

メラー手順書 スタッフ向け

1. はじめに

メラーはサンプルを室温から 375℃まで昇温できる装置です。本手順書ではセットアップの要領について示します。

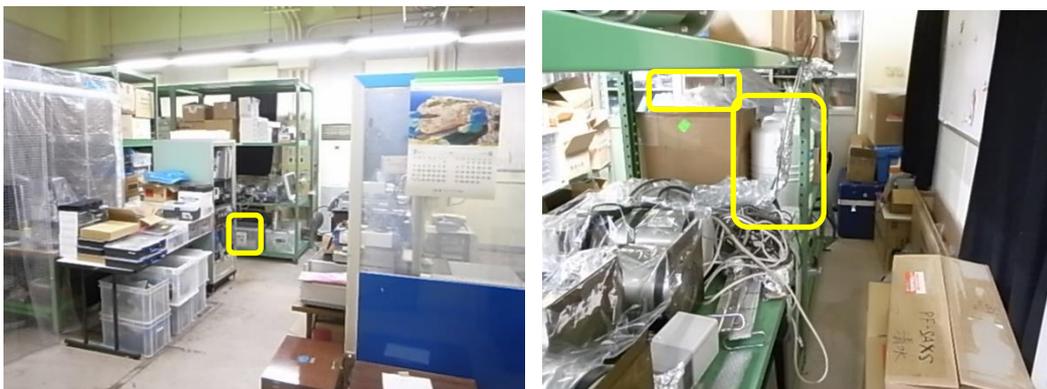
ビームラインでは数社のメーカーの加熱ステージを用いているので、加熱ステージを便宜上メーカー名で呼んでいます。手順書では加熱ステージをステージ本体と呼ぶことにします。

メラーは、パソコン、ステージ本体、FP90(コントローラ)、流量調整器、デュワー瓶から構成されています。

測定中は被ばくを避けるため、ハッチの内外を結線して、外の PC で操作します。

2. 保管場所

・メラー一式は IP Reader room (BL-14 後方) の左奥、小角の棚のプラケースに保管されています。デュワー瓶は同じ棚の後方に保管されています。入室時に消灯されていたら、中の方に入室してよいか、ひと声かけてください。



3. 液体窒素の汲出し

- ・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低温作業用手袋を装着してください。
- ・注入管①をデュ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。



- 付属のデュワー瓶で、液体窒素はおよそ半日持ちます。

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 モニターはビームライン備え付けでは無く、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。



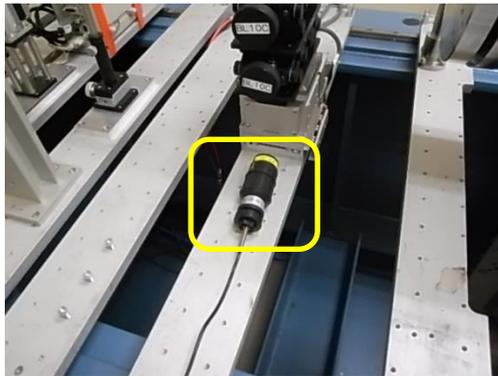
- 電源を入れる際には、POWER を長押ししてください。
- キャリブレーションは、空気が清浄なところで、AIR を長押ししてください。

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。



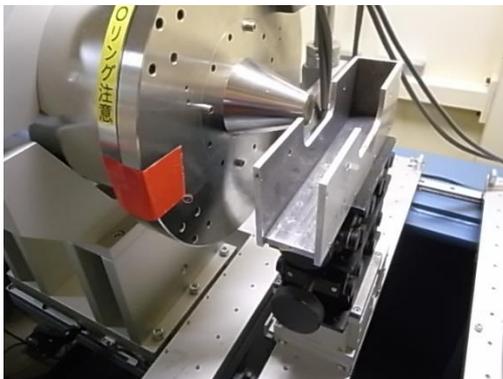
- 電源を切る際には、POWER を長押ししてください。

5. ステージ本体の設置

- ステージ本体は写真のように、ラボジャッキ小を2段重ねて固定します。



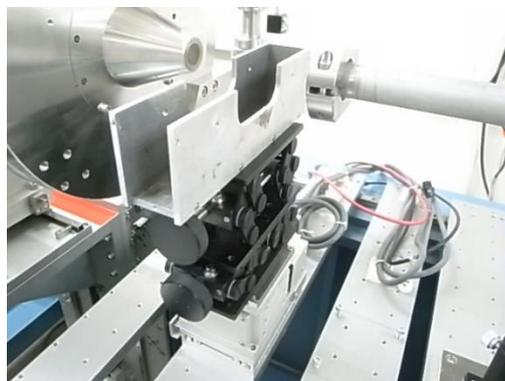
•枠の開口部は、人が通常アクセスする側となります。以下の写真はイオンチャンバーが省略されています。100℃以上に昇温する際は、ステージ本体とノーズ、ステージ本体とイオンチャンバーを20mmくらい離してください。それ以下の場合にはステージ本体の出し入れに支障がない程度に近づけてください。



BL-6A



BL-10C



BL-15A2

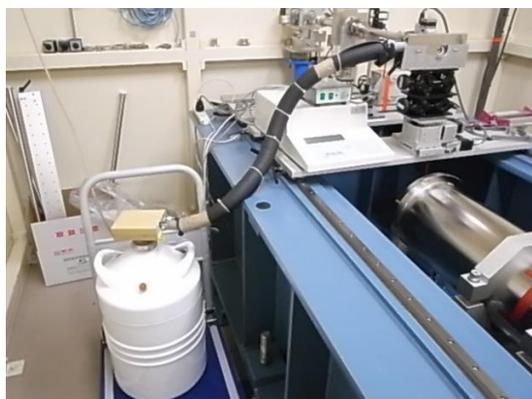
•ステージ本体を枠にセットします。径の大きい方が下流側になります。枠の奥まで差し込んで、下流側から六角穴付きボルトで位置決めして下さい。



BL-10C の例 六角穴付きボルトによる固定

6. 配置、配線

•実験ハッチ外にパソコン、実験ハッチ内にステージ本体、FP90、流量調整器、デューワー瓶を設置します。



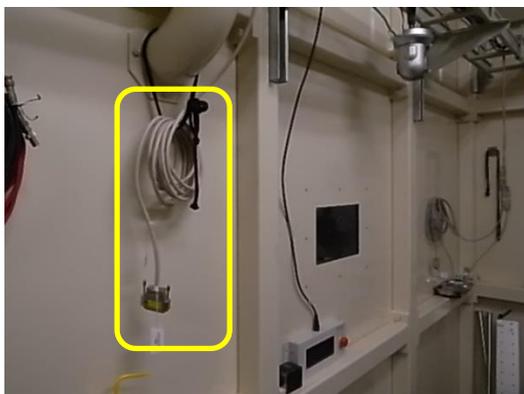
•FP90 とパソコンは RS-232C ケーブルでハッチ内とハッチ外で接続します。ハッチ内外のケーブルの場所を以下に示します。ケーブルには「メラー」又は「メラーケーブル」と明記されています。



BL-6A ハッチ内



BL-6A ハッチ外



BL-10C ハッチ内



BL-10C ハッチ外

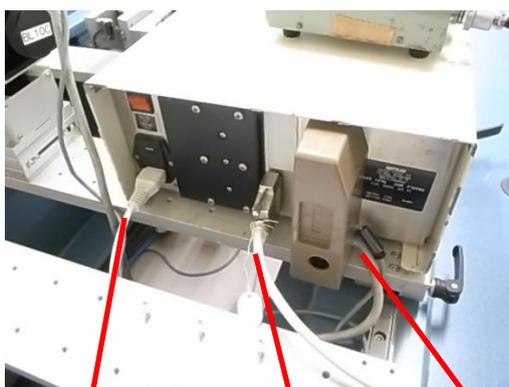


BL-15A2 ハッチ内



BL-15A2 ハッチ外

•FP90 から、電源、実験ハッチ外の PC、ステージ本体に接続します。配線は以下の写真の通りです。



電源 実験ハッチ外の PC ステージ本体

• 流量調整器から、電源及びデュワー瓶へ接続します。配線は以下の写真の通りです。



デュワー瓶 電源

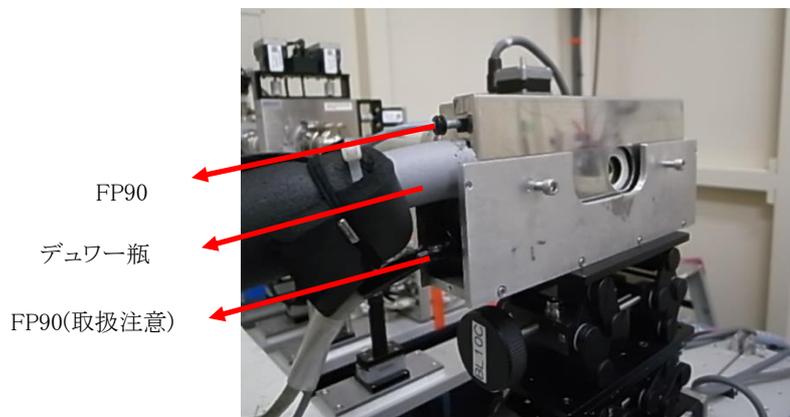
• デュワー瓶からステージ本体へ配管します。配線、配管は以下の写真の通りです。



ステージ本体 流量調整器

• ステージ本体の配線、配管は以下の通りです。ステージ本体から FP90 へ向かうケーブルの

うち、太い方は断線しやすいので、取扱いに注意してください。



7. 電源の投入

•FP90、流量調整器およびパソコンの電源を入れます。FP90と流量調整器の電源は以下の写真の通りです。



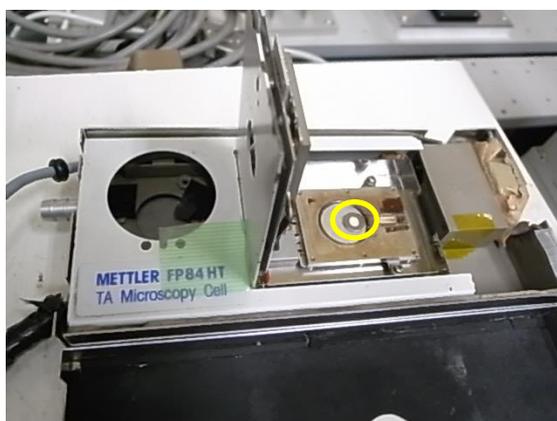
FP90



流量調整器

8. 試料のセット

•ステージ本体を、枠から外して蓋を開けます。試料は以下の写真のように、ステージ本体の穴と重なるようにセットします。



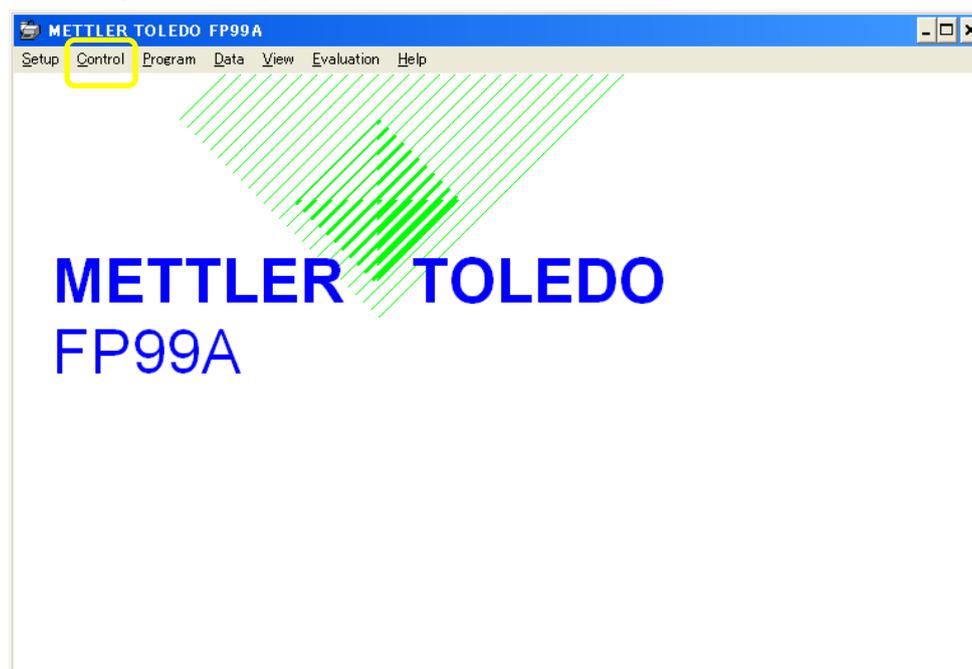
- 蓋を閉めて、ステージ本体を縦にしてもサンプルが落ちないことを確認してください。試料は蓋で挟むことで固定されます。
- ステージ本体を枠の奥まで押し込みます。
- 六角穴付きボルトで位置決めして下さい。

9. 昇温

- FP99A.EXE のショートカットをクリックします。



- Control>Temperature display でステージ本体の温度を表示します。



- Control>Set Temperature で任意の温度を入力すると、最速で昇温の後に保持されます。

10. プログラムの作成

- Program>Edit でプログラムを作成することができます。
- 以下のプログラムの作成例を示します。
 - 25°Cに昇温、温度勾配は 5°C/分
 - 25°Cを 5 分間保持
 - 50°Cに昇温、温度勾配は 5°C/分

•50°Cを5分間保持

•Step:1 及び Heating/cooling を選択して、Start temperature:24°C、End temperature:25°C、Rate:5.0°C/min、Waiting time:0s を入力します。

Edit Measurement Program

Measurement program

Title: 25->50 OK

Controller: FP90 Instrument: FP84 Cancel Start

Number of steps: 4

Comment:

Program step

Step: 1 Clear Heating/cooling Isothermal Store data

Start temperature: 24.0 -C

End temperature: 25.0 -C

Rate: 5.0 -C/min

Waiting time: 0 s

Photo monitor

•Step:2 及び Isotherm を選択して、Temperature:25°C、Isotherm time:5min、Waiting time:0s を入力します。

Edit Measurement Program

Measurement program

Title: 25->50 OK

Controller: FP90 Instrument: FP84 Cancel Start

Number of steps: 4

Comment:

Program step

Step: 2 Clear Heating/cooling Isothermal Store data

Temperature: 25.0 -C

Isothermal time: 5 min

Waiting time: 0 s

Photo monitor

• Step:3 及び Heating/cooling を選択して、Start temperature:25°C、End temperature:50°C、Rate:5.0°C/min、Waiting time:0s を入力します。

Edit Measurement Program

Measurement program

Title: 25->50 OK

Controller: FP90 Instrument: FP84 Cancel Start

Number of steps: 4

Comment:

Program step

Step: 3 Clear Heating/cooling Isothermal Store data

Start temperature: 25.0 -C

End temperature: 50.0 -C

Rate: 5.0 -C/min

Waiting time: 0 s

Photo monitor

- Step:4 及び Isotherm を選択して、Temperature:50°C、Isotherm time:5min、Waiting time:0s を入力します。

- Start を押すと Measurement Header が開きます。Title、Sample、Weight、Operator を適宜入力します。

- Start を押すとプログラムが実行されます。
- Program>Save as でプログラムの保存が、Program>Load でプログラムの読出しができます。

11. 終了操作

- 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。
- METTLER TOLEDO FP99A ウィンドウを右上の x で閉じてください。



- FP90、流量調整器及びパソコンの電源を落とします。
- 各配線を外して、一式をプラケースに戻します。