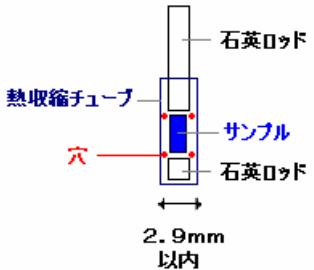


磁化測定 手順 (4.2Kの磁化測定の場合)

2007.06.19 更新 (前田)

手順	備考・注意点
<p>【実験前日の準備】</p> <p>① 液体窒素の準備をする。</p> <p>② ガラスデュワー真空断熱層の真空引き。(油拡散ポンプで1晩引き続ける)</p> <p>③ サンプルの準備 測定するサンプルの質量を計る。_____m g セキエイロッド、熱収縮チューブを使い、直径は2.9φ以内でサンプル棒を作成する。熱収縮チューブにはピンセットの先で小さな穴をあけておくこと。</p> <p>④ デュワーのサンプル層の中にゴミが入っていないか目視して確認し、ゴミが入っていればキレイに掃除をする。</p>	<p>詳しくは付録1参照</p> <p>図1.サンプル棒</p> 
<p>【実験当日の準備】</p> <p>① 窒素桶に液体窒素を入れる。マグネットが十分つかるぐらいまで入れる。</p> <p>② 磁化用クライオスタット(ガンダム)をガラスデュワーにつけ、ゴム・銅線をまき、固定する。</p> <p>③ サンプルのセッティング セキエイロッドの先にサンプルをつけて(熱収縮チューブを使った場合、穴をあけておくこと)クライオスタットにセッティング。サンプルがピックアップコイルの中心にくるように目視で確認し、その位置でのセキエイロッドの長さ(クライオから外に出ている部分の長さ)を測り、およそのサンプル中心を把握しておく。_____mm</p> <p>④ サンプル層の真空引きを行なう。(ロータリーポンプで6Pa ぐらいまで)</p>	

- ⑤ サンプル層の真空引き後、高真空のうちにサンプル層をヘリウムガスで置換する。
- ⑥ ガラスデュワーをマグネットに差し込み固定する。このとき、デュワーがマグネットと接触しないように、穴の中心にくるようにする。
- ⑦ サンプル層をヘリウム回収ラインにつなげ、バルブを開く。このとき、回収ラインに空気が混入しないよう、ラインの内圧を高めてからつなぐようにする。同時に回収メータの記録をする。
- ⑧ クライオスタットに熱電対、磁場・磁化を拾う線をつなぐ。磁化用クライオスタット(ガンダム)の場合、磁化を拾うピックアップコイルの可変抵抗への接続はA BをCにCをA Bに繋ぐ。
- ⑨ デュワーの窒素層に液体窒素を注ぎ、窒素温度まで下がるのを待つ。
- ⑩ サンプル層に液体ヘリウムをトランスファーし、ヘリウム温度まで下がるのを待つ。
- ⑪ 図1のように配線されていることを確認して、PC、DM、アンプ、ログスキーコイル用オシロスコープの電源を入れる。そして、磁場を打ち始める直前にコンデンサーバンクの電源を0番から順番に5番まで立ち上げる。このとき、コンデンサーバンクのマグネット切替スイッチはNo. 2になっていることを確認し、油圧切替レバーを加圧にする。また、マグネット切替スイッチの扉がしっかりしまっていることを確認する。

詳しい手順は付録2参照

Batch-No によって多少異なるが、熱電対の起電力がおよそ 0.5mV になれば窒素温度(77K)、1.6mV になればヘリウム温度(4.2K)に到達している。

コンデンサーバンクの電源は磁場を打ち始める直前に入れること。電源を入れてしばらく磁場を打たないと、エアギャップスイッチが凍ってしまう。また、バンク室のクーラーと扇風機は手順⑫よりも早めに投入しておくのが良い。

マグネット切替スイッチの

	扉がしっかりしまっていないければ、Doorボタンが赤く点灯するので注意して確認する。
<p>【測定をはじめる前に・・・】</p> <p>① PCにログインし、LabView を立ち上げる。サンプル名などの情報を打ち込んだ後はDM設定を行なう。通常はCH1で磁化(dM/dt)、CH2で磁場(dB/dt)を取り込む。CH1のレンジは0.5V(1VFS)に固定し、アンプでレンジを変化させる。CH2のレンジは取り込む磁場の大きさによって設定を変える。Time rateは2μsecにする。他は通常デフォルトのままが良いが、場合によってoffsetの値を変化させる。</p> <p>② Cコイルのバランス調整を行なう。サンプルアウトの位置を決め(目視で決めたサンプル中心の位置+3~5cm)、その位置でのセキエイロッドの長さをメモする。アウト位置で1bank-2kVの磁場をうち、dM/dtのシグナルを見ながらバックグラウンドが平らになるよう、Cコイルの可変抵抗を調節する。</p> <p>③ サンプル中心を出す。目視で決めたサンプル中心の前後で、サンプル位置を1mmずつ変化させ、それぞれの位置で1bank2kVの磁場をうち、信号の強さを見る。位置を横軸に、信号の大きさを縦軸にとってグラフを書いたとき、信号極大の場所をサンプル中心位置とする。その位置でクライオスタット外部に出ているセキエイロッドの長さを測り、サンプルインの位置としてメモする。</p>	<p>サンプルアウトの位置 _____mm</p> <p>磁場のうちかたは下記【測定】を参照</p> <p>アンプのレンジは2mV(500倍)で見てもシグナルがフラットになるぐらいまで行なう。</p> <p>サンプルインの位置 _____mm</p>

【測定】

●パルス磁場を発生させる

① 制御盤でバンク数を選択する。(図A)

コンデンサーバンクは、実験日を6で割った余りの数字のバンクをはじめに選択する。バンク数はサイクリックに増やす。

例：4月17日

$$4 \div 6 = 2 \dots 5$$

よってNo.5のバンクを選択し、増やすときは5→6→1と選ぶ。

② 充電電圧を指定する。(図B)

③ バンク数に合わせて、スタートスイッチとクローバースイッチの時間差（パルス幅）を指定する。(図C)

1bank→3.4msec

2bank→4.5msec

3bank→5.3msec

4bank→6.2msec

5bank→6.9msec

6bank→7.5msec

※CH.6をOFFにすると、負領域まで磁場をふれる。

④ スイッチの空気圧を調整する。(図B)

スタートスイッチ空気圧→制御盤横のグラフを参照
(グラフの範囲よりは少し低めでOK)

クローバースイッチ空気圧→ $0.80 \pm 0.20 \text{ kg/cm}^2$

⑤ 実験室に人がいないこと、実験室の扉がしっかり閉まっていることを確認する。

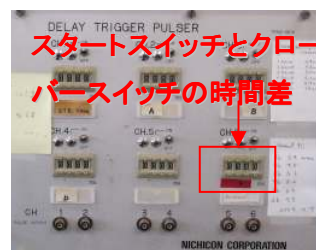
⑥ LabView のトリガーボタンを押しシグナルの取り込み準備が整えば、制御盤の CHARGE ボタンで充電を開始する。充電が完了すればONボタン(充電が完了したらランプが点灯する)でコンデンサーから放電された電流がマグネットに流れ、パルス磁場が発生する。充電を辞めたい時はGNDボタンを押す。(図B)



図A



図B



図C

空気圧調整の詳細は付録3参照

パルス磁場を発生させたあとの待ち時間。

6T(1bank2 kV)→なし

12T(2bank3 kV)→3分

24T(4bank4 kV)→5分

40T(5bank6 kV)→15分

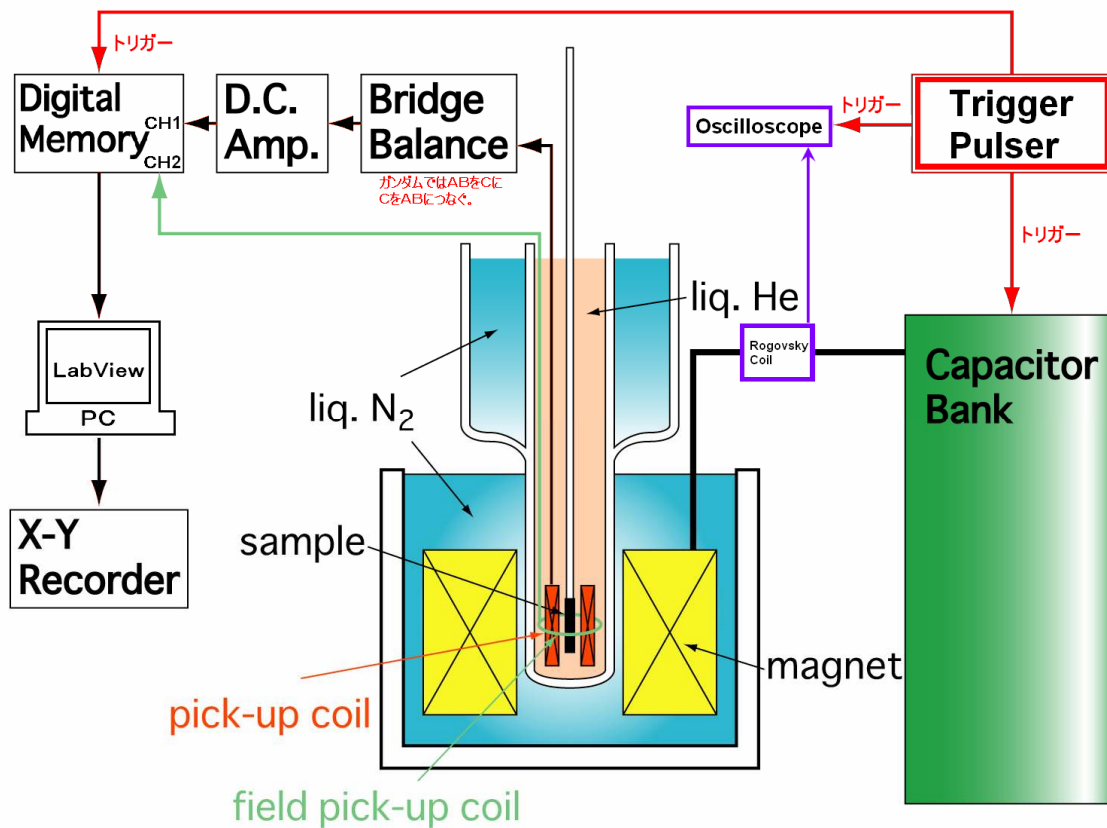
50T(5bank7.5 kV)→25分

磁場信号にノイズが出るときは実験を中断すること！

<p>●シグナルを得る</p> <p>① サンプルアウトの状態では磁化測定を行ない、バックグラウンドのシグナルを得る。</p> <p>② サンプルインの状態では磁化測定を行ない、サンプルからのシグナルを得る。</p> <p>③ ②で得たシグナルにはバックグラウンドのシグナルが含まれるため、LabView 上でサンプルインのデータからサンプルアウトのデータを差し引き、本来のサンプルからのシグナルとする。</p> <p>④ データは時間微分で得られるので、積分して磁化(M)のデータと磁場(B)のデータを出す。データから縦軸磁化 - 横軸磁場の磁化曲線を描く。</p> <p>⑤ 必要ならば得られた磁化曲線をグラフ用紙にアウトプットする。</p>	<p>最大磁場を出したときは、その発生磁場の大きさとロゴスキーコイルの記録を行なう。</p> <p><LabView の操作></p> <p>メモリー 1 に磁化(d M/d t)、メモリー 2 に磁場(d B/d t)が取り込まれる。</p> <p>↓</p> <p>メモリー移動 1,2 を 3,4 へ</p> <p>↓</p> <p>メモリー 1 に磁化(d M/d t)、メモリー 2 に磁場(d B/d t)が取り込まれる。</p> <p>↓</p> <p>メモリー演算 メモリー 1 引くメモリー 2</p> <p>↓</p> <p>↓</p> <p>↓</p> <p>メモリー 1、メモリー 2 をそれぞれリペアパルスして積分。x y ディスプレイでメモリー 2 を x、メモリー 1 を y にとり、磁化曲線を描く。</p> <p>↓</p> <p>レコーダー ON</p>
<p>【測定終了】</p> <p>① コンデンサーの制御版を 1bank2kV の状態にして、5 番の電源を落とす。</p> <p>② スイッチの空気圧調整の赤いバルブを全開にし、③と書いてあるバルブを少し開ける。2 番の電源を落とす。クーラーと扇風機を停止し、1 番の電源を落とす。マグネット切</p>	<p>制御室</p> <p>↓</p> <p>↓</p> <p>バンク室</p> <p>↓</p> <p>↓</p>

り換えスイッチの油圧切り替えレバーを戻りの状態にする。コンプレッサーの水抜きを行なう。	↓ ↓ ↓
③ クライオスタットにつながれている線を抜き、熱電対のスイッチを切る。デューワーをマグネットから抜き出し、ヘリウム層に液体ヘリウムが残っているのを、再び回収ラインにつないでおく。ヘリウム回収メータの記録をする。窒素桶に発泡スチロールのふたをする。	実験室 ↓ ↓ ↓ ↓ ↓
④ 0 番のスイッチを落とし、PC、DM、アンプなどのスイッチを落とす。	制御室

(図 1) 磁化測定のプロックダイアグラム



付録1 真空引き

(i)ロータリーポンプによる真空容器の粗引き。(数分)

1. デュワーとポンプをつなげる
2. ロータリーポンプのスイッチON
3. 真空計ON
4. レバーを粗引き側に倒し、排気を始める。
5. バルブは真空容器から遠い順に開けていく。(まず、ホースとポンプの連結部分のバルブを開き、その後デュワーに付いているバルブをゆっくりと開く。)
6. 1~2 Pa 程度まで引けたら、バルブを真空容器から近い順に閉めていく。(デュワーのバルブを閉め、ホースとポンプの連結部分のバルブを閉める。)

(ii)ディフュージョンポンプによる真空引き(より高真空にする)

1. 冷却ファンをONにする
2. レバーを補助引きにする
3. ディフュージョンポンプのスイッチをONにしヒーター加熱を始める
4. 油が温まるまで15分~30分程度まつ
5. だいたい15分たったら、レバーを粗引きにする
6. 真空容器から遠い順にバルブを開け、ロータリーポンプで引いた真空状態が保たれているか真空計で確認できたら、レバーを補助引きにする。
7. 真空容器内が1~2Pa程度に減圧され、油が十分に暖まれば、ディフュージョンポンプは動作可能になるので、中央のバルブを開けて排気をはじめる。
8. 真空計で真空の具合を確認してから、真空計のスイッチを切り、1晩真空引きを行なう。→0.2Pa ぐらいまで落ちる

(iii)真空引きをやめるとき

1. 真空引きが完了したら、バルブを閉じて真空容器と切り放す。
2. ディフュージョンポンプのスイッチを切り、加熱をやめるが、その後も補助引きと冷却は続けておかなければならない。
3. ボイラー部が十分に冷えたら、レバーを全閉にし、ロータリーポンプを停止し、ロータリーポンプ内の油の逆流を防ぐために、すぐにリークする。
4. 最後に冷却ファンを止める。

ロータリーポンプ(油回転ポンプ)

このポンプは大気圧から動作可能であり、 10^{-2}Pa 台の真空を得ることが可能である。酸の蒸気などを吸わせたりしていると、あまり引かなくなってしまうので注意が必要。

【ロータリーポンプ使用時の注意点】

- 酸性のガスを吸わせてはならない。(酸性ガスを発生する装置につなぐときは NaOH 粒のはいった吸収管を通してつなぐ。)
- 水蒸気や有機物蒸気を吸わせてはならない。(液体窒素またはドライアイス-メタノールで冷却したトラップを通して蒸気を除去する。トラップはしばしば掃除する。)
- ポンプを止めたら、すぐに空気を入れる。リークする。(真空にしたままポンプを止めておくと、ポンプ油が装置に逆流する。)

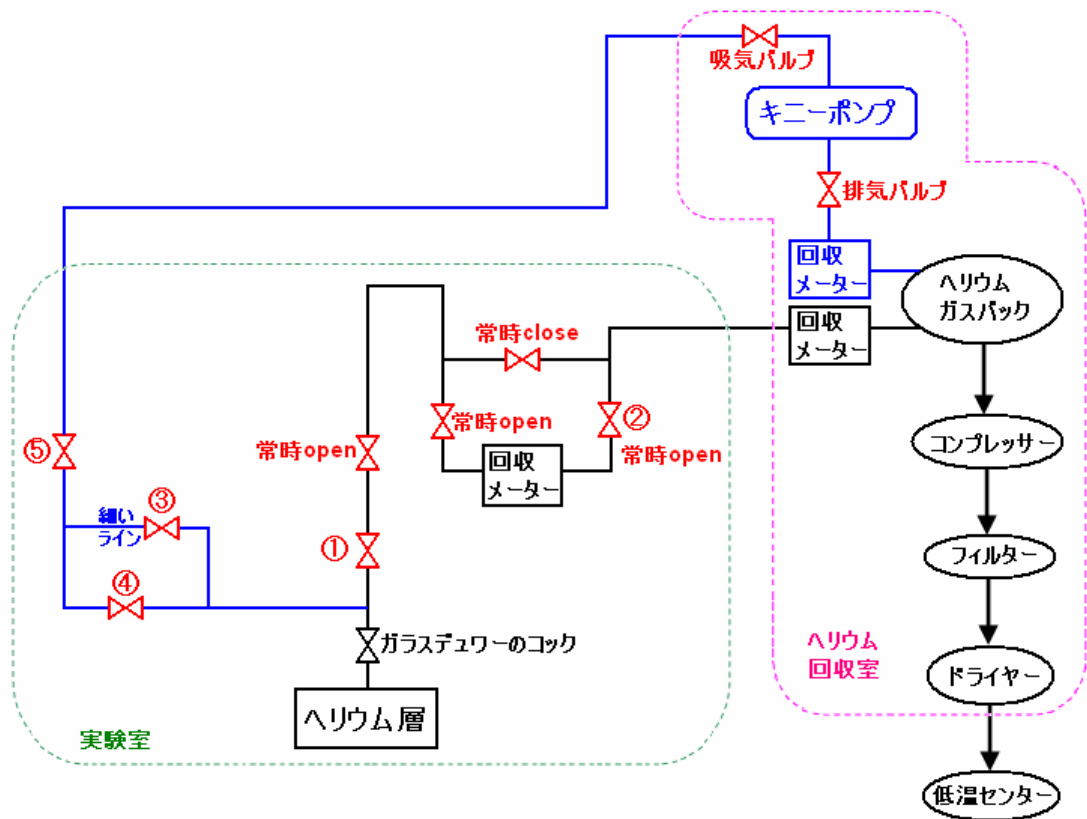
ディフュージョンポンプ(油拡散ポンプ)

油拡散ポンプは臨界背圧がおおむね 100Pa 以下であるために、油回転ポンプを補助ポンプとして使う必要がある。構造が単純である割に排気速度が大きいこと、比較的容易に $10^{-3} \sim 10^{-5}\text{Pa}$ の高真空が得られることから、非常に良く使われ続けているポンプである。

【ディフュージョンポンプ使用時の注意点】

- 回転ポンプを動かし、十分減圧になってから拡散ポンプのヒーターの電源を入れる。
- 冷却水または冷却ファンを動かすのを忘れてはならない。(ヒーターによって油の加熱を開始する前に、本体の壁の冷却が正しく行われているかどうか確認する必要がある。)
- 拡散ポンプが熱いうちに空気を入れてはならない。(油が十分加熱された状態で、大量に気体を導入すると、油が焼きついてしまう。)

付録2 ヘリウム回収ライン



2-1. 実験室内の回収ラインの内圧を上げ、デューワーをつなぐ

1. 上図のバルブ②を close.
2. 液体ヘリウムが入ったベッセルの安全弁と回収ラインにつながるコックを close.
3. ベッセルの風船を数回ポンピングしてベッセル内の圧を上げる
4. 内圧が上がったら、ベッセルの回収ラインにつながる弁を open. これで回収ラインの内圧は上がる。
5. バルブ①を open. ガラスデューワーのヘリウム層を回収ラインにつなげ、コックを open
6. つなぎ終わったら、バルブ②を open. ベッセルの安全弁も open

2-2. キニーポンプでヘリウム層を引き、測定温度を 1.3Kにする

はじめに、キニーポンプの回収メーターの記録をする。また使用者の名前を表示する。

1. ヘリウム回収室内の排気バルブを open
2. メインスイッチ(配電盤)を on
3. キニーポンプのスイッチを on
4. ヘリウム回収室内の吸気バルブを open

5. 実験室内の吸気バルブを close

- A) 回収ラインのバルブ①を close。
- B) キニーポンプにつながるラインのバルブ⑤を open。細いライン上にあるバルブ③をゆっくりと open。(水銀柱を見ながらゆっくりと行う) これが全開したらクライオにバルブ④を徐々に開けていく。

キニーポンプを使い終わったら

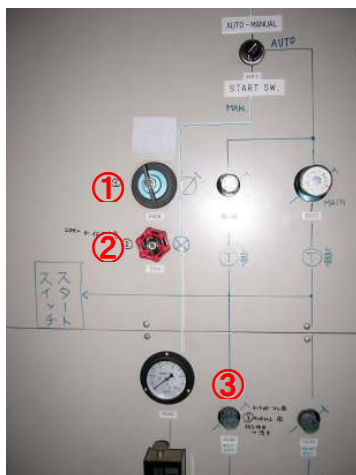
- 6. 実験室内の吸気バルブを全て close し回収ラインのバルブ①を open
- 7. ヘリウム回収室内の吸気バルブを close
- 8. キニーポンプのスイッチ off
- 9. メインスイッチ off
- 10. 排気バルブを close(これは常時 open のままで良い?)

最後にキニーポンプの回収メーターの記録をする。使用者の名前を消す。コンプレッサーの水抜き(実験毎に、最低1日1回)を行なう。

【ヘリウム回収ライン利用の注意点】

- 実験装置にリークが無いか十分確認する。
- 不純物ガスが混入しないように注意を払う。
- 実験の開始時と終了時に回収メーターの記録をする。
- コンプレッサーの水抜きは実験ごとに行なう。(最低1日1回)
- キニーポンプを利用する際は、使用中であることを表示し、他の利用者がいないか確認する。

付録3 エアギャップスイッチの空気圧調整(スタートスイッチ)

低磁場(2bank-3kV)以下の磁場を発生させる場合

バルブ①はゆるめて、バルブ②は全 open にして、バルブ③は少し open。

高磁場を発生させる場合

加圧→バルブ②を open にし、バルブ①を加圧側にまわす。

減圧→バルブ③を open にし、空気を逃がす。

以上の操作で、空気圧を調整する。磁場を発生させるときは、バルブ①はゆるめて、バルブ②③は close。磁場を発生させた後は、バルブ②③open にしバルブ①を加圧側にまわし、スイッチ内の空気を入れ換える。

長い待ち時間の際は常に空気の入れ換えを行なうこと。