

INTEC 1号機/2号機 手順書 2021.10.13

ユーザー向け

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。本手順書は操作手順について示します。セットアップの手順については、スタッフ向け手順書を参照ください。

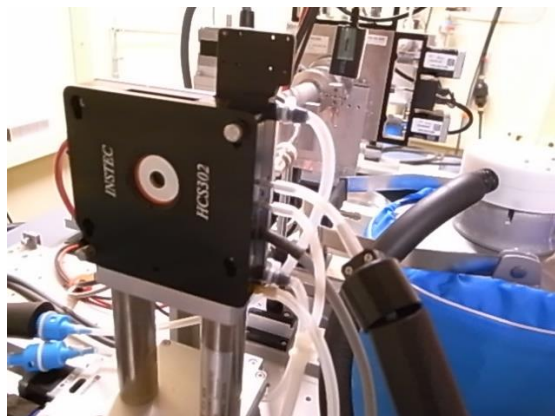
ビームラインでは数社のメーカーの加熱冷却ステージを用いているので、加熱ステージを便宜上メーカー名で呼んでいます。手順書では加熱冷却ステージをステージ本体と呼ぶことにします。

INTEC には、1号機及び2号機があり、ステージ本体、mk2000(1号機以下略)/mk2000B(2号機以下略)、LN2-P、PC 及びデューワー瓶で構成されています。mk2000/mk2000B 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。

1号機と2号機とでは、呼称が異なる所がありそれぞれ下の表のようになっています。

	1号機	2号機
ステージの現在温度	TC	PV
目的の温度(Ramp 等で制御途中の目的温度)	TT	CSP
最終的な設定温度	TF	TSP
熱電対で計測された温度(実際の試料セルの温度)	TM	MV
コントローラ	mk2000	mk2000B

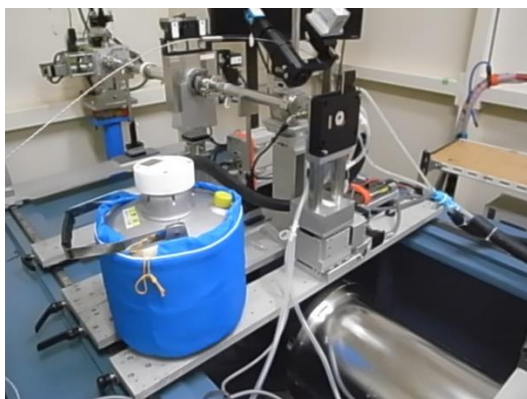
測定中は被ばくを避けるため、ハッチの外からリモートで操作します。



1号機ステージ本体及びデューワー瓶



1号機 PC、mk-2000(左)及びLN2-P



2号機ステージ本体及びデューワー瓶



2号機 PC、mk-2000(左)及びLN2-P

2. 液体窒素の汲み出し

- 必ずPFの寒剤講習を受講して下さい(年度につき1回)。
- 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。



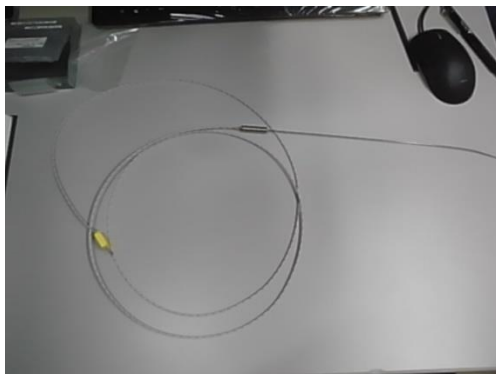
- 取り出し弁②を左に回して全開にします。
- 排圧弁③を右に回して全閉にします。
- 圧力計を見ながら、昇圧弁④を徐々に左に回して開け0.05MPa付近になるように調整します。
- 補給しているデューワー瓶が満たされ始めると、液体窒素が噴出しますが慌てずに、落ちついて以下の手順で終了してください。
- 昇圧弁④を右に回して全閉にします。
- 排圧弁③を左に回して全開にします。
- 取り出し弁②を右に回して全閉にします。
- 注入管①をデューワーから取り出します。
- 最後に、取り出し弁②全閉、排圧弁③全開、昇圧弁④全閉となっていることを再度確認してください。



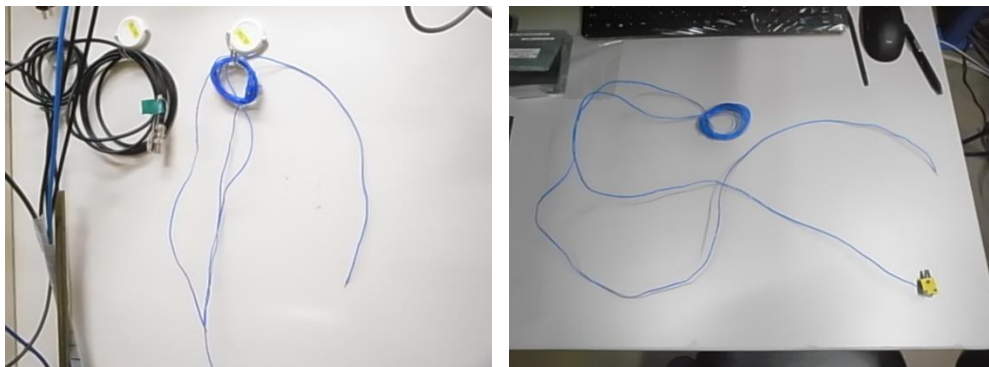
•ステージ本体には、以下の写真のように、セットしてください。Instec本体からの熱電対は、一時的には以下の写真のようにセルを固定するアダプタの穴に差し込まれていますが、実際に試料付近の温度を正確に計測するためには、熱電対はセルの上部の穴へ挿しこんだり、直接試料（以下の写真ですと試料を挟んでいるワッシャー）に接触させたりして、試料セル（≒試料）の温度を計測できるようにします。熱電対を使用しない場合は、スタッフにお伝え下さい。（Graphtecの熱電対は使用しません。）

※熱電対は基本2種類有ります。

(1) メタルシース:耐用温度範囲が広いです。100°C以上の場合は、こちらを利用します。



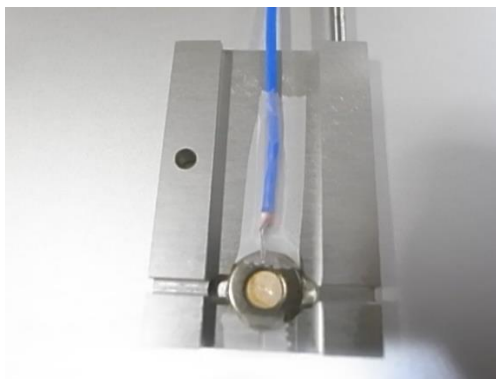
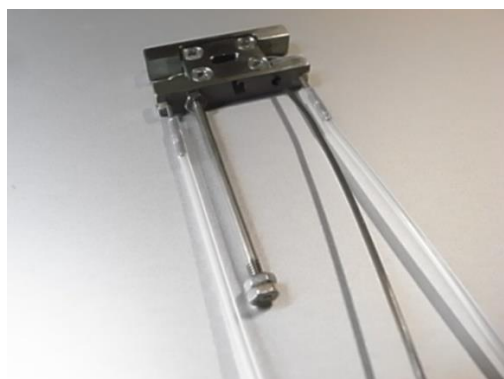
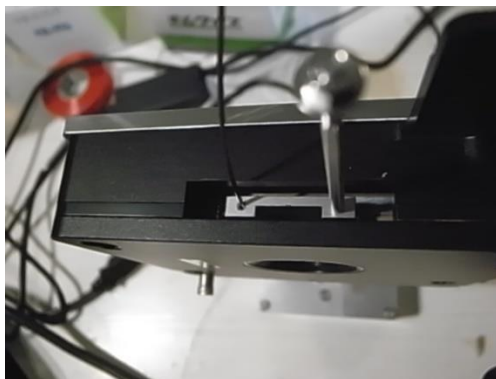
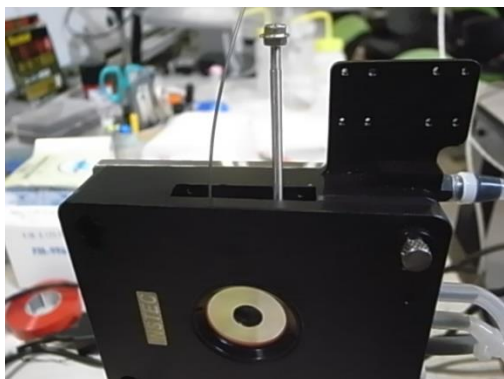
(2) ビニールのシース:100°C以下の場合はこちらも利用可能。Graphtecのラインから先端部を外して、メタルシースと交換して利用します。



○試料セルの差込み口の脇にあるねじ穴。セルの温度を計測しない場合は、こちらに挿しっぱなしでも良いです。



○実際には、試料毎に熱電対を試料セル(上部の穴など)に差し込んだり、試料を挟んだワッシャーに接触したりして、実際の試料温度に限りなく近い位置の温度を計測することになります。



•LN2-Pの窒素の流量は自動的にコントロールされるので、手を触れないでください。



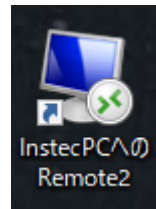
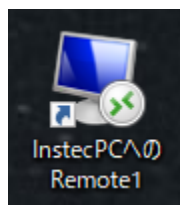
1号機



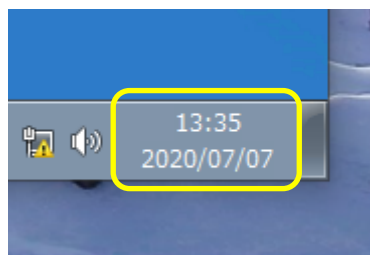
2号機

5. 時刻の同期とリモートアクセスによる操作

- 実験ハッチ外の端末(measurement PC)から、1号機の場合は「Instec_PC への Remote1」、2号機の場合は「Instec PCへの Remote2」のショートカットをダブルクリックしてください。



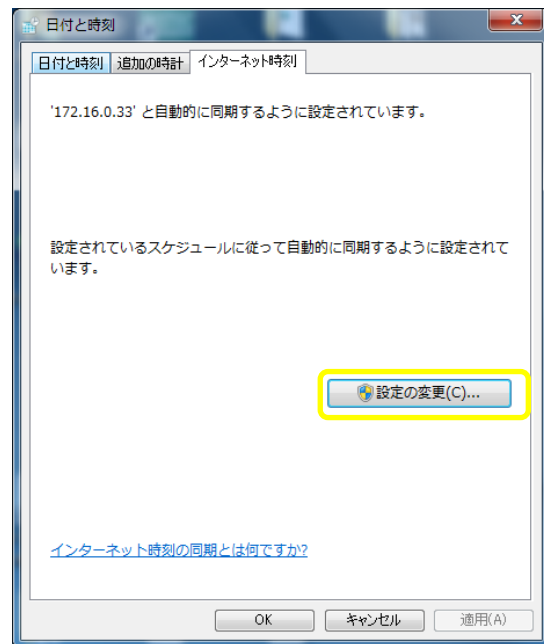
- リモート接続のウィンドウが立ちあがったら、その PC が接続した測定 PC と時刻が一致しているか確認してください。一致していたら「New Instec App」の起動に進んでください。一致していなければ、1号機の場合は以下の手順で合わせてください。2号機の場合は後に述べます。リモートウィンドウ右下の時計を右クリックして「日付と時刻の調整」を選択してください。



- 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。

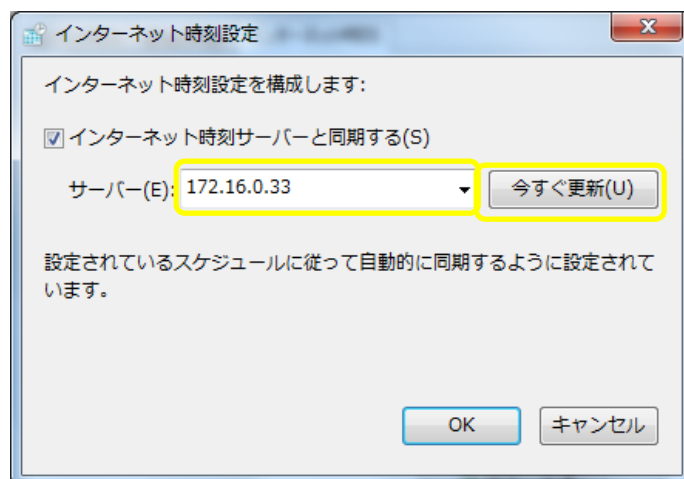


・インターネット時刻から設定の変更を押してください。

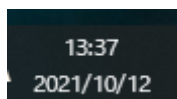


・インターネット時刻サーバーに、以下に示すビームラインごとのタイムサーバーの IP アドレスを入力して、今すぐ更新を押してください。

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



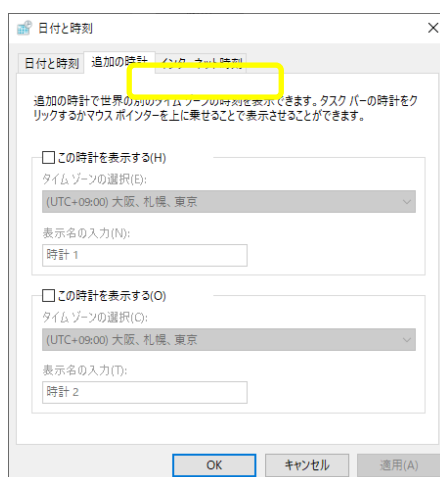
- 1号機の時刻の同期はこれで終了です。
- 2号機の時刻の同期を以下に述べます。リモートウィンドウ右下の時計を右クリックして「日付と時刻の調整」を選択してください。



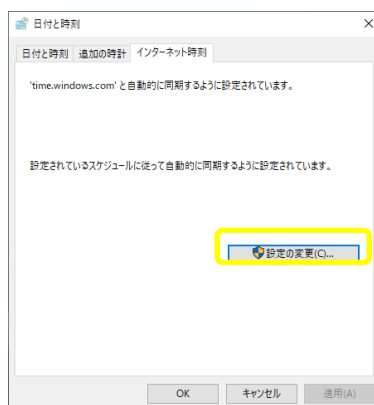
- 日付と時刻が起動します。「別のタイムゾーンの時計を追加する」を左クリックしてください。



- インターネット時刻を左クリックしてください。

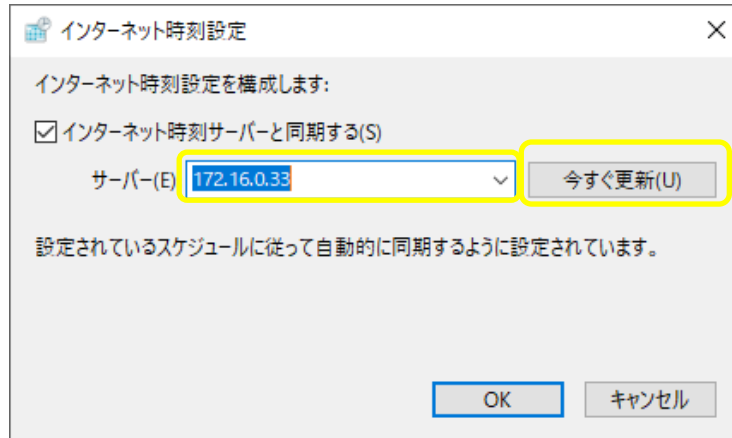


・「設定の変更」を左クリックしてください。



・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



• 2号機の時刻の同期はこれで終了です。

• 「New Instec App」/「InstecApp.exe」をダブルクリックしてください。



1号機

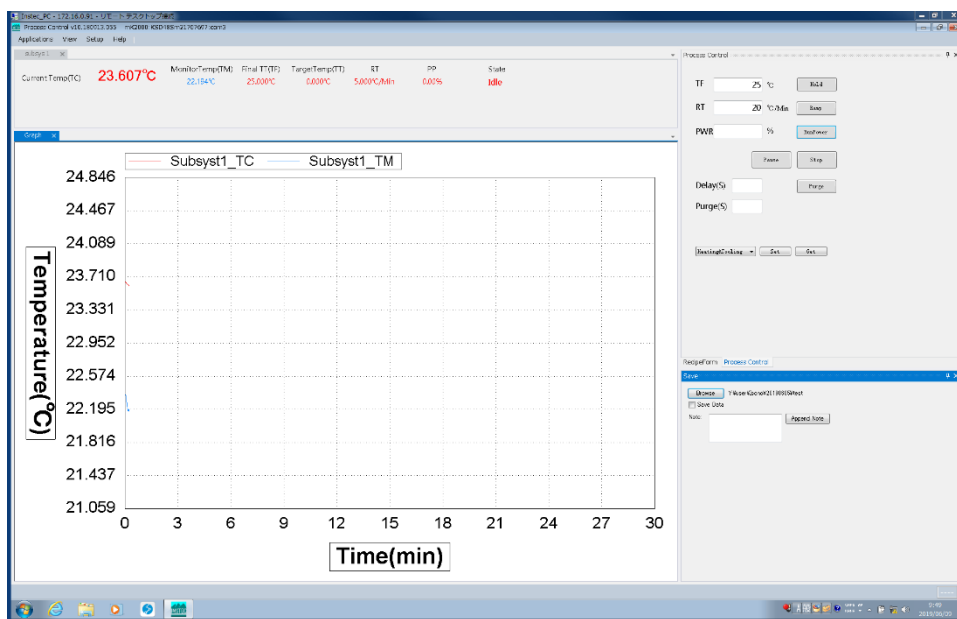


2号機

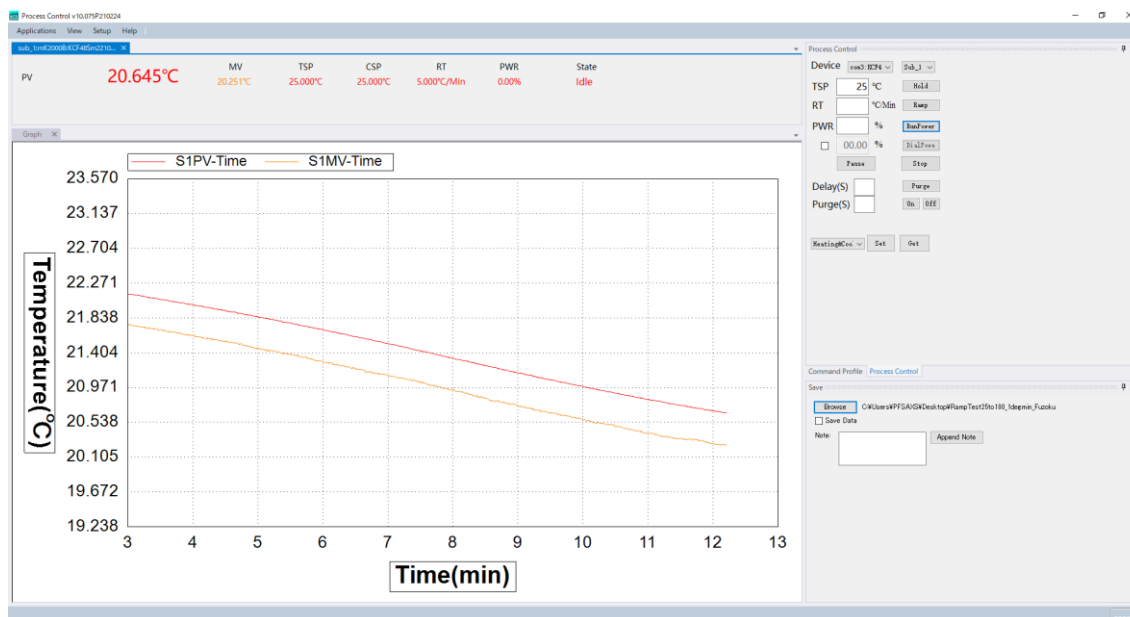
• 「ProcessControl」を選択します。



• mk2000/mk2000B の制御画面が起動します。



1 号機



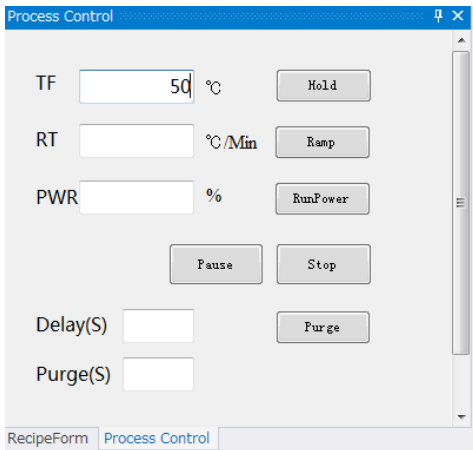
2 号機

•Process Control で温度を制御します。主な各ボタンと各パラメータは以下のようにになっています。

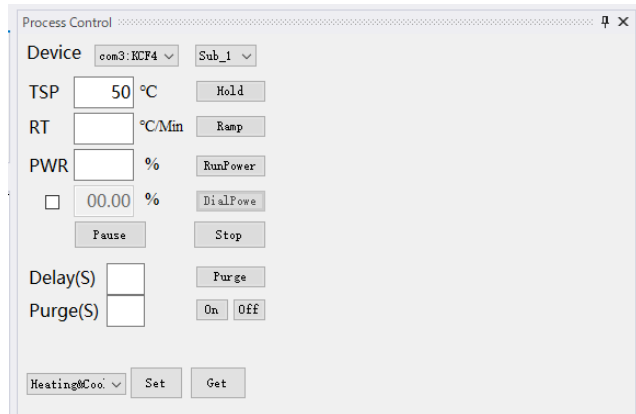
- Hold: 目標温度(TF/TSP)へ最高速で加熱又は冷却します。
ただし、オーバーシュートが発生します。
- Ramp: 温度変化率(RT)をつけて加熱又は冷却します。
- RunPower: PWR に入力された出力で加熱又は冷却します。
- Pause: 温度制御の一時停止。

Stop: 温度制御の停止。
 TF/TSP: 目標温度(°C)
 RT: 温度変化率(°C/分)
 Power/PWR: 出力(%)

・50°Cへ昇温する際の、Hold の例を示します。TF/TSP に 50 を入力して、Hold を押します。

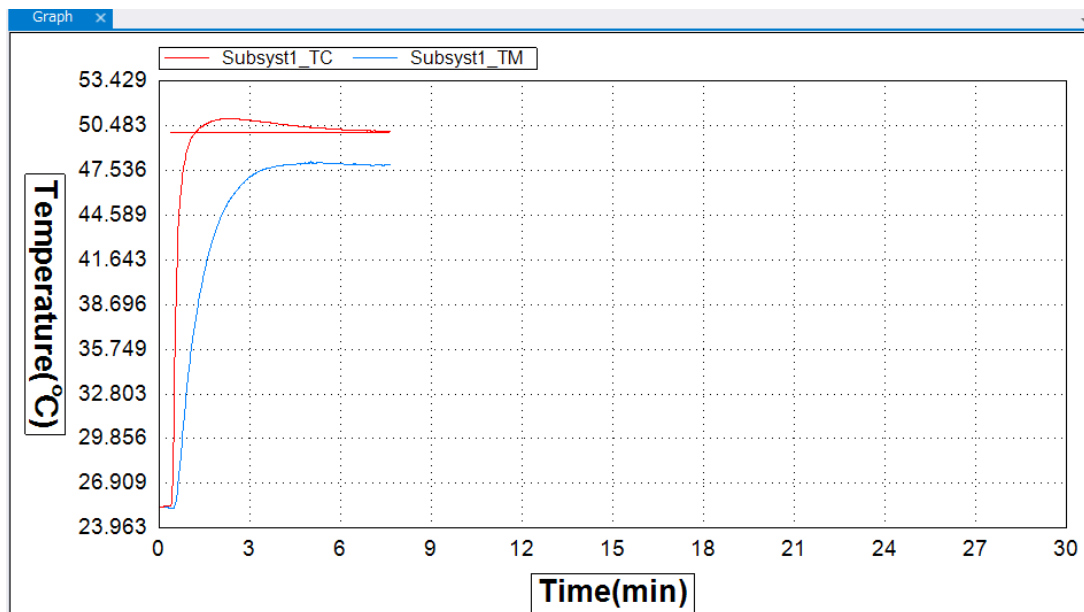


1 号機

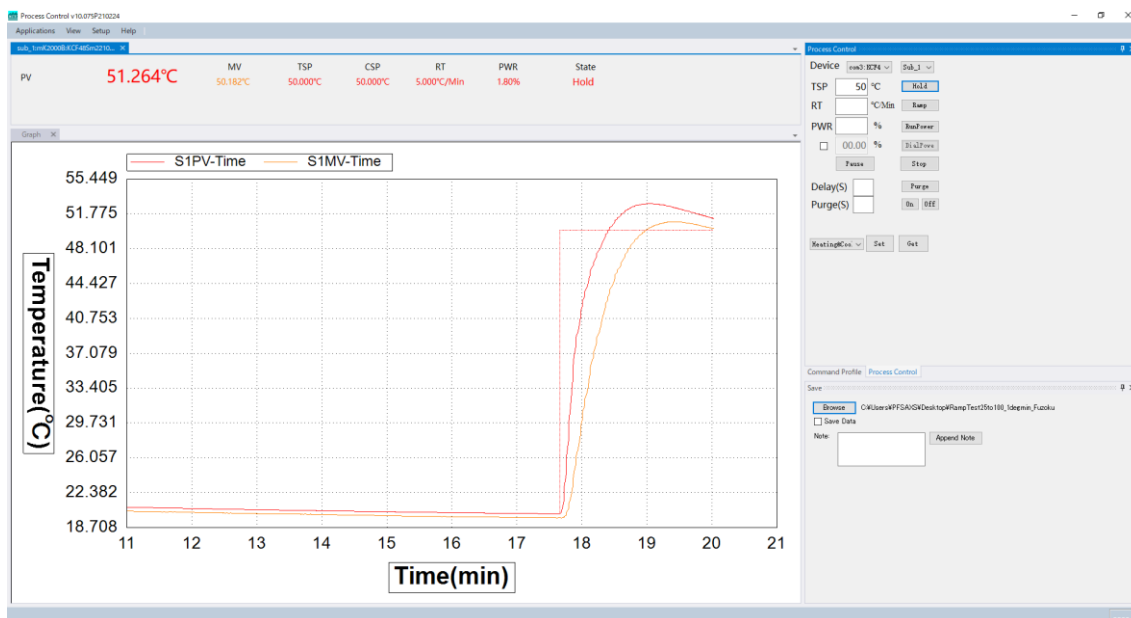


2 号機

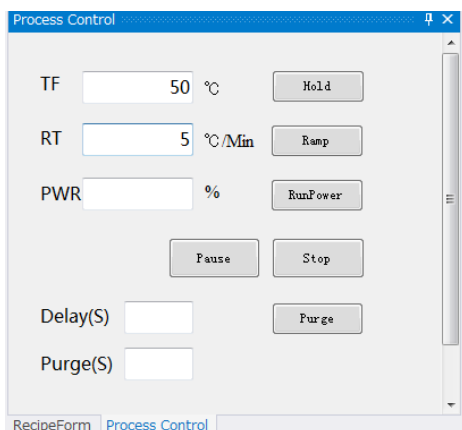
・1 号機では温度変化は次のグラフのようになります。赤線が TC (現在の試料セル周りの温度:オーバーシュートしている赤線)、青線が TM (試料セルの外側に挿した熱電対の温度)を示します。



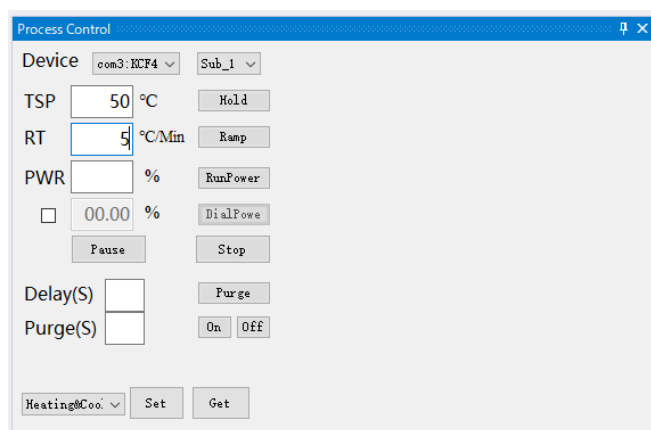
・2号機では温度変化は次のグラフのようになります。赤線がPV(現在の試料セル周りの温度:オーバーシュートしている赤線)、オレンジ線がMV(試料セルの外側に挿した熱電対の温度)を示します。



・室温から50°Cへ5°C/分で昇温する際の、Rampの例を示します。TF/TSPに50を、RTに5を入力して、Rampを押します。温度変化率は絶対値で入力します(マイナスをつけるとポップアップが出ます)。

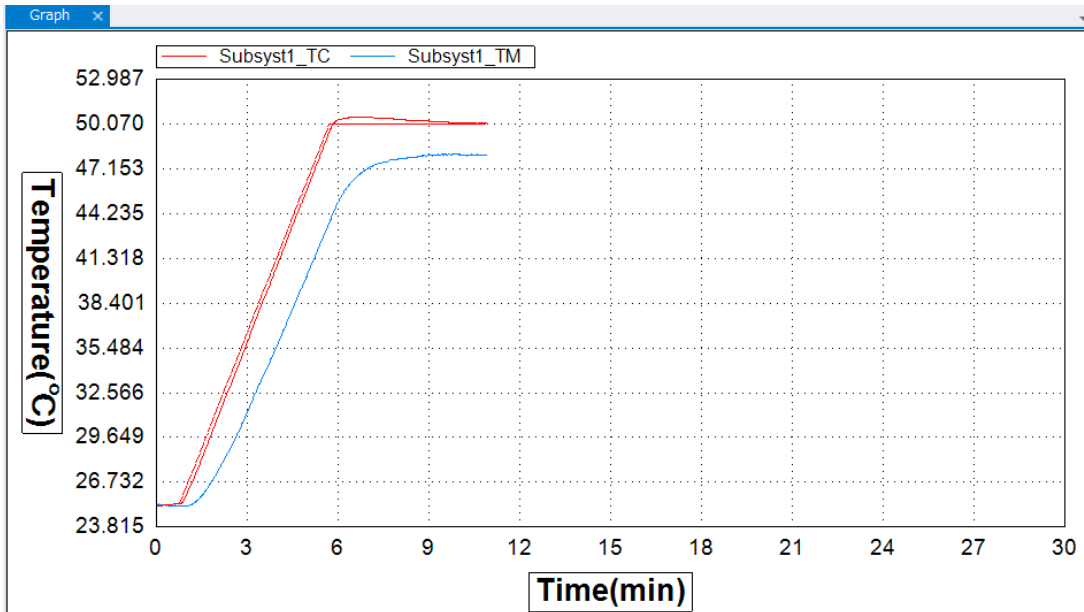


1号機

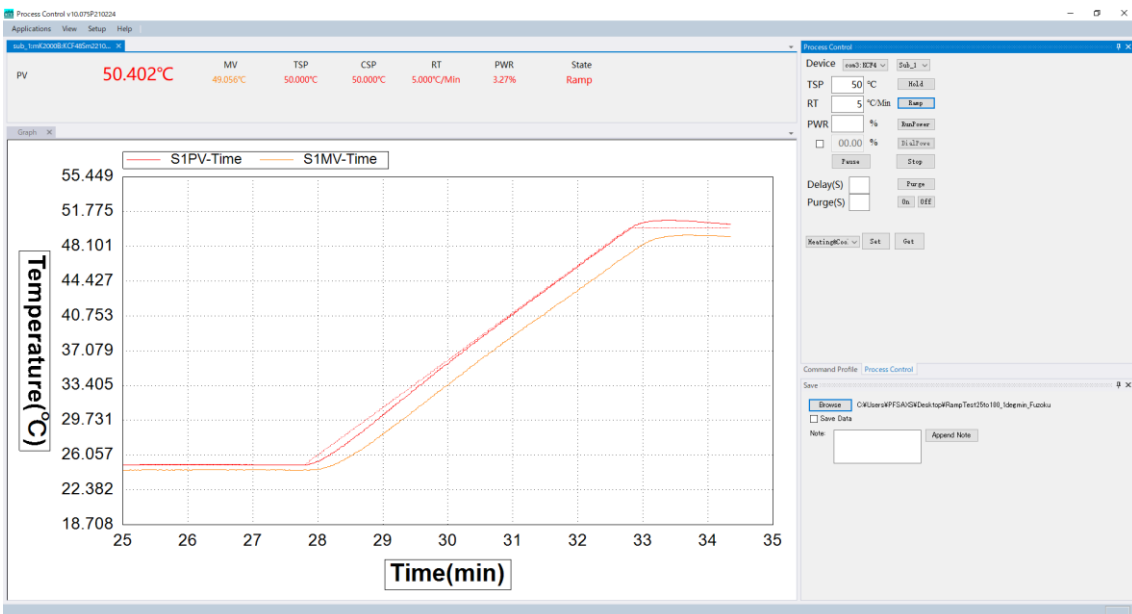


2号機

- 温度変化は次のグラフのようになります。



1号機

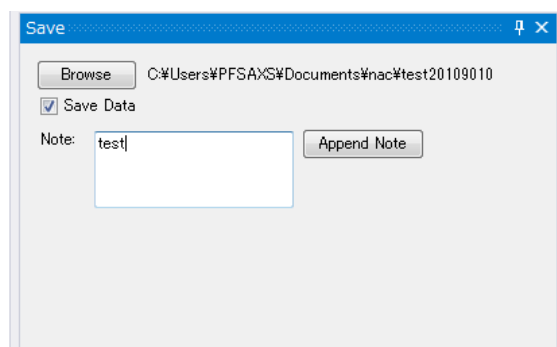


2号機

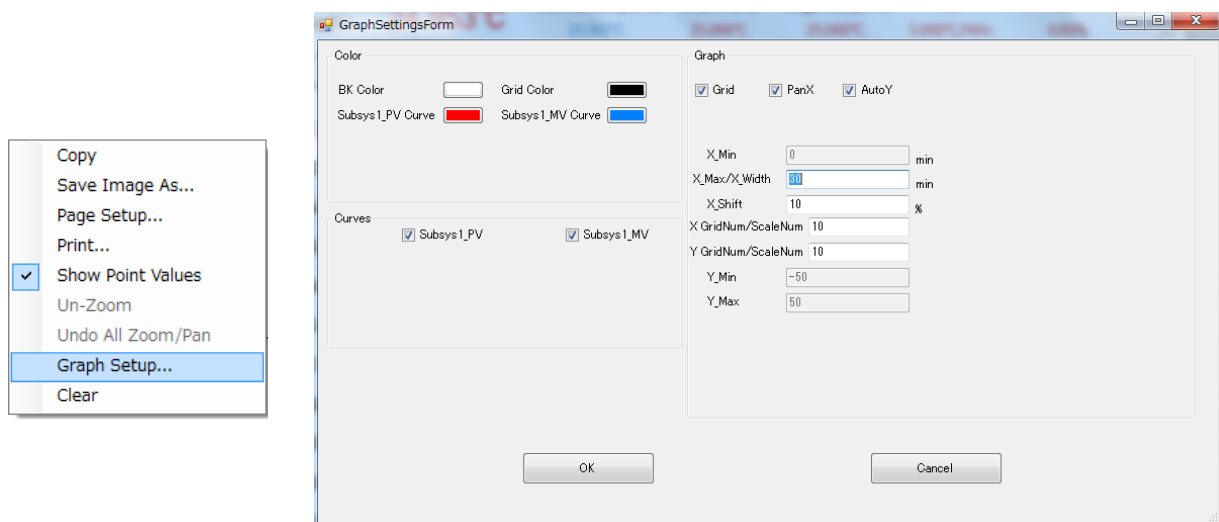
【温度ログの保存方法】

- Browse で保存フォルダとファイル名を決めます。
- Save Data のチェックボックスに「レ」点を打つと同時に、1秒ごとに記録していきます。記録される温度及び値は、TC/PV:現在の試料セル周りの温度、TT/CSP:現在あるべき温度、TF/TSP:

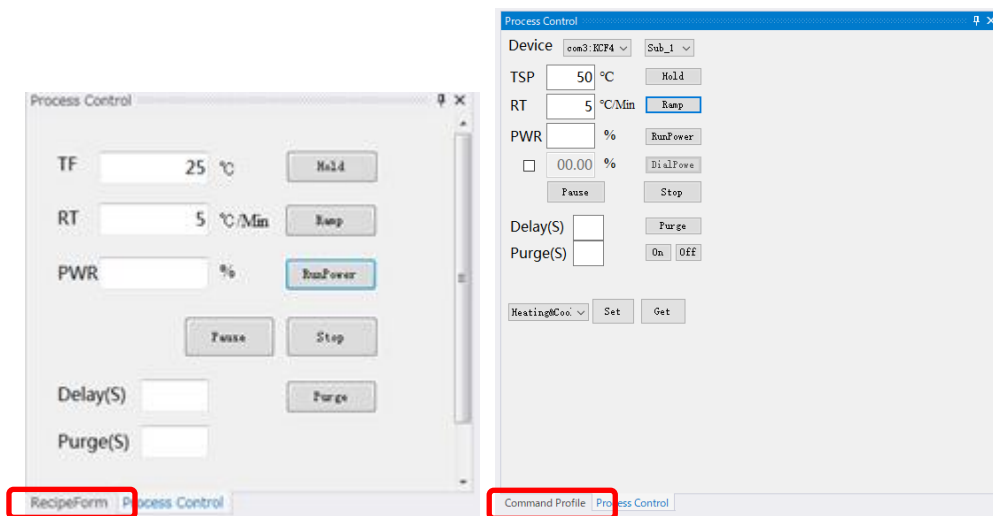
- 最終的な設定温度、TM/MV: 試料セルの外側に挿した熱電対の温度及び Status になります。
- 毎秒毎の記録の他に、Append Note を押した時の温度と時刻がファイルに追記されます。その際、Note 欄に記述したメモが共に保存されます。



- グラフ中で右クリックし「Graph Setup…」を選ぶと、設定ウインドウが表示され、グラフの線の色などを変えることも可能です。



- mk2000/mk2000B の制御画面右側の RecipeForm/Command Profile タブを選択することで、温度変化のプロファイルを設定することが可能です。

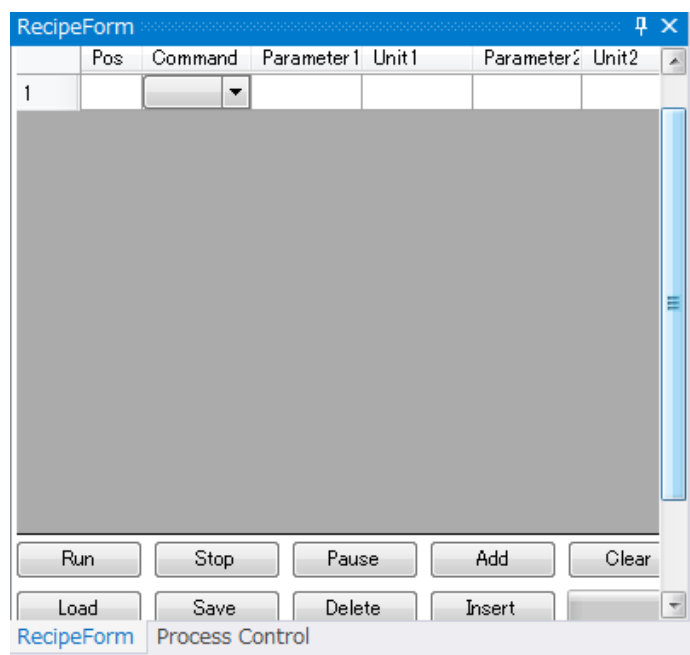


1号機

2号機

•RecipeForm を選択すると以下の画面が表示されます。各ボタンは以下のようになっています。

Run:	プロファイルの実行
Stop:	プロファイルの停止
Pause:	プロファイルの一時停止
Add:	プロファイルの 1 行追加
Clear:	プロファイルのすべての行を削除
Load:	プロファイルの読み込み
Save:	プロファイルの保存
Delete:	プロファイルを 1 行削除
Insert:	行間にプロファイルを 1 行追加



• プロファイルの主なコマンドとパラメータは次の通りです。

コマンド	Parameter1	Parameter2	備考
Hold	設定温度 (°C)	無し	
Ramp	設定温度 (°C)	温度変化率 (°C/分)	
Wait	待機時間 (分)	無し	
Loop	ループの回数	無し	
End Loop	無し	無し	ループの終端

•例として、以下の条件で温度をコントロールする際のプロファイルを示します。温度変化率は絶対値で入力します。

- (1)温度を 25°Cとする。
- (2)5 分間保持
- (3)以下のループを 3 回繰り返す
- (4)50°Cまで 5°C/分で昇温する
- (5)5 分間維持する
- (6)25°Cまで 5°C/分で降温する
- (7)5 分間維持する
- (8)(3)にもどる

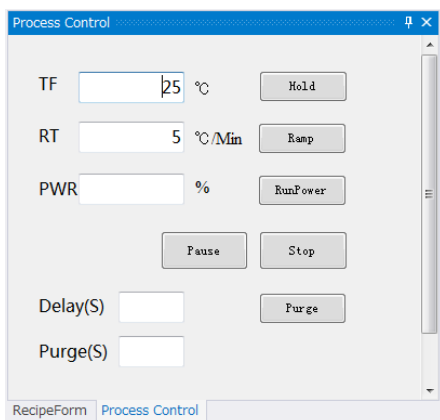
Pos	Command	Parameter1	Unit1	Parameter2	Unit2
	Hold	25	°C		
	Wait	5	Min		
	Loop	3			
	Ramp	50	°C	5	°C/Min
	Wait	5	Min		
	Ramp	25	°C	5	°C/Min
	Wait	5	Min		
	EndLoop				

Run Stop Pause Add Clear

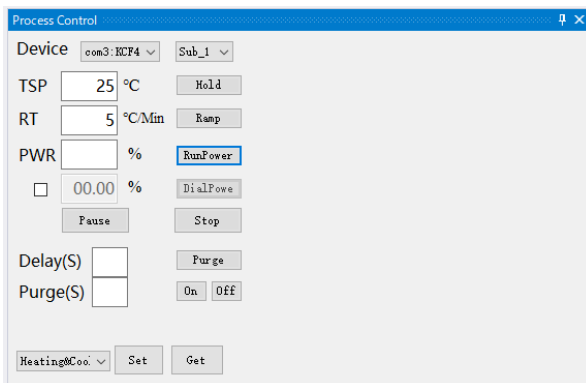
RecipeForm Process Control

6. 終了操作

- TF/TSP に 25 入力して Hold を押してください。



1号機



2号機

- 室温に戻ったらそのままにしておいてください。

7. 注意点

- 1号機の場合、25℃から100℃に昇温した際、6℃/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℃/min以下になるとそのずれが大きくなってきて、1℃/minにすると17～18秒ずれます。（※これは現状、「仕様」と考えられますが、国内代理店の東陽テクニカとInstecで調査中です。）
- 2号機の場合、25℃から100℃に昇温した際、1～10℃/minの間の温度勾配では、Ramp時のずれが2秒早い～3秒遅い範囲に収まります。
- Instecステージは測定と同期した動きは出来ません。設定した温度のプログラムに対して過不足無く測定できるように測定条件を設定する必要があります。