

パルス強磁場中 ESR 測定マニュアル

文責：山口 (2010.8.30)

実験準備

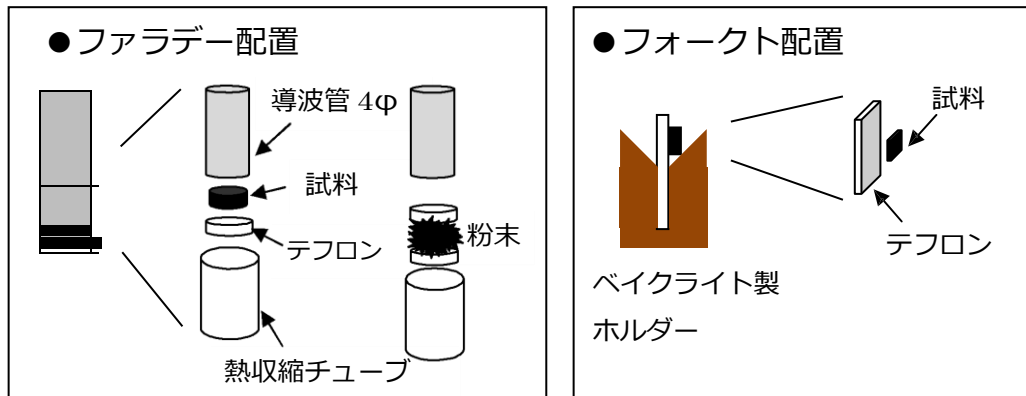
① QMC の予冷

→ QMC 立上用マニュアル参照

② マグネットの準備

1. 桶の底の水を布巾で拭く
2. 乾燥機で桶の中を乾かす
 - ・冷却の際にマグネット内径の水滴が凍りつかないように

③ サンプルセッティング

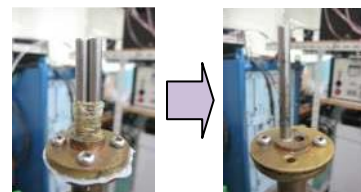


- ・ 試料は真空グリースで固定
- ・ DPPH はテフロン板の試料と反対側の側面に真空グリースで取りつける

④ クライオスタットの準備

1. 前日にガラスデュワーを油拡散ポンプで真空引き
2. 当日ポンプに窒素を投入して一時間程度引き、封じ切り
3. クライオの上部を図のように取り換えて、導波管を窒素ボンベに繋ぎ、窒素ガスを 10 分程流す

- ・ 導波管内のごみや水滴を除去する
- ・ 試料は外して行う



4. 導波管上部にテフロンシートを取り付ける
 - ・ グリースを塗り、ねじ穴をドリル等で開ける
5. He 層の真空引き置換
 - ・ 6 Pa 以下に下がることを確認
 - ・ 試料を直接 He 液体の中に入れる訳ではないので、磁化測定のと看ほどシビアになる必要はない（一回引くだけでもよい）
6. 導波管の真空引き置換（サンプル層）
 - ・ 2 Pa 以下に下がることを確認
 - ・ 2 回目の置換後、圧力計の指針が動き始めたら封じ切る
→ 適当な熱伝導性を持つような圧力
7. ガラスデュワーをマグネットにセットする

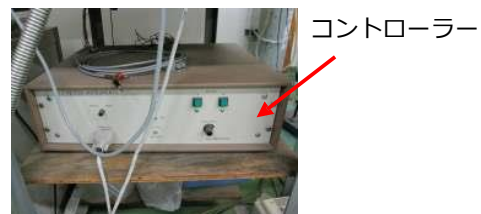
* 真空引きの詳細な手順は「センター磁化測定マニュアル」参照

⑤ 予 冷

1. 桶、ガラスデュワーに N₂ を投入
 - ・ 熱電対が 0.400 mV 程度になるまで待つ（30 分程度）
2. He 投入
 - ・ 熱電対で 4.2 K になったことを確認
 - | | | |
|---|---------|---------------------|
| { | ファラデー配置 | 1.530 mV (No. 9847) |
| | フォークト配置 | 1.570 mV (No. 0050) |
 - ・ フォークト配置の場合は He が入りにくい（～2 時間）
3. 必要であればキニーポンプで He を引いて 1.3 K にする

⑥ FIR レーザーの立ち上げ

1. CO₂ ガスポンベの元栓を OPEN
 - ・ 圧力は変えない(0.1 kgf/cm²)
2. チラーの電源 ON
3. FIR レーザーの電源 ON
 - ・ 鍵を右に回す
4. コントローラーの電源 ON
 - ・ 電源は背面
5. CO₂ レーザー用のポンプ電源 ON
 - ・ コンセントに差し込む
 - ・ V1、V2 を OPEN
6. N₂ トラップと使用ガス設置後、分子ガス用のポンプ電源 ON
 - ・ V3→V4→V5 を OPEN 後、0.06 mbar 以下になったら V6 を OPEN



→V6 はレーザー共振部に繋がるので出来るだけ空気を入れたくない

・ N₂トラップは N₂が無くならないように気をつける

→レーザー内部に揮発した油が入らないように

CO₂ レーザー用ポンプ

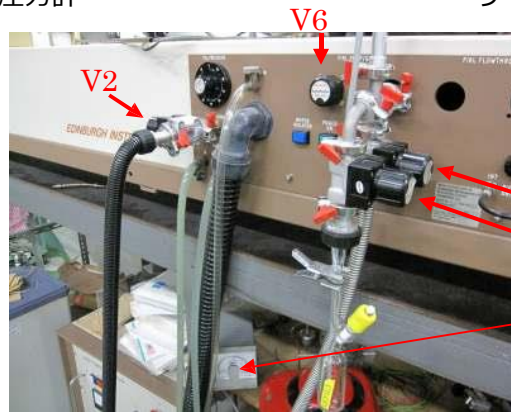


CO₂ ガス用圧力計

分子ガス用ポンプ



リーク用のクイックカップ



V4

V5

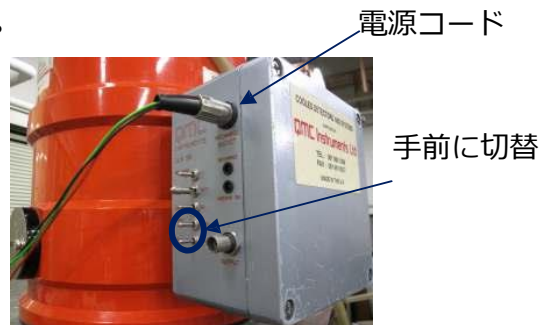
分子ガス用圧力計

⑦ QMC の立ち上げ

1. リフトで持ち上げてマグネットの上に運ぶ
→リフトの台の穴の位置クライオの真上にくるようにする
2. 命綱を 2 か所取りつける
3. 電源コードを写真の位置に取り付け電源 ON + OUTPUT
・出力値 : 1.04 A, 20.0 V
4. 下 2 つのスイッチを切り替える。



QMC 電源

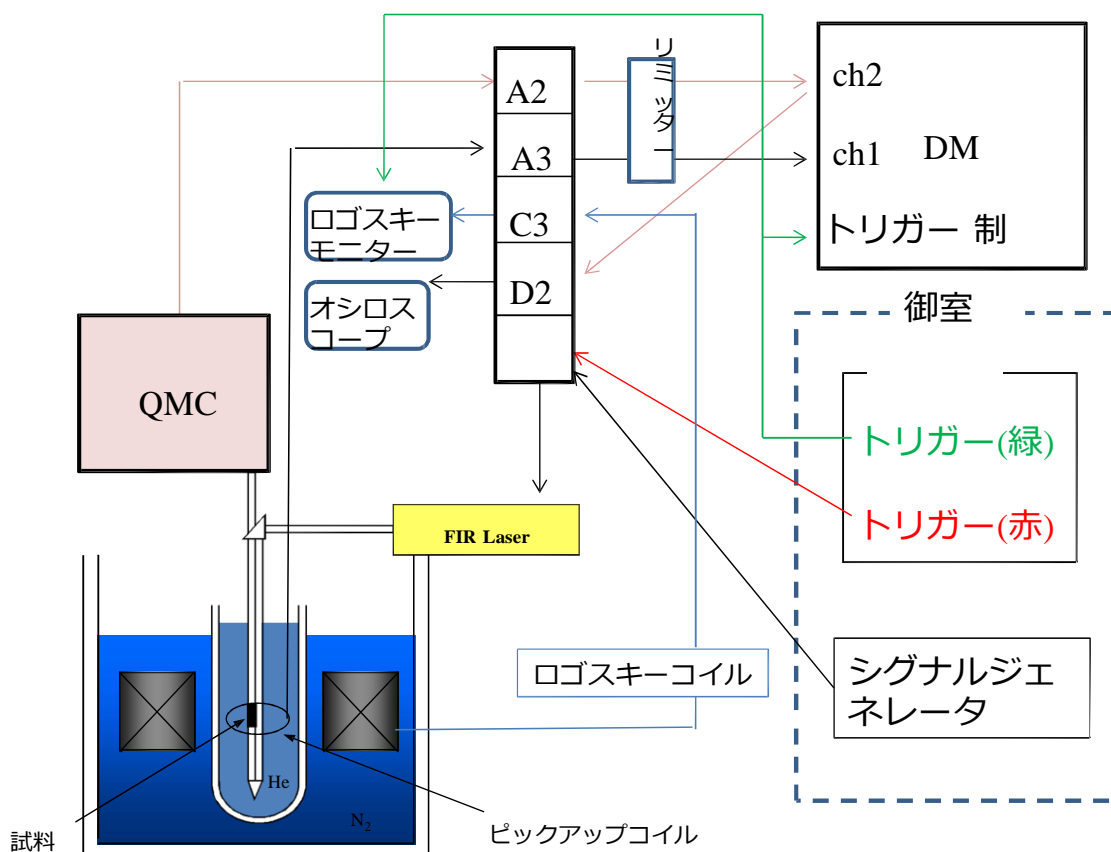


電源コード

手前に切替

⑧ 配線

1. クライオスタット、DM、制御盤、QMC、オシロスコープを下図のように繋ぐ
2. 各種電源を入れる

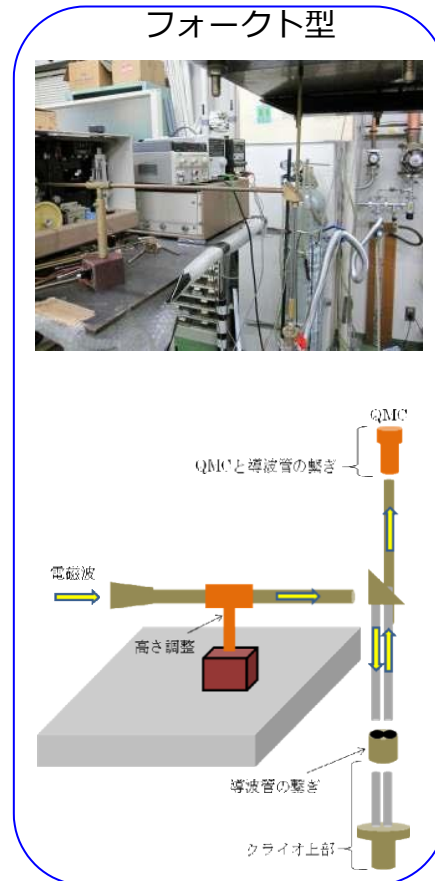
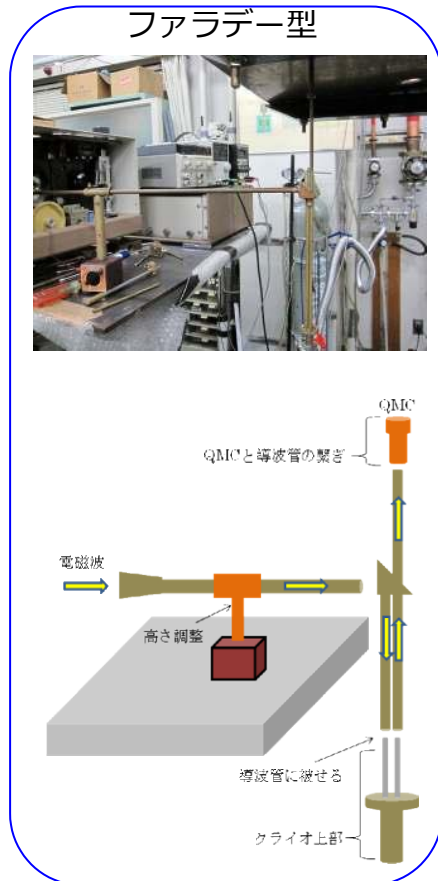


⑨ コンデンサーバンクの立ち上げ

1. エアコンと扇風機をつけて、バンク室の温度を下げる
2. 油圧式スイッチを ESR マグネット(1)に繋ぎ、加圧状態にする
3. エアーコンプレッサーの電源を入れる
4. 制御室配電盤の 5 番を ON して、制御盤の各種電源を ON

実験方法

① 導波管の組み立て



- ・ QMCと導波管の繋ぎ部分は必ずそれようのものを使用する

→マグネットが爆発した際に、導波管が上に持ち上がり QMC の受光部分を破壊することを防ぐ

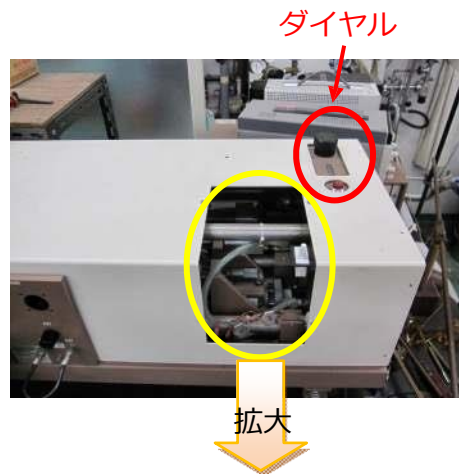
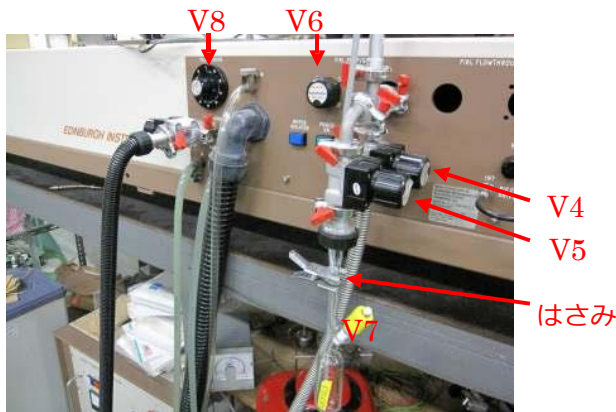
- ・ 導波管の組み立て状態によって発振強度が大きく違ってくる

→発振が余りにも弱い場合は再度調整

② レーザーの発振

1. 発振周波数の設定（「付録 1：FIR レーザー発振周波数設定」参照）
 - ・ レーザー上面の ダイヤル(dial No.) を合わせる
 - ・ レーザー内部の FIR キャビティ を コントローラー で合わせる
2. レーザー電源のカギを押し込み、[READY]（スタンバイ状態）のランプが点灯するのを確認
3. CO₂ レーザーに CO₂ ガスを導入
 - ・ **V8** を右に回して、CO₂ ガス用圧力計の値を 15 mbar にする

4. FIR レーザーに分子ガスを導入
 - V4, V5 CLOSE(順序問わない) → V7を一瞬だけ OPEN → V5を OPEN
5. 分子ガスの圧力を調整する
 - V4を OPEN → 分子ガス圧 0.2 mbar → V4を CLOSE
6. レーザー電源の[ON](白いボタン)を押してレーザー発振！
 - CO₂、分子ガスが入っていない状態でレーザーを発振してはならない
7. レーザーの出力を大きくする
 - CO₂ ガス圧を 28 mbar にする
 - FIR キャビティ、PZT (CO₂ レーザーのキャビティ)の調整
→ FIR キャビティが初期設定値から大きく異なることは無い (±0.01)
 - 分子ガスの入れ替えとガス圧の調整
V4, V5 Close (順序問わない) → V7を一瞬だけ Open → V5 Open → V4 Open → オシロスコープの出力が十分に大きくなったら V4 Close
 - 導波管のカップリングを微調整、レーザー出力窓の真ん中にもってくる



通信



FIR キャビティのメモリ

③ レーザー発振周波数の変更

1. レーザー電源の[OFF](青いボタン)を押してレーザーをストップ
2. **V8** を左に回して CO₂ ガス圧を 0 にする
3. 分子ガスの交換

V4, V5, V6 Close (順序問わない) → はさみを外して分子ガス交換 →
→ **V4, V5** Open (順序問わない) → 0.06 mbar 以下になったら **V6** Open →
→ 20 分くらい待つ

4. [②レーザーの発振]の手順に従う

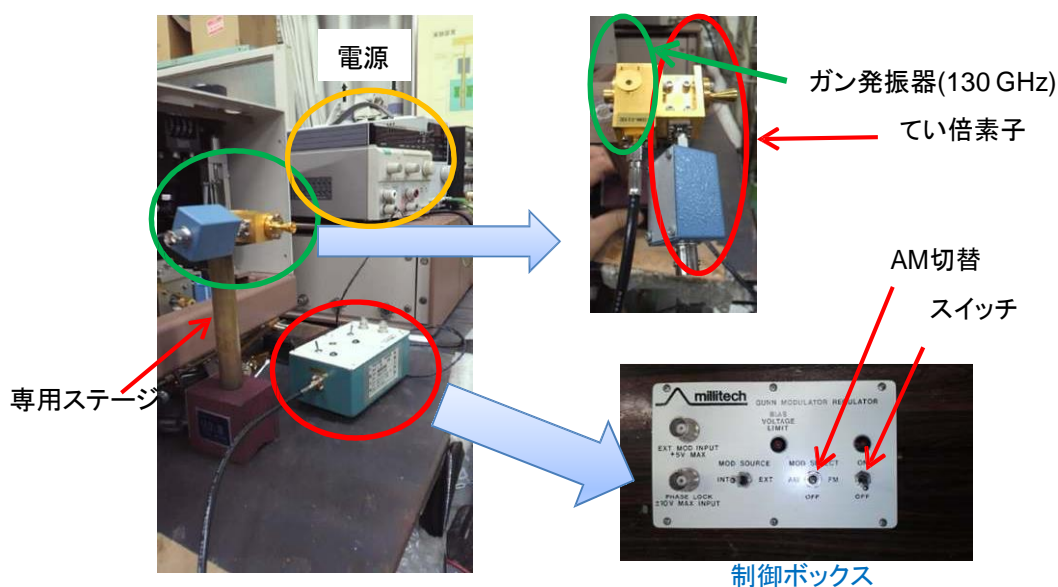
④ ガン発振器(130, 110, 90, 75 GHz)の使用方法

1. 接続

- (1). ガン発振器を専用のステージにねじ(二か所)で取りつける
- (2). 二倍波を使用する場合はガン発振器の先にてい定波素子を取りつける
・ 75 GHz は使用不可
- (3). 各ガン発振器用の制御ボックスをガン発振器に取りつける
- (4). 制御ボックスを電源(出力 15 V, QMC の電源に使用しない方)に接続
・ 接続用のコードはいくつもガン発振器によらずどれもよい
・ 制御ボックスの接続コネクタは両サイドにある

2. 発振

- (1). 制御ボックスの電源[ON]
- (2). AM に切り替えて、オシロスコープで出力を確認
- (3). 磁場を打つ前にAM→[OFF](真ん中に戻す)



⑤ 実験データの取り込みと処理

1. 制御盤で電圧の設定を行う

- ・「ロゴスキー記録 ESR」に各マグネットにおけるバンク数、充電電圧、発生磁場の対応が載っている

2. 電圧設定に対応したトリガーディレイを設定

- ・レーザーは発振直後安定しないために、磁場の発生を 8 msec 遅らせる
→全てのトリガーに8 msecを加える

2. PC を立ち上げる

- ・パスワード「highmag2000」

3. PC デスクトップ上の「hmf 最終 1121.llb」をクリックして LabView を立ち上げる

(4~6 は LabView の操作)

4. DM1 を選択して[OK]→画面左上[⇒]

5. [DM 設定]で下記の設定をして[OK]

- ・ [ch1 range] (磁場のレンジ)
発生磁場に合わせて変更する、1bank, 2 kV→1 V
- ・ [ch1 offset] (磁場のオフセット)
常時 0 で問題ない
- ・ [ch2 range] (ESR シグナルのレンジ)
レーザーの出力を見るオシロスコープのレンジを参考に変更する
オシロ出力 5mV 以下→ 0.1V
- ・ [ch2 offset] (ESR シグナルのオフセット)
負に出力されるのでオフセット99にして、検出範囲を(±ch2 range)から(0~-2×ch2 range)にする
- ・ [Sample rate](データを読み取る時間間隔)
常磁 2μ sec

6. [トリガーレディー]をクリックしてデータ読み取りのスタンバイ

7. エアギャップの圧力が適当な値になっていることを確認 スタートギャップ : 対応表参照、常時 0.10 kg/cm² 付近でも問題ない クローバーギャップ : 0.80±0.02 kg/cm²

8. 磁場発生(放電)

[charge]で充電開始 →[]が 35 kV に達したことを確認→シグナルジェネレーターOFF→[start]を押して放電

(9~12 は LabView の操作)

9. (memori 1, memori 2)=(dH/dt、 ESR シグナル)と読み込まれる
10. [memori 移動]で[1, 2 を 3, 4 へ]を選択
 - ・色々と処理する前のデータをとりにあらず 3、4 に移動しておく
11. memori 1 に関して (磁場の処理)
 - [関数処理] → [R-I XY](範囲 1-100) → [四則演算] (×係数*)
 - *係数は[XY display]をした際に、横軸の最大を 50 T にするために、係数に加えて 50/4096 を掛ければテスラに変換される
12. memori 2 に関して (ESR シグナルの処理)
 - [関数処理] → [repair pulse](範囲 1-100) → [四則演算] (× - 定数*)
 - *シグナルは負に出るのでマイナスを掛ける、定数に関しては単にシグナルを拡大するためなので何でもよい
13. [XY display]で memori 1 を x 軸、momori 2 を y 軸に指定して[OK]
→ ESR シグナルを確認する
14. [データセーブ] → 画面左上[memory 1,2,3,4]を選択 → 保存

* 係数のクライオ対応表

クライオ	係数(20VFS の場合)
ファラデー	1.7
フォークト	1.2
スーパー ³ He	0.84

実験終了

- ① コンデンサーバンクの電源を切る
 1. 制御盤の設定を 1bank,2kV にして、電源を切る (3 か所)
 2. 配電盤の 5 番を落とす
 3. バンク室で「コンプレッサー用マニュアル」に従って、コンプレッサーの電源を切る
 4. 油圧式スイッチを減圧する
 5. エアコン、扇風機の電源を切る
- ② FIR レーザーの立ち下げ
 1. レーザー電源の[OFF](青いボタン)を押してレーザーをストップ
 2. FIR レーザーの電源 OFF
 - ・ 鍵を左に回す

3. コントローラーの電源 OFF
4. チラーの電源 OFF
5. CO₂ レーザー用ポンプ電源 OFF
 - (1) **V8** を左に回して CO₂ ガス圧を 0 にする
 - (2) **V1, V2** Close (順序問わない)
 - (3) コンセントを抜くのみ、リーク弁はない
6. FIR キャビティー内の真空引き
 - (1) 分子ガスを上記の交換手順に従って CD₃OD に交換して、同様に 20 分程度引き続ける
 - (2) **V4, V5, V6** Close (順序問わない) → **V3** Close
 - (2) N₂ トラップを外してポンプに直接繋ぐ → **V3** Open → 1~2 分引く
 - (3) **V3** Close → 分子ガス用ポンプの電源 OFF → リーク用のクイックカップルを緩めてリークする(その際、音で確認)
7. CO₂ ガスポンベの元栓を Close
 - ・ 圧力は変えない(0.1 kgf/cm²)
8. N₂ トラップ内部を水洗いしておく

付録 1 : FIR レーザー発振周波数設定

出力大

分子ガス	周波数(GHz)	ダイヤル No.	FIR キャビティー
CD ₃ OD	730.46	4846	28.87
CD ₃ OD	846.98	4832	28.87
CD ₃ OD	655.74	4380	29.11
CH ₃ OD	1017.64 or 977.2	4403	29.14
CH ₃ OD	937.5 or 851	4537	29.21
CH ₃ OD	1392.76	4386	28.96
CH ₃ OD	1281.16	4386	29.02
CD ₃ OH	1182.03	4768	28.87
HCOOH	584.8	4350	28.88
HCOOH	693.48	4367	29.09
CH ₂ F ₂	844.83	4456	29.10
CH ₂ F ₂	1547.19	4366	28.95

CH ₂ F ₂	1564.13	4506	28.99
CH ₂ F ₂	1646.54	4460	29.24
CD ₃ Cl	676.74	4462	29.16
CD ₃ Cl	1021.45	4513	29.04
CD ₃ Cl	1041.67	4818	29.13

出力中

分子ガス	周波数(GHz)	ダイヤル No.	FIR キャビティ
HCOOH	762.2	4372	29.15
CH ₃ OH	1288.11	4395	28.84
CH ₃ OH	1821.5	4395	28.86
CH ₃ OH	1982.82	4355	28.94
CD ₃ OH	1182.5	4772	29.0
CD ₃ OH	1623.64	4808	28.96
CH ₂ F ₂	1146.35	4572	29.11
CH ₂ F ₂	1171.88	4515	29.02
DCOOH	821.34	4932	29.03