

第8章 4 K冷凍機の使用法

4 K冷凍機 使用マニュアル

2010年8月12日

富田 崇弘

8.1 試料の取り付け手順

1. すべてのI端子/V端子コネクタをチェックし、抵抗を確認。
(抵抗が数十～数Ω[Ω]ぐらいになるはず。数[kΩ]の場合は、銀ペーストの付け方に難あり。)
2. アピエゾンNを電気抵抗用コネクタのネジ側底部につけ付ける
(熱接触を良くするため。つけないと温度勾配のため、試料の温度を正確に測定できない。)
3. 金メッキされた試料台を冷凍機に取り付ける。
(このとき、しっかりと手で回し固定する。)
4. 温度計にアピエゾンNグリスが塗ってある事を確認し、台座の穴に指す。
(温度は非常に効果なので、最新の注意を払って取り付け。コネクタが付いていることも確認。)
5. シールド (金色の金属) を被せ、黒い蓋をする。

8.2 電気抵抗の測定準備

1. 測定端子の確認。

パネル上でSample端子の各抵抗値 R^{2w} をノートに記入。

かならず、抵抗が見える事を確認。テスターにて、OL(overload)/OF(overflow)でない事を確認。

インサート内には、測定端子と測定装置を繋ぐ重要なケーブルがある。これが、不注意にも、内部で切れていたりすると測定自体がアウト！かならず、トリプルチェックを忘れるな！

(①Direct check, ②Cross Check, ③Ground Check)

2. 温度計端子の確認

温度計には、温度校正するためそれぞれに番号が付いている。これを必ず確認して、メモる。メモっておけば、もし間違えた場合でも、後で、温度を換算できるかも知れない。

3. プログラム始動

Windows XPを起動後、デスクトップ画面にある「WMDS」をクリックして開く。

この状態で、取りあえず、室温で測定できるか確認する。温度計(Cernox1050)は、LakeShore温度計で室温付近で50~60Ωぐらいにみえるはず。抵抗は、DACの場合、電流を0.1mAと0.01mA流して、通常は測定。そのときの電圧の値は、1Vを超えるようなら、電流を1桁さげ、測定する。そして、電流反転させて、電圧値をチェック。

8.3 冷凍機起動 (温度冷却)

1. 真空引きする。

2. 冷却水の水を流す。

入り口横の水道を開ける。このとき、必ず、水が流れているかを確認する。ホースに漏れがないかも同様に確認する。

3. 冷凍機のスイッチを入れる。

コンプレッサーCKW21の背面メインスイッチの投入後、フロントパネルの「Drive On」スイッチを入れる。Supply Pressureが2.0~2.3 MPaになっていることを確認する。この状態で放置すると、最低温4.4Kに到達。

8.4 冷凍機温度上昇

1. LakeShore S331上で、[Control setup]を押す。

2. [Enter]6回で、RampRateの設定画面がでたら、Cooling 0.3K/min

3. [Setpoint]を押し、目的の温度を入力

4. [Heater Range]を押す。↓↑で[High]を選択。[Enter]を押したら、終了。

4.2Kから16時間で、測定が終了。

8.5 冷凍機終了と試料取り出し

1. 温度コントローラS331が300 K(急いでいけば、290K以上で取り出しは可能)になっているか確認する。特に、「Heaterが0%Off」になっていなければ、待つ。それ以下で取り出すと、冷凍機に、霜(氷)が付着するため、次の測定に時間が掛かると共に、最低到達温度が上がってしまう。

2. サンプル内の真空を抜くため、リークバルブを開ける。このとき、ポンプは付いていな事を確認。

3. トップの黒い蓋のネジを下から取り外し、開け、コネクタを外す。

4. 黒い蓋の底部(オーリングが付いている部分)表面は、汚さないよう注意が必要。

5. 表面スイッチ→背面スイッチの順に電源を切る。

6. 終了は起動時と逆手順、冷凍機が止まってから10分後に冷却水を止める。

7. 最後に、試料を外した後、コネクタを元に戻し、黒い蓋を付け直し、真空日を再度行い、終了。ポンプは、かならず止める。

低温装置

■冷凍機 スペック

住友重機の4KGM(Gifford MacMahone)冷凍機リース。

■4KGM冷凍機(RDK-205D)

-二段式GMサイクル

-冷却能力(50/60Hz)..... 一段 3.0/4.0W AT 50 K (50/60Hz)

二段 0.5 W AT 4.2K

-寸法..... 幅180 mm x 長さ 294 mm x高さ512 mm

-重量 14.0kg

■水冷式圧縮ユニット(CSW-21)

-外形寸法.....

-ヘリウムガス圧力 封入圧力.....1.6~1.65 MPa

運転圧力.....2.10~2.3MPa

使用測定装置

1. LakeShore Model 331S (温度コントローラ)
2. 温度計LakeShore Cernox 1050 (1.4Kまでキャリブレーション可)
3. Keithley2400 (定電流電源)
4. Keithley2000+スキャナー付きのマルチメーター。(測定対象切り替え)
5. 4K冷凍機(スペックは、4K~)
6. プログラムは、テストポイント (2011年5月現在LABVIEWへ移行中)