

ダイリレーション ESR 装置
運転マニュアル

2009年3月3日

項目

1. サンプルの交換	P. 1
2. リークチェック	P. 7
3. ジャケットの取り付け	P. 9
4. He ガス置換	P. 10
5. 循環ガスの導入	P. 13
6. プロブの予冷	P. 14
7. 温度コントローラー、測定プログラムの立ち上げ	P. 15
8. プロブ先端を押し下げる	P. 17
8. 残ガスの導入	P. 18
9. 循環運転	P. 20
10. 運転停止 循環ガスの回収	P. 21
11. 1 K 以上での測定	P. 22
12. その他	P. 23

サンプルの交換



プローブをジャケットから取り外す。その際、サンプル層 (V1)、循環ガス層 (V3) は He ガスで常圧に戻す。循環システムとプローブが接続されているときは、V8 から He ガスをいれ、V6, V7, V3 を開け、He ガスで常圧にしてからフレキシブルチューブを取り外す。



プローブ先端の解体

①カプトンテープを取る。

②毛細管を固定しているハンダを取る。

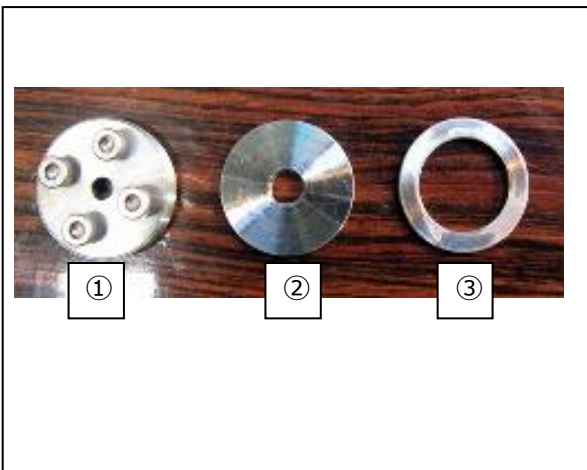
配線を切断しないように注意。



丸めてある温度計のケーブルを慎重に取り外す。



試料ホルダーを固定している治具を取り外す。六角レンチを用いてボルト4本をゆるめる。治具にはねじが切つてあるのでボルトを緩めた後そのボルトを使って治具を回転させて取り外す。温度計の線を切らないように注意。



固定治具を取り出す。

- ①押し込み治具
- ②保護プレート
- ③温度計のためのスペーサー



試料ホルダーを取り外すための治具を取り付ける。中心のボルトを試料ホルダーへ差し込む。



専用のスパナを用いて試料ホルダーを取り出す。(左手を反時計回りに回転。) サンプル層が常圧になっていることを確認してから作業すること。



試料ホルダーを取り出した様子。ここまでが、試料ホルダーの取り外し。

続いて試料ホルダーの取り付け。試料ホルダーにサンプルを取り付ける。(ファラデー配置、フォークト配置で試料ホルダーが異なるので注意。)



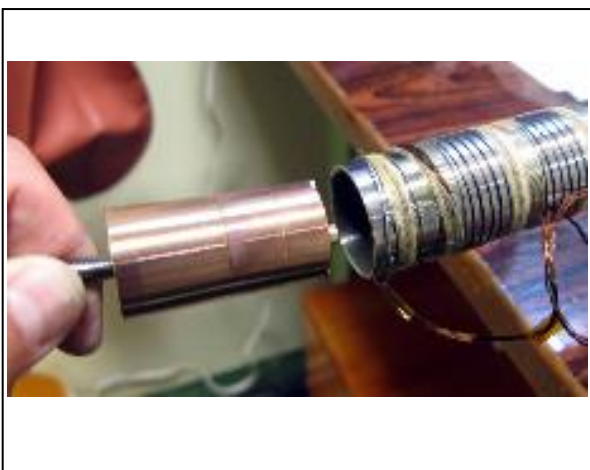
試料ホルダーの周辺を掃除。



試料ホルダー取り付け部へグリースを薄く塗る。



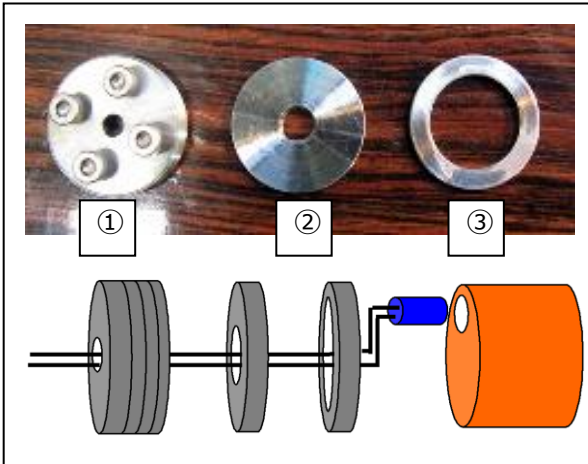
試料ホルダーのステンレスでできたテーパ部分にも薄くグリースを塗る。また、向きを確認するためのマークなどをしておくと試料ホルダー取り付け時に便利である。



導波管の向きにあわせて試料ホルダーを差し込む。取付時、確実に差し込まれたか確認するため、プローブの最下部とホルダー底部までの距離を測る。

最下部とホルダー下部の距離

- ・フォークト : 16.1 mm
- ・ファラデー : 16.2 mm



押し込み治具、保護プレート、温度計スペーサーの順に温度計を通す。

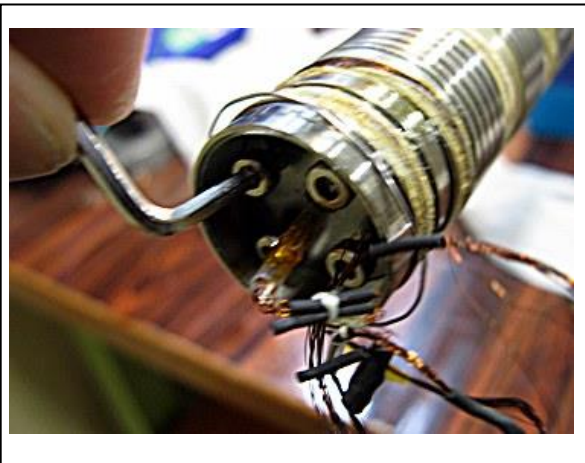


温度計をサンプルホルダーの温度計取り付け位置に入れ、温度計スペーサー、保護プレート、押し込み治具の順に取り付ける。



ボルトをほぼ抜いた状態で、プローブ最下部と固定治具の面までの距離を確認する。

- ・フォークト：7.0 mm
- ・ファラデー：8.2 mm

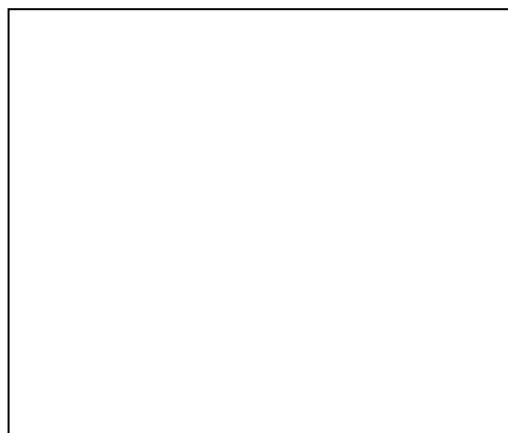


4本のボルトで試料ホルダーを押し込む。



ホルダーを押し込んだ後、細管先端を混合器内上部になるようにして、細管をハンダで固定。

ケーブル類を、混合器内に入れ、カプトンテープで保護。



リークチェック



リークディテクターを取り付けて室温でまずチェック。

サンプル層のバルブ (V1) へリークディテクターをつないでチェックする。



Cycle

はじめに室温でチェック。リークディテクターは、電源を ON にしてしばらく待つと、テストモードになる。その後、フレキシブルチューブをつないだら、スタートボタン (Cycle) を押す。(終了は、再度 Cycle ボタンを押し、チューブをはずしたらメイン電源を OFF)



続いて、液体窒素で冷却してからチェック。チェック後、冷却した部分をヒーターで暖めて、もう一度室温及び液体窒素の状態でもリークチェックを行う。



2 回リークチェックが終わったら、先端部分をふとん乾燥機で30分～1時間程度乾燥させる。水分が残らないように注意。



先端部分を乾燥させている間(~1h)に、サンプル層 (V1 バルブ) をターボポンプで真空引きする。その後、封じきる。(~ 10^{-6} torr) この時、ポンプの置く位置を今後の作業を想定して置くほうが良い。
(写真の位置だと一度ターボを落として移動してまたターボを立ち上げることになる。)



たとえば、ポンプをこの位置に置いておくとターボを動かしたままこの後の作業を行えるので時間的に都合が良い。

ジャケットの取り付け



リークチェックが終わったらジャケットを取り付ける。

この際、ジャケットとプローブを固定する O-リングにグリースを塗ること、及びプローブの O-リングが接する面にも一度薄くグリースを塗り、軽くキムワイブ等でふき取る。



プローブとジャケットの間にスペーサーを取り付ける。



循環ガス回収用のバルブ（V7に対応）をターボポンプで真空引き。

~ 10^{-5} torr

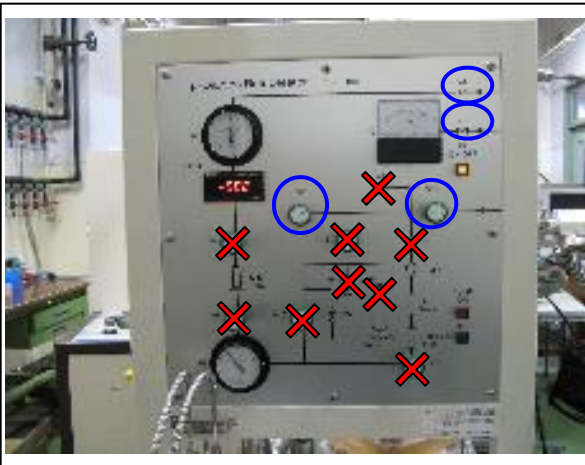
He ガス置換



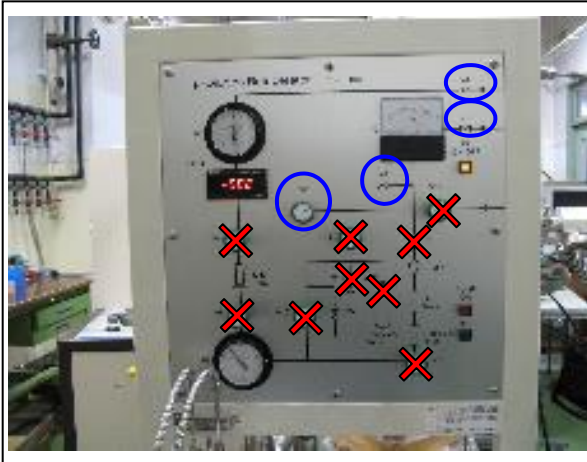
フレキシブルチューブの接続。
V3 : 循環ガス導入部 V7 : 循環
ガス回収部
V8 : He ガスと接続
(専用のフレキシブルチューブ)
V14 : 外部ポンプ取り付け部



電源ケーブルの接続。
P2 ゲージの電源を ON にする。



- ①外部ポンプ ON。
- ②V14, V7, V6, V3 の順番にバルブを開く。(但し、V7 のプローブ側はまだ開かない。)
- ③プローブ本体を(V3 側から)真空引きする。
- ④P2 の圧力計で 20 Pa 程度まで真空引き。(20~40 Pa)

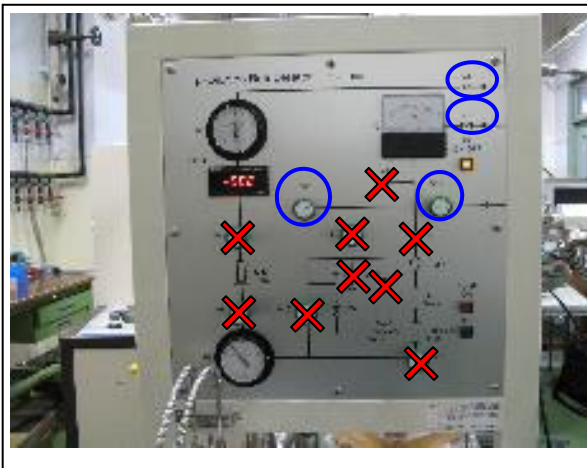


①V14 を閉じる。

②V8 をあけて He ガスを供給。

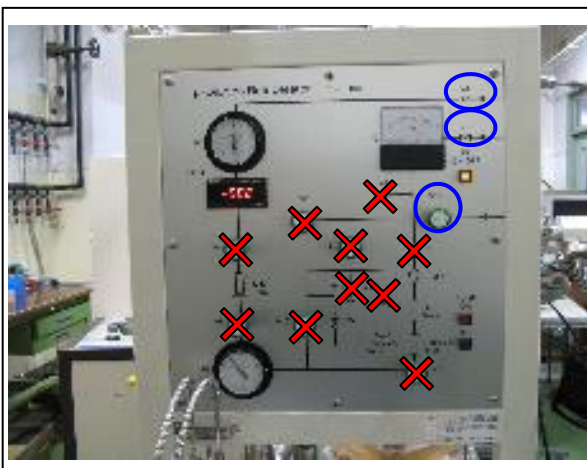
(He ガスを入れている時に P1, P2 が上昇していることを確認すること。)

圧力計 P1 で 0MPa まで He ガスを入れたら V8 を閉じる。
その後、V7 のプローブ側のバルブを開きプローブ全体を He ガスで満たす。



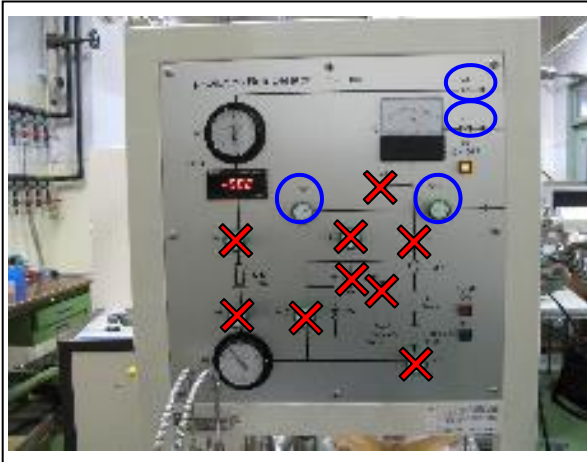
He ガスが入ったら再び V14 を開き、ラインを真空引きする。(20~40 Pa 程度まで)

この He ガス導入作業を 3 回繰り返す。

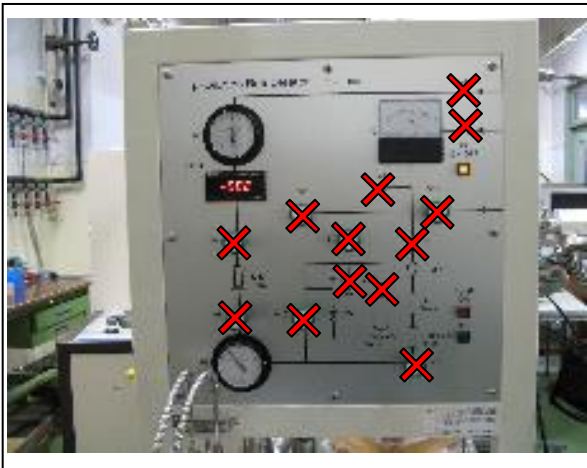


He ガスパージの最後の一回は He ガスを入れた後、V6 を閉じてから V14 を開けて 15 分程度、排気側(V7 側)のみから真空引きをし、毛細管等を確実に He ガスで置換する。

15 分後、P1 が真空引き前に比べ、わずかに減圧され、P2 が数十 Pa になることを確認。



V6 を開けて全体を真空引きする。



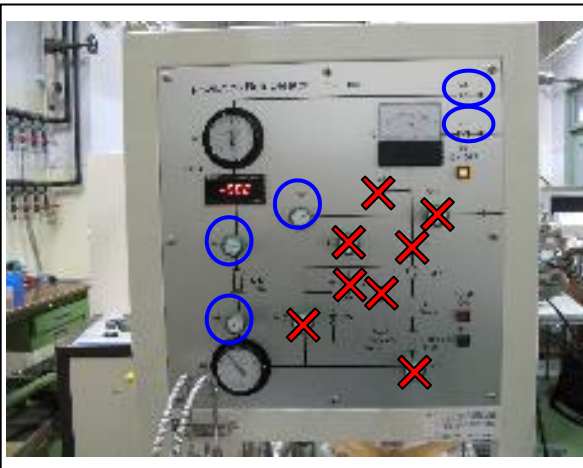
全バルブを閉じる。
He ガスでのパージが終わったら、
プローブを超伝導マグネットに入れ
る。



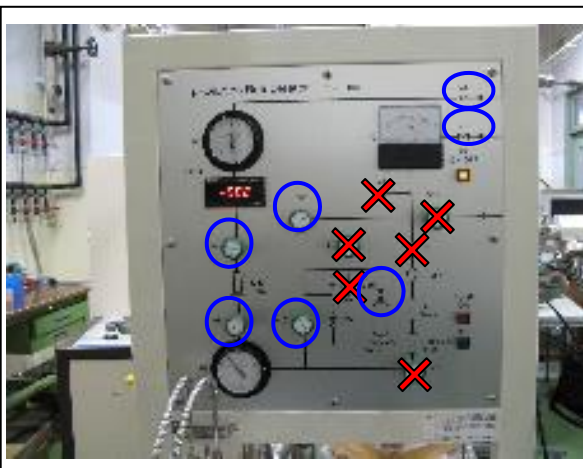
循環ガスの導入(プローブをマグネットに挿入後)



液体窒素トラップの容器に液体窒素を注入し、トラップを十分冷却する。



以下の順番でバルブを開ける。
V5 ⇒ V4 ⇒ V3 ⇒ V7 ⇒ V6

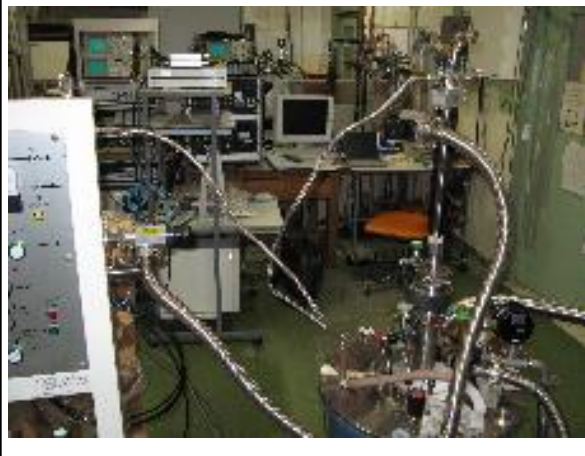


①循環ガス回収タンク元弁 V15 を開けて、V10 を徐々にあけて循環ガスを導入、排気の両方向から導入する。

②この時、V10 と V6 を交互に開閉しガスの流量が-100~200 程度になるように調整しながら導入する。

③混合ガスタンクの減少を確認する。

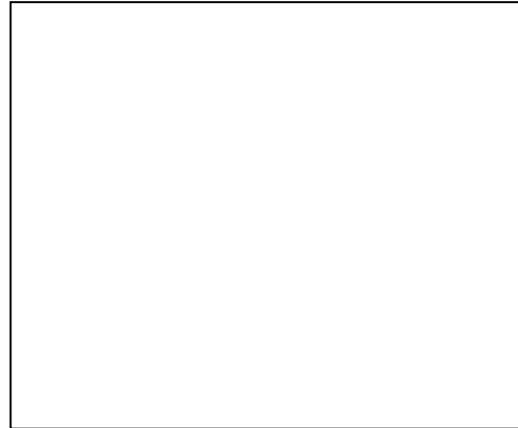
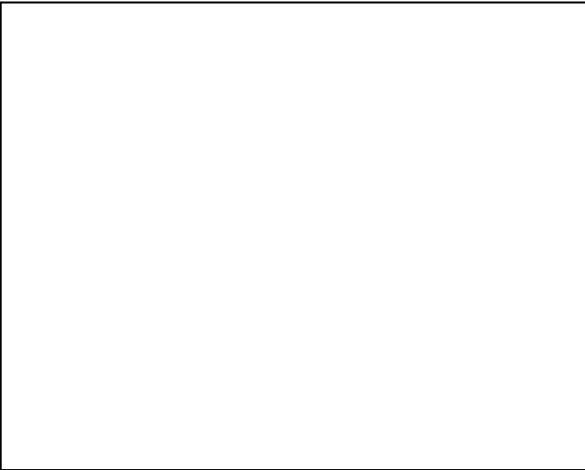
プローブの予冷（循環ガス導入後）



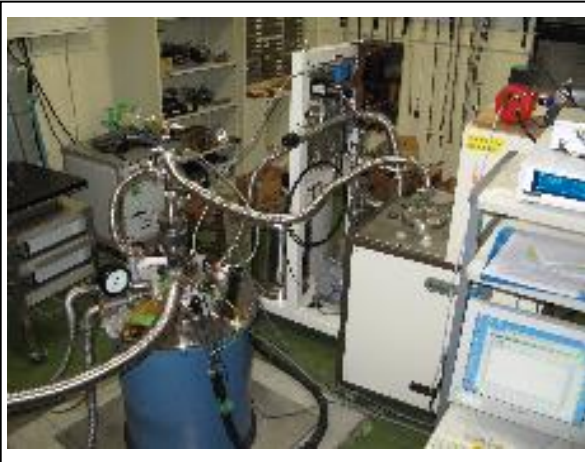
①VTI層をポンピングしながら液体ヘリウムでプローブを冷却する。

②冷却されると、流量計の値が変化するので V6 で調整する。

③1K、混合器、分溜器の温度が十分に下がったら、一晩放置。

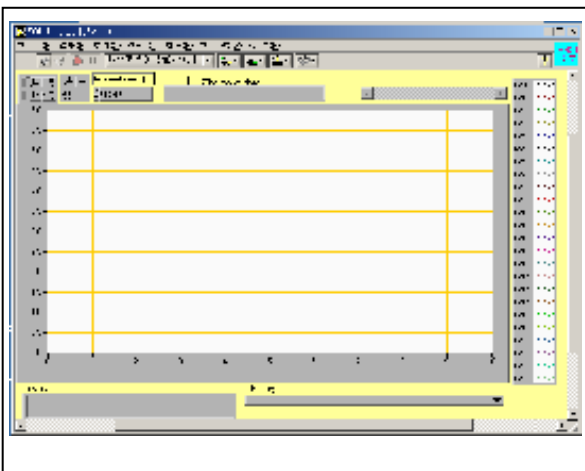


温度コントローラー、測定プログラムの立ち上げ。



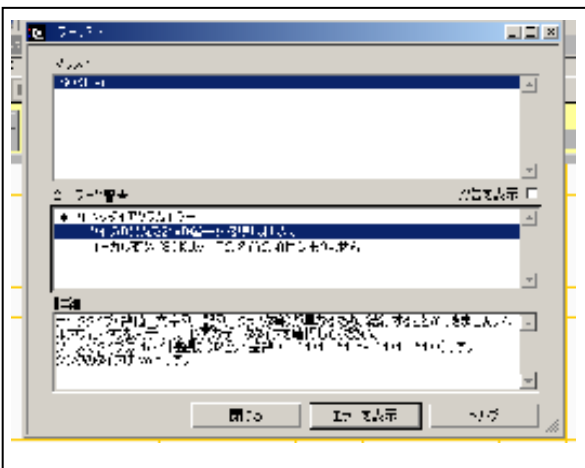
1K, Still, 混合器の冷却過程を見るために温度コントローラーを立ち上げる。

ケーブルを取り付ける。
計器の電源を入れる。

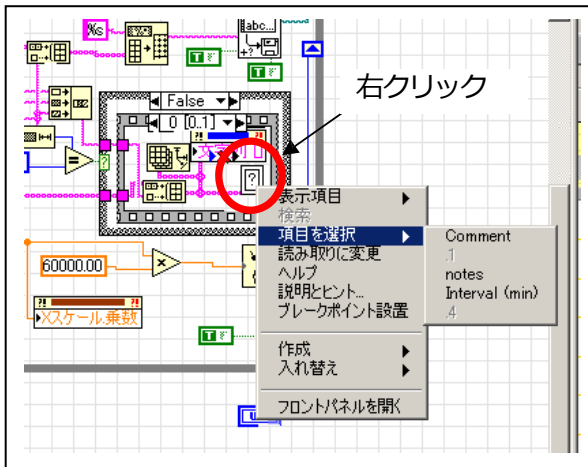


プログラム：「SOKU.vi」 を立ち上げる。

このプログラムにはエラーがあるがとりあえず起動(左上の壊れた矢印をクリックする)する。



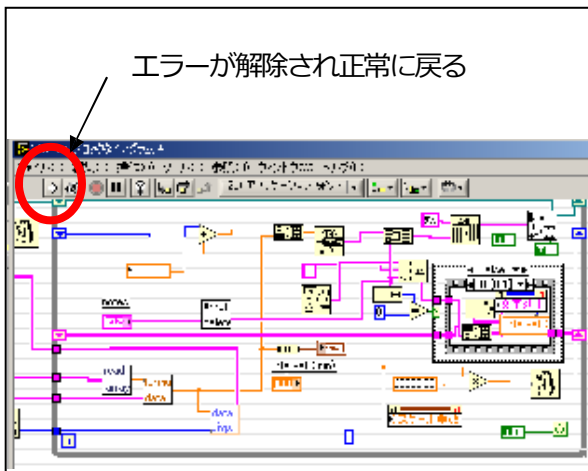
左のようなエラーが現れるので、中央のエラーと警告をクリックして、一番下の「エラーを表示」のボタンを押す。



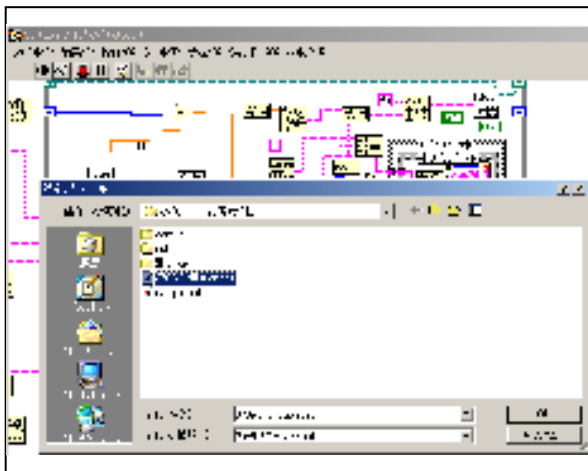
表示された新しい画面で、「？」マークのところを修正する。

「？」で右クリック→ 項目 → interval を選ぶ。

これで正常に実行できるようになる。



先ほどは壊れた矢印だったものが、エラーが解除され正常に戻るなので、この矢印をクリックする。

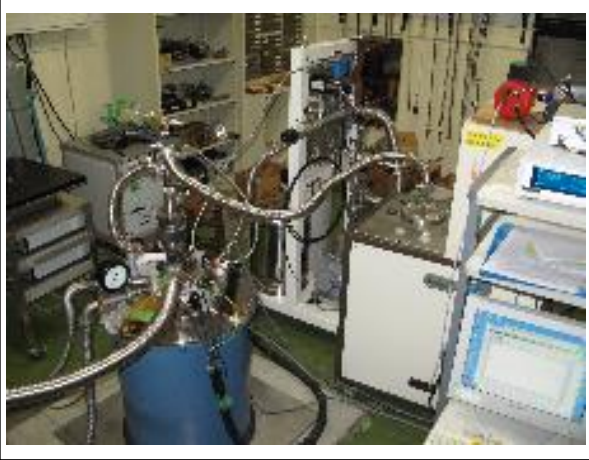


実行後、設定ファイルを読み込み。
(370AC_dilution.set)

続いてデータを保存するファイル名を入力する。

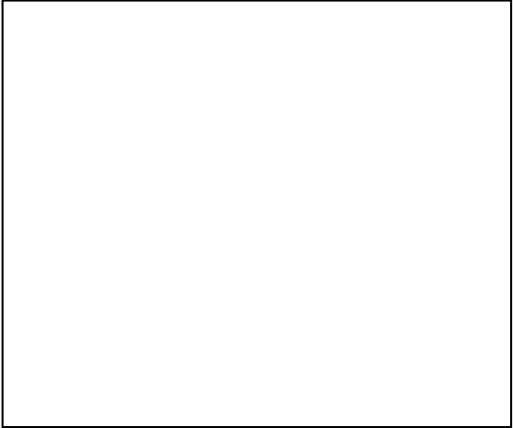
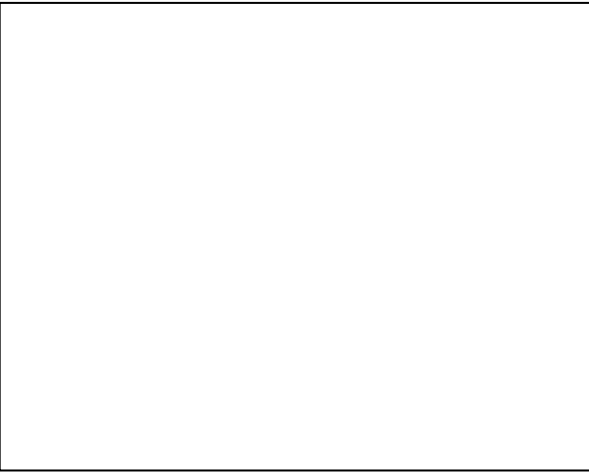
後は自動測定。

プローブ先端を押し下げる(一晩予冷して、再冷却してから)

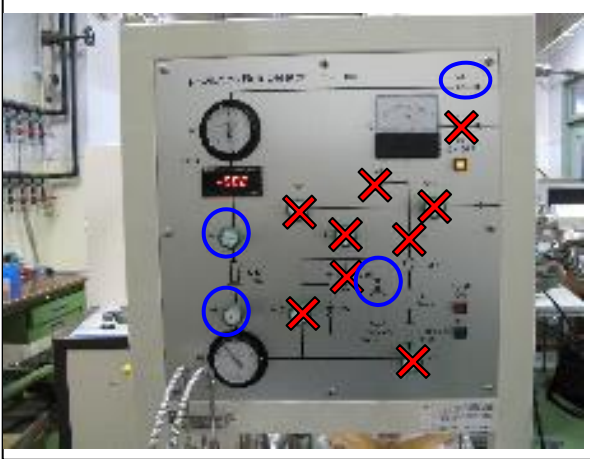


再冷却して、1K、混合器、分溜器の温度が十分に下がり (1.5 K 付近)、ガスの流量計が0に近づいたら、クライオのスペーサーを外し、先端を押し込む (カプトンテープでマークしてあるところまで。)

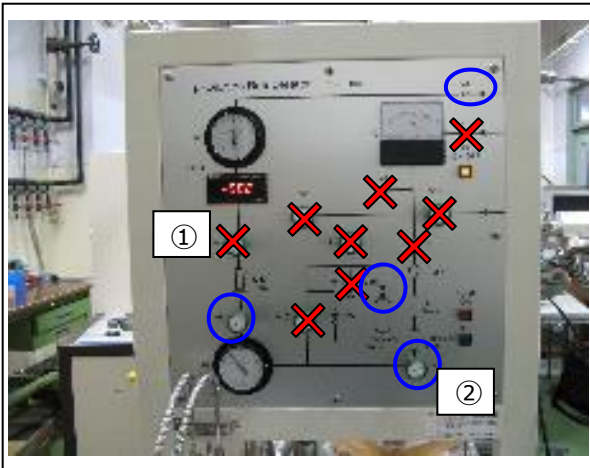
回収タンクは、 -0.1MPa 程度を指す。



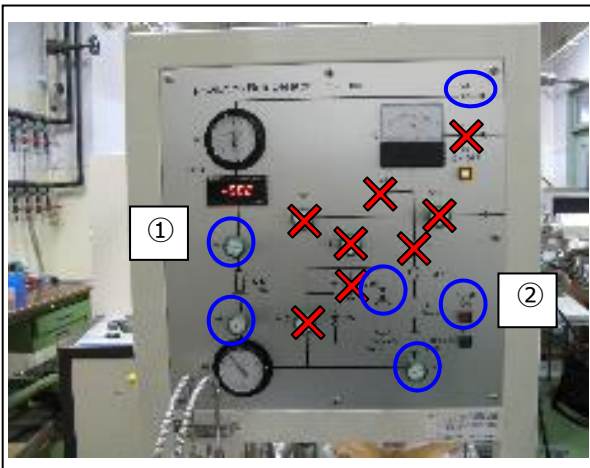
残ガスの導入 (1K, Still, 混合器が 1.5 K 付近になり、先端挿入後)



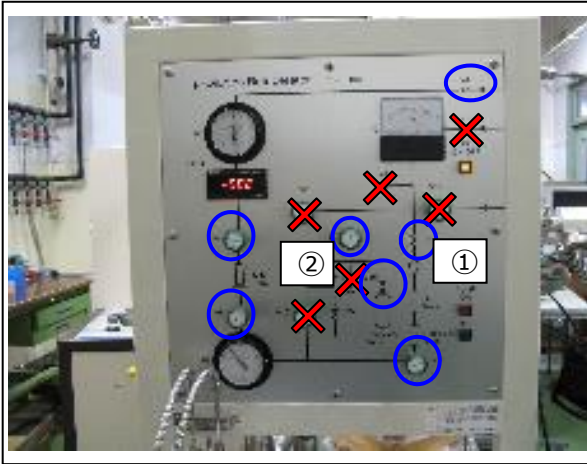
循環用ポンプで引かないラインをはじめに閉じる。(V10, V6, V7 を閉じる)



①V4 を閉じる。
 (V11 を開いたときに一気にガスが流れないようにする。)
 ②V9 は閉じたまま、V11 を開ける。



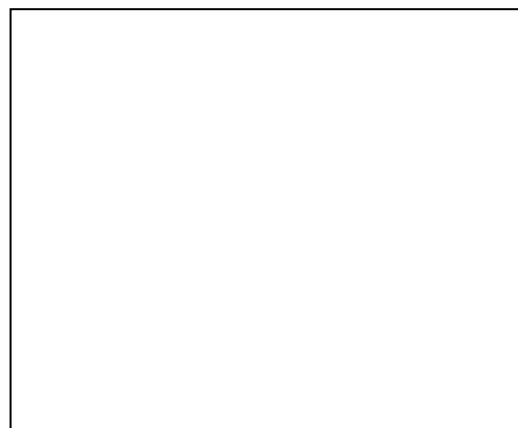
①V4 を徐々に開ける。急な流量にならないように全開まで。
 ②循環用ポンプのスイッチを ON。



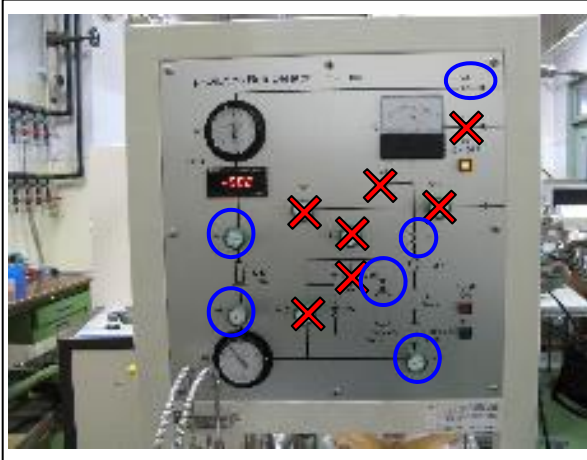
①V9 を開く。(循環ポンプのバルブ)

②続いて V12 を開く。わずかに残っている循環ガスを導入側からのみ導入する。

③タンクが空になるまで行う (P2 でおおよそ 10Pa 程度)

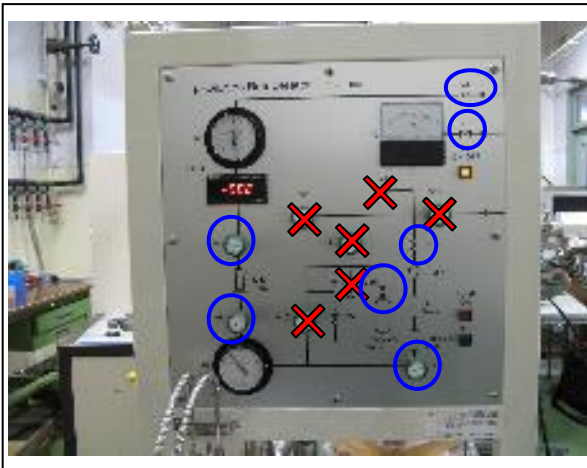


循環運転



残ガスの導入が終わり、ガス流量が0に近くなり、温度が安定したらスタートする。

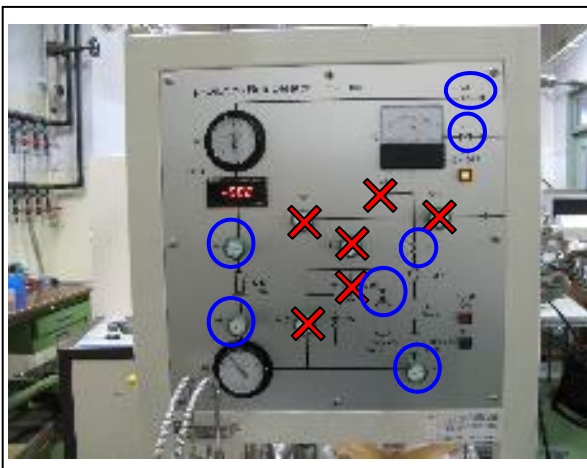
V12 を閉じる。



P1 の圧力を見ながら V7 を徐々に開く。この時流量は 200 程度になるように。

P1 ゲージが大気圧以上にならないように V7 を開け、V7 を全開にしても大気圧以上にならないまで行う。

P2 ゲージも見ながら、V7 を調整すると良い。P2 ゲージが下がったら V7 を開くといった作業を繰り返す。

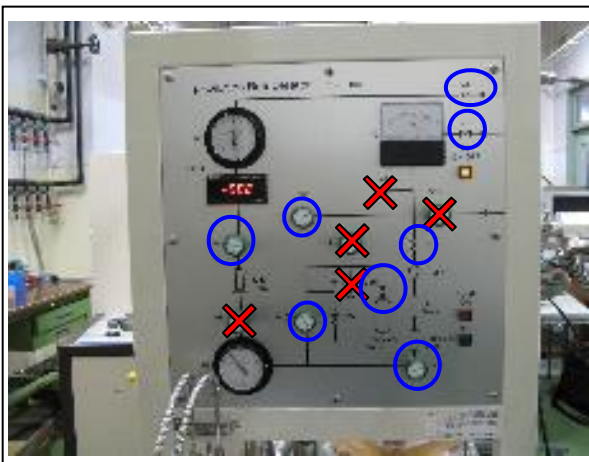


V7 を全開にし、P1 の圧力や流量計の値が安定するまで待つ。

(安定値の目安、流量：120、P2：40Pa、P1：-0.09MPa 程度)

分留器の温度が0.8~1.0Kに冷却されていることを確認。確認後、分溜器のヒーターに通電し温度調節する。(最低温度へ)

運転停止：循環ガス回収

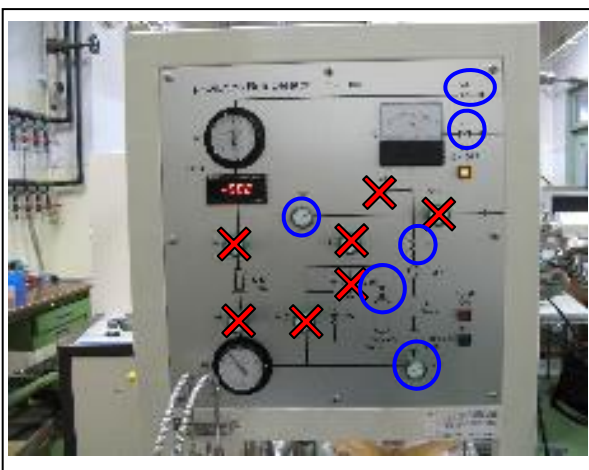


実験終了後、V5 を閉じて V6、V10 を開きタンクへ循環ガスを回収。

分溜器のヒーターは OFF で良い。

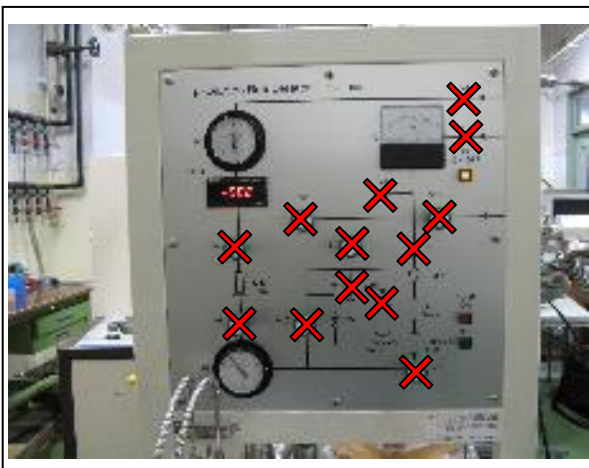
VTI を 100 K まで上昇させる。

プローブをマグネットから出す。



室温付近になるまで、回収作業を続ける。(一晩程度)

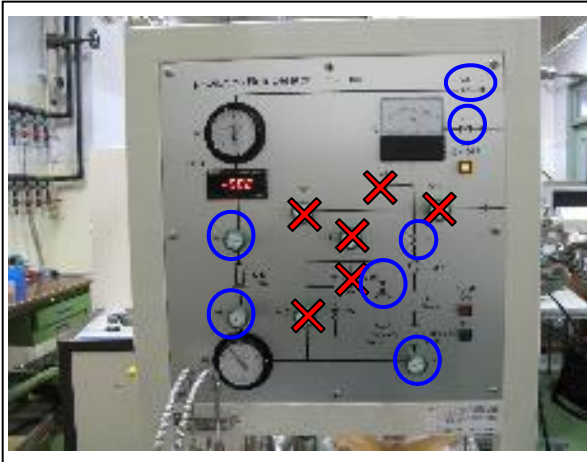
回収が終了したら、(P2 が減圧される) V10、V4 を閉じる。



①V9 を閉じ、循環ポンプのスイッチを OFF。

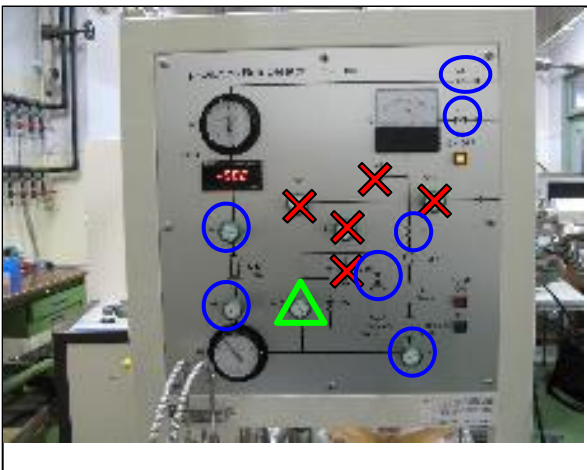
②V11, V6, V3, V7, V15 を閉じる。

1K 以上での測定



ESR シグナルの温度変化を測定する時、1K 以下では循環ガスをタンクに回収しなくても測定可能。

しかし、1K を超える温度で測定する際は、循環ガスを回収する必要がある。(蒸発量が増え、ポンプの排圧が上昇し、P1 の圧力が正圧になってしまう。)



温調時に循環ガスの蒸発量が増え、ポンプの排圧が上昇し、P1 の圧力が正圧になった時。

⇒ V10(Δ)を開けて、ガスをタンクへ戻す。ある程度 P1 が下がったら、V10 を閉じる。これを温度が安定するまで行い、最終的に P1 が負圧になるように調整する。

その他



【熱輻射用のフィルター】フィルターを固定するためにテフロンロッドを加工したものを using している。現時点(09/1/26)では、フィルターは Still, 1K, プローブ下端より 60cm の各位置に一枚ずつ入れている。