

モデルST-170 ESR低温装置 (VSM 用説明書)



株式会社 オプティマ
〒34-0083
東京都江戸川区中葛西5-32-8
電話：03-5667-3051 FAX：03-5667-3050
email: info@optimacorp.co.jp
URL: www.optimacorp.co.jp

目次

1 必要な機器及び設備	1
2 クライオスタットの取り付け(2"と4"電磁石システム)	3
2.1 クライオスタットの取り付け	4
2.2 石英ガラスデュワーの取り付け	7
2.3 ヒータアセンブリの取り付け	7
2.4 排気ポンプ	8
2.5 Cryostat Transfer line	8
2.6 熱電対	8
2.7 最終作業と確認	9
3 クライオスタットの取扱	10
3.1 石英ガラスデュワーの取り付けと取り外し	10
3.2 熱電対校正手順(室温で)	13
3.3 真空引き/冷却手順	13
3.4 4.2Kでの熱電対の較正手順	16
3.5 温度を制御するための設定	17
3.6 フロントパネルのガス流量計	18
3.7 温度の設定	19
3.8 測定試料の取り付け	19
3.9 まとめ	20

図

図 1 Transfer Line to Storage Dewar Interface Requirements	2
図 2 Liquid Helium Transfer Line	3
図 3 Cryostat	5
図 4 Cryostat Vacuum Monitor and Gas Flow control Chassis 前面パネル	6
図 5 Gas Flow Connections	6
図 6 Cryostat Vacuum Monitor and Gas Flow Control Chassis 背面パネル	7
図 7 Draft Heater Assembly	7
図 8 Thermocouple Preamplifier (Tempsens Board)	9
図 9 Dewar Removal Procedure	12

1 必要な機器及び設備

- 1、天井高さ 3m (9フィート)。

注： ストレージデュワーにトランスファーラインを差し込むときのみこの高さが必要です。

- 2、2-ステージガス圧力調整器と圧縮ヘリウムガス (等級A) ボンベ。

ゲージについて (一般的) :

a. 調整圧力、0.1MPa (0 ~ 1kg/cm² — 0 ~ 15 PSIG — 0 ~ 77.6cm Hg)

または0.2MPa (0 ~ 2kg/cm² — 0 ~ 30 PSIG — 0 ~ 155cm Hg)。

b. シリンダゲージ 28,000kPa (0-4000 PSIG)。

- 3、2ステージ油回転真空ポンプ(25リットル/分)、到達真空度10m torrより良いもの、真空ポンプの到達圧力を測定できる真空ゲージ。

- 4、30 ~ 60リットル液体ヘリウム容器。

注： 通常の操作 (トランスファーラインを液体ヘリウム容器に差し込んだ状態) の間、液体ヘリウム容器はヘリウムガスボンベから9.0-10 PSIG (52cmHg) に加圧力されます。

- 5、トランスファーラインと液体ヘリウム容器の接続については、図1と図2を参照して下さい。

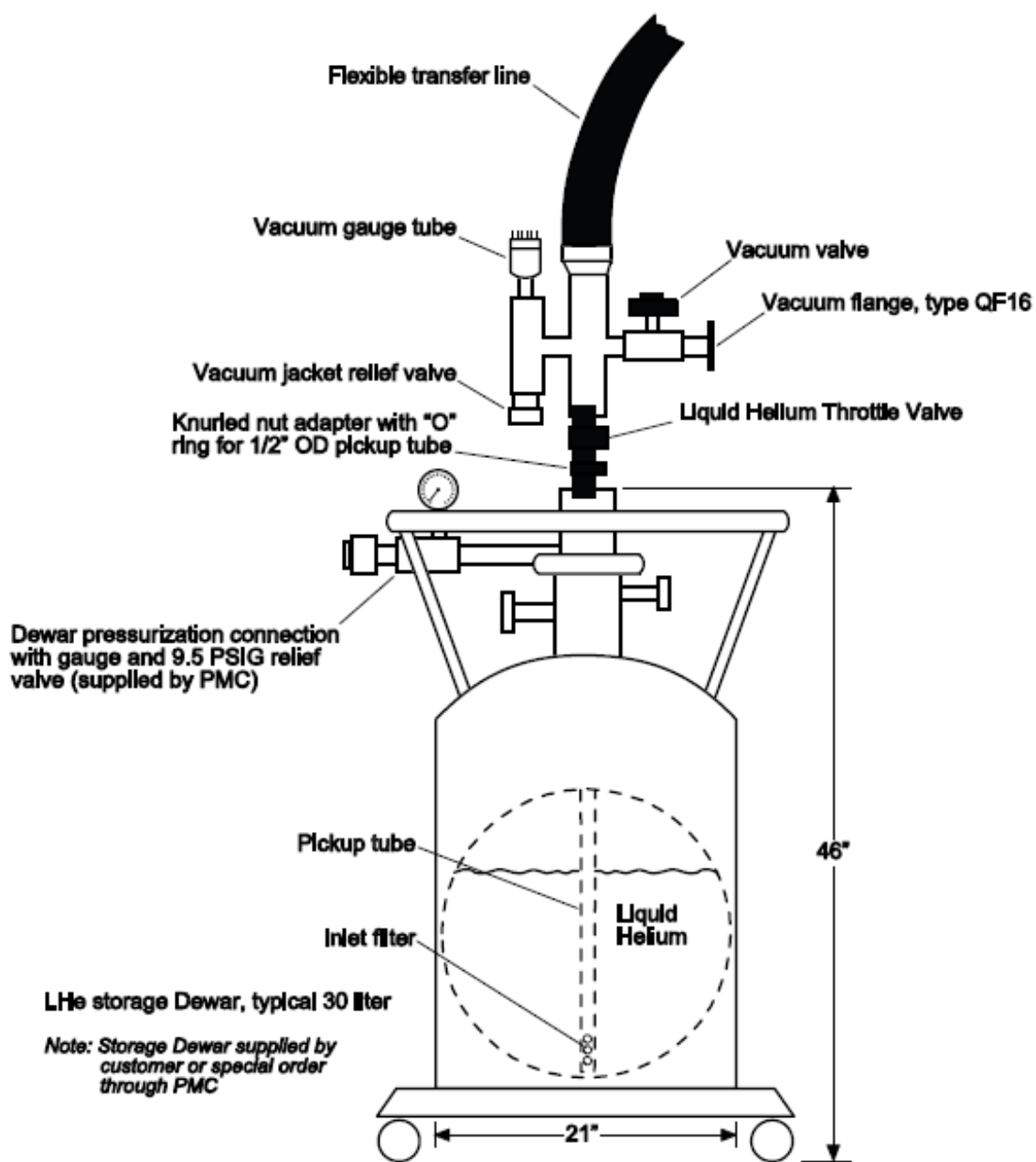


図 1 Transfer Line to Storage Dewar Interface Requirements

2 クライオスタットの取り付け (2"と4"電磁石システム)

取り扱いに十分注意し、クライオスタットと石英ガラスデュワーを取り出します。

石英ガラスデュワーはクライオスタットと一緒に小さい箱に入っています。
まだ箱は開けないでください。

注: クライオスタットのディフューザー/サンプルゾーンアセンブリは非常に壊れやすいので、プラスチック・チューブで保護されています。取り付け前に、ホースクランプとチューブを取り除きます。輸送用の箱は低温装置の保管用として役に立ちますので梱包材料等は捨てないで下さい。使用しないときはそれに保管して下さい。

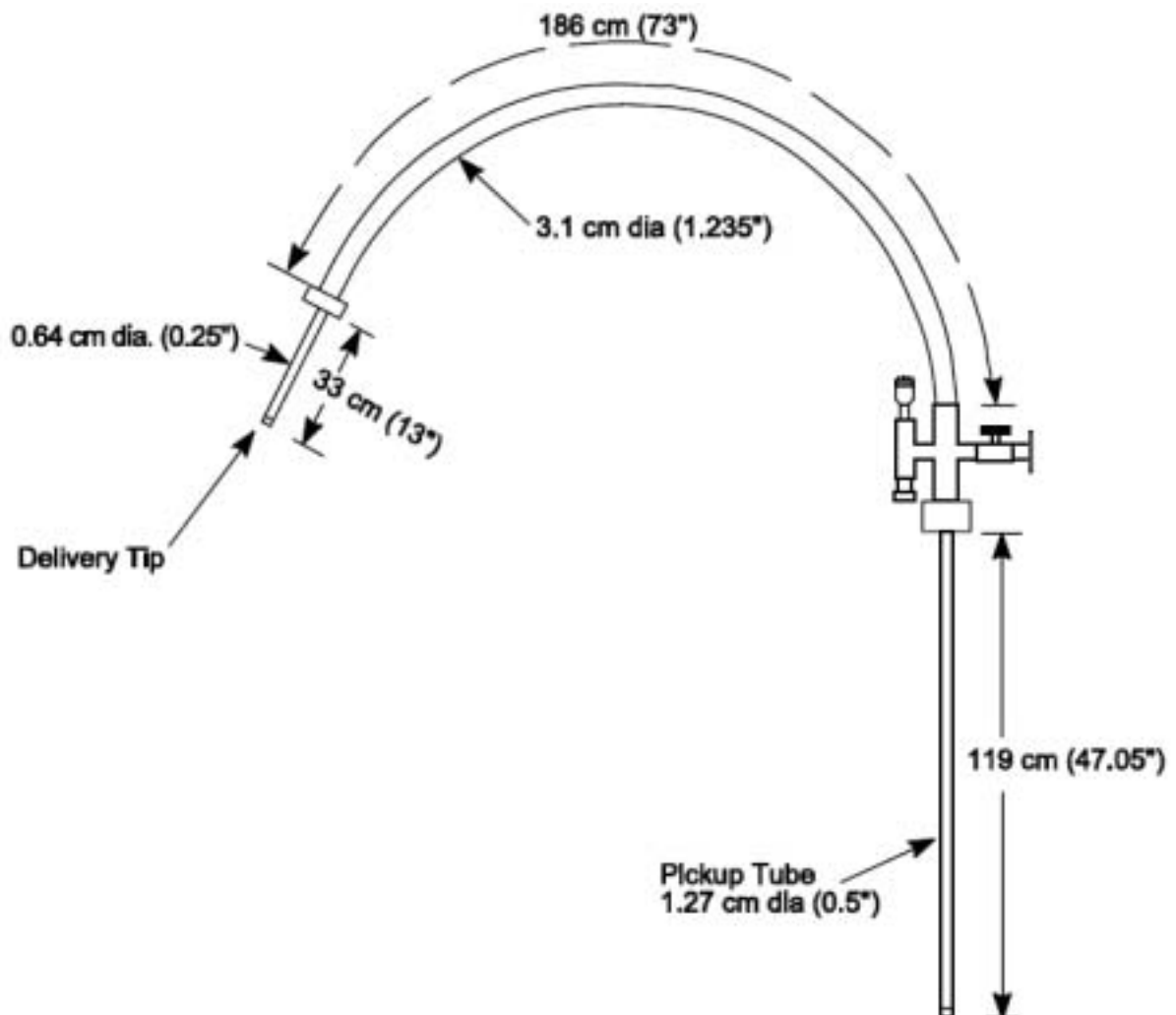


図 2 Liquid Helium Transfer Line

2.1 クライオスタットの取り付け

- 1、VSMドライバヘッドを1番上まで上げ、サンプルロッドを取り外し、保管箱にそれをしまします。

警告! ホール効果プローブは非常に繊細で、クライオスタットを取り付ける間、安全な場所にしまして下さい。

注: 必ずコンソール/電磁石の横と後ろは約 1m (3フィート) 空けるようにして下さい。システムが動作中、電磁石の後のクライオスタット"fill tube" に接続するトランスファーラインのために、液体ヘリウム容器はコンソールの後ろに配置します。

- 2、電磁石の磁心を固定しているネジをゆるめ、クライオスタットを取り付けるために必要な空間をつくります。(各クランク側から見て時計回りに回すとポールギャップは広がります)
- 3、モデル3900コントローラーがコンソールに取り付けてある場合;
クライオスタットを設置する間、コントローラーの電源をオフにし、一時的に全ての接続してあるケーブルを抜き、コントローラーを取り外します。

警告! 次の作業は2人で行って下さい。

- 4、電磁石の後ろから "T" 字型の7/64インチソケットレンチ(付属品)を使って 磁石の載っている板の中央にクライオスタットを固定するための"split collar"のねじをゆるめます。このネジは完全には取り外さないで、必ずクライオスタットの首が取り付けられるだけの十分な余裕ができるようにします。

注: クライオスタットの設置はクライオスタットは特にディフュ - ザー/サンプルゾーンアセンブリ壊れやすいので、壊さないように2人で行います。

クライオスタットをコンソールの後ろから取り付けるので、1人は磁石の前でベース板の上で補助をします。

- 5、慎重にクライオスタットを箱から取り出しホースクランプをゆるめ、慎重にプラスチック保護チューブを取り外します。プラスチックチューブとクランプは捨てないで下さい。
- 6、電磁石のベース板に下で、クライオスタットの液体ヘリウムfill tube (より長いチューブ) を後ろにし、ディフューザ/サンプルゾーンアセンブリ(クライオスタットの首の部分)を上にして持ちます。

警告！ クライオスタットの首から突き出ているディフューザ/サンプルゾーンアセンブリは大変壊れやすいので、ベース板に取り付けているクライオスタット固定用部品の中に挿入するとき決してぶついたり曲げたりしないようにして下さい。

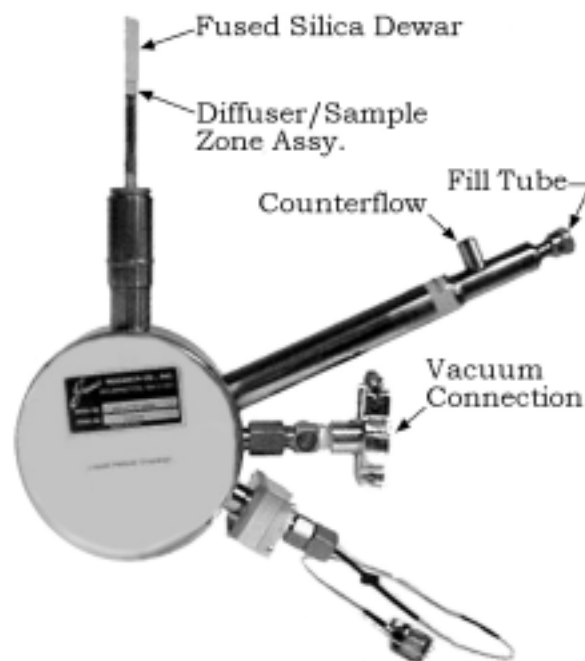


図3 Cryostat

- 7、慎重にクライオスタットの首を持ち上げ、取り付け部品の穴の中に入れます。ディフューザ/サンプルゾーンの頭の平坦な部分の位置は、4コイルピックアップコイルアセンブリの中心(磁心の中心)より 2~3mm程度下になる様にします。
- 8、前の人とは適当な場所でクライオスタットを適切な位置で保持します。
- 9、"T"字型の7/64インチのソケットレンチで2つの取付けねじを均等に締めます。"split collar" の隙間は、必ず**同じ間隔**になる様にします。
- 10、クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシをコンソール(ラック)の1番上に取り付けます。

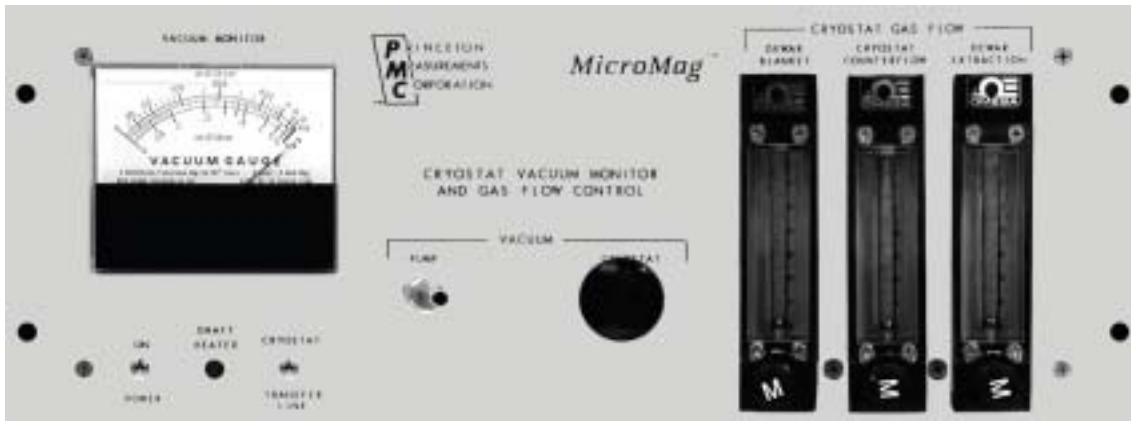


図 4 Cryostat Vacuum Monitor and Gas Flow control Chassis 前面パネル

- 11、シャーシの後ろにある 柔軟なステンレス製真空用接続管を伸ばします。
クライオスタットについているクイックカップリング(QF16) に接続します。

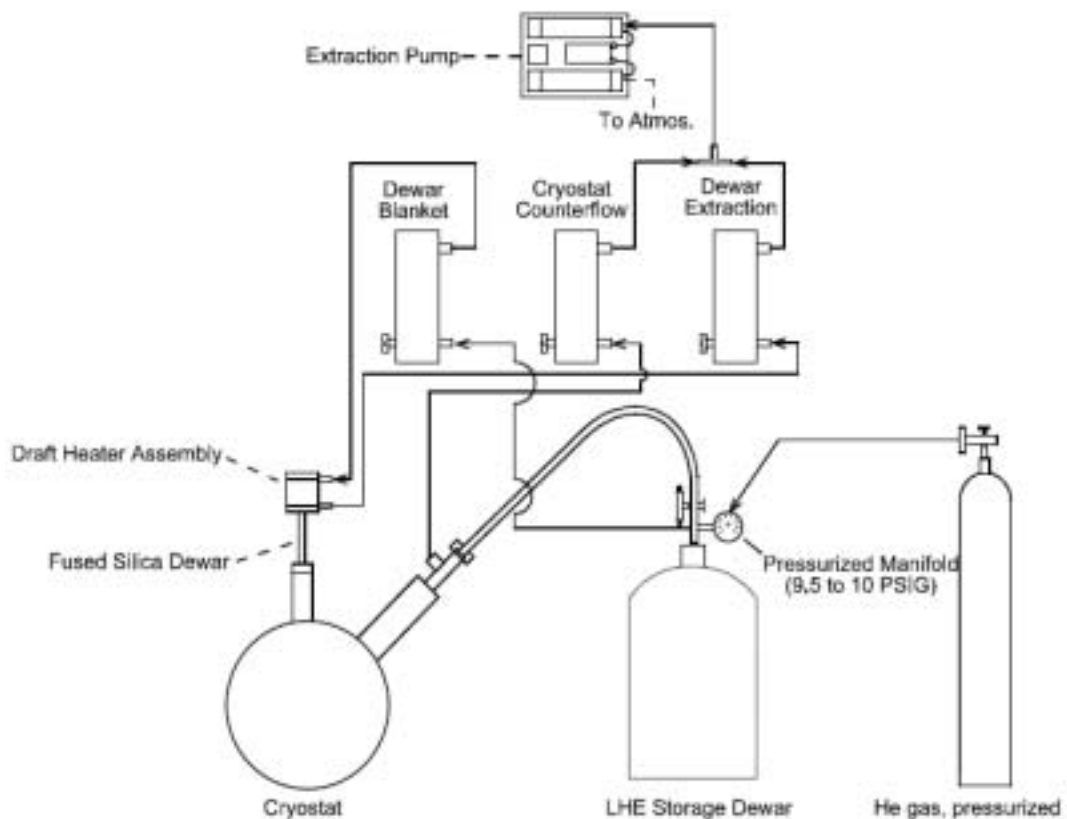


図 5 Gas Flow Connections

- 12、シャーシの前面パネルにある真空ポートに、小さな真鍮製の(長さおよそ8cm)パイプを取り付けます。

2.2 石英ガラスデュワーの取り付け

石英製のデュワーを取り付けと取り外す手順は3.1の石英ガラスデュワーの取り付けと取り外しを参考にしてください。次の2.3に進んで下さい。

2.3 ヒータアセンブリの取り付け

1. CRYOSTAT VAC GAUGEとTNSFR LINE VAC GAUGEのケーブルは、クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの後ろにあります。



図 6 Cryostat Vacuum Monitor and Gas Flow Control Chassis 背面パネル

2. CRYOSTAT VAC GAUGEとクライオスタット"vacuum tube"を接続します。もう一本のケーブルは、後でトランスファーラインの"vacuum tube" (図5参照)に接続します。
3. ドラフトヒータアセンブリを準備します。
4. 示すようにそれを石英ガラスデュワーアセンブリの上部に取り付けます。
5. ドラフトヒータアセンブリには2個の Oリングが取り付けられています。慎重に石英ガラスデュワーに約1/2インチ(1.2cm)差し込みます。2インチマグネットシステムでは、ドラフトヒータアセンブリの下端がグラディエントコイルの一番上のエッジから約1~2mm上になる様に取り付けます。ドラフトヒータアセンブリを**ピックアップコイルに接触させない**で下さい。
6. ドラフトヒータアセンブリについているフラットリボンケーブルを、vacuum/gas制御ボードのフラットリボンケーブルコネクタに接続します。(注: コネクタはロック付)
7. クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの背面についている2本のゴムホースを次の様にドラフトヒータに接続します。

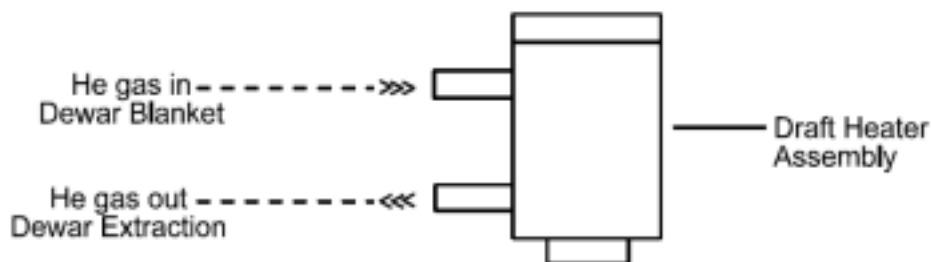


図 7 Draft Heater Assembly

2.4 排気ポンプ

ヘリウムガス排出ポンプは非常に弱い試料を測定する場合に影響するメカニカルノイズを発生します。そのため電磁石から5~6mはなしてポンプを設置して下さい。

ポンプモータ電氣的仕様は、115VAC、60/50Hz、1.9-1.4アンペアです。

(海外で使用するためにポンプモータの電源仕様を、220-240 VAC 60/50-1.3Aもできます)

- 1、排出ポンプに繋がっているチューブをクライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシ背面の**Extraction Pump**と表示してあるチューブに接続します。
- 2、Dewar Pressurizing Manifoldを確認し、液体ヘリウムデュワーにDewar Pressurizing Manifoldを取り付けます。(manifoldは、0-10PSIG圧力計、9.5PSIG安全弁と小さいガス接続ポート2つが付いています)。より小さい方のポートは加圧するためのヘリウムポンプへの圧力ゲージにつなぎます。他のポートは **To Pressurized Gas Supply**と表示してあるホース(クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの背面パネルから出ている)と背面側でつなぎます(これは Draft Heater Assemblyに Blanketガスを供給します)。ガス流量制御シャーシの背面のより長いホースをManifoldに接続します。

2.5 Cryostat Transfer

- 1、トランスファーライン上の真空チューブについている黒い 8-ピンソケットに長いほうのケーブルを接続します。トランスファーラインは最終的に液体ヘリウム容器に差込み、電磁石の後方に配置します。
- 2、液体ヘリウム容器にトランスファーラインを取り付けることができるか確認します。液体ヘリウム容器の深さとトランスファーラインを差し込む入口ポートをチェックします。安定した正の圧力を維持するために、トランスファーラインのデュワーアダプタと容器とのシールドは完全でなくてはなりません。

冷却中、容器はおよそ9.5PSIGまで加圧され、測定中は 約 1.5PSIGに調整します。

2.6 熱電対

- 1、慎重にクライオスタットについている熱電対とドラフトヒーターの線をときます。
- 2、5-ピンのデュフュ - ザー/ヒータプラグをクライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの**Cryostat/Furnace Heater** に接続します。
- 3、電磁石の裏に取り付けてある熱電対プリアンプ (Tempsensボード) のカバーを取り外します。

4、熱電対を図9で示す T1の位置に接続します。

注: 金色の熱電対線は真中のピンに接続します。極性は気にする必要はありません。

5、クライオスタットを使用する場合、熱電対ジャンパーを Auポジションにします。

注: このジャンパーブロックはクロメル 金からタイプ K熱電対に切り換えます。

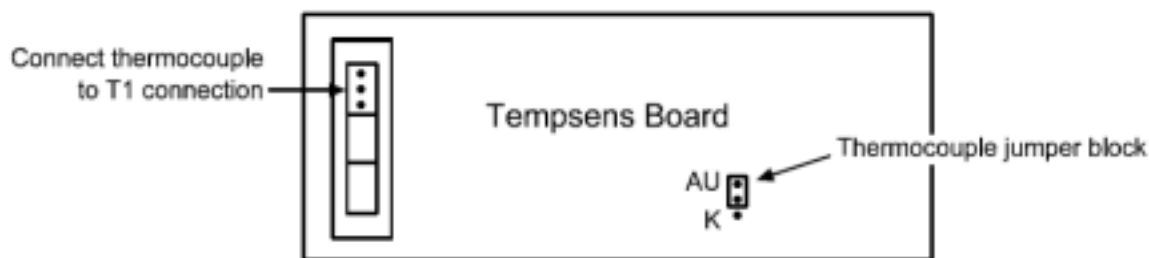


図 8 Thermocouple Preamplifier (Tempsens Board)

注: 現システムは、サンプルゾーンの下約8mmの位置にただ一つ熱電対があります。それは温度測定と制御センサーとして機能します。

2.7 最終作業と確認

- 1、コンソール(ラック)にモデル3900コントローラーを取り付けます。
- 2、クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの後ろで、7-ピンプラグ付きのケーブルを確認し、モデル3900コントローラ背面の **Cryostat Heater**コネクタに接続します。
- 3、残りの接続ケーブルを接続します。サンプルホルダーに校正用試料（システムに付属）をつけ、それをシステムに取り付けます。
- 4、次に Temperature controlウインドウを開くために、**Temperature control**をクリックします（Settingsタイトルバーの下）。
- 5、**Temperature control devise**の欄をクリックし **LHe Cryostat** 選びます。
- 6、**Temperature control**ウインドウと**Settings**ウインドウを閉じます。
- 7、真空引きそして冷却する前に、システムに付属する校正用試料で室温でのVSMの較正をします。
- 8、完了後クールダウンを実行する前に、次のクライオスタットの取扱 3を参照して下さい。

3 クライオスタットの取扱

実際の冷却を試みる前に、以下の操作方法の全てに目を通してください。

警告！怪我を避けるために、次の警告を参照して下さい：

- * トランスファーラインの最小曲げ半径は305mmです。より鋭い曲げは装置の性能は低下させないが、インナーチューブ内に、おそらく永久ひずみが発生します。トランスファーラインの引伸しも避けて下さい。
- * ピックアップチューブを液体ヘリウム容器に挿入する際、曲げない様に注意して下さい。トランスファーラインとピックアップチューブを支えるように、support collarを常に使って下さい。
- * 石英ガラス・デュワー瓶を取り外して、再度取り付けるとき、デュワーを壊さない様に、ピックアップコイルの付いた状態での磁心を適切に開いて下さい。石英ガラスデュワーを取り外し、取り付けをとき、以下の手順を参照して下さい。

3.1 石英ガラスデュワーの取り付けと取り外し

取り付け

- 1、電磁石の磁心を固定しているネジを緩め、十分な作業スペース（クランクをクランク側から見て、時計方向に回す）をあけます。
注：クライオスタットを取り付けてない場合、クライオスタットの取り付けを参照して下さい。
- 2、石英ガラスデュワーを確認し、慎重にそれを取り出します。
- 3、3つの Oリングに汚染（ちり、糸くず、髪の毛など）がないか点検して下さい。
- 4、Oリングには、良質の高真空グリース（Apiezon Nまたは同等品）を使用して下さい。真空グリースを薄く塗ります。アルミニウムスリーブにあけてある小さい排出穴をふさがない様にして下さい。
- 5、慎重に石英ガラスデュワーを、ディフュ - ザー/サンプルゾーンアセンブリの上からゆっくり差し込みます。

- 6、指でアルミニウムスリーブを軽くつまみ、中まで完全に入るまでゆっくり押しこみます。差し込むときアルミニウムスリーブをわずかに回転させてもかまいません。デュワーには横方向の力をわずかでも加えないように注意してください。(水平面)。

警告！石英ガラスデュワーを取り付けた後、磁芯とグラディエントコイルで押しつぶさないように注意し、磁芯をセットするとき、磁石の磁極端の上のグラディエントコイルが石英ガラスデュワーと接触しない様に注意してください。グラディエントコイルと石英ガラスデュワーの間の適当な隙間をセットするとき、隙間ゲージとして名刺などを利用します。磁極端を石英ガラスデュワーに接近させるとき、接触を確認するためにグラディエントコイルと石英ガラスデュワーの間で名刺をすべさせます。もう一方の磁極端の位置決めにもこのステップを繰り返します。最終的にグラディエントコイルと石英ガラスデュワーの間が0.3mm程度の隙間になるように調整します。

- 7、適切にエアギャップを再調整するために、上の注意の手順に続けて次を実行します。ベルクランクを非常にゆっくり反時計回り (CCW) 回し、名刺を使ってポールキャップとデュワーがわずかに接触するまで隙間を縮めます。最終的にデュワーを壊さない様に、デュワーとの隙間が 0.3mmから0.4mm程度になるようにします。
- 8、磁心を固定している両方のネジを締めます (抜けない程度に)。
- 9、**ゆっくりとベルクランクを時計方向 (ベルクランク側から見て) に回し、磁心をわずかに石英ガラスデュワーからはなします。ピックアップコイルと石英デュワー間の隙間をほぼ 0.3mmにします。常にエアギャップをセットする場合は磁心をひろげながら固定して下さい。これは両方のねじのバックラッシュをなくすためです。**
- 10、両側のポールキャップと石英ガラスデュワーの間だのギャップを決めた後、しっかりネジを締め磁心を固定します。

取り外し

- 1、VSMドライバーを一番上まで上げます。
- 2、ドライバーロッドを外し、ボックスにしまえます。
注: ホールプローブは非常に壊れやすいので、この作業のときは取り外し、壊さない様に安全な場所のしまっておきます。
- 3、ゆっくりと、クライオスタット真空モニターとガス流量制御シャーシの前面パネルにある真空弁を開けます。
- 4、図9 Dewar Removal Procedure参照し、2本のマイナスのネジ回しをアルミニウムスリーブとクライオスタットのステンレスの首の一番上の間の小さな溝(一箇所は前面もう一箇所は背面)に差し込み、図の様にまわします。
- 5、両方のネジ回しをバランスよく力を入れ、およそ 3-5mmアルミニウムスリーブと石英ガラス・デュワーを持ち上げるために、慎重にゆっくり回転させます。最初の オリングがはずれると抵抗の減少を感じます。
- 6、両方のネジ回しを外します。
- 7、指でエアギャップ内に指を入れ、アルミニウムスリーブをつまみ、それから穏やかにクライオスタットから持ち上げ外します。取り外す際に、アルミニウムスリーブを回転させると抜きやすくなります。そのとき石英ガラスデュワーに横方向の力を加えない様に注意して下さい。
- 8、デュワーを送られてきたときに入っていた箱にしまえます。

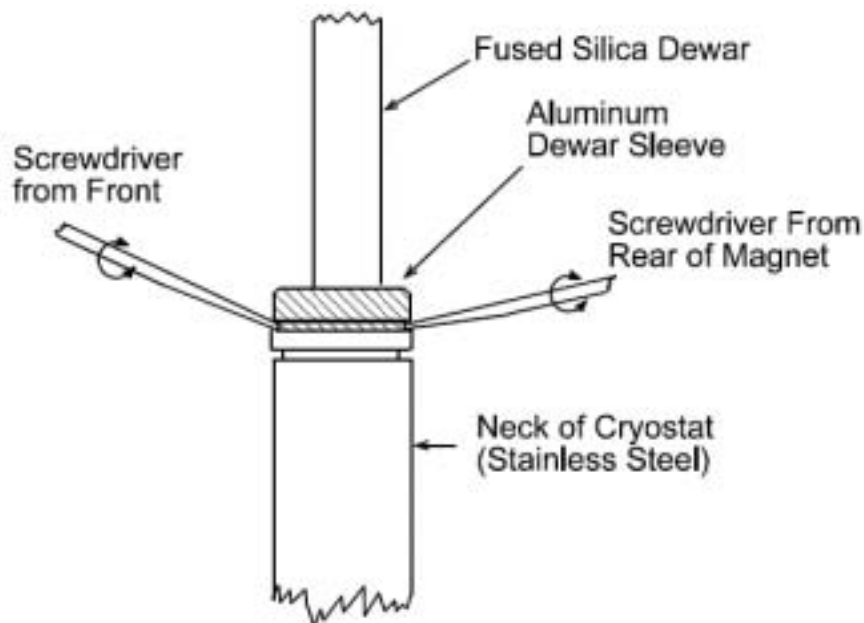


図 9 Dewar Removal Procedure

3.2 熱電対校正手順（室温で）

クライオスタットは、温度測定と制御のためにサンプルゾーンチャンバーの底に1本の熱電対（クロメル 対 金 鉄0.07atomic%）が取り付けられています。

冷却を始める前に熱電対の較正を行います。最初室温で、そして冷却後サンプルゾーンを液体ヘリウムで満たし 4.2kで行います。

- 1、周囲の温度を計るために、サンプルゾーンに温度計(熱電対等)を慎重にいれ温度()を読みます。
- 2、次に **Temperature control** (Settingsタイトルバー上) をクリックし、Temperature control ウィンドウを開きます。
- 3、**Temperature control device**の欄をクリックし、**LHe Cryostat**を選択します。
- 4、次に、**Calibrate at room temperature**をクリックします。
- 5、ポップアップダイアログボックス中で、ambient temperatureを もしくはK (273.12K+ 室温 ()) で室温の値を入力します。この温度の入力は、ダイアログボックスで表示される測定単位と合っていなければなりません。
- 6、**OK**をクリックする。較正はおよそ10秒で完了します。
- 7、終了後**Main**ウィンドウに戻ります。

3.3 真空引き/冷却手順

- 1、冷却を始める前にVSMドライバヘッドを一番上に上げ、そこで固定します。
- 2、ロータリーポンプ（お客様でご用意）を液体ヘリウムトランスファーラインの真空ジャケットに接続して、およそ 30-40 mTorrまでひきます。
- 3、トランスファーラインの真空度を確認するために、制御シャシーの前面パネル上の真空計をトランスファーライン側に切り替えます。
- 4、およそ 40 mTorrまでひき、トランスファーラインの真空バルブを閉め真空ポンプを外します。

注: クライオスタットを取り付けた直後の真空引きは、30mTorr ~ 40mTorrにひくまで4時間から8時間かかるかも知れません。これは使われている真空ポンプと、クライオスタットがどのくらい長く大気中に置かれたかに強く依存します。

- 5、真空ポンプを、vacuum/gas制御シャーシ前面のLHe cryostat 真空ポートにつなぎ、およそ30mTorr ~ 40mTorrまでひきます。クライオスタットの真空度を確認するために、真空計を**Cryostat** 側に切り替えます。

両方の真空弁が開いていることを確認します。一つはクライオスタット真空モニタ/ガス流量制御シャーシの前面パネル上と、もう一つはクライオスタットの真空ポートの上にあります。

真空ポンプは、初期冷却の間はクライオスタットの真空ジャケットに接続していてもかまいません。しかしクリオポンプが動き出したら、前面パネルの真空弁を閉じ真空ポンプを外して下さい。

注：77K以下の温度で測定をおこなう場合、真空ジャケットは真空漏れなければ高真空を維持するクリオポンプとなります。しかし77K以上の温度の場合、石英ガラスデュワーに露結しないようにするために真空ジャケットを真空引きする必要があるかもしれません。77K以上の温度で測定する場合は常に真空度を確認し、もしクライオポンピングが減少し、真空度が20mTorr ~ 30mTorrを上回った場合、ロータリポンプをつないで測定中でも真空引きをする必要があるかもしれません。20mTorr ~ 30mTorr以下ではロータリポンプで真空引きはしないで下さい。ポンプの油がクライオスタットの真空チャンバー内に入る可能性があります。

石英ガラスデュワーをヘリウムが拡散して通る為には、クライオスタットが、冷却の前に真空に引かれていることが必要です。(石英ガラスデュワーとクライオスタットは、真空ジャケットを共有します)。

- 6、図5で示す様に、液体ヘリウム容器の加圧用接続ポートに圧縮ヘリウムガスを接続します。冷却の間 およそ 9.5PSIGを維持するために、2-ステージガス圧力調整器を使用して下さい。今の時点では圧力を加えないで下さい。

警告！ トランスファーラインにある液体ヘリウムスロットルバルブは液体ヘリウム容器に差し込む前に少なくとも5回転分あけます。これは大切な作業で、容器に差し込まれるときにラインの細い管の内部の空気を押し出します。

- 7、トランスファーラインを完全に液体ヘリウムの中に挿入する前に、非常にゆっくりガス圧を上げ、ゆっくりそして慎重に液体ヘリウム容器の中にトランスファーラインのピックアップチューブを挿入します。凍結の問題を最小限に抑えるために、初めガスでトランスファーラインの毛細管内を置換する必要があるためこれは重要な作業です。**10PSIG以上には加圧しないで下さい。**

注：トランスファーラインのピックアップチューブが**曲がらない**ように、気をつけて挿入して下さい。

- 8、ピックアップチューブが液体ヘリウム容器の底につくかもしれません。そのときトランスファーラインのピックアップチューブのエントリーホールとフィルターは底からおよそ1.5cm上にあります。
- 9、トランスファーラインのdelivery tipをクライオスタットの中に完全に挿入します。
- 10、穏やかにクライオスタット上でスウェジロックナットを締めます。
- 11、初めのクールダウンでの流量を調整するために、LHeスロットルバルブの調整ナットをおよそ5回転開きます。容器に入れたトランスファーラインについているスロットルバルブの回転方向を確認して下さい。図1を参照してください。

注:

トランスファーラインとクライオスタットの冷却におよそ30分かかります。液体ヘリウム容器内の圧力は初めの圧力より減少しますので、冷却中は約9.5PSIG(668 g/c m²)の圧力を維持する様に圧縮Heガスのシリンダーのヘリウムガス圧力調整器を調整して下さい。

クライオスタットとトランスファーラインの真空部分は、冷却された内部でクライオポンプとなります。これは、トランスファーラインそしてクライオスタットで最初モニターしている真空によって観察されます。

クライオポンピングが増加するので、前面パネルの真空計の読はゼロに接近します。必要に応じて Transfer LineからCryostatへモニターを切り換えます。

クライオスタットがクライオポンピングしたら Cryostat Vacuum Monitorと Gas Flow Control Chassisの前面パネルの真空弁を閉じて下さい。真空ポンプをオフにし、そして必要に応じて接続を外します。

- 12、サンプルゾーンの温度は、また**Temperature control**ウインドウメニューの右側に表示されます(Thermometer reading)。冷却の間、サンプルゾーンの温度を確認するためこの表示を使います。

注: サンプルゾーンの温度が冷却の間、0.0Kにセットされていることを確認して下さい。diffuserのヒーターに電流が確実に流れない様にし、そしてトランスファーラインの内部とクライオスタットが十分に冷やされたあと、液体ヘリウムがサンプルゾーンにたまるようにします。温度の設定は**Main**ウインドウにあります。

13、ヘリウムガス排気ポンプの電源を入れ、前面パネル流量計を次の様にセットします：

Dewar Blanket : 0 mm .
Cryostat Counterflow : 約 60 mm .
Dewar Extraction : 約 30 mm.

注： 温度が変わると上記で設定した流量が変化するので、バルブを調整する必要が生ずるかもしれません。これは後で説明します。

14、**Temperature control**ウインドウの右側のサンプルゾーン温度を観察します。
冷却の間、下がっていた温度がとまった場合液体ヘリウムスロットルを少し開けて下さい。サンプルゾーンで液体ヘリウムが観察されるまで、Counterflowのつまみを2~3回開けます。

より簡単に液体ヘリウムを観察するために、石英ガラスデュワーの後ろから小さいフラッシュライトまたはペンライトの光をあてて下さい。

慎重に、デュワーの前から(バケツアセンブリに最も近い)サンプルゾーンを見ます。液体ヘリウムが存在するとき、光のわずかな屈折に気がつきます。

3.4 4.2Kでの熱電対の較正手順

サンプルゾーンが液体ヘリウムで満たされたら、4.2Kでの熱電対の較正をすることができます。

1、**Temperature control**ウインドウにおいて、Calibrate at 4.2Kをクリックします。
較正を開始し 終了するまで 10~15秒程度時間がかかります。

2、完了後、液体ヘリウムの流量を減らすためにスロットルバルブを閉める方向に4回転させます。counterflowをおよそ 30mmに下げます。これで 4.2Kの較正は終了です。

3.5 温度を制御するための設定

- 1、3台の流量計を次の様に設定します：

Dewer Blanket :	約 45mm.
Cryostat Counterflow :	約 30mm.
Dewar Extraction :	約 40mm.

- 2、クライオスタットが**安定**するまで約20-30分かかります。
- 3、圧縮ヘリウムガスとの接続はそのまま、圧力を約 9PSIG ~ 9.5PSIG (633g/cm² ~ 668g/cm²) になる様に2-ステージガス圧力調整器を調整します。

最適に動作するための液体ヘリウム容器内の圧力は、9.0 ~ 9.5PSIGで一定でなければなりません。ガス圧力調整器のゲージは 0-0.1MPa (0-15PSIG 0-1kg/cm²) または 0-0.2MPa (0-30 PSIG 0-2kg/cm²) のものを使用します。

注: 2-ステージ・ヘリウムガス調整器圧力は、マニホールドについている9.5PSIG安全弁の圧力ちょうどにセットして下さい。

- 4、**Main**ウインドウに戻ります。
- 5、**Temperature**の欄をクリックします。
- 6、35Kと入力し、ENTERを押します。これは若干の熱をディフューザーに加えてそして温度を制御します。これは1番上に取り付けているドラフトヒーターアセンブリの霜を取り除く手助けになります。

システムが安定したらヒーター電流を確認します。拡散ヒーター電流がおおよそ 80 ~ 100mAになる様に徐々に液体ヘリウムの流れを減らす必要があります。

また、冷えたヘリウムガスを排出するために Dewar Extractionの流量を調節します。

注: 過度のDewar Extraction流量は、石英ガラスデュワーの周りの空気を引き込みサンプルゾーンに霜を発生させます。不十分な Dewar Extraction流量は、冷えたヘリウムガスが石英ガラスデュワーから出てきます。

- 7、新しい測定温度を設定するとき、必ずデュフューザーのヒーター電流がおおよそ 80 ~ 100mAになる様に液体ヘリウムの流れを再調整します。要求される流量にセットするためにゆっくり慎重に液体ヘリウムスロットルバルブを回します。流量を調整し安定するのにおよそ1~2分かかります。

3.6 フロントパネルのガス流量計

Dewar Blanket

ドラフトヒーターアセンブリの上部に供給するヘリウムガス (blanket gas) の量を確認し制御します。これは設定温度に依存しますが、通常 40 ~ 45mmの間に設定します。低い温度 (およそ35K以下) で測定するときは少し多く流す必要があります。石英ガラスデュワーの中、アイリス絞りの羽の上に霜がつかない様に "blanket"ガスの流量を最低にします。

Cryostat Counterflow

クライオスタットの内部構造 (または断熱) によって戻ってくるヘリウムガス(counterflow)の量を確認できます。経験上およそ50Kより高い温度の場合、クライオスタットのcounterflowは完全に止めてもかまいません。追加の冷却が必要な (例えば、4.2Kでの較正のためにサンプルゾーンを液体ヘリウムでいっぱいにするとき、あるいはおよそ 50Kの以下の温度で測定) 時には開けます。

**警告！過度のcounterflowはサンプルゾーンに回りの空気をひきこみ霜が発生します。この場合には、counterflowを減らすか止めます。
一時的にディフューザーとサンプルゾーンを暖めるために、温度をおよそ300Kに設定します。霜と湿気がなくなったら、必要に応じて温度を下げ counterflowをより慎重に設定します。**

Dewar Extraction

使用済みの冷えたヘリウムガスの排気量あるいはドラフトヒーターアセンブリから吸い込まれる量を確認し調整します。温度に依存しますが通常、30mm ~ 40mmにセットします。低い温度 (およそ35K以下) で測定するとき、わずかに多いガスの排出が必要になるかもしれません。アイリス絞りの刃、そして石英ガラスデュワーの内側の霜の発生を防ぐために最小限の排出ガス流量で行います。ドラフトヒーターアセンブリの上部近くで流れがない様にします。

過度の排出は、ドラフトヒーターと石英ガラスデュワーの内側に霜を発生させます。

逆に少ないとドラフトヒーターアセンブリの上部から冷えたガスが排出されVSM石英ガラスドライプロッドの表面に霜を生じさせます。

3.7 温度の設定

- 1、Mainウィンドウで **Temperature**の欄をクリックします。
2. 測定温度を入力します。
3. ヒーター電流が約 80-100mAになる様に液体ヘリウムの流れを調節しシステムが安定するのを待ちます (1~2分程度)。

注: 今現在のクライオスタットは、サンプルゾーンの温度の測定、及び制御は1つの熱電対でおこなっています。これに対するソフトウェア上の difference correctionの設定は通常0 (ゼロ)です。

3.8 測定試料の取り付け

- 1、設定した温度になったら、サンプルロッドに試料を付け、それをコレットに差し込みます。

警告! ゆっくり慎重に試料を下げてください。あまり急いで試料を冷えた中におろすとホルダーから試料が落ちる恐れがあります。もし試料が落ちた場合VSMドライブロッドを外してください。液体ヘリウムの流量を下げ、サンプルゾーンの温度を約300Kに上げます。長さ約 15 cm 直径3.2 mm のプラスチックあるいは木の細い棒を用意し、先にシリコングリースを少し付け、サンプルゾーンにそれを差し込み、試料をくっつけて取り出してください。

- 2、クライオスタットのサンプルチャンバー内にドライバヘッドとサンプルロッドをゆっくり慎重に下げます。試料が中心にあり、石英ガラスデュワーの先端の部分に接触していないことを確認し、Draft Heater Assemblyを通過させます。Draft Heater Assemblyを通過し、再度試料が見えるまでゆっくり下げていきます。
- 3、もし必要であれば、試料が中心にくるようにXとY軸を調整します。石英ガラスデュワー瓶を通して試料を見て、“4コイル” ピックアップコイルアセンブリの真中に試料がくるまで下げます。その位置でドライバヘッドを固定します。
- 4、VSMドライバーを振動させ測定を行います。
- 5、試料の最適化は勧めません。ただ垂直方向の位置の調整は行ってください。

3.9 まとめ

測定温度を変えたとき、Dewar Extraction flowとDewar Blanket flowは少し調節しなければならないかもしれません。35kから40K以下の場合両方の調整が最も重要です。この調整は**Draft Heater AssemblyでHeガスの流れがゼロになる**様にすることです。Draft Heater Assemblyに供給される暖かいヘリウムガス（Dewar Blanketガスを制御により）とアイリスの下側の試料に霜が着かない様にするための、十分な使用済みの冷えたヘリウムガス（Dewar Extractionの制御により）のバランスが重要です。Draft Heater Assemblyは内蔵ヒーターも備えており室温より 2~4 高くなります。

霜がDraft Heater アセンブリの中にできている場合、通常 Dewar Extraction流量が多い設定になっていることに起因します。内部できた霜を取り除くために一時的にサンプルゾーンの温度をおよそ250 K ~ 300Kまで上げて下さい。霜を取り除くために2 ~ 3分程度かかります。Draft flowコントロールを慎重に再調整し、目的の測定温度になる様にします。ここでの目的はDraft Heater Assemblyでゼロ流量を確立することです。

3.10 Cryostat Shutdown - overnight (一晩)

- 1、ヘリウムガス排出ポンプの電源を切ります。
- 2、LHeスロットルバルブを閉じる方向に回し（1、2回転）液体ヘリウムをクライオスタットに流れない様にします。
- 3、クライオスタット真空モニターとガス流制御シャーシの前面パネルのDewar Blanket flow のバルブを閉じます。これは液体ヘリウム容器からヘリウムガスの流れを止め、その内部圧力を、一晩およそ9.0 ~ 9.5PSIG(容器に取り付けてある安全弁がもちあがる)まで上げます。これは、次の冷却に対する備えです。
- 4、圧縮ヘリウムガスポンプのガス調整器のバルブを閉じます。

3.11 Cryostat shutdown (長期間)

- 1、慎重に液体ヘリウム容器の圧力を下げ、ゼロにして前記と同じ手順を取ります。
- 2、クライオスタットからトランスファーラインの delivery tipを取り外します。
- 3、次に慎重に LHe容器からトランスファーラインピックアップチューブを取り外します。
できれば安全に保管するために出荷用の箱にトランスファーラインをしまってください。
- 4、クライオスタットを取り外す場合、真空を破る前に、クライオスタットの内部の温度を室温まで戻すために約8～10時間そのままに放置しておきます。(真空を破ったときクライオスタットの真空ジャケット内部に凝結が起きる恐れのある間はクライオスタットを大気中でそのままにしておきます。)

警告！ LHe容器を交換するときや、新たに液体ヘリウム容器に差し込む前に、LHeトランスファーラインを完全に室温に戻して下さい。また、トランスファーラインの湿気を取り除くために、暖かいヘリウムガス(室温の)で完全に外へ押し出してもかまいません。