

仁木工芸株式会社製

LTS-204SFF-4C-HT800

ヘリウム閉循環型冷凍機システム

取扱説明書

(平成26年3月納入、理研・田中様分)

仁木工芸株式会社

東京オフィス

〒108-0073 東京都港区三田 3-9-7 ニキガラスビル

TEL:03-3456-4700 FAX:03-3456-3423

大阪セールスオフィス

〒532-0011 大阪市淀川区西中島 6-2-16 サムティハイムエトワール

TEL:06-4805-4155 FAX:06-4805-0211

販売担当

大阪セールスオフィス: 矢野 (上記に同じ)

技術のお問合せ

技術開発センター

〒230-0046 神奈川県横浜市鶴見区小野町 75-1

TEL&FAX: 045-511-2342

1. 製品の概要

製品名	ヘリウム閉循環型冷凍機システム		
型式	LTS-204SFF-4C-HT800		
構成機器			
冷凍機ユニット	ARS 社 DE204SF 型 (S/N: 14-E1439)		
冷凍機コンプレッサー	ARS 社 ARS-4HW 型 (S/N: 14-HC1113S)		
温度コントローラー	(米国)クライオジェニックスコントロールシステムズ社製 Model22C		
温度センサー	(米国)レイクショア社製 DT-670-CU-HT-1.4H (試料ステージ上・低温用)		
	“	PT-103-2S	(試料ステージ上・高温用)
	“	DT-670B-CU	(2nd ステージ上)

本システムは、水冷型冷凍機ユニット付きクライオスタット・冷凍機コンプレッサー・温度コントローラーで構成されます。冷凍機コンプレッサー内部に封入されたHeガスを使用することにて、外部から寒剤を供給することなく、手軽に4Kレベルの冷却が行え、且つ試料ステージ上において低温域から連続的に500K まで、または800K までの任意の温度での温度制御ができます。特に低温域では、内槽はインジウムシールにより置換ガスを封入できる構造になっており外部よりガス注入が行えますので、試料自身の温度をより有効に冷却することができます。

窓材としてX線測定に適した、カーボンFRPを外槽に、またBe管を内槽に用いたラウンド型の窓を備えています。

2. 操作方法

2-1 機器の設置及び接続

(冷凍機ユニットと冷凍機コンプレッサーの接続は、初回据付け時のみです)

- ・クライオ冷凍機本体、冷凍機コンプレッサー、温度コントローラーを希望の場所に設置します。
- ・コンプレッサー用電源(単相AC200V)とコンプレッサーの入力側を接続します。
- ・コンプレッサーにHeガスフレキシブルホースを付属のスパナを使用してリターン側・サプライ側両方に接続します。
- ・次にクライオ冷凍機の冷凍機ユニット側リターン側・サプライ側の順序でHeガスフレキシブルホースを接続します。
- ・冷凍機駆動用電源ケーブルをコンプレッサー側・冷凍機ユニット側のコネクタに接続します。
- ・コンプレッサーの圧力計をチェックし、Heガスが規定値(別添付の冷凍機マニュアル参照)になっていることを確認します。

- * もし不足している場合は、Heガスの補充が必要です。冷凍機マニュアルをご覧ください。当社技術者にご相談ください。
- * 冷凍機ユニット及びコンプレッサーは、定期的なメンテナンスが必要です。メンテナンスについては当社技術者にご相談ください。

メンテナンスご希望の際には、当社技術者にご相談ください。

2-2 温度コントローラーの接続

- ・温度コントローラーの入力側に付属のケーブルを接続し、AC100Vコンセントに接続します。
- ・センサーケーブルは、低温用と高温用の2式あります。接続及び使用方法については、2-5の温度コントロールの欄をご参照ください。

2-3 真空排気

(試料交換の度に、一旦内部の真空を破りますので、再使用時には毎回真空排気を行います。また真空を破らない場合でも、長期間ご使用にならなかった場合は、再度真空排気を行うことをお勧めします。)

- ・クライオ冷凍機の真空バルブ(NW25 口付き)にフレキシブルホースを接続し、お手持ちの高真空排気装置と接続します。
フレキシブルホースは、金属製(SUS)のもので、出来るだけ短いものをご使用することをお勧めします。
- ・高真空排気装置を立ち上げ、クライオ冷凍機の真空バルブを開け長時間真空排気を行います。
- ・排気装置側の真空計において、真空度が 5×10^{-5} トル(10^{-3} Pa)以下になるまで真空排気します。
- ・ターボ分子ポンプをご使用の場合は、冷却中も真空排気を継続していただいても構いません。一旦真空バルブを閉じた後、低温域では、内部が冷却されるに従い真空度は上がりますので、真空排気を継続する必要はありませんが 実験により室温以上に昇温される場合は、冷却時に内部吸着された残留ガスが放出され真空度が低下しますので、必ず真空排気を継続してご使用ください。

2-4 冷却開始

- ・温度コントローラーの電源 ON を確認し、クライオ冷凍機の温度をモニターします。
 - ・冷凍機コンプレッサーの電源を入れます。
 - ・冷凍機コンプレッサーの稼動に従い、徐々にクライオ冷凍機の温度が降下しはじめます。
- * 冷却が極端に遅い場合、途中で温度降下が止まる場合は、次のことをご確認ください。
- ・温度コントローラーのヒーターが掛かっていないか？
掛かっている場合は、ヒーターを OFF にしてください。
 - ・内部の真空が悪くなっていないか？
高真空排気装置(ターボ分子ポンプ)を立ち上げ、排気装置の真空度が上がってからクライオ冷凍機の真空バルブを慎重に少しずつ開け、真空排気を継続し、温度降下の改善をご確認ください。(真空の引き忘れなど、内部の真空度が極端に悪い場合は、ポンプの説明書に従い粗引きから始めてください)
- * 上記の対策によっても改善しない場合、原因が良く判らない場合は、当社の技術者にご相談ください。

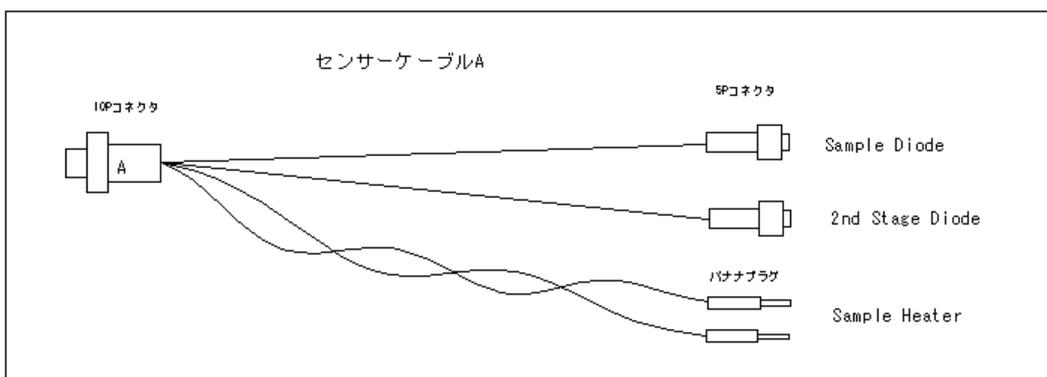
2-5 温度コントロール

・本装置は低温から高温までの制御が可能ですが、温度範囲によってコントロールの仕方が異なります。それによって結線の仕方も変わってきます。各温度範囲でのコントロールの仕方を下記に説明します。

1) 4K~500K

サンプルホルダーのダイオードセンサーを用い、サンプルホルダーのヒーターでコントロールします。殆どこの場合はこの範囲に入ると思います。

結線: センサーケーブルが2式あります。そのうちの A を使用します。



このケーブルを下記写真のように接続します。

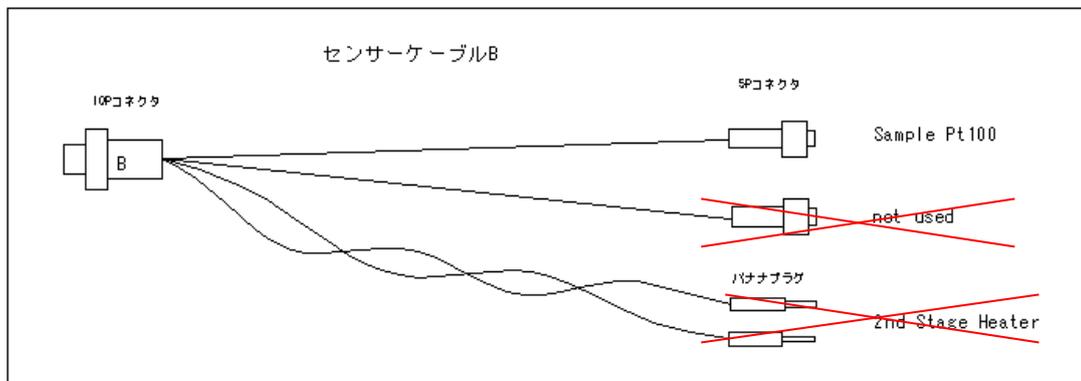
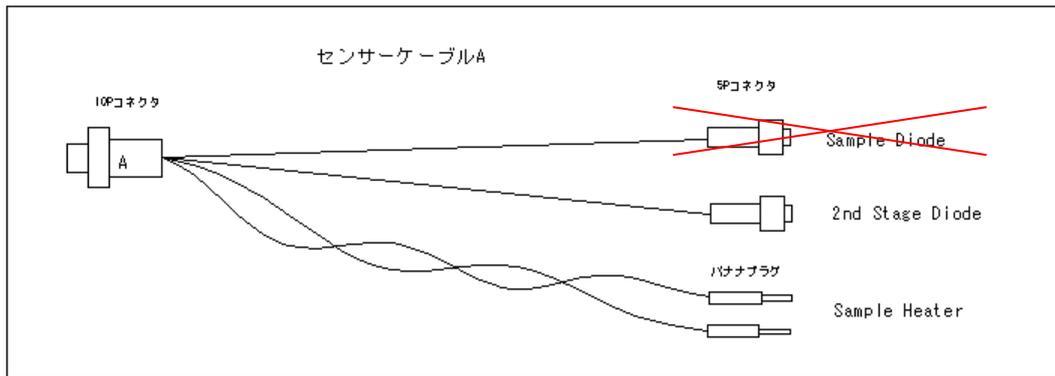


温度コントロールは必ず Sample Diode で行い、2nd Stage Diode はコールドヘッドの温度が上がり過ぎないようにモニターするだけです。350K 位までは上がっても大丈夫ですがそれ以上上がると蓄冷剤にダメージを与える可能性があります。通常は 200K 台で収まります。もし 300K を超えるようであればもう一度結線をチェックし、場合によっては内部を点検し異常がないかどうかを調べます。サンプルからコールドヘッドへ熱リークの可能性あります。

2) 500K~800K

サンプルホルダーの Pt センサーを用いサンプルホルダーのヒーターでコントロールします。この時サンプルホルダーのダイオードセンサーは取り外しておく必要があります。(ダイオードセンサーは 500K を超えると壊れる可能性があります。)

結線: センサーケーブル A と B 両方使います。



10P コネクタ A と B はそれぞれ冷凍機の対応するコネクタに差し込みます。

コントローラ側には Sample Pt100 と 2nd Stage Diode を挿し込み、ヒーターは sample heater を差し込みます。

Sample Pt100 を見ながら sample heater でコントロールします。

2nd Stage Diode は 1)と同じくコールドヘッドの温度が上がり過ぎないようにモニターしておきます。

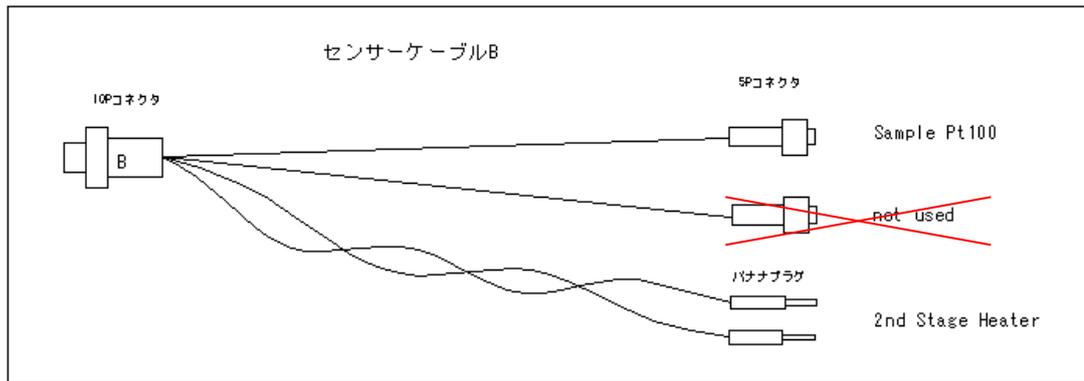
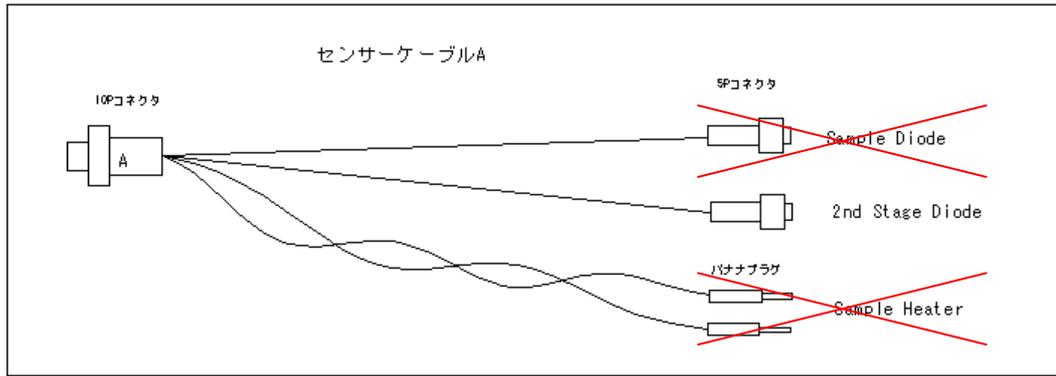
- 3) 4K から 800K まで一度にコントロールする場合。
まず 2)と同じく sample diode は取り外しておきます。

結線: 下記の 2 つの領域で結線が異なります。

- a) 4K ~ 20K

この領域では 2nd Stage Diode を見ながら、2nd Stage Heater でコントロールします。

結線: センサーケーブル A と B 両方使用します。



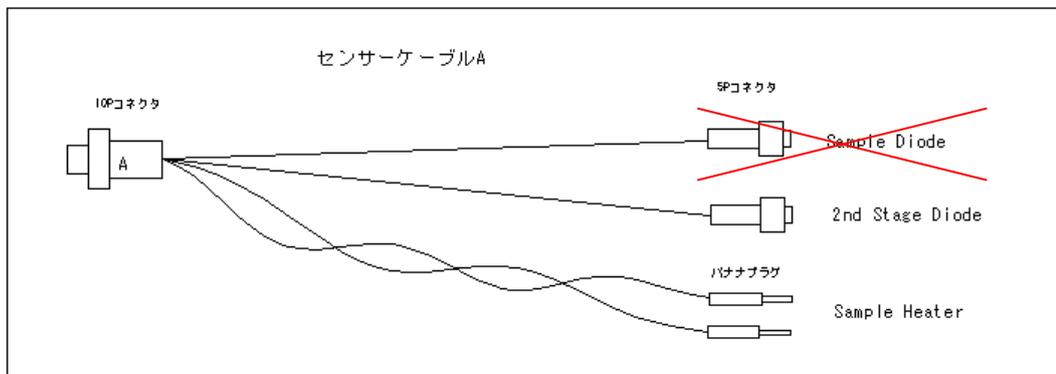
Sample Pt100 は一応参考に付けておきますがこの値は不正確です。

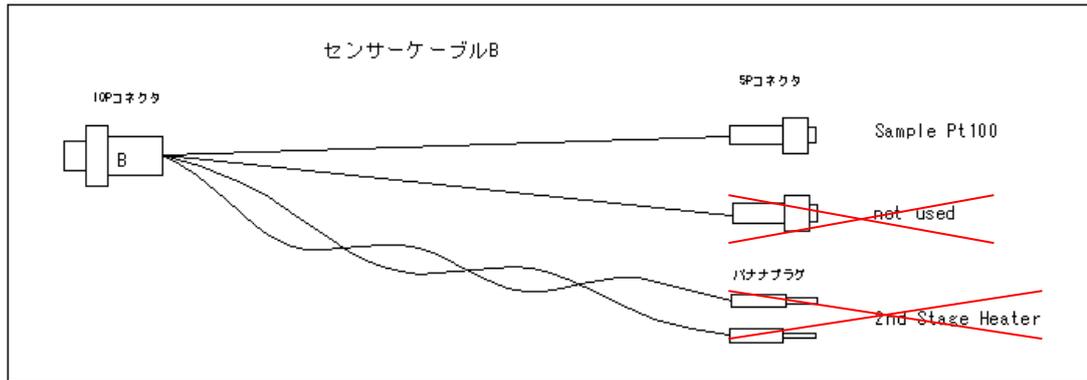
2nd Stage Diode を見ながら 2nd Stage Heater でコントロールします。この時直接 Sample の温度は分かりませんが、ほぼ 2nd Stage の温度と同じと考えて良いと思います。

b) 20K~800K

この領域では Sample Pt100 を見ながら Sample Heater でコントロールします。

結線: センサーケーブル A と B 両方使用します。





この領域は上記 2)と全く同じです

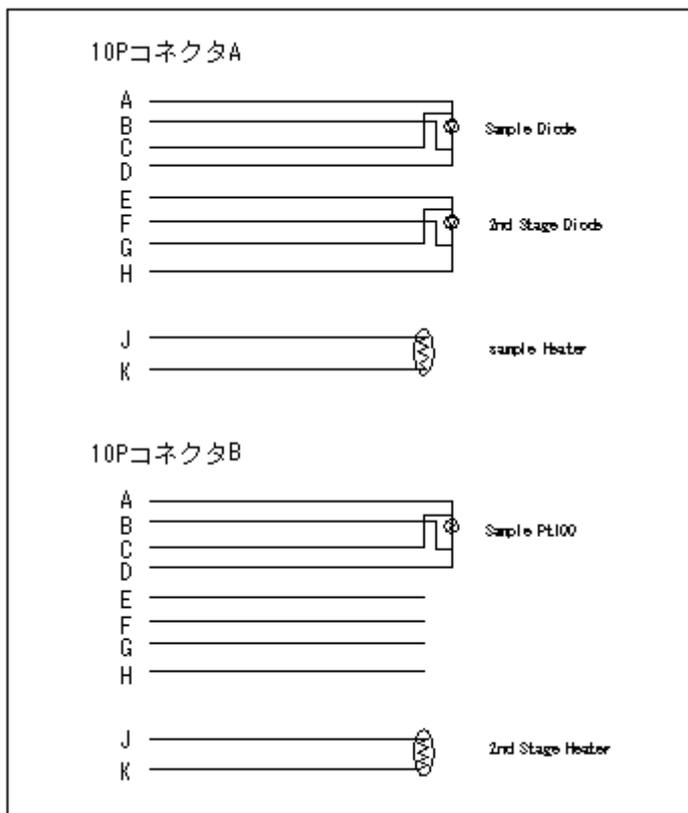
温度コントローラの設定

センサーケーブルの 5P コネクタはコントローラの input A , input B のどちらに差し込んでも構いませんがそれぞれのチャンネルのセンサー設定を合わせる必要があります。

下記のように合わせてください。

- Sample Diode ----- DT670
- 2nd Stage Diode ----- DT670
- Sample Pt100 ----- Pt100

ヒーターの設定は LOOP1 で INPUT ch を A か B かコントロールしたいセンサーに合わせてます。



2-6 終了の方法

低温域での終了

- ・低温域での実験の場合、任意の温度で冷却を終了される場合は、冷凍機コンプレッサーの電源を OFF にします。
- ・急いで室温に戻す必要がなければ、温度コントローラーの電源も OFF にし自然放置します。
- ・急いで室温に戻したい場合は、冷凍機コンプレッサーの電源 OFF の後、温度コントローラーの設定温度を室温に設定し、自動制御にてヒーターを掛けます。温度をモニターし、室温に戻るのを確認します。

高温域での終了

- ・高温域で実験を終了する場合は、冷凍機コンプレッサーの電源は切らずに運転を継続したまま。温度コントローラーの制御を一旦停止し、試料部の温度が室温近くに戻るまで待ちます。その後、温度コントローラーにて、2nd stage の温度を室温に設定し、室温に戻るのを確認します。

試料交換

- ・試料交換のため真空を破る必要がある場合は、室温に到達した後、十分に時間をかけてから真空解除を行ってください。(数10分以上 置かれることをお勧めします)
室温になったばかりで真空解除すると 内部が大気により結露・結霜する可能性がありますのでご注意ください。

試料交換をされた後、また次回再度冷却をされる場合は、2-3 真空排気 の項より作業を実施してください。

- ※ 最後に、冷凍機ユニット及び冷凍機コンプレッサーは、一定の運転積算時間の経過と共に、メンテナンスが必要になります。コンプレッサーには 積算時間の表示メーターがあります。冷凍機ユニット及び冷凍機コンプレッサーのメーカー添付マニュアルをご参照いただき、規定の積算時間がちかづきましたら、当社技術者にご相談ください。