

1 単結晶 4 軸自動回折計 AFC-5R 操作メモ

...Version Miyoshi Tatsuki 091223

本メモは防備録的な役割をもったものである．本回折計を本格的に使用する者は，マニュアルを一読されることを勧める．

1.1 制御プログラムについて

AFC-5R の制御ソフトウェア MSC では，測定の条件等を予め自分で設定することが出来る．例として

- ‘menu auto’ (略式入力 ‘me au’)
- ‘menu search’ (略式入力 ‘me se’)
- ‘menu hkl’ (略式入力 ‘me hk’)
- ‘menu refine’ (略式入力 ‘me re’)
- ‘menu scan’ (略式入力 ‘me sc’)
- ‘menu collect’ (略式入力 ‘me co’)
- ‘menu ps’ (略式入力 ‘me psi’)

などで各種測定条件を変更できる．各種条件設定画面では **Ctrl + Z** によって，別の条件設定画面に移ることができる．必要な条件設定が終わったら，**Ctrl + Z** を何回か入力すれば通常の操作画面に戻ることが出来る．詳しくは入力画面を見よ．

ただし，一旦 ‘exit’ 入力 (略式入力 ‘ex’) によって制御プログラムから抜け出さないと，変更内容が的確に反映されないものがある (‘menu auto’ や BLIND 領域設定がその一例)．特に異なる結晶試料を次々と交換して測定を続ける場合などでは，測定データ管理において混乱を生じることがあるので，上記の点について充分注意されたし．

また，本制御プログラムでは自動測定機能もある．

1.2 サンプル取り付け完了から反射データ収集までの流れ

‘me au’ 入力．

自動測定の条件を設定できる．

必要に応じて試料名や組成式などを書き換えるなどの措置をする．最後に ‘Is that Fomula correct?’ という質問に対して ‘Y’ と表示されるので，**Enter** を押す．

↓

Sample Centering .

サンプルのゴニオ中心へのセンタリングを行う． ω 軸を 30-40° にした方が作業しやすい．

ϕ 軸だけでなく， χ 軸も回してセンタリングが確實であることを確認せよ．

各 4 軸角は任意に回す事ができる．以下に入力例を挙げておく．

- 2θ 軸を 70° 回したい時は 't 70' 入力
- ω 軸を 40° 回したい時は 'o 40' 入力
- χ 軸を 100° 回したい時は 'c 100' 入力
- ϕ 軸を 170° 回したい時は 't 170' 入力

2θ 軸, ω 軸や χ 軸には, 他の機器との接触を未然に防止するために (特に加熱空気 or 冷室素ガス吹付時での測定の場合など), 到達することのできない角度領域 (測定不能域, BLIND 領域, blind region) が設定されているので留意されたし. BLIND 領域に 4 軸角を移動させようとしても, 未遂に終わるだけである. 但し自分でこの BLIND 領域を変更することもできる. その際の操作については特段の注意を払うべし.

センタリングを終えたら, 最後に ϕ 軸の回転ロックをかけること.

センタリングはビームストップを取り外して行うことも可能だが, 取り外し or 取り付けが面倒なのでお勧めしない. 但し取り外しをするしないに関わらず, 実験開始前にビームストップが適切な位置にあることを常にチェックするべきである. ビームストップ下部のネジの通し穴には若干の「遊び」があるので, ただ単にネジを閉めるだけでは駄目であり, コリメータの中心軸とビームストップのポケット部分が一致するように, 2つのネジの通し穴の「遊び」を利用して調整を行う. ゴニオメータの y 軸回り (言い換えればコリメータ中心軸回り) の 90° 間隔の 2点から眺めて, コリメータの中心軸にポケット部分が一致していれば, 調整が完了していることになる (この調整をうまくしておかないと, ダイレクトビームが漏れて大変危険である. 慎重に調整せよ.)

↓

'ex' 入力.

一旦 AFC-5R の MSC から抜け出し, DOS プロンプトに戻る.

このとき DOS 画面出力が Win98 マシンのログ記録ソフトに記録されていないければ, 'Ctrl + PrintScreen' を押す. 詳細について別途マニュアルを参考にされたし.

↓

'ctr' 入力.

再び MSC に戻る.

↓

'ze' 入力. (正式入力 'zero')

各 4 軸角のゼロ点調整 ($2\theta, \omega, \chi, \phi$ の 4 軸の角度値を光学的に全てゼロにする). これは事あるごとに, 小まめにやっておくと良いだろう.

↓

'se' 入力.

設定された角度範囲内である個数まで反射を探すプログラム 'SEARCH' を実行.

このとき 受光スリット は抜いておく. SEARCH 途中でそれまで得られた反射を用いて, 格子定数などの情報が表示される. SEARCH における測定条件の設定及び確認は, 'me se' 入力によって可能. デフォルトでは 20 個までの反射を探すようになっている.

↓

‘in’ 入力 .

指数付け用プログラム ‘INDEX’ を実行 .

いくらか途中結果が示された後、最終結果が示されることになる . 但し場合によっては最終結果が正しいとは限らず、途中結果の方が望ましい場合もある . その場合はその結果を参照して、MENU MATRIX で指数を付けることになる . 詳しくはマニュアルを参照されたい .

↓ Twin(双晶) の影響で INDEX(指数付け) が成功しない場合、‘in tw’ 入力 .

双晶 (twin) を考慮して指数付けするプログラム INDEX TWIN を実行 .

もしこれで満足な指数が付かなければ、サンプルを他のものに交換すべし!

↓

‘de’ 入力 .

軸の取り方を詳しく検討するプログラム ‘DELAUNAY’ を実行 .

但し ‘Testing a new cell reduction program:’ 以降で表示される結果は、作業リスト内の反射等には自動的に反映されていないの注意せよ . その時の状況により、必要とあらば自分で ‘me in’ 入力を実行し、必要な格子変換をするべし .

↓

‘re’ 入力 .

単位胞パラメータを精緻化するプログラム ‘REFINE’ を実行 .

作業リスト内では最初の SEARCH で見つかった反射が自動的に記録されているが、ここではより高角の反射を REFINE 用に新たに選び直すことにする ($2\theta = 20 - 30^\circ$ ぐらい) . refine のための手順は別途記載済み .

S/N 比を良くする為に 受光スリットの挿し込み を忘れずに .

↓

‘ls’ 入力 .

REFINE で得られたデータから最小二乗法 (Least Square Method) でパラメータを精緻化する . これをしないと refine をした意味が無いので、絶対忘れないように . あと ls 後に出力される各反射リストの sigma 値についても注意する .

$$\sigma = \left(\frac{1}{N_i} - \Sigma \delta_i^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

$$\delta_i = \left\{ (X_c - X_o)_i^2 + (Y_c - Y_o)_i^2 + (Z_c - Z_o)_i^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

sigma 値が小さいほど各反射の 4 軸角の実験値と計算値が良く一致していることになる . 通常は 1.0 以下の値を取るであろう . 1.0 以上の値を示す反射があまりに多いのであれば、何かしらの理由で精緻化がうまく行われていないことが考えられる (センタリングした反射が綺麗な単一ピークでなく、二つに割れている or 接着剤が完全に固化しておらず、refine 中に少し動いた or キャピラリ詰めした結晶がうまく固定されておらず、内部で少し動いた or ゴニオ中心から実は結晶がズれている等) 尚、この sigma 値が小さく、強度も十分強い反射を collect (強度測定) 中の標準反射に利用すると良い .

↓

‘col’ 入力 .

予め指定された逆空間範囲中の全反射を測定，収集するプログラム ‘COLLECT’ を実行．上述した REFINE で精緻化された単位胞パラメータに基づいて，測定を行う．

‘me co’ でスキャン幅の指定ができる．スキャン幅 $\Delta\omega$ は

$$\Delta\omega \equiv A + B \tan \theta \quad (3)$$

で定義される． A の値は自ら決めなければならない．適当な数個の反射のプロファイルを見て， A を決めると良い． B の値は Cu $K\alpha$ 線であれば 0.14 を，Mo $K\alpha$ 線であれば 0.35 を指定すると良いが，実用上はどちらの線源においても 0.3 で問題無くデータ収集が可能である．

通常のデータ収集であれば scan width offset， δ は通常 0.5 を指定する． ω_s を測定開始角度， ω_p をピーク中心とすると

$$\omega_s = \omega_p - \delta \Delta\omega \quad (4)$$

という関係を持つ．つまり $\delta = 0.5$ とすればスキャン幅中心とピーク中心とが一致することになる．結晶性が芳しくなく，単一のピークを持たない場合や，ピーク形状が非対称である場合には， δ を適度に調節する．

Reflection collection order は lkh とすれば， l, k, h の順で指数が変化する（つまり h が最後に変わる．）

Data collection speed は -8 から 128° の範囲で指定可能．負符号は逆数を意味する．（つまり -8 とすれば $1/8 [^\circ/\text{min.}]$ を意味する．）通常は $1-10$ の値を入力する．一般に異方性原子変位パラメータ（所謂，異方性温度因子）の精緻化は特段高角の反射強度の確度・精度に大きな影響を受ける．特に温度因子の精緻化に重点を置いた構造解析では，高角のシェルでの計数統計を上げるため，スキャン速度を落として測定を行うと良い（ただ実用上は結晶試料が受ける X 線照射による損傷の程度を考慮せねばならず，ただ単純に低速でスキャンすれば良いというものではない．丁寧に測定を行うことは大事であるが，度を越えた丁寧さは実験においては無意味であり，徒労に終わる可能性が高い．特に X 線による損傷が顕著である有機結晶ではこの点をしっかり考慮すべきである．）

Min. I(obs) for Attenuator は通常 0 で良い．詳しくはマニュアルに記載．

通常データ収集は bisect 法（二等分法： $\theta = \omega$ ）で測定されるが， $2\theta \sim 122^\circ$ 以上では χ 軸を $+90^\circ$ または -90° に固定する χ_{90} モードで測定が行われる．bisect 法での 4 軸角を $2\theta_b, \omega_b, \chi_b, \phi_b$ とすると χ_{90} モードでの 4 軸角は

$$2\theta = 2\theta_b \quad (5)$$

$$\omega = \omega_b - \frac{\pi}{2} + |\chi_b| \quad (6)$$

$$\chi = \begin{cases} +90^\circ & (\text{if } \chi_b > 0) \\ -90^\circ & (\text{if } \chi_b < 0) \end{cases} \quad (7)$$

$$\phi = \phi_b + \frac{\pi}{2} \quad (8)$$

となる．簡単にいうと通常の bisect 法では回折計の xz 平面にもってくる逆格子点を，そのまま 90° 回転させて yz 平面にもってくる．その状態で χ を $\pm 90^\circ$ に固定すると， y

軸とは χ_b の角度を成した状態で xy 平面に逆格子ベクトル (回折ベクトル) が含まれることになる。この状態で逆格子点を Ewald の反射球に一致させようとするには ω が Eq. 6 で表される角度であれば良い事になる。

COLLECT 中の結晶崩壊 (decay) の様子を探るため、また方位マトリックスの変化を探るために標準反射という概念がある。COLLECT 中、指定された数だけ反射を測定する度に、予め設定された標準反射の強度変化と角度変化をモニタリングする。標準反射の強度変化はデータ解析時の DECAY 補正に利用される。接着の不備など、何らかの事情により標準反射の角度変化が設定した許容値を超える場合も考えられ、大概データ収集に悪影響を与えることになる。この時 Reorientation flag for standards を 1 または 2 としておくと、作業リスト内の反射を用いて自動的に refine が行われる。(方位マトリックスが再決定される。) 新しい方位マトリックスが得られた後、Continue measurement after reorientation のフラグが Y であればデータ収集はそのまま次の反射から継続し、N であれば最後の Block のデータから再測定することになる。

標準反射を選ぶ or 選び直すには 'me co' と入力し、Ctrl + Z を押していくと標準反射として採用する反射の指数を入力する画面に辿り着く。制御プログラムの設計上、標準反射の数は 9 個まで指定できるのであるが、実用上は 3 個で十分ということになっている。強度や空間的な分布を考慮した上で、標準反射に適した反射を選び出すように。もし事前に 'CELL' を実行していたのであれば、その refine の時に使用された反射を指定するのもアリである。必要な入力を終え Ctrl + Z を押していけば、元の命令画面に戻る。

理学部棟の電気工事や台風による停電、または他の研究グループによる飛び込み的な装置使用などで測定を一時中断する場合、ゴニオヘッドごとサンプルを撤収させることが多々ある。この時ゴニオヘッドに取り付けている結晶の方位を変化させるような所作をしなければ後の測定再開時、直前までの測定で得た方位マトリックスや反射の情報などを利用できる。'menu matrix' (略式入力 'me ma') でその情報を入力しておけば、スムーズに測定を再開できる。(これはゴニオヘッドの取り扱いに依るところが大きい。もしサンプル自体をゴニオヘッドから外した場合、おそらくそれまでに得られていた方位マトリックスは後の実験で意味を持たなくなることは必死。だから慎重にゴニオヘッドを扱うこと。)

念のために測定再開時に refine をしておくのが、より望ましいだろう。

[その他の入力]

- laue : ラウエ群判定を行う
- query : 完了レベルを確認する
- system : 晶系, 格子型, ラウエ群の入力する
- limits : 単位胞の対称性からデータ収集時の指数範囲を算定する
- angle h, k, l : 任意の hkl 反射の 4 軸角を計算し, 表示する
- axes h, k, l : 任意の hkl 反射の 4 軸角を計算し, その角度に回折計を合わせる
- calhkl h, k, l, h', k', l' : 任意の hkl から $h'k'l'$ までの 4 軸角を計算し, 表示する

- face h, k, l : 任意の hkl 面が見えるようにする
- c90 h, k, l, h', k', l' : $\chi > 75.0^\circ$ の反射の 4 軸角を表示する
- master : マスターディレクトリへ移動する
- getmas : マスターファイルをカレントディレクトリにコピーする
- corpar : 補正角のチェックをする (このコマンドは相応の状況にない場合は, 実行を避けること!)

1.3 測定を取り終え, 反射データを取り出す

[DOS machine にて]

一つの方法としては

'ex' 入力 .

↓

フロッピーディスクを DOS マシンに入れ, 'dir a:' 入力 .

これでフロッピーディスク内の状況を見る .

↓

'copy a/c5r.dat :a' 入力

'copy collect.out a:' 入力

もしディレクトリ内のファイル名の変更が必要ならば,

'ren a/c5r.dat *****.dat' 入力

'ren collect.out *****.out' 入力

とすれば良い . ('ren' は 'rename' の略 .

↓

Win98 マシンにてフロッピー内のデータを山口大のメディア基盤センターの web メールを通じて, 添付ファイルとして自分のメールアドレスなどに送信する .

他の方法としては,

'ex' 入力 .

↓

フロッピーディスクを DOS マシンに入れ, 'dir a:' 入力 .

↓

ディレクトリ内の全ファイルを圧縮して, データ移送をしたい場合, 'lha a XXXX.lzh *.*' 入力

ディレクトリ内の全てのファイルを XXXX.lzh という名で保存する .

'lha l XXXX' 入力

と入力すればよい .

[Win98 にて] (ここでの作業は必要なければ無視してよい .)

モニター画面を終了させる . そして再びモニター画面を起動させ, ログファイル名を変更する .

ここでの作業はログファイルの書き込み行数に関係している。ログを見るための専用ソフトは3万行強の行数しかサポートしていないために、その行数以下でログファイルを記録、終了、そして新たなファイル名でログファイルを作らなければならない。

[DOS マシンにて]

'ctr' 入力 . ↓

'ze' 入力 . ↓

... 以下、任意の操作を続ける ...

1.4 DOS コマンドの覚え書き

- dir A : ディレクトリ A の内容を表示する . A を省略するとカレントディレクトリの内容を表示する .
- copy A B : ファイル A をファイル B にコピーする . copy A a: とすればカレントディレクトリ内のファイル A を a: ドライブにコピーすることになる .
- ren A B : ファイル A を B というファイル名に変更する . ren は rename の略 .
- cd A : ディレクトリ A に移動する . cd .. とすると、一つ上のディレクトリに移動できる .
- del A : ファイル A を削除する . del *.out とすれば、拡張子 out を有するファイルすべてを一挙に削除することができる .
- rd A : ディレクトリ A を消去する .
- md A : ディレクトリ A を作成する .

1.5 refine をするために

'me hk' 入力 .

↓

'ref X:Y' 入力 . (例: X=21, Y=45 など .

refine のために用いる反射の指定は、作業リスト内で use 入力や ref 入力を用いて use フラグや refine フラグを操作するだけである .

必要であれば自分で作業リストに記録されていない高角の反射を入力し、その use フラグを立てよ . Mo $K\alpha$ 線で回折実験を行う場合、refine に用いる反射については、その 2θ が $20\text{--}30^\circ$ の範囲にあり、適度に反射強度があるものを 20 個ほど選ぶことが望ましい . 詳細についてはマニュアルや専門書を参照されたい .

↓

'N' 入力 .

これで‘もうすでに No.X から No.Y の反射は refine してある’というフラグをクリアすることができる．つまり‘No.X から No.Y の反射は未だ refine していない’という状態にできる．

↓

‘re’入力．

これによって‘未だ refine していない反射’だけを refine しようとする．受光スリットを挿すのを忘れぬように．

時々 refine 後に‘can not be refined’と表示されることがある．この場合は一旦 refine できた反射を用いて後述の ls を行い，再度当該反射の USE フラグを Y，REF フラグを N にして refine をするべし．

↓

‘ls’入力．

‘Least Square(最小二乗)’の略で，精密な 4 軸角を測定した反射を用いて，結晶の単位胞パラメータ，方位マトリクスなどを精緻化する．絶対に忘れないこと．忘れると refine した意味が無い．

1.6 menu centering について

‘me ce’入力． ↓

‘po $2\theta, \omega, \chi, \phi$ ’ または ‘po h, k, l ’ などを入力後，表示画面下部にある ‘al’ などの精緻化用の入力を入力する．

ϕ の値を 0 にすると，4 軸角としてではなく ミラー指数 h, k, l として認識されるので，適当に小さな値を入力すること（たとえば 0.01 など）

↓

必要であれば精緻化出来た反射を save することができる．‘save’ と表示が出たら Return キーを押す．これで作業リストに当該反射が追加されることになる．必要な作業を終えたら ‘Ctrl + Z’ 入力した後，‘ze’ 入力．

1.7 任意の反射の強度を測定するために

‘sh h, k, l ’ 入力． ↓

‘Speed=’ と表示されるので，‘10’ など適当な値を入力する．

1.8 scan profile を得るために

‘me sc’入力．

ここで scan の条件を設定する．（設定例）‘scan width’ \Rightarrow 3.0

↓

‘sc h, k, l ’ 入力．（上で設定された条件で任意の hkl 反射を scan する．）

1.9 ψ スキャンをするために

‘me ps’ 入力 .

ここで ψ スキャンの条件を設定する .

(設定例)

- ・ ‘scan speed’ \Rightarrow 8
- ・ ‘smoothing’ \Rightarrow No
- ・ ‘correct for absorption’ \Rightarrow No
- ・ ‘Psi scan method’ \Rightarrow scan intensity , $2\theta - \omega$ mode
- ・ ‘How many ... choosing’ \Rightarrow about 100
- ・ ‘Number of Psi scan’ \Rightarrow 5

↓

‘ps’ 入力 (正式入力は ‘psi’) . (これで実際に ψ スキャンを実行する .)

1.10 LAUE での ψ スキャンについて

未知の結晶の測定などで , DELAUNAY 後にラウエ対称の決定をするためのプログラム ‘LAUE’ を実行する場合がある . LAUE 中は吸収による強度変化を考慮するために , ψ スキャンに基づく実験的な吸収補正曲線が測られるが , この ψ スキャンに使用される反射はユーザーの設定に基づき , プログラムによって自動的に決められる . ただ結晶の方位などによって適切な反射が選ばれず , ψ スキャンをしないで後の工程が行われる場合もある .

1.11 LOW-TEMP スイッチについて

編集中

1.12 停電に備えて...

台風などの気象的要因 , 電気系統整備工事など何らかの原因で理学部棟で停電が起きることが予測される , またはそれが明らかな場合には AFC-5R の X 線発生部 , 真空系 , および冷却水システム を段階的に停止させた方が装置のためにも良い . その手順を以下に示す .

- 1) X 線発生部分について : X 線が発生している場合は電圧 , 電流をともに最低値にし , 20 分以上エージングした後 X-RAY スイッチを OFF にする . (電圧 , 電流の下げ方の詳細については別途指示を仰げ .)
- 2) 約 1 時間後に真空系のツマミを STOP に回す .
- 3) (TMP (ターボ分子ポンプ) が十分冷却されるのを待つために) そのまた約 1 時間後 , 冷却水の装置の電源ツマミを OFF に回す . そして AFC-5R そばの配電盤の大元のブレーカを下ろす .

DOS マシンは電源 off , Win98 マシンも Shutdown しておく . (DOS マシンは AFC-5R 制御プログラムから ‘ex’ で抜け出して , 入力待機状態にしておいたほうが無難かも ?) 248 号室の配電盤の「4 軸コントローラ」のブレーカも下ろす .

2 冷窒素ガス吹付け装置 Oxford Cryosystem

液化窒素を汲み上げるために、液化窒素吸込み口を窒素タンクに差し込まなければいけない。差し込むときの注意に関しては以下の使用終了後の措置についての説明を熟読し、読み替えていただきたい。長時間にわたる使用では、液化窒素の補給が必要不可欠である。この冷却装置では液化窒素が重量に換算して、**毎時 0.5 kg 弱が消費される**。どうやら設定吹付け温度には**依存しないみたい**である。必要と思われる量の液化窒素を補給し、**無駄遣いは避けよ**。

ちなみに**液化窒素満タン時の‘20 リットルタンク+液化窒素’の総重量は 24.4 kg 程度**，また 20 リットルタンク自身の重量は 8.3 kg である。つまりタンク内には 16 kg の液化窒素が入ることになる。もし満タン補給すれば約 32 時間もの間、液化窒素無補給状態を実現できるとは思いたくなるが、現実問題としてそうはならない。実際は**液化窒素吸込み口を容器内底面から少し浮かした状態**で装置を稼働させるので、吸込み口が底面から浮いている分、使用できる液化窒素の量は減少する。(図 1 参照) 現行の装置では**液化窒素重量が大体 5 kg ぐらいになれば**，液化窒素を補給したほうが無難であろう。

長時間使用においては**‘Ice Brocking’**が心配される。上述したように液化窒素吸込み口を底から若干浮かせるのは、この‘Ice Brocking’による不具合を生じにくくするためである。これについては別途判断をする or 指示を仰ぐように。

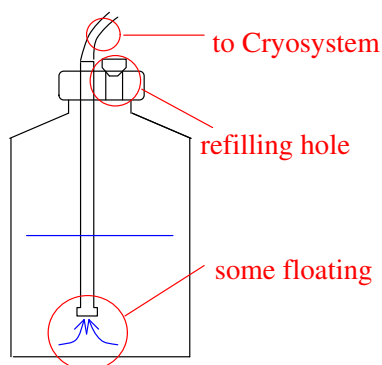


図 1: 20 リットルタンク

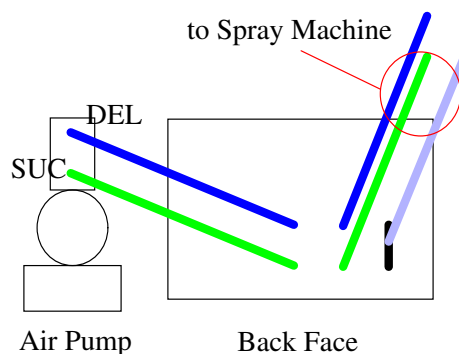


図 2: エアポンプと制御装置背面

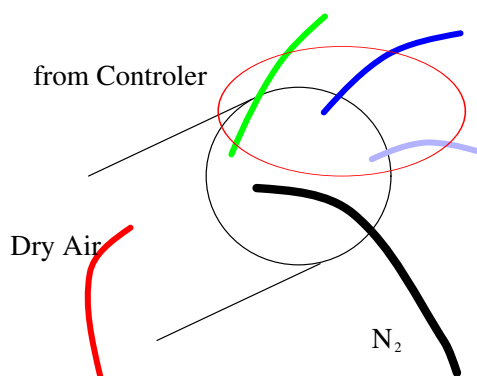


図 3: 吹付け装置へのホース取り付け

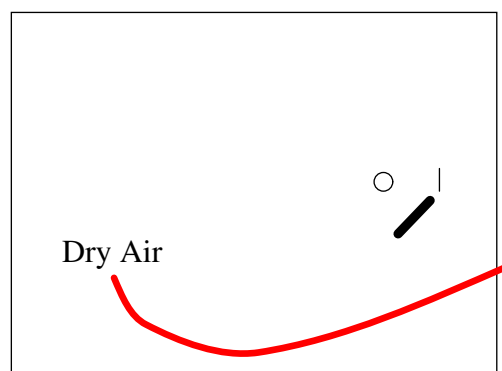


図 4: ドライエアポンプ

2.1 Oxford Cryosystem の使用方法

Oxford Cryosystem は大きく分けてエアポンプ、ドライエアポンプ、制御装置、吹付け部分の合計4つで構成されている。これらを小口径ホース等でつなぎ合わせるセットアップ作業についての説明を省略し、ここでは制御装置について説明する。

制御装置の裏面に主電源の ON/OFF スイッチがある。

前面操作パネルにはいくつか操作ボタンがあり、

‘STOP’: 停止ボタン。 ‘HOLD’: 現段階で実現している吹付け温度を、そのまま保持する。 ‘PROGRAM’: どんな速度で、どの温度まで吹付け温度を変化させるか、などをプログラムする。(‘RAMP’ という選択肢が、実際に吹付け温度を変更したりするときに使う命令である。その他にも命令した条件を取り消す ‘ERASE’ など数種類命令選択ができる。)

‘START’: PROGRAM で設定した内容を実際にスタートする。 ‘SCREEN’: 表示画面を切り替える。

冬場での使用で特に心配なことは ‘静電気’ である。静電気が体に溜まった状態で制御装置に触れてスパークしたときには、最悪の場合制御装置を Shutdown しなければならなくなる (筆者は過去に一度経験したことがある)。静電気には十分注意し、それなりの対策をされたし。(制御装置に触れる前に、適当な場所に触れて放電するなど。)

2.2 Oxford Cryosystem の使用を終えたら…

冷室素ガス吹付け時であれば、室温まで適度な速度 (120–180 K/min 程度) で昇温する。(測定しているサンプルの如何にも依るが…。適切な判断又は指示を受けるように。)

↓

‘STOP’ を押す。(これで吹付け動作を終える。)

↓

制御機器の裏パネルにある主電源を OFF にする。

↓

液化窒素容器から吸込み口を抜き出す (!!!要注意!!!)。

1人では非常に難しい作業なので、最低2人で行うこと、… というか1人では絶対にしないこと。もし傍にアシストしてくれる人間がいない場合はこれより以下の工程は実行しないほうが無難である。というのも吸込み口を抜き出すときに吸込みホースを過度に折り曲げると非常に厄介で、真空処理が施された特殊なホースであるために修理・買い換えとなると、かなりの損害になるためである。もちろんのことながら窒素容器が横転して、残存している液化窒素が大量にこぼれて窒息・凍傷など人体に害を及ぼしたり、真空容器自体が破損したりする可能性も大きい。)

↓

吸込み口を専用のスタンドに差し込み、過度にグラ付かないよう安定させる。

↓ (これ以降は必要である場合のみ遂行する。)

冷室素ガスを吹付ける部分 (吹付け口があるやつ) の SUCT と表示されている穴から小口径ホースを抜く。DRY AIR の穴から DRY AIR 用の小口径ホースも抜く。この DRY AIR 用の小口径ホースを先ほどの SUCT の穴に差し込む。この作業で吸込みホース内に DRY AIR を通すことができる。(ただし DRY AIR が小口径ホース内を通過していれば、の話だが…。)

2.3 $|F_{\text{obs}}|$, $\sigma|F_{\text{obs}}|$ の計算式

$$|F_{\text{obs}}| = 2 \left[I_n \cdot A(j) \cdot L_p^{-1} \cdot F_{\text{fac}} \cdot \frac{1}{RN} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

$$\sigma|F_{\text{obs}}| = |F_{\text{obs}}| \frac{\sigma I_n}{2I_n} \quad (10)$$

$$I_n = I_P - \frac{T_P}{2T_B} (B_1 + B_2) \quad (11)$$

$$\sigma I_n = \left[I_P + \frac{T_P^2}{4T_B^2} (B_1 + B_2) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (12)$$

但し

$A(j)$: アッテネータ番号 $j - 1$ (0 - 3) 番目のアッテネーション因子 .

$$L_p^{-1} = \frac{\sin 2\theta (1 + K)}{1 + K \cos^2 2\theta} \quad \text{但し } K \equiv \cos^2 2\theta_M \quad (\text{ローレンツ・ポーラリゼーション因子}) \quad (13)$$

F_{fac} : スキャンスピードを 32[deg/min] で割った値

RN : スキャンの繰り返し回数

I_P : ピーク積分強度

B_1 : ピークスキャン開始部分のバックグラウンド強度 (カウント)

B_2 : ピークスキャン終了部分のバックグラウンド強度 (カウント)

T_P : ピークのスキャン時間

T_B : バックグラウンド強度測定時間

AFC-5R 運転日誌の表紙裏に記載されているメモ .

h	k	l	F	σ	peak	bg1	bg2	2θ	pkt	bgt	A
0	0	4	166.61	0.44	37512	101	88	9.62	920	225	1
					P	B_1	B_2		T_P	T_B	

$$I_n = 37512 - \frac{9.20}{2 \times 2.25} (101 + 88) = 37125.6$$

$$C_{\text{LP}} = \frac{\sin 2\theta (1 + \cos^2 2\theta_M)}{1 + \cos^2 2\theta \cdot \cos^2 2\theta_M} = 0.1694255$$

$$|F| = 2 \left\{ A \cdot I_n \cdot C_{\text{LP}} \cdot F_{\text{FAC}} \cdot \frac{1}{RN} \right\}^{1/2} = 166.60$$

$$A = 3.530, F_{\text{FAC}} = 10/32, RN = 1$$

$$\sigma(I_n) = \left[P + \frac{TP^2}{4TB^2} (B_1 + B_2) \right]^{1/2} = 195.71$$

$$\sigma(F) = \frac{|F|}{2I_n} \cdot \sigma(I_n) = 0.439$$

AFC-5R 移設前は反射に依らない共通因子 $(1 + \cos^2 2\theta_M)$ を偏向因子から除いていたが、移設後のソフトでは入っている . $F_{\text{new}} = F_{\text{old}} \times 1.3986$