

Mercury CCD system 使用前にチェックすること

- CCD チラーの冷却液温度
  - － CCD の暗電流を抑えるために液温は-8.0 に設定されている。通常-7.0 以下であれば問題はない。冷却液が CCD 検出器付近を還流しているので、検出面付近も比較的低温になっている。夏季は空調による除湿がうまくできていないと、検出面にも結露が生じることがあるので、この場合はキムワイプで検出面の水滴を除くこと。ただしキムワイプを検出面に押し当て、擦るのではなく、ペタペタとオシロイを塗るように優しく Hit & Away を繰り返すこと。  
また CCD チラー冷却液の品質低下（具体的には蒸留水・メタノールの体積比 1:1 混合液である冷却液からの、メタノール蒸発による特性劣化）により、冷却液がタンク内で凝結する事例が 2008 年 10 月に発生している。その際には冷却液の循環パイプが目詰まりを起こし、液温が 60 以上に上昇した。その後の NaCl 単結晶を用いた試験測定では、幸い CCD 検出器にはダメージはなかった模様である。
- X 線発生装置自体は入力電源の瞬間的な電圧降下に対して非常に敏感である。
  - － 2008 年夏季、吉田キャンパス内での冷房使用による電力消費増大に伴い、瞬間的な電圧降下が頻発。それに伴い冷却水 & 真空を止めて、装置本体背面のブレーカーを入れなおす必要が幾度も生じた。長期間装置を使用していなかった場合なども同様の注意が必要である。長期間運転していなかった場合は、装置本体背面のブレーカー自体が落とされている場合若しくは配電盤のブレーカが下げてある場合があるので、立ち上げること。
- 制御 PC も電源異常に対して、さして耐久できるわけではない。電源異常によって、電源ユニットにエラーが発生し PC を起動できなくなることも過去に発生している（そのときはコンセントを抜いて 30 分以上経過した後、ようやく PC を起動できるようになった。）
- X 線発生部の真空度
  - － X 線発生装置コントロール部の操作盤で MENU IG CHECK とすると真空度が表示される。0.024 mPa 程度以下であれば良い。
- 冷却水流量のチェック
  - － X 線発生装置背面の出水側ホース接続部近辺に流量メーターがある。24 L/min 以上が好ましいと装置説明書には書いてある。上記流量メーターを見ながら、冷却水循環装置の内部前面下部にある純水器付近にあるバイパス弁 1 番バルブを回して、流量を調整する。流量の増加時と減少時で FL (Cooling Water Flow) 警報が出る値が異なる。24 L/min 以上になると FL の警報は消える。21 L/min 以下になると FL の警報が出る。

- CCD detector と beam stopper が衝突しないこと．これに関しては回折計の安全機構が存在しないので，注意すること．
- CCD detector に direct beam が照射されないこと．コリメータ径を変更する場合には，細心の注意を払うこと．
- 冷室素ガス吹付装置を使用する場合は，停止時の冷凍機の He ガス圧力をチェックすること．
  - － 圧力計は装置本体背面下部にある．2.1–2.2 MPa が適正值．補充が必要な場合，He ガス補充用のガス器具が棚の中にあるので，それを使用する．背面の SUPPLY ホースと RETURN ホースの間に，ガス補充口と開閉バルブが上下に連なっている．上方のガス補充口に He ポンペをレギュレータ経由で繋ぎ十分加圧する．その後開閉バルブを徐々に開けると，He が充填される．He ガスの取り扱いには十分注意すべし（特に窒息には気をつけること）

不用意に吹付ノズルの位置を変更しないこと．保守作業などによりどうしても変更する必要がある場合には，ノズル位置を記録しておき，事後に元に戻しておくこと．また定期的に，棚の中にあるポータブル熱電対により温度較正・チェックを行っておくとよい．実際の測定と同様に熱電対の測温部をゴニオ中心に合わせ，吹付ノズル中心軸とゴニオ中心が一致するように吹付ノズルの位置調整を行う．小さな鏡などでノズル正面を見て，測温部とノズル中心軸が一致していること & ノズル周り 90 °ごとにノズル中心軸に測温部が一致していることを確認する．ノズル先端部とゴニオ中心は 6-8 mm の間隔になるようにすると良い．そして吹付装置の設定値と熱電対の実測値を最低温度から 5 K 刻みで記録する（10 K 刻みでは駄目．）PID 係数の設定値も関連するので一概にはいえないが，実際の吹付温度は時々刻々と変化する．そこで較正をする際には，1–2 秒間吹付温度（SV ではなく PV の方）が安定した瞬間を見計らって，熱電対の表示値を記録する．この作業は非常に手間と時間が掛かるので，なるべくノズルの位置を変更しないように心掛けるべし．

- X 線発生開始直後のフィラメントのエージングを疎かにしないこと（20 kV × 10 mA をしばらく維持すること）

#### Mercury CCD system 使用にあたって

- 実験開始時に単結晶を吹付ガス中に完浴させる際，ガス温度が極端に低い場合には，flash cooling により完浴させた結晶のモザイクネスが大きくなる可能性あり．モザイクネスを不用意に大きくしたくないのであれば，吹付温度を常温近くに設定した状態で結晶をガスに完浴させること．
- 連続して強度測定を行う場合，時々制御 PC2 台と CCD コントローラを最初から立ち上げ直すと良い．3 回以上連続して測定を行うと，積分強度の処理が格段に遅くなるケースが良く見られる．

- CCD detector の各ピクセルでの最大ピーク値は  $2^{20} - 32 = 1048544$  . これを超える強度の X 線は測定できない (つまりサチる . サチったピクセルは赤く表示される .)
- カメラ長が 45 mm の場合には , 高角の反射を多く測定するべく CCD detector の画像内にビーム中心を含めようとすると  $2\theta = 35^\circ$  までが限界だろうか ?
- 結晶外形を用いた数値的吸収補正をする予定であれば , 結晶のゴニオ中心合わせ時に , 結晶外形をトレースしておいた方が良くも (但し結晶の固定が確実である場合に限り .)
- ‘Collect Images’ にて  $1/4\lambda$  サークルと CCD detector が衝突しないように ,  $\omega$  の振動範囲 (下限と上限) を入力しなければならない . これについては不当な値を入力していた場合 , 制御画面に警告が表示され , 適正値を再入力しなければならない (つまり 4 軸角の動作範囲変更に関しては , 安全機構が働くようになっている .)
- 測定する単結晶の単位胞が比較的小さく , 高い空間対称性を有する場合には  $\omega$  振動角を  $1^\circ$  にして , 計 180 枚の回折画像を撮影するだけでも十分なデータが取得できる (KDP 室温相の結晶構造解析にて確認済み .)
- ‘Collect Images’ にて強度収集のスケジュールを自分で新たに追加する事も可能 . 高角の反射が弱く測定がうまくいかないときなど , よく利用する . 例えば強度測定時に結晶の品質・温度など諸条件により , 高角の反射が出にくい場合がある (その場合は結晶試料の交換や低温での測定をすると良いが)  $\omega$  振動角を半分にして , 露光時間を 15 秒に設定することが一つの手段である . 露光時間を 20 秒以上に設定すると , dezinzer exposure モードでの測定になってしまい , 測定時間が極端に長くなるのでお勧めはしない (詳しくはマニュアルを参照 .)
- 撮影済みの写真を何らかの理由で撮影し直したい場合は , ‘Collect Images’ にて ‘Scheduled’ の欄に撮影し直したい写真の番号を入力すればよい .
- $\omega$ -scan 幅を細かくすれば , 最終的に出力される格子定数の標準偏差がより小さくなる傾向にある .
- ‘Find Spots’ にて Resolution の Set ボタンをクリックすれば , ‘to Edge of Image’ 若しくは ‘to Corner of Image’ で  $2\theta_{\max}$  の上限を自動的に決めることができる . 通常は edge を選択するほうが良いか ?
- ‘Index Spots’ で指数付けがうまくいかない場合 ,  $I/\text{sig}(I)$  の値を大きくして , 強い反射のみで指数付けをすると良いときがある .
- どうしても指数付けが出来ない場合は , 諦めてサンプル交換した方が無難 .
- ‘Refine Cell’ の Statistics – RMS residuals は 0.1 – 0.2 程度の値であれば良い (マニュアルより)

- ‘Refine Cell’ の Control – Rejection limits は結晶のモザイク度が大きい場合，少し大きな値を入力すると良い．
- 反射を囲む赤い線は反射のオーバーラップを意味する（マニュアルより）
- ‘Predict Spots’ では撮影番号の序盤と終盤両方で反射位置がぴったりと予想されていることを確認すること．これは単結晶試料の固定が不十分なことにより，測定中結晶の方位が変化していないか，または結晶試料の脱落をチェックする有効な手段である．
- ‘Predict Spots’ でチェックを終えたら，そのままマスクの作成に取り掛かるほうが効率的．コントラストの上限値を低くすると，beam stopper の影を確認しやすい．
- 撮影中極稀に CCD detector と制御 PC との通信がうまくいかずに，画像の一部が欠ける（真っ黒になる）症状が発生する．また宇宙線によって画像に不可解な直線が現れることがたまにある．このため ‘Integrate Reflections’ を行う前に撮影した全ての画像をざっと確認した方が無難．画像表示ウィンドウには複数枚の画像を一度に表示する機能があるので，それを利用すること．一度に 100 枚ずつ表示すると便利か？再撮影の必要が生じる可能性もあるので，すべての画像が得られたことを確認してから，吹付温度の設定変更などを行うこと．
- ソフトウェアの些細な不具合か，結晶外形による回折強度の数値的吸収補正においては，numabs.hkl は自分で拡張子を numabs.hkl\_new に変更しなければ，正常に補正が施されない．

#### Mercury CCD system 使用終了にあたって

- X 線発生停止直前のエージングを疎かにしないこと．
- X 線停止後，20 分程度経過したら冷却水系を停止しても構わない．長期間使用する予定がないのであれば，冷却水系を停止する．冷却水系自体は X 線発生装置本体の Power と連動しているので，本体の power を off にすれば良い．ちなみに本 Mercury の真空系 TMP は空冷式．冷却水循環は必要無い．
- 冷室素ガス吹付装置の冷凍機を停止する場合，HEATER 出力を 0% にしてから，HEATER スイッチを切ると HEATER 線へのダメージが少ない（つまり吹付温度を最低温度にしてから，HEATER スイッチを切ること．）また冷凍機を停止するときは，窒素ガスの流量が瞬間的に増加して単結晶試料が吹き飛ばされる可能性が高い．その理由は吹付装置マニュアルに記されている．