

^3He ESR 測定マニュアル

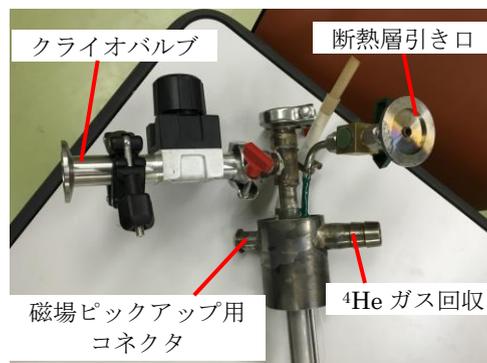
文責: 山口 (2010.7.23)

改訂: 吉澤 (2017.2.24)

前々日にやっておくこと

① 断熱層の真空引き

1. ガラスデュワーの断熱層をディフュージョンポンプで真空引き
2. クライオの断熱層をターボポンプで真空引き



前日にやっておくこと

② クライオバルブにターボポンプを接続して ^3He コンテナ層を真空引き

③ サンプルセッティング (透過型、ファラデー配置)

基本的には ^4He ESRと同様

1. プローブから導波管を取り出す
2. 導波管の先にテフロン板とサンプル、DPPHを載せ、熱収縮チューブで固定
3. プローブの中に導波管を入れ、引っかかったり詰まったりしないことを確認
4. ロータリーポンプでサンプル空間を真空引き&He置換

④ クライオ全体の予冷

窒素桶の中に液体窒素がたまっている状態を考える

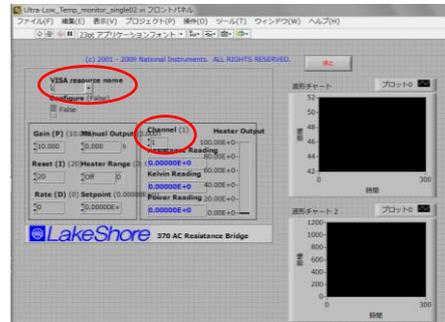
1. ポンプを一度切り離し、クライオをマグネットのボア内にセットする
このとき、クライオバルブはきっちり閉めること
2. クライオをハンドリングシステムに接続
・[クライオスタット]と書かれた部分から出るフレキシブルチューブ(以下、フレキシ)に繋ぐ
3. 外付けポンプの接続
・[外付けポンプ]と書かれた部分から出るフレキシ
4. 外付けロータリーポンプで真空引き
・バルブ Open: **V3** → **V4** → ゆっくり **V1**
・10 Pa 以下まで下がることを確認
5. 外付け拡散ポンプで真空引き(ロータリーから繋ぎ替えてターボでもOK)
・**クライオバルブ**を開いてクライオ内も再度真空引きしておく
・3時間以上引く(前日にやっておくとよい)
・ 10^{-6} Pa 近くまで下がることを確認



桶に窒素がたまっていない(枯れている)場合、②と④ 1.を行わずに作業を進め、実験当日の朝に窒素を溜めればよい。

⑤ 温度測定の設定

1. USB-GPIBケーブルでレジスタンスブリッジ(LakeShore)と測定機器を接続
2. 10ピンケーブルでプローブとレジスタンスブリッジを接続
3. 測定用プログラムを起動
Ultra-Low_Temp_monitor_single02.vi
4. **VISA resource name**を該当するGPIBを選択
5. **Channel**で測定するチャンネルを選択する
このときレジスタンスブリッジ側の
測定チャンネルも合わせて選択する
通常の測定の場合、チャンネル3(or4)
6. プログラムを走らせて測定



この状態のまま翌日まで予冷。

^3He 層内には特に熱交換ガスを入れなくても100~150 Kまで冷却される。

実験当日

⑥ ^3He 層内の予冷

1. **V1**を閉めてポンプを切り離す
2. N_2 トラップに liq. N_2 投入
3. ハンドリングラインを ^3He ガスで満たす(熱交換のため)
 - ・バルブ Open: **V6** → **V2**
4. ^4He トランスファー
 - ・抵抗温度計が 4.2 K になるまで入れる
 - 途中でトランスファーを止めて ^4He 層内をポンピングしてもOK、このときは1.4 Kまで下がる
 - (この辺りは試行錯誤が必要です)
 - 実際は 50 K くらいから急激に温度が下がる
 - ・待ち時間: ~3 時間
 - ・気圧~450 mbar (P1, P2)

⑦ ^3He 液化

1. ^4He のポンピング
 - ・ポンピングにより 1.3 K となった周りの液体 ^4He と内側の気体 ^3He を熱接触させ、 ^3He を液化させる
 - 層内の ^4He が枯れたらポンピングを止めて適宜トランスファーを行う
 - ・温度1.4 Kで安定し、P3の目盛が止まるまで待つ
 - ・待ち時間: ~15 分

⑧ ³He ポンピング

1. ³He 回収ラインに切り替える
 - ・バルブ Close: **V2**→**V3**
2. 備え付けロータリーポンプ ON(パネル左下のスイッチ)
3. **V5** をゆっくり開けて徐々に温度を下げる
 - ・5分くらいで温度が安定
4. P1 を見て回収率を確認する
 - ・赤い印の部分が 100% の回収を示す
 - ・磁場を出さなければ 2~3 時間持続
 - ・液体 ³He が干上がる直前には最も温度が下がる ~0.6 K
 - ・温度が上昇し始めたら ³He を再液化する→⑨

⑧ 磁場発生時の取り扱い

- ・低い磁場の場合は 2、3 回連続して使用可
- ・高い磁場(3 banks 4 kV 以上?)では一回で ³He が干上がり温度上昇

* 磁場中での測定は行った回数が少ないので細かい条件はまだ明確ではありません、後はよろしくお願いします

⑨ ³He 再液化

1. 回収ストップ
 - V5** Close → 備え付けロータリーポンプ OFF → 緑のバルブを一旦開けてすぐ閉める(リーク)
2. ³He 送り込みラインに切り替えるバルブ Open: **V2** → **V3**
3. ⁴He ポンピングを一旦止めて、⁴He を継ぎ足し、再びポンピング→⑤

⑩ 終了(³He ポンピングを行っている状態から)

1. ⁴He ポンピングを止める
2. 温度が窒素温度付近まで上昇して、³He が完全に回収されるまで、³He ポンピングを続ける
 - ・待ち時間: 翌日まで
3. ³He ポンピングを止める
 - ・バルブ Close: クライオバルブ → **V4** → **V5** → **V6**
 - ・備え付けロータリーポンプ OFF → **V7** を一旦開けてすぐ閉める(リーク)
4. クライオをハンドリングシステムから取り外す
 - ・クライオのバルブを閉め、フレキシを外す
5. 温度が室温付近になるまで待ってからサンプルを外す

付録① ハンドリングの概略図と写真

