミコインと同じサイズに打ち抜いた。熱伝導テープは柔らかいため、0.5 mm のアクリル板 2 枚でテープをはさむことで補強して打ち抜くようにした。

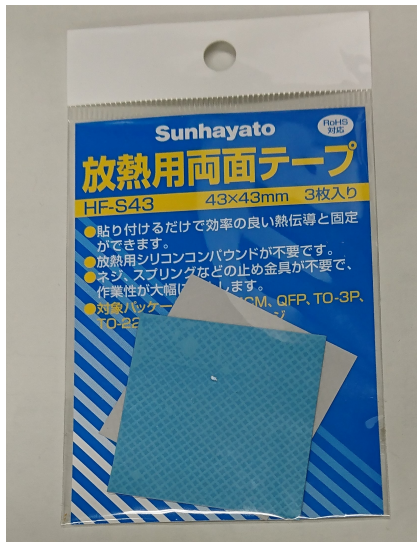


図 51: 熱伝導テープ

熱伝導テープ
アルミコイン
熱伝導テープ
アルミコイン
熱伝導テープ

図 52: 熱伝導テープで作成したサンプル。

表 6: 熱伝導テープの特性

製品名	サンハヤト 放熱用両面テープ HF-S43
厚さ	0.15 mm
熱伝導率	0.5 W/m/K
剥がれ強度	0.862 MPa

この測定では、図 22(23) に示したようにあらかじめ熱伝導シートによって生じる温度差を測定測定しておく必要はなく、コインサンプルの上下に生じた温度差が熱伝導テープ 3 枚によって生じた温度差であると考えて熱伝導率を算出することができる。実際に測定して得られたグラフを例として 1 つ挙げる (図 53)。この測定では、ヒーターの与熱量を 6.19 W → 5.11 W → 4.12 W → 3.21W → 2.40W と順に下げて測定を行っている。また、実際に測定した熱伝導テープ 3 枚の厚さ (図 52 のコインサンプル全体の厚さからアルミコインの厚さを引いた値) は 0.54 mm であった。熱伝導テープ表面の接着剤の層は柔らかさがあるため、測定中押しつぶされて厚さが 0.54 mm 以下になる可能性があるが、測定中のコインサンプルの厚さ測定はできなかった。

各与熱量でのコインサンプルの上下に生じた温度差とその値から算出した熱伝導テープの熱伝導率は表 7 のようになる。熱伝導テープの厚さは 0.54 mm として熱伝導率を算出するが、表には測定中熱伝導テープがサンハヤトが記載した特性値の厚さまで押しつぶされていた場合 (つまり、3 枚の厚さが 0.45 mm となっていた場合) の熱伝導率も載せておく。

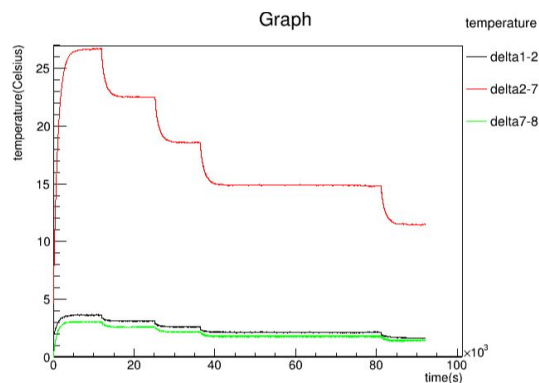


図 53: delta2-3 のグラフがコインサンプルの上下に生じた温度差を示している。測定中に 5 回与熱量を変えているため、5 回定常状態に達している。

表 7: 各与熱量で生じた温度差と算出された熱伝導率

与熱量 (W)	6.19	5.11	4.12	3.21	2.40
温度差 (°C)	26.7	22.5	18.6	14.9	11.5
テープ 3 枚の厚さが 0.54 mm の場合の熱伝導率 (W/m/K)	1.11	1.08	1.06	1.03	1.00
テープ 3 枚の厚さが 0.45 mm の場合の熱伝導率 (W/m/K)	0.92	0.90	0.88	0.86	0.83

このように、熱伝導テープの熱伝導率は 1 W/m/K となり、特性値の 0.5 W/m/K より大きく算出された。与熱量が大きいほど熱伝導率が大きく算出されるのは、与熱量の大きさに応じて、アルミ支柱での放熱が大きくなるからではないかと考えられる。アルミ支柱での熱損失が大きいとコインサンプルに与えられる熱量がヒーターの熱量よりも小さくなるため、コインサンプルの上下に生じる温度差も小さくなり、熱伝導率は実際より大きく算出される。

この結果より、恒温槽内では測定器から空気中への熱伝達による熱損失があるため、真空槽内での測定が好ましいと考えられる。

4.2 真空槽での測定結果

恒温槽内での測定を踏まえて、真空槽での測定を試すため、高エネルギー加速器研究機構が所持する真空槽を使用させていただくことにした。

真空槽内での測定は、ヒーターを常に 11 W で運転させて行った。

実際に熱伝導テープの熱伝導率を測定し始める前に、サンプルをはさむ力、つまり、測定器上部のバネの押し付け具合はどの程度がいいのかを考慮していなかったため、バネの縮め具合による測定結果の違いを調べることにした。使用したバネの特性は表 tab:Spring にまとめる。

表 8: バネの特性

材質	ステンレス
線径	0.5 mm
外径	6.0 mm
自由長	35 mm

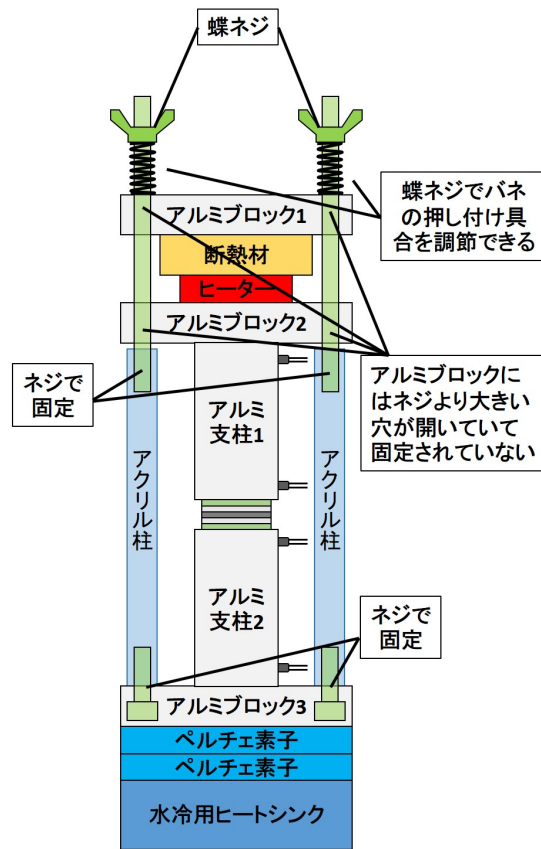


図 54: コインサンプルを押し付ける力はバネの縮め具合で調節できる。

測定機に挟むコインサンプルには図??のようなアルミコインの両面に熱伝導テープを張り付けたものを使用し、バネを 15 mm 押し縮めた場合と 20 mm 押し縮めた場合でそれぞれ測定を 3 回ずつ行った。計 6 回の測定はすべて同サンプルを用いて行い、1 回の測定毎に一度サンプルを支柱から取り除いて再度挟み込むという操作をしている。結果は、図 55,56 のようになった。

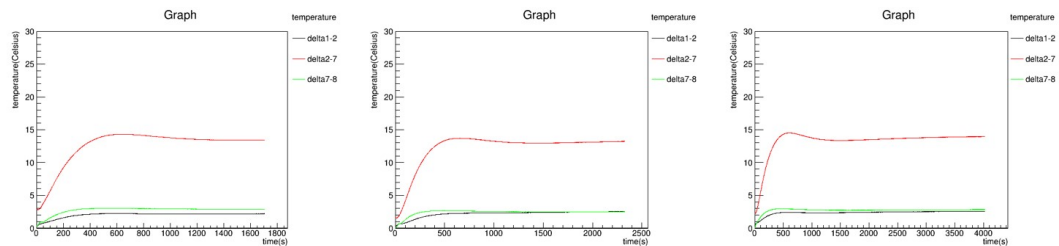


図 55: バネの押し縮め 15 mm での測定

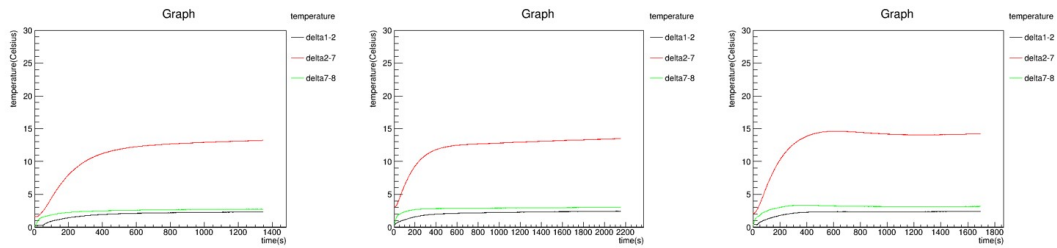


図 56: バネの押し縮め 20 mm での測定

どの結果もコインサンプルの上下に生じる温度差は 13~14 °C 程度となり、バネの押し縮め具合は 15 mm~20 mm の間では測定結果にほとんど影響しないと考え、以降の測定では、バネを 20 mm 押し縮めて行うことにした。

滞在時間の都合上、1 回の測定が 1 時間未満となっており、十分に定常状態に達していないため、熱伝導率の正確な測定はできないが、温度差が 13~14 °C の場合の熱伝導率は表 9 のようになる。

表 9: 熱伝導テープの推定熱伝導率

温度差	13 °C の場合	14 °C の場合
熱伝導テープの厚さが 0.36 mm の場合	0.49	0.45
熱伝導テープの厚さが 0.30 mm の場合	0.41	0.38

この結果より、熱伝導テープの熱伝導率は特性値の 0.5 W/m/K より 0.01~0.1 W/m/K 程度小さい値と推定できる。

使用していた熱伝導テープの表面には格子状の溝のような構造がついており、接着した際に接着面全体が接着していない可能性があることが考えられる。実際の接着面積が想定より小さい場合、(1) 式 (21 ページ) より、面積 S の値を小さくすることで熱伝導率は大きく算出される。

熱伝導テープ表面の溝に加えて、熱伝導テープは接着力が強く、アルミ支柱などに接着面が付着してしまい同サンプルでの複数回の測定に向いていないという問題も発生していたため、接着力の弱い熱伝導シートを使用して熱伝導率の測定を行うことにした。

以降の測定に使用した熱伝導シートの特性について表 10 にまとめる。



図 57: 熱伝導シート

表 10: 熱伝導シートの特性

製品名	サンハヤト 熱伝導シート HF-SC441
厚さ	1.0 mm
熱伝導率	5.0 W/m/K
剥がれ強度	0.0048 MPa

熱伝導シートはこれまで使用していた熱伝導テープと比較して引きはがし強度が 1/180 程度と
はがれやすく、同サンプルでの複数回の測定に向いているという特徴がある。また、熱伝導シート
を用いた測定では 3.2 章で示した方法により熱伝導率を算出している。

4.2.1 熱伝導シートを用いた各熱伝導接着剤の熱伝導率測定結果

真空槽内で最終的に熱伝導率を測定したサンプルを表 11 にまとめる。照射後のコインサンプル
が半径 6.35 mm、厚さ 0.2 mm のアルミコインで作成されていたため、照射前のコインサンプル
も同様のアルミコインを九州大学より入手して作製した。

表 11: 測定を行った熱伝導接着剤

熱伝導接着剤	テクニカルデータシート記載の熱伝導率 (W/m/K)	照射量 (1MeV · n_{eq}/cm^2)	Gy 換算 (MGy)	測定したサンプル数 (個)
Stycast 2850FTJ	1.47	未照射	-	2
〃	〃	3.0×10^{15}	2	1
〃	〃	1.0×10^{16}	7	1
EG7655LV	1.7	3.0×10^{15}	2	2
〃	〃	1.0×10^{16}	7	2

SE4445 CV については照射前のサンプルは図 50(50 ページ) のようになり測定できず、照射後のサンプルについては、接着力がほとんどなくなっておりアルミコインがはがれてしまったため測定できていない。また、EG7655 LV については照射後のサンプルは測定したが、未開封の接着剤が入手できず照射前のサンプルを作成できなかった。

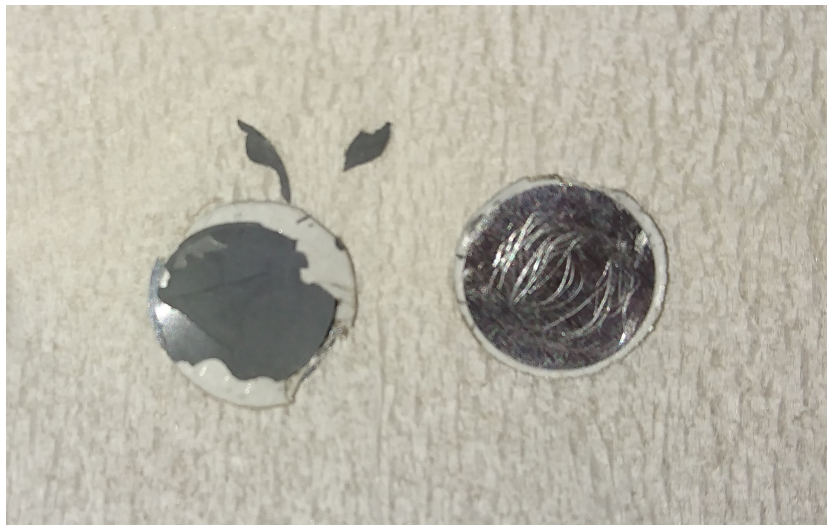


図 58: 割れて剥がれた SE4445CV(左)

実際の熱伝導率算出の過程について、照射前の Stycast 2850FTJ の温度測定結果を例に再度説明する。

まず、コインサンプルと支柱の間に挟む熱伝導シートによって生じる温度差 ΔT_1 を測定する。同じ熱伝導シートを用いて 5 回測定し、その平均温度差と標準誤差を求めた。

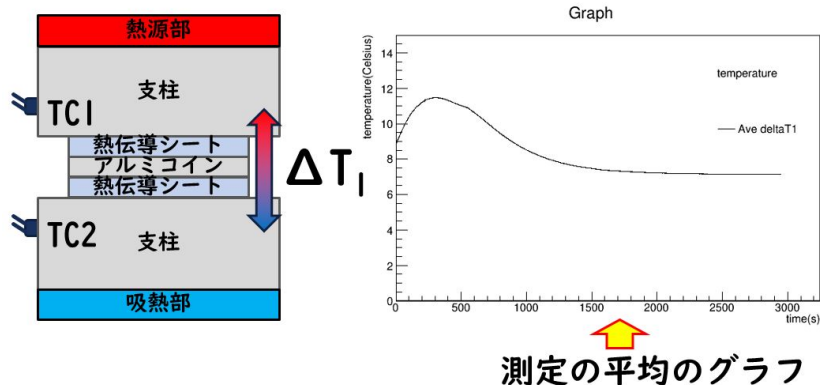


図 59: ΔT_1 の測定

平均温度差 ΔT_1 : 7.12 ± 0.16 °C

次に、Stycast 2850FTJ で作成した照射前のコインサンプルを図 60 のようにはさんで 5 回測定し、その平均温度差 ΔT_2 と標準誤差を求めた。

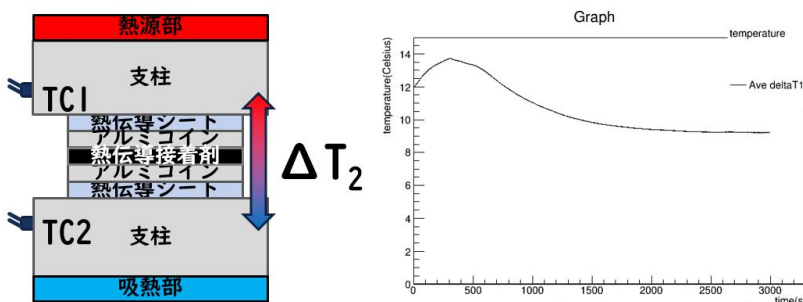


図 60: ΔT_2 の測定

平均温度差 ΔT_2 : 9.54 ± 0.23 °C

これらの結果から、照射前の Stycast 2850FTJ によって生じた温度差 ΔT は次のように求められる。なお、 ΔT の誤差については ΔT_1 と ΔT_2 の標準誤差の平方根の値とした。

$$\text{平均温度差 } \Delta T = \Delta T_2 - \Delta T_1 = 9.54 - 7.12 = 2.42 \pm 0.28 \text{ °C}$$

このサンプルの接着剤の層の平均厚みは $210.8 \mu\text{m}$ であり、ヒーターの与熱量は 2.024 W であったため、これらを (1) 式 (21 ページ) に代入し熱伝導率を算出すると次のようになった。なお、熱伝導率の誤差については、誤差伝播の法則によって導いた。

$$\text{熱伝導率 } C = \frac{Wd}{S\Delta T} = \frac{2.024 \times 210.8 \times 10^{-6}}{1.27 \times 10^{-4} \times 2.42} = 1.39 \pm 0.16 \text{ (W/m/K)}$$

同様に算出した他のサンプルの熱伝導率についても表 12 にまとめる。

表 12: 8 つのサンプルの測定結果

熱伝導接着剤	テクニカルデータシート記載の熱伝導率 (W/m/K)	熱伝導率実測値 (W/m/K)	照射量 (MGy)
Stycast 2850FTJ	1.47	1.39 ± 0.16	-
〃	〃	1.42 ± 0.21	-
〃	〃	0.51 ± 0.02	2
〃	〃	0.57 ± 0.01	7
EG7655LV	1.7	0.83 ± 0.04	2
〃	〃	0.83 ± 0.04	2
〃	〃	0.75 ± 0.05	7
〃	〃	0.84 ± 0.06	7

この結果より、Stycast 2850FTJ は照射により熱伝導率が低下する可能性が考えられる。ただし、Stycast 2850FTJ の照射前のサンプルと照射後のサンプルは別サンプルであり、同サンプルでの照射前後の熱伝導率の変化ではない。

また、EG7655 LV に関しても、照射前のサンプルの測定はできていないものの、照射後サンプルの実測値は 0.8 W/m/K 前後であり、1.7 W/m/K の半分程度しかなく、これも照射による熱伝導率の低下が考えられる。

新型シリコンピクセル検出器に使用する熱伝導接着剤に要求されている熱伝導率は 1 W/m/K 以上であるため、Stycast 2850FTJ と EG7655 LV は要求を満たしていない可能性があるといえる。

4.2.2 CYRIC 照射について

本研究で測定した照射後のサンプルは東北大学 CYRIC にて照射を行ったものである。CYRIC ではプロトン照射を行っているが、本サンプルの照射は日程の都合上短期間で行っていた。短期間で強い照射に当てられたことにより想定外の発熱やアウトガスが発生した結果、サンプルが損傷したのではないかと考えられている。そのため、HL-LHC での実際の測定環境でこれらの熱伝導接着剤が本研究の結果ほど損傷するかどうかについては議論の余地がある。

5 結論

LHC の高輝度化計画に向けた ATLAS 実験用シリコンピクセル検出器組み立てのための熱伝導接着剤の評価として、以下の内容を本論文の結論とする。

- Stycast 2850FTJ の照射前、照射後の熱伝導率を測定した。照射前では 1.4 W/m/K 程度ある熱伝導率が、照射後 0.5~0.6 W/m/K 程度まで低下する可能性があることが分かった。
- EG7655 LV の照射後の熱伝導率を測定した。照射後の熱伝導率が 0.8 W/m/K 程度であり、要求値の 1 W/m/K を満たしていない可能性があることが分かった。
- ただし、照射の条件については実際の測定環境より厳しいものであった可能性があり、Stycast 2850FTJ と EG7655 LV はどちらも新型シリコンピクセル検出器に用いる熱伝導接着剤の候補として残っている。

6 謝辞

本研究を行うにあたり、基礎物理学研究室の高嶋隆一教授にはたくさんのご助言・ご指導をいただきました。

ATLAS-J シリコングループスタッフの東城順治准教授 (九州大学)、外川学准教授 (KEK)、博士研究員の小林大氏 (九州大学) にはお忙しい中大変お世話になりました。また、ATLAS-J シリコングループのスタッフ・学生の皆様にもワークショップやミーティング等でご助言いただき、このような形で修士論文をまとめることができました。

ともに修士として ATLAS-J シリコングループに参加した基礎物理学研究室の村田大樹君にはいろいろな場面で相談に乗っていただくこと、励ましていただくことがありました。本当にありがとうございます。

最後になりましたが、大学院生活をともに切磋琢磨した京都教育大学大学院理科教育専修の皆様、基礎物理学研究室の藤野大地君、6年間の学生生活を支えてくださった家族には大変感謝しております。

参考文献

- [1] 熱電対とは/株式会社八光電機/2020.1.7 閲覧
https://www.hakko.co.jp/qa/qa_0_04.htm