

INTEC 手順書 2020.07.08

スタッフ向け

1. はじめに

INTEC は-190℃から 400℃まで昇温又は冷却できる装置です。本手順書はセットアップの手順について示します。

ビームラインでは数社のメーカーの加熱ステージを用いているので、加熱ステージを便宜上メーカー名で呼んでいます。手順書では加熱ステージをステージ本体と呼ぶことにします。

INTEC は、ステージ本体、mk2000、LN2-P、PC 及びデューワー瓶で構成されています。mk2000 は温度のコントロールを担い、LN2-P は液体窒素を吸出して、乾燥窒素を吐出す機能を担っています。

測定中は被ばくを避けるため、ハッチの外からリモートで操作します。

2. 保管場所

- INTEC は BL-10C の後方のラックに保管されています。



3. 液体窒素の汲み出し

- 液体窒素は BL-7 の後方の部屋にあります。
- 汲み出しにあたって手袋を装着してください。
- 注入管①をデューワー瓶に挿入します。



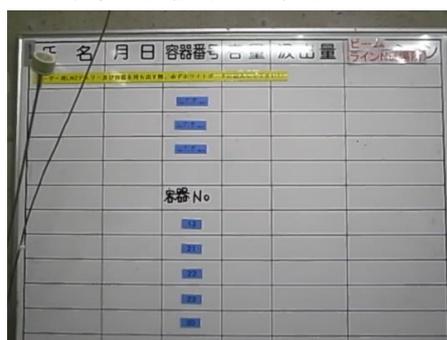
- 取り出し弁②を左に回して全開にします。
- 排圧弁③を右に回して全閉にします。
- 圧力計を見ながら、昇圧弁④を徐々に左に回して開け 0.05MPa 付近になるように調整します。

• 補給しているデュワー瓶が満たされ始めると、液体窒素が噴出しますが慌てずに、落ちついて以下の手順で終了してください。

- 昇圧弁④を右に回して全閉にします。
- 排圧弁③を左に回して全開にします。
- 取り出し弁②を右に回して全閉にします。
- 注入管①をデュワーから取り出します。
- 最後に、取り出し弁②全閉、排圧弁③全開、昇圧弁④全閉となっていることを再度確認してください。

• 汲み出した量を用紙に記載してください。

• デュワー瓶を持ち出す際は、壁のホワイトボードに氏名、容器番号等を書き込んでください。



• INSTEC 付属のデュワー瓶に液体窒素を補充する際は、以下の写真のように漏斗とプラスチックの台座を用いてください。



・付属のデュワー瓶で、ステージ本体の温度が室温～100℃の利用であれば、液体窒素は約 24 時間持ちます。

4. O₂ モニターの準備

- ・O₂ モニターは、サンプルを加熱又は冷却するにあたって液体窒素を使用する際に、酸欠事故を防止するために用います。O₂ モニターの使用、キャリブレーションについて記します。
- ・O₂ モニターは PF 所有のものを利用します。実験ホール入り口の監視員室奥の部屋の棚に保管されています。運転当番に一声かけてから借用してください。



・小角散乱 Gr. 所有の延長ケーブルが BL-10C 実験ハッチ外後方の棚の上、写真に示している場所に保管されています。



•以下の写真のように、本体とケーブルの間に小角散乱 Gr.所有の延長ケーブルを接続してください。



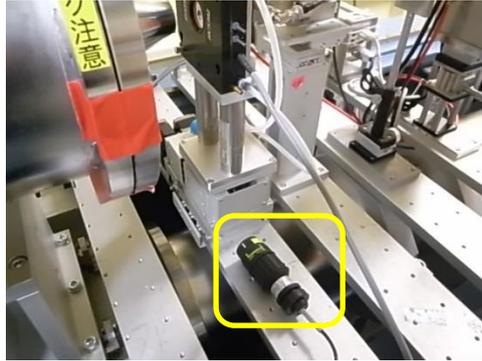
- 電源を入れる際には、POWER を長押ししてください。
- キャリブレーションは、空気が清浄なところで、AIR を長押ししてください。

AIR 長押しで
キャリブレーション



POWER 長押しで
ON 及び OFF

- センサーは、ステージ本体に近く、安定した場所に設置してください。



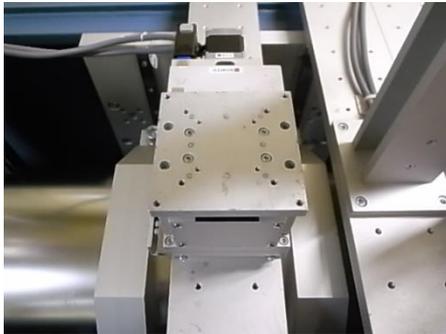
- 本体は実験ハッチ外に設置してください。
- ケーブルは、以下の写真のように穴を通してください。



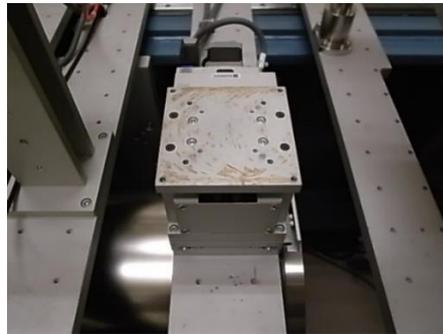
- 電源を切る際には、POWER を長押ししてください。

5. ステージ本体の設置

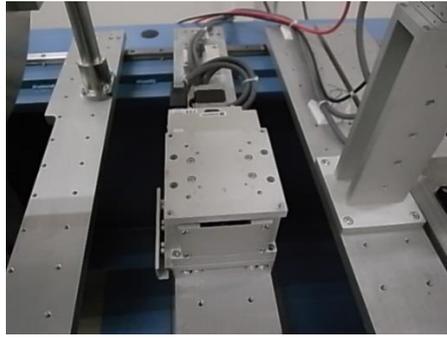
- BL-6A、BL-10C 及び BL15A2 でのステージ本体の設置方法を以下に示します。
- プレートの上にある物は撤去して、以下の写真の状態にします。



BL-6A

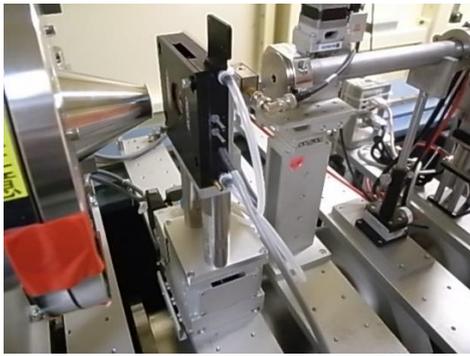


BL-10C



BL-15A2

- BL-6A は台座を履かせずに直接プレートにステージ本体をねじ止めします。
- BL-10C 及び BL-15A2 は付属の台座を履かせて、ステージ本体をねじ止めします。
- 以下の写真のように、開口径の大きい側が下流になります。



BL-6A



BL-10C



BL-15A2

6. 配置、配線

- カメラ長 25cm(最短)とする場合及び WAXD を用いる場合は、ステージ本体の下流側を、写真左側の $\phi 15\text{mm}$ の窓に交換してください。広角側のデータが削れてしまう可能性があります。窓

は INSTEC と書かれた缶の中に保管されています。窓の交換は INSTEC K01 と書かれたプレートを使ってください。

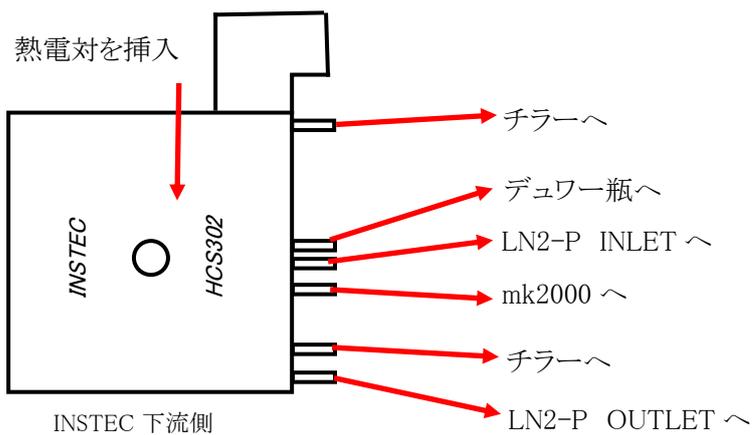
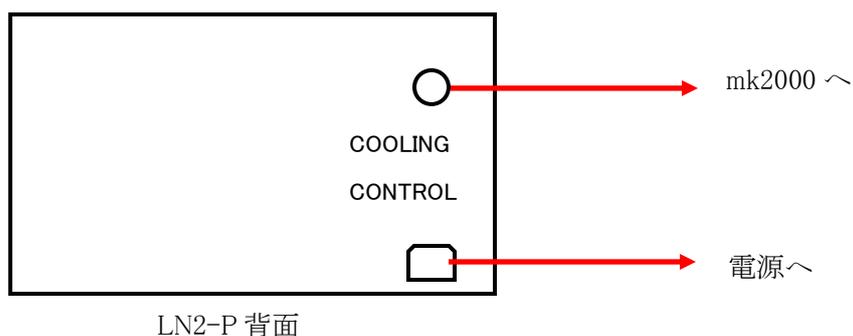
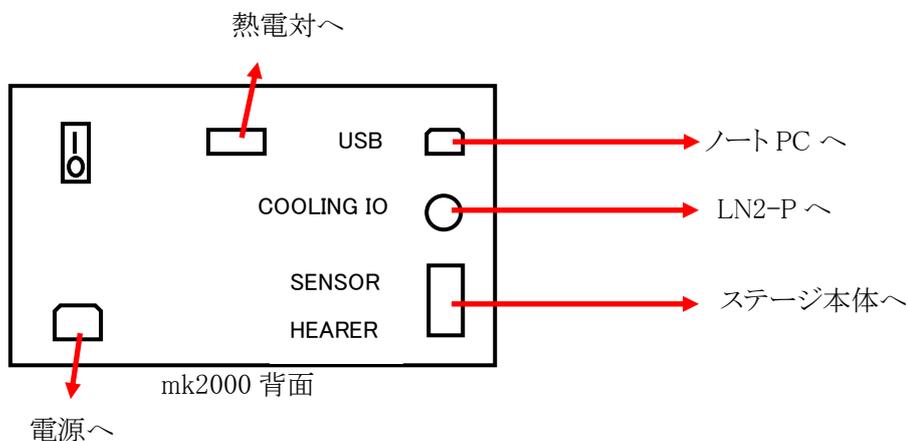
- 0℃以下に冷却される時は、写真右側の φ 10mm、φ 5mmの窓に交換してください。
φ 10mmが下流側、φ 5mmが上流側になります。4～5℃以下で霜が付く場合も窓付きセルに交換してください。



- INSTEC、ステージ本体、mk2000、LN2-P、PC 及びデューワー瓶は以下の写真のように配置してください。100℃以上まで昇温する際は、ノーズとステージ本体及びステージ本体とイオンチャンバーは 20 mm以上離してください。



・配線の概略を以下に示します。デュワー瓶からの配管以外は、全てラックの中に保管されています。



・配管、配線の写真を以下に示します。写真では上流側の真空パスとノーズを省略しています。



・ノートPCにLANケーブルを接続してください。LANケーブルは、各ハッチの写真の位置にあります。BL-10Cには2本、BL-15A2には3本ありますが、どれを使っても構いません。



BL-6A



BL-10C



BL-15A2

・熱電対を試料セルの脇にある穴に挿入してください。挿入例を以下の写真に示します。



7. 電源の投入

- ・LN2-P、mk2000、ノートPCの電源を入れてください。
- ・LN2-Pの窒素の流量は、0にセットしてください。流量は自動的にコントロールされます。



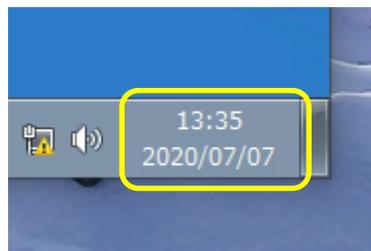
- PC のパスワードはログイン失敗時のヒントを参照してください。
- チラーを起動してください。温度は 20～25℃としてください。

8. 時刻の同期と WinTemp for mk1000 の起動

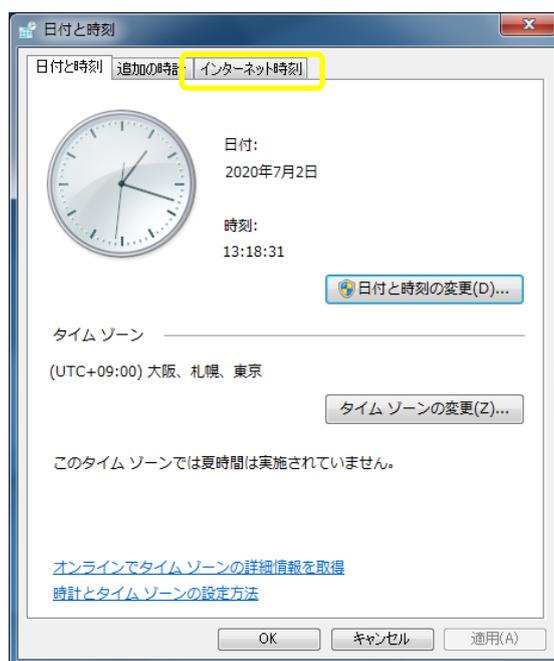
- 実験ハッチ外の端末(measurement PC)から、Instec_PC への Remote のショートカットを左クリックしてください。



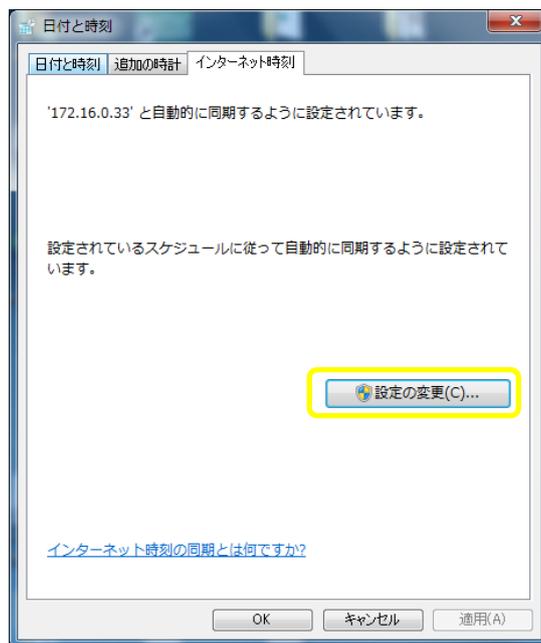
- リモート接続のウィンドウが立ちあがったら、リモートウィンドウ右下の時計を右クリックして「日付と時刻の調整」を選択してください。



- 日付と時刻が起動します。日付と時刻からインターネット時刻タブを選択してください。

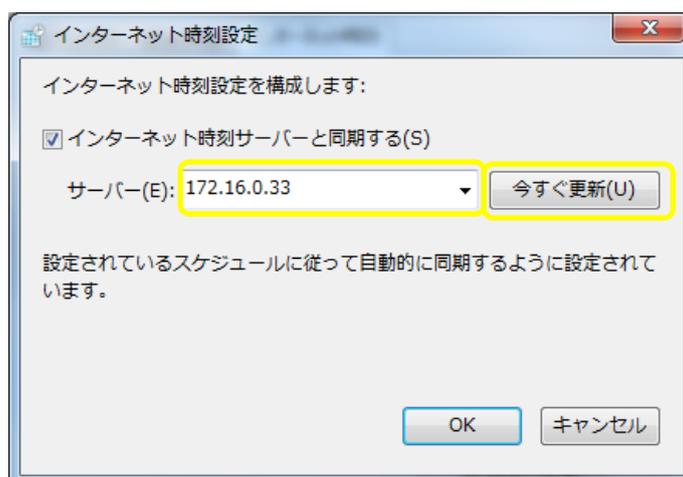


- インターネット時刻から設定の変更を押してください。



- インターネット時刻サーバーに、以下に示すビームラインごとのタイムサーバーの IP アドレスを入力して、今すぐ更新を押してください。

BL-6A	172.16.0.33
BL-10C	172.16.0.66
BL-15A2	172.16.0.1



•時刻の同期はこれで終了です。

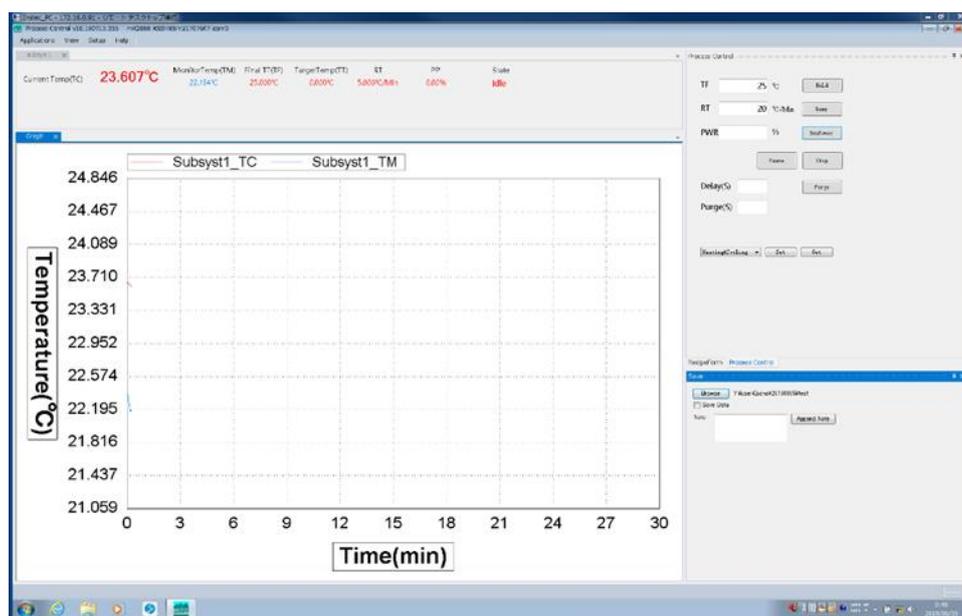
•「New Instec App」をダブルクリックしてください。



•「ProcessControl」を選択します。



•mk2000 の制御画面が起動します。



- WinTemp for mk2000 が起動したらユーザーさんへ引き渡して下さい。
- プログラムを使用して昇温、降温する際は、ユーザーさんにログを取るように指示してください。Save Temperature vs. Time のチェックボックスに「レ」を入れればログが取れます。記録される温度及び値は、TC:現在の試料セル周りの温度、TT:現在あるべき温度、TF:最終的な設定温度、出力、TM: 試料セルの外側に挿した熱電対の温度及び Status になります。
- 25°Cから 100°Cに昇温した際、6°C/min 以上の温度勾配では Ramp 時のずれが 2~3 秒程度あります。5°C/min 以下になるとそのずれが大きくなってきて、1°C/min にすると 17~18 秒ずれます。

9. 終了操作

- Hold&Ramp(TF)に 25 入力して Hold を押してください。
- ステージ本体の温度が室温程度に戻ったら終了操作を行います。
- WinTemp for mk1000 を x で閉じてください。
- リモート接続のウィンドウを x で閉じてください。
- INSTEC の PC、mk2000 及び LN2-P の電源を切ってください。
- 各配線を外して、ラックに収納してください。

10. 昇温しない、または降温しない場合

- 昇温しない、または降温しない場合は、mk2000 に Error 133 が表示されていないか確認してください。
- Error 133 が表示されていた場合、mk2000 の電源を落としてコンセントを抜いて数分待った後に、電源を入れ直してみてください。
- それでも Error 133 が表示されている場合は、熱電対を交換するか、ショートプラグに交換し

てください。