

この教訓を飲み込めない奴は



# ありがたいマニュアル (改)

*Kensuke Oukuma / Hideto Soeda*

(Adv. Dr. Takahiro Tomita)

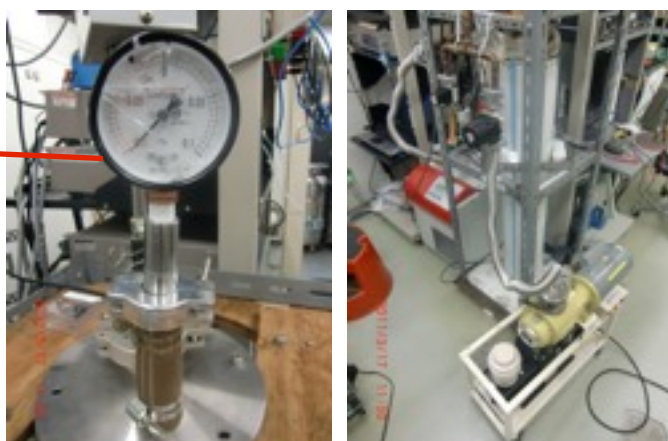
2011. 03.23

## 1. GLASS DEWAR準備

3日以上、GLASS DEWARを使用しなかった場合、DEWAR中に空気が多量に入ってしまった可能性がある。もし、仮に空気等があると、低温で固化して温度がうまくコントロールできなかつたり、常圧測定の場合には試料にダメージを与えたりと、良くない事が多いので、必ずDEWAR内は実験開始前にヘリウムガスで置換する必要がある。以下その手順。

- ①ロータリーポンプで、DEWAR内を真空引きする。
- ②リークしているかチェックするため、必ず連成計型ブルドン管圧力計(-0.1 MPa<P<0.1 MPa)を取り付け、メモリが-0.1 MPa以下になるまで引く (5min程度)。ここで、一度バルブを閉めリークチェックする。→**リークがある場合には、原因追及。**
- ③バルブを閉めた後、5minほど立っても圧力メモリが変化しなければ、ガラス表面に吸着した汚れを取り除くため、更にブースターポンプを使用して高真空で、30min~1時間程度引いておく。
- ④その後、ヘリウムガスを置換。常圧以上になったら、ガスを止め、終了。

振り切  
れるまで引く



*Fig. 1 GLASS DEWAR and Pressure Gage*

## 2. DAC or Piston Cylinder準備と確認

DACやピストンの準備が整ったら、まず測定前に以下の確認をして置く。これをしないと先生に怒られます。本当に！！

### ①インサートの各端子の確認。

インサート内には、ピストン&DACの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測定端子の確認。

ピストンの場合は、Pressure manometer（鉛）& Sample端子のみ。DACの場合には、Sample端子をCheck。セル本体と端子間の抵抗がないことも必ず確認せよ。

### ③温度計の確認

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。

### ④インサートに温度計、圧力セルをセットし、温度、抵抗が見えるか確認する。

ネジでインサート、圧力セルをぶら下げる。また、圧力セル本体に、Nグリース（熱接触を良くするため）を付けた温度計をセル本体の穴にいれる。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(Cernox)は、LakeShore温度計で室温付近で50~60Ωぐらいに見えるはず。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。

### ④プログラム始動

最新プログラムは、HPMS1.22b。赤いスタートボタンを押すと、測定が始まるので、適宜セットを行い、測定間隔を0にして、異な2つの電流値で抵抗測定を行う。

### ⑤シールドする。

アルミホイルで、圧力セル本体をすべてカバーする。

### 3. ガラスディワー準備

これから、実験開始です。

#### ①ヘリウムデュワーの断熱層を破る。

ヘリウムデュワーの断熱層内にヘリウムガスを熱交換ガスとして入れることで、窒素デュワー内に液体窒素と同程度の温度 (77 K) まで下げられる。交換ガスの量は、適量。経験的には、ガラスディワーの口の部分に入る程度。

#### ②ヘリウムデュワー内に、ヘリウムを閉じこめガラス管閉める。

#### ③ターボ分子のチューブを再度つけておく。

#### ④圧力セルがついたインサートを突っ込む。

(気持ちを込めて、愛を込めて、そして、成功するようにひたすら祈りながら。

←とっても重要)

#### ⑤プログラム立ち上げ

新型、プログラムHPMS1.22bを立ち上げる。

### 4. 80Kまで温度を下げる (液体窒素編)

#### ①液体窒素をいれる。

液体窒素ベッセルをガラスディワー付近にまで、移動して、ベッセルに付いている圧力計が0.5 MPa以下なるように圧力をリークする。これ以上の圧力では窒素の内圧により、付属のゴムホースが破裂する危険がある。メタルホースの場合でも、1.5MPa以下になるのが望ましい。この後、液体窒素デュワー外側の矢印の部分まで窒素をいれる。

温度は、80K以下になるぐらいまで、冷やす。これ以下にならないと、更に温度を下げる時液体ヘリウムの消費が馬鹿にならないよ。(この間にアニメをみよう。)

### 5. 4.2Kまで温度を下げる (液体ヘリウム編)

#### ①ターボ分子ポンプ起動

高真空用のターボ分子ポンプを付けて回転数が300Hz以上になったら、ガラスバルブをゆっくりと明け、ヘリウムデュワーの断熱真空層を真空引きし、液体窒素デュワーとの熱接触を切る。これによって、温度を更に冷やすことができる。

## ②液体ヘリウムのトランスファー(風船、手袋、チューブを用意)

液体ヘリウム容器の残量を確認する。2L以上であれば、測定は可能。トランスファーチューブを液体ヘリウム容器に入れて、白いガスが、出始めて、音が連続的になったら、ディワーに排出側をいれる。入れた直後、大きいスピーディーバルブを開ける。(ヘリウムが出ている事を確認するため。)

## ③最低温度に、温度を下げる

温度計が20-15 Kになったら、そろそろガラスディワーの下にヘリウムがたまり始める。すると、温度が一気に下がり始めるので注意が必要。ヘリウムトランスファーチューブは、液面からちょっと上が理想。たた、液体ヘリウムを溜める場合は、トランスファーチューブを液面以下に下げる。4.2Kになったら、後は、トランスファーチューブを引き抜く。

## ④大きいバルブを締め、安全弁が付いている小さいバルブを開ける。

# 6. 鉛の転移温度を見る。(圧力セルの場合)

## ①鉛の超伝導転移を確認する。

第一種超伝導体のため、磁化に明確な異常として現れる。鉛の超伝導転移は、歪みにも弱いため、一度圧力を掛けたサンプルの使い回しは止めた方がよい。転移温度は、常圧で  $T_c=7.19$  Kほどで見えるはず。しかも、BCS型の超伝導体であるため、低圧では、ほぼリニアに転移温度は、下がっていくだろう。勾配は、 $dT_c/dP=-0.384$  K/GPa。これにより、圧力校正ができる。

$$P(\text{Pb}) = \{7.19 - T_c(\text{Pb})\} [\text{K}] / (0.384 \pm 0.007) [\text{K} \cdot \text{GPa}^{-1}]$$

## ②プログラム上で、鉛の転移温度のスイッチを切る。

この状態で、ほぼ、12時間後には、200 Kほどまで温度が上がっていくはず。

# 6. 温度上昇

## ①200K以上になったら、プローブを少しずつ引き上げる。

DACの場合は、経験的には、2~3cm/10min。

圧力セルの場合は、経験的には、5cm/10min。

DACの方は、より慎重にゆっくり引き上げる必要がある。

②300Kになったら、プローブを引き上げ、測定終了。

DACの場合は、280K以上で測定対象現象がなければ、測定を止めても良い。その後、ガラスディワーから引き上げて、さらに室温まで上げる。

③電源を切っておこう。

LakeShoreや電流計、電圧計等の液晶画面を付けっぱなしにするとどんどん液晶画面が劣化して、暗くなるので、今後の後輩のために、老朽化対策として電源をきっておきましょう。

## 7. 4.2K以下の測定

DACと圧力セルともに、液体ヘリウムを使うことで最低到達温度は、1.3~1.4Kほどまで、実際に冷やすことができる。4.2以下に温度を下げる場合、手順5の③から、やり方が違う。

①温度が、4.2Kになったことを確認して、液体ヘリウムがたまるのを確認する。

②更に、液体ヘリウムが、圧力セル OR DACのセルの半分がつかるほど溜まったら、トランスファーチューブを引き抜く。

液体ヘリウムの蒸気圧は、常圧で温度が4.2Kを示す。蒸気圧が下がれば、温度がさがるので、ディワー内の圧を下げることで、温度を下げられる。

③バルブを全て閉じ、後はロータリーポンプで、2.2Kほどまで冷やす。その後、ブースターポンプを使い、1.4Kまで温度を下げる。

**この時点で、液体ヘリウムが、底に残っていないと大変なことになるので注意。**

④ロータリーとブースターを両方止めて、圧力計が常圧にもどるのを待つ。すると、あら不思議、4.2Kになってしまう。

⑤後は、バルブを開けて、安全弁をつけ、手順6へ。