

HUBER, MXC 操作のメモ

...Version Miyoshi Tatsuki 091221

1 HUBER 立ち上げ, peak search などについて

- 基本的なことだが, ゴニオメータ操作はゴニオ付近に障害物が無いことを確認してから行うこと (xyz 調整での六角レンチの取り外し等を忘れてはならない. 重大事故及び故障に繋がる危険性あり.)
- Linux マシンを起動後, ゴニオコントローラの電源ボタン (再起動時は RESET ボタン) を押す. 30 秒ほど経過した後, Desktop 上の MXC エイリアス (MXC で御馴染み, ‘お人形さん’ が目印) をダブルクリック. エイリアスの代わりに赤い帽子 (Windows での ‘スタート’ ボタンに相当) そばのパネル (これまた ‘お人形さん’ が目印) をクリックしても良い.
- rotating anode 近傍の手動シャッタの開閉を忘れずに.
- コリメータの固定機構には多少遊びが在る. ビーム中心から水平方向に sample がズレる可能性あり. 蛍光板でビーム中の結晶の影の位置を確認せよ.
- 全軸 datum とシンチレーションカウンタの設定 (Manual からそれぞれの操作決定ボタンをクリックする) を忘れずに.
- 全軸 datum と 2θ , ω , χ , ϕ datum は意味が異なる (前者は光学系の datum, 後者は機械系の datum である. 詳しくは MXC 付属マニュアルを参照されたい.)
- datum を少し早く終える小技: peak search や standard collection の前に 4 軸角を $2\theta = -70$, $\phi = 160$ に, またはそれに近い角度に合わせる (物凄く姑息な技...)
- peak search で見つけるべき反射は 50 個が上限. 詳しくは MXC 付属マニュアルを参照されたい.
- cryostat 搭載時の peak search の 4 軸角度範囲については注意すること.
- cryostat 搭載時は Negative chi の反射で peak centering するのが望ましい.
- Be セル取り付け時, peak checking は manual で slit in にしてから行うこと.
- 結晶サンプルマウント用の Cu 棒は図 1 のとおり. 結晶を低温ワニスで先端に接着する. 先端はライフル弾頭のように細くするべし. 表面はエメリーペーパーである程度研磨しておく. 低温ワニスが悪くなじむ? 研磨はボール盤の先に所定の長さにカットした, 直線状の銅線を取り付けて, 回転させながらエメリーペーパー, 金属ヤスリで研磨すると楽で, 且つ仕上がりが良い. 研磨後はアセトンなどの有機溶剤で, 表面を洗浄しておくとなお良い.
- 長期間測定する場合は, 区切りが良いときに, 全システム (制御 PC, ゴニオメーターコントローラ) を再起動した方が良いかも.
- 測定終了後に同じ条件で, 続けて新たに反射を追加測定したいときには `msts_set` コマンドを利用すればよい. つまり ‘お人形さん’ をわざと直立させた状態にして標準測定を開始すれば, あたかも中断していた測定を再開するかのような効果が得られる. 逆に言うなれば

msts_sets コマンドでお人形さんを人為的に立たせずに、追加測定をしようとするとうままでに取得した測定データが全て消えてしまう。詳しくはMXC 付属マニュアルを参照せよ。

- 低温ワニスで結晶を接着した場合は、一旦強化カーボングラファイトのみを取り付けて、30分から60分ほど真空引きした後、peak search した方がよいかも（空気中に1日、2日程度曝しただけでは低温ワニスには完全に固化しないことがある。この場合、真空状態に曝した直後、結晶方位がズレる可能性あり。）

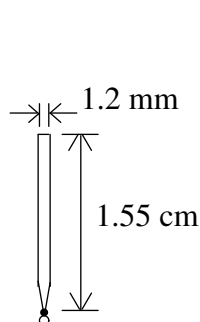


図 1: 結晶マウント用 Cu 棒。

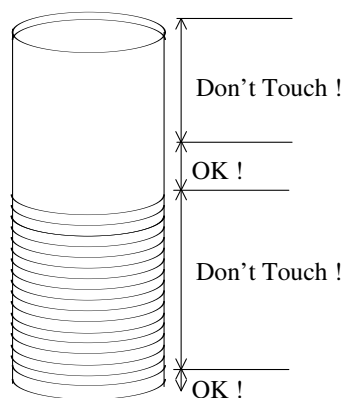


図 2: 強化カーボングラファイト。特に開口部付近は触らぬよう注意する。

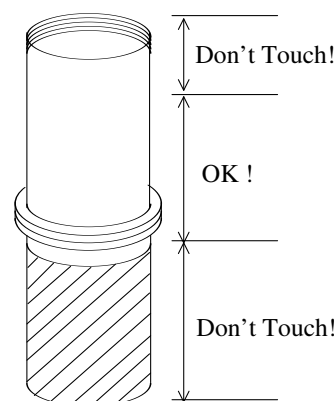


図 3: ラディエーションシールド。

2 真空引きについて

- TMP (Turbo Molecular Pump, ターボ分子ポンプ) ユニット前面のブレーカを ON にすれば、TMP の排気側ロータリーポンプが稼動可能。
- Be セルの取り扱いには十分注意する。Be 窓に素手で触れたら、なるべく早く手洗いをする。
- 真空容器、ホース取り付けの観点から判断すると、 $\chi = -35^\circ$ が一番作業に適している。
- 強化カーボングラファイトカバー（外側）、カプトン & アルミ箔製ラディエーションシールド（内側）の順にそれぞれ真空引き（それぞれ 10 分程度）。皮脂など汚れの付着を避けるために、それぞれ不必要に触れないこと（実験前には必ず手は清潔にしておくこと）真空容器の金属面は定期的にエタノールを含ませたキムワイプで拭拭すると良い。但し強化カーボングラファイト、カプトン、Be の各部分は拭拭してはならない（図 2, 3 参照）。
- ピラニゲージで真空度を確認。ぴらにゲージの接触不良がたまに起きるので、微妙に動かして改善すること。
- ピラニゲージは“NORMAL”ランプ点灯中に使用すること。
 - ACC TMP の加速中
 - NORM TMP の定常運転中
 - DEC TMP の減速中
- 再度、強化カーボングラファイトカバー（外側）の真空引き（30 分以上）

- 100K 以下では系を閉じて TMP を停止する .
- 冷凍機稼動前に He ガス圧を確認しておく .

3 極低温での結晶サンプルの xyz 調整について

- HUBER 用小工具箱 (青色) の中に (若しくは HUBER 近辺に) 蛍光板があるので , Manual で SHUTTER OPEN にして , 結晶の影を確認すべし (事前に室温付近でのビーム中の結晶の影の位置を確認しておくが良い .)
- 110K 以下の低温領域では Cu 棒の収縮などによって , 結晶サンプルがビームからズレ始める . 可能な限り $|\chi| \leq 5^\circ$ 且つ $5 \leq |\phi| \leq 15$ の反射と , $85 \leq |\phi| \leq 95$ の反射を結晶サンプルの xyz 調整の指標とする . 結晶の xyz 位置調整にはカウンタスリットボックス内のハーフシャッタを利用する . 厳密に言えば ω と ϕ が合わせて 0 に近くなるような反射が望ましい (入射ビームに対して垂直な方向での xy 調整を考慮してのこと .)
- z 調整機構及び cryostat 固定機構には (それぞれ z 方向 , ϕ 軸回転方向に) 多少の遊びがあり , 調整中に捉えていた反射の強度が急激に変動することがある . パニックを起こさないように .
- z 調整は別に 100K 以下でなくとも行える . 蛍光板を用いて , 室温付近でのダイレクトビーム中での結晶の影の位置をあらかじめ把握しておく . $\chi = 0^\circ$ で ϕ を適当に回転し , 影を見ながら xy 調整をする . その後 , $|\chi| \leq 5^\circ$ の適当な強度を持つ反射を Manual で捉えて , Top のハーフシャッタを利用して , z 調整をすべし . χ についても蛍光板を用いて , ゴニオメータ中心との一致具合を大まかに判断することが可能 . この方法でも結晶の xyz 調整はうまくできる .
- LEFT 及び TOP のハーフシャッタ出し入れを繰り返し , 反射強度が大体半減するように xy を調整する . その後別の反射で同様のことを行う . 2 つの反射で交互に調整を繰り返して収束させる .
- 指標とする複数の反射全てに関して , ハーフシャッタで散乱強度が厳密に半減するように調整するのは , はっきり言えば狂気の沙汰である . そもそもハーフシャッタを利用するこの方法は , 結晶のマウントの仕方 , 光学系の調整具合など他の要因に左右される部分が大い . 光学顕微鏡で直に xyz 調整をしない限りは , 厳密な結晶センタリングは実質的に不可能に近い . ハーフシャッタを使った際に , 反射強度が $1/2 \pm 1/4$ 程度になるぐらいで , 調整を終えるのが実用上妥当なところか ?
- xyz 調整が順調に行われたかは peak centering で 30 個程反射を精緻化し , LS すればよい . 格子定数の標準偏差が 1 つでも 3 桁に達すると調整が不十分と判断して良い (但し言及するまでも無く , 試料温度が一定であることが条件 .) なるべく a, b, c に関しては 0.0050 \AA , α, β, γ に関しては $0.05 [\text{deg}]$ までに抑えた方が良い ?

4 LTC-10 を用いた温度制御 , PID 係数の設定

- 電源投入後 “ENTER” → 設定温度入力 → “MONITOR” モードから “CONTROL” モードへ切り換えるとヒーターによる温度制御が行われる .

- LTC-10 を用いて温度制御する際は，事前にPID 係数を確認すること．
- 冷凍機停止後，cryostat を自然昇温させる場合は温度コントローラの電源を切っておく（「MONITOR 時のヒーターへの電流漏れの可能性あり．クライオには低温用ハンダが使用されていて，過度に昇温すると故障する可能性がある」とのこと．増山先生談より）
- モニター温度が室温以上になった後，1 時間程は待機すべし（霜の付着を避けるため．）

‘SET UP’→‘MODE’→‘PID’ で ‘ENTER’ とすると，PID 係数などの設定画面になる．

表 1: 標準の PID 設定値．デフォルトは極低温向け．

HEATER	ANALOG	200 K 以下	200 K 以上
$P = 4$	$P = 50$	4	5
$I = 15 \text{ sec.}$	$I = 10 \text{ sec.}$		28
$D = 4 \text{ sec.}$	$D = 0 \text{ sec.}$		12
$P\phi = 0.00 \%$	$P\phi = 0.00 \%$		
Pwr limit = 35 %	GAIN = 0.05		
	Offset = 150.000 K		

- P は比例動作．目標値と実測値との差に比例したヒータ出力を生じさせる．大抵は最適値を設定することは難しく，実測値が目標値を跨いで振動する羽目になる．P の設定範囲は 0.1-1000 ．
- I は積分動作．比例動作で発生する振動を抑制する働きを持つ．値が小さすぎると振動を抑制できず，大きすぎると目標値に対して実測値が収束するまで長時間を要することになる．PI 動作だけでは，系に対する外部からの熱的攪乱に対して迅速に修正動作が行えない．I の設定範囲は 0.1-10000 ．
- D は微分動作．実測温度の変化率に比例してヒータ出力を制御する．大きすぎると実測値が振動しやすくなる．無論小さすぎても駄目．D の設定範囲は 0-1000 ．
- $P\phi$ はヒータの定常出力設定値． $P = I = D = 0$ にしたときは， $P\phi$ のみを操作して，温度をマニュアル制御することが可能だが，おそらくこの機能を使用することはまずない．
- Pwr limit は最大出力 50W のヒータに課する出力制限を示す．通常は 35% が標準値．どんなに目標値と実測値の差があろうとも，この制限値を越えた出力は実現することは無い．この値を変更する必要はまず無い．
- 決して $D > I/2$ としてはならない． $D = I/4$ が適当な設定値としてよく利用される．
- 温度の振動する周期 $TN[\text{sec.}]$ に対して， $I = 0.5 \times TN$ とすると，温度が収束しやすい．
- マニュアルで PID の最適値を探すことは結構面倒．だが出来ないことはない．詳しくは LTC-10 のマニュアルを参照．

5 回折強度データの移動・転送

(WEB ブラウザ firefox のブックマークに Linux 関係の WEB サイトを登録してあるので , 困ったときは参照あれ .)

FDD に FD を挿入後 , desktop 画面上の赤い帽子 (Windows での ‘スタート’ ボタンに相当) ⇒ システムツール ⇒ ディスク管理をクリック , または赤い帽子の付近の CD メディアと FD のパネルをクリックして

```
/dev/fd0 /mnt/floppy
```

を選択し , ‘マウント’ ボタンをクリックすると , これで FDD がマウントされる .

デスクトップ上の ‘MXC のホーム’ をダブルクリックして , フォルダ表示場所を ‘/mnt/floppy’ にすれば , FD の中身を見ることが出来る .

‘マウント’ ボタンはマウント完了後に ‘マウント解除’ ボタンに変化する . ファイル移動後 , この ‘マウント解除’ ボタンをクリックすればアンマウント完了となる .

一般的に , 回折強度データなどは容量がさして巨大ではないので , 山口大学の WEB メールを通じて自分のメールアドレス宛に転送しても良い .