

オレンジクリオマニュアル

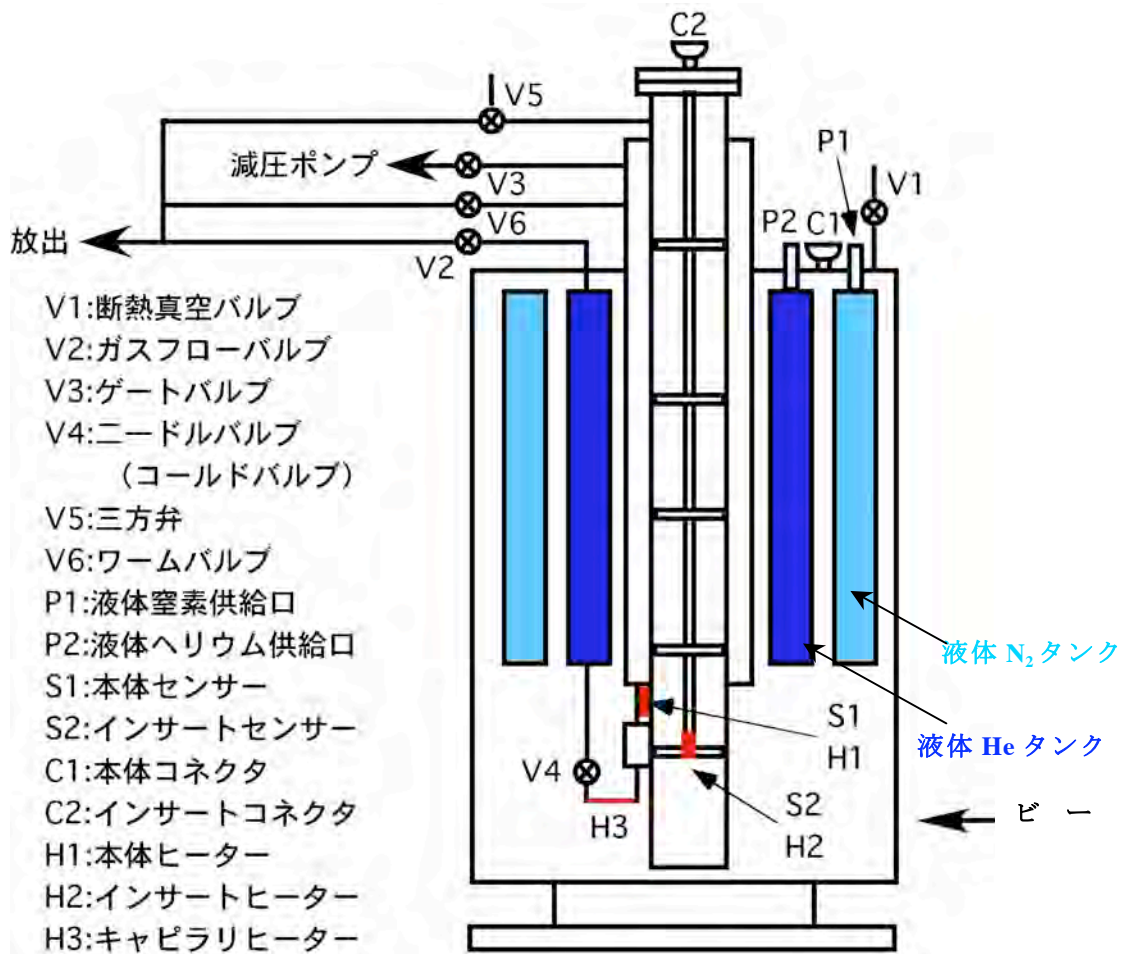
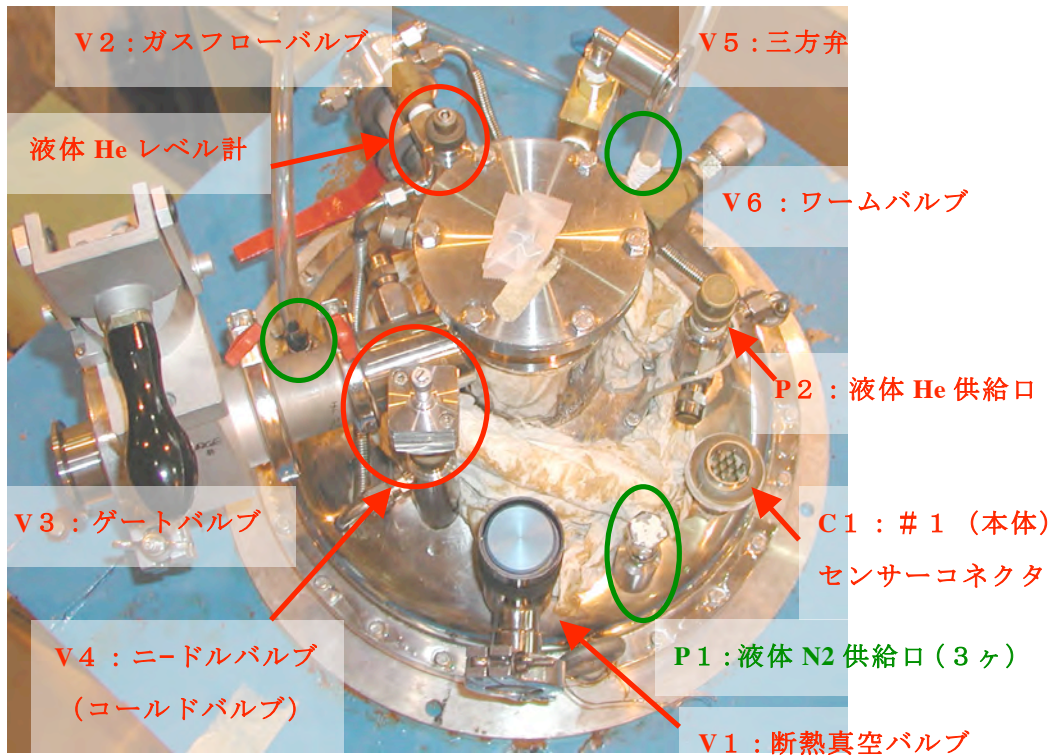
1. 仕様・付属品

仕 様	
温度範囲	1.5K～室温
サンプル室口径	70φ（オレンジ都立大は100φ）
使用実績	4G,5G,6G,T11,T12,T13,C11,C12,C311
温度センサー	ロジウム-鉄 constant current : 1mA type I 約 27Ω @ 室温、約 2 Ω @ 1.5K type II 約 100Ω @ 室温、約 8 Ω @ 1.5K
ヒーター	温調用ヒーター : 約 50Ω (許容電流 : 0.7A まで) キャピラリーヒーター : 約 30Ω (許容電流 : 0.2A まで)

付属品

- オレンジクリオ本体
- サンプルスティック
- 工具箱
 - ・ ヘリウムレベル計
 - ・ TEMCON 接続用ケーブル
 - ・ フラッシング用器具
 - ・ ログノート
 - ・ NW16、25、40、50 クイックカップリング 数ヶ
 - ・ インサート部めくら蓋
- 減圧ロータリーポンプ
- マニュアル
- ログノート

2. 構造



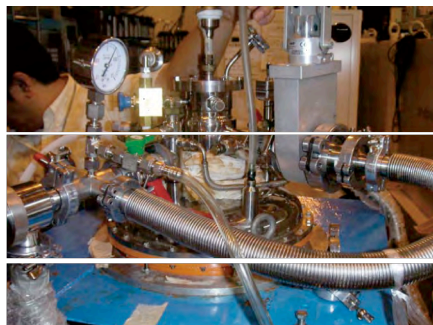
3. 予冷・準備

(ア) 用意するもの

- ① 液体窒素（補給場所がガイドホール、炉室にある。）
- ② 液体ヘリウム（実験で使う分を計算して注文しておく）
- ③ ゴム風船
- ④ ヘリウムガス
- ⑤ 液体ヘリウムトランスファーチューブ（+アダプタ）
- ⑥ ドライヤー
- ⑦ ハンドリフター
- ⑧ フラッシング用継ぎ手（真空系付き十字管+真空バルブ）
- ⑨ NW25 真空ホース数本、NW25,40,50 クイックカプラとセンターリングおよび（必要なら）NW25-40 等の変換フランジ

(イ) 真空引き：まず、スタッフ等に連絡して予冷の前日までに真空ポンプ（分子ターボもしくは熱拡散ポンプ）で本体の断熱真空槽を引いておいてもらう。真空度が 1×10^{-5} Torr 程度以下になっていれば O.K. である。

(ウ) フラッシング：まず、キャピラリーなどの液体ヘリウム等のパス上に空気や水分が固化して詰まったりしないように、乾燥したヘリウムガスで洗浄する。写真のようなフラッシング用の器具（要はすべてのパスを洗浄してヘリウムで満たせばよいので、この器具をとくに使わなくても良い。）を使い、真空に引くのとヘリウムガスでみたすのを交互に3回ほど繰り返す。そのためにもまずこの器具の4つの NW25 の口のうちの2つを V2 と V3 のラインに（冷凍機によって NW25-40 のアダプタが必要）真空フレキホースを用いてつなぎ、一つは蓋で塞ぎ、残りのひとつは真空バルブをつけて真空ポンプ（ロー



タリーで良い) に繋ぐ。V2、V3、V4、V6のすべてのバルブを開けてV5は青いレバーを下に向けて(試料室と洗浄しようとしているラインが繋がる)、真空ポンプで引く。圧力計参照。真空バルブを閉じてタケノコ状の口にヘリウムボンベからのホースを繋ぎ、真空になったラインにガスを導入する。急に導入するとホースがつぶれてガスの流れをブロックしてホース元などから空気もれすることがあるので、ホースがつぶれないように少しずつ導入する。この真空引きとヘリウム充填を3回ほど繰り返す、最後にヘリウムを導入して(加圧気味がよい)開けたすべてのバルブを閉じる。器具は外しておく。



(エ) 液体窒素供給 :

- ① あらかじめスタッフに頼んで液体窒素容器に所定の液体窒素供給場所で汲んでおく。100L 容器



1本確保すれば1週間ほどもつ。

- ② 3つある液体窒素ポートのひとつにビニールチューブをつけて液体窒素容器の



ノズルにつける。ひとつはふさいでおき、ひとつはビニールチューブをつけて開放しておく。ブ



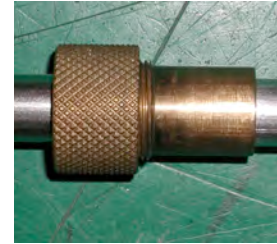
ロー弁を閉じて昇圧弁を開け、供給バルブを開ける。溢れるまで待つて液体窒素容器の供給バルブを閉じて昇圧弁を閉じ、ブロー弁を開けて圧を逃しておく。ドライヤーであたため、または完全に柔ら

かくなるのを待つてビニールチューブを液体窒素容器ノズルからは
ずしておく。

- ③ 液体窒素は1日1回補充するようにする。室温時の初回の窒素供給
からしばらく（30分ほどか）置くとヘリウムが節約できるとされ
ているので、できればこの状態でしばらく待つ（この間に液体ヘリ
ウム供給の用意をする）。

(オ) 液体ヘリウム供給（ヘリウムトランスファー）

- ① 液体ヘリウム供給は一人でや
らず（特に慣れていない場合）、
二人以上で行うこと。トランス
ファーチューブ（一人だと両手
でないと持てない）及び径変換
アダプタ、ハンドリフターと脚
立（分光器に乗っている時）、
液体ヘリウム容器、ヘリウムガ
スをオレンジ本体のまわりに
準備する。使うトランスファ
ーチューブをオレンジ本体や
液体ヘリウム容器に入れる時
のことを考えて、容器の位置
をおおよそ見当つけておく。
分光器に載せている場合は液

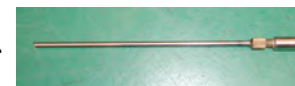


体ヘリウム容器をハンドリフターに載せて高さを調節できるように
しておく。脚立はオレンジ本体上部にアクセスできるように設置す
る。また最初に液体ヘリウムレベル計を繋ぎ、電源を入れて ”
constant” にしておく。このレベル計をじゃまにならなくて表示が見
えるようなところに置いておく。



- ② トランスファーチューブが液体ヘリウム容器の底まで届くか見てお
く。届かなければ先端に延長管（エクステンション）をつける。ト
ランスファーチューブにガスボンベまたは液体ヘリウム容器のガス
フローポートからビニールチューブなどでヘリウムガスを通し、満
たす。

- ③ 液体ヘリウム容器の逆止弁のバルブを閉じて、
流量計、残量計の3バルブ（多くは小さい丸

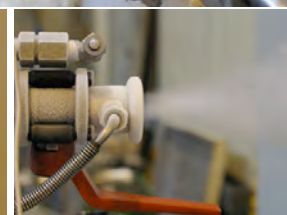


い形をしている) を閉じる。分光器に載せている場合は液体ヘリウム容器をハンドリフターに載せる。いったんブロー弁を開けて内圧を逃し、液体



ヘリウム容器の13φくらいのポートに径変換アダプタを取付け、ブロー弁を閉じてからトランス

ファーチューブを少しずつ挿入していく。ガスが反対側から出るのを確か



める。分光器に載せている場合はオレンジ本

体の供給孔(p2)と同じ高さまでリフターで上げる。**最初のトランスファーの場合**：やや吹き出しが強くなるまで少しずつ液体ヘリウム容器に挿入し、反対側をオレンジ本体の P2 に挿入しすかさず赤いレバーのバルブ (V2) を開ける。V2 からガスが吹き出てくるのを確認する)。液体ヘリウム容器側は容器の底にあたるまで挿入し、オレンジ本体側はなるべく深く挿入する。しっかりチューブをローレット加工の固定ねじで閉める。**継ぎ足しの場合**：液体ヘリウム容器にすこしずつ挿入して行って液面以下までさす。オレンジ本体は P2 のねじを緩めておきすぐ蓋を開けれるようにしておく。反対側の吹き出しが白く強くなったらすかさず P2 に挿入する。なるべく深く挿入すること。すかさず V2 を開ける。物性研オレンジ#2 は12φのトランスファーチューブが入りにくいので細いものにアダプタをつけて使用すると良い。以下、**最初の場合、継足しの場合共通**：ブロー弁にヘリウムガスボンベまたは風船をつなぎ、静かにブロー弁をあけて、吹き出しが強くなり過ぎな

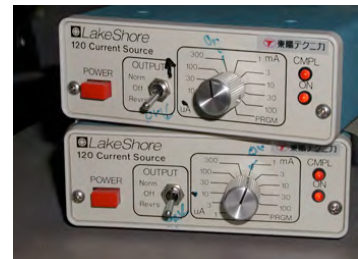


い程度にガスを流す。風船を繋いだ場合は圧力が強くなり過ぎない程度に圧縮を続ける。レベル計が”FULL”になった時点で V2 からの吹き出しが白く強くなり、ここで終了する。レベル計が合っていない場合があるので要注意。まずヘリウムガスを止めて、ホースをはずす。低温作業用の革手袋を着用する。ローレット加工の固定ねじを緩めて双方のチューブの口をひといきで抜く。はしごにのっての作業の場合は転倒しないよう他の人にささえてもらい、十分注意して行うこと。V2、P2、を閉じておく。液体ヘリウム容器は口を蓋してブロー弁を閉じて安全弁の付いたバルブは開けておく。残量計のバルブを開けて、または気柱振動計を用いて液体ヘリウム容器の残量を確認しておく。



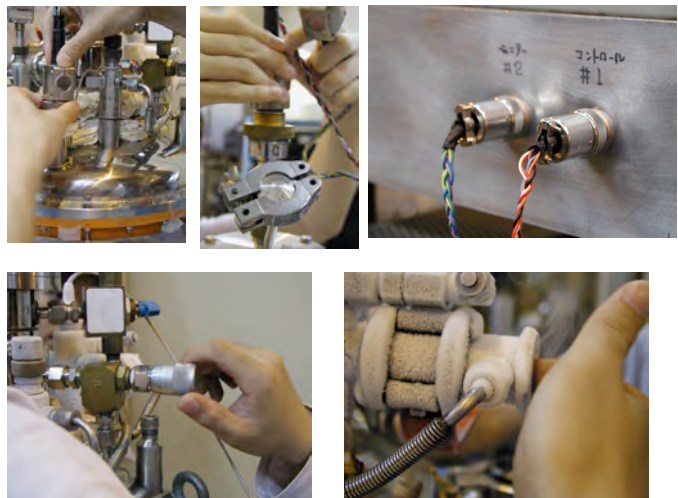
4. 冷却・温度制御

(ア) TEMCON とケーブルで繋ぎ、定電流を 1mA に設定し、各オレンジの設定を読み込ませる（末尾の表参照）。オレンジクリオ使用終了後は他のクリオのセンサー保護のために定電流電源を 10 μ A に設定しておく。



(イ) 室温から 10K 程度までは液体ヘリウムを気化させフローさせることで冷やす。ニードルバルブ

(V4) を 1、2 回転程度まわして開け、ワームバルブ (V6) を数回転開ける。V2 の口の脇にフローがでてくるので、指で吹き出てくるか確認する。ゆっくり冷やす方がヘリウム消費量が少ないと思われるが、大体、



1、2 時間くらいで 10K 程度になる。

(ウ) 10K 程度以下になったら、減圧ポンプを用いて冷やす。まず V6 を忘れ

ずに閉める。ゲートバルブ (V3) にオレンジ用真空ポンプ (ロータリー) を繋ぎ、ポンプのスイッチを入れる。V4 を全閉からわずかに開けて、V3 を開ける。ポンプの表示が 1000~1500、(あれば) ポンプの流量計が 2ℓ/分程度になるように V4 を調節する。ヒーター出力が 0 ならば最低温 (1.5K 程度) まで冷えるはずである。ポンピングを止めるときは、V3 を閉じてからポンプを止める。

(エ) TEMCON のダイヤルゲージなどでヒーター出力は Max で 0.7A 以下になるように設定する。

5. サンプル導入・サンプル交換

- ・サンプル導入の場合は下記の (ア) ~ (エ)、(キ)、(ク)
- ・サンプル交換の場合は下記の全部、
- ・サンプルの取り出しは下記の (ア) ~ (カ) をそれぞれ行う。

(ア) まずヒーターで 100K 以上に上げる。

(イ) サンプル室のめくら蓋を用意する。はしご等を近くにたてる。

(ウ) V5 三方弁の上方にある NW25 フランジの中のホースつなぎ口 (10φ くらいのパイプ) にヘリウムガスボンベからホースでつなぐ。

(エ) V5 のつまみを上に向け、ヘリウムガスでサンプル室を加圧する。

(オ) インサートを止めているネジをはずし、はしごに乗って一気に引き抜く。ガスは流しておく。すばやく、めくら蓋でふたをしてネジで止める。そして、V5 を閉じて (つまみを水平にする) ヘリウムガスをとめる。

(カ) オレンジ本体用架台横のインサート掛けに掛けて、ドライヤーなどであたためてからサンプル交換または取り外しを行う。

(キ) ヘリウムガスをサンプル室に導入し、メクラ蓋をはずし、すばやくインサートを挿入してネジでとめる。(減圧ポンプが V3 方向につながるので、ポンプの置く位置と試料の方位を考えて採りうる 6 つのうち (ネジの本数) から向きを選択すること。)

(ク) V5 を閉めてヘリウムガスを止めて、ホースをはずし完了。

6. 使用後

(ア) 本体は V4 だけ閉めて残りのバルブを全て閉めて放置しておく。

(イ) 各付属品 (各種ケーブル、レベル計など)、記録ノート、マニュアル等はかならずそれぞれのオレンジクリオの工具箱に戻すこと。

付表

表 1. センサー、ヒーター

クリオ名	#1 センサー (controle)	#2 センサー (stick)	ヒーター	サンプル室 の径
オレンジ物性研#1	RI5682 type I	RI5685 type I	56 Ω	70 ϕ
オレンジ物性研#2	RI9273 type I	R10 type II	53 Ω	70 ϕ
オレンジ AGNES	RI5817 type I	RI5818 type I	53 Ω	70 ϕ
オレンジ東北大#1	RI3139 type I	RI3137 type I	53 Ω	70 ϕ
オレンジ東北大#2	9887HB type I	9662HB type I	54 Ω	70 ϕ
オレンジ都立大 (MAXI)	RI5336 type I	RI5455 type I	50 Ω	100 ϕ
A003HB インサート	-	A003HB type I	50 Ω (スティック中)	70 ϕ