

~BG 低減型冷凍機セッティング~

1. 特徴

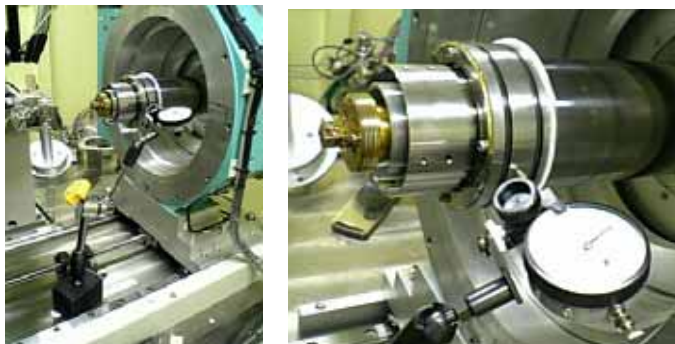
He 循環型冷凍機を使用する際には、試料空間は真空にしなければならない。そのために、Be 窓付きのシェラウドを使用するが、Be 窓からの散乱が出る。これを遮蔽するためのシールドを、シェラウド内部に取り付ける。振動写真撮影時は、冷凍機自身が回転するが、内部の遮蔽シールドは空間に対して静止するように、シェラウド外部から磁力で固定する。

2. 冷凍機の偏心を取り除く

冷凍機を、SPD にセットする。



ダイヤルゲージを冷凍機の外周部に当てて固定する。



Omega を 360° (厳密には 360° 回らない。 $-175^\circ \sim +175^\circ$) 回転させても、ダイヤルゲージのメモリがほとんど動かなくなるように、gonio x, z を調整する。 $\pm 0.05\text{mm}$ には調整可能。この作業をサボると後に苦労する。ここで決めた gonio の x と z をビームラインノートに記入しておく。基本的に、ここで決めた x と z は、冷凍機を使用した実験中は動かさない。

3. 外部マグネットリングの取り付け

外部マグネットリングを、SPD のゴニオステージに取り付ける。

磁石付きのリングに 4 本の足が出ている部品。

ここでは動かない程度に仮止めしておけばよい。



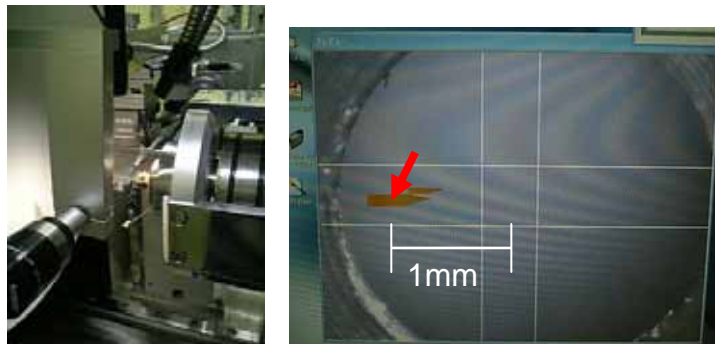
4. 光軸の確認

x 軸 CCD を使用して、コリメータの窓を見て、光の位置を確認しておく。

5. ゴニオ Y の位置決定

シェラウド内部遮蔽シールドを取り付ける。マグネットのリングに 3mm の穴が開いた遮蔽板と、ビームストッパーが付いている部品。後ではずすのでねじ止めはしなくて良い。下の左図は、CCD と遮蔽シールドを取り付けたところ。遮蔽シールドの 3mm 穴に x-ray が通るように、ゴニオの Y を動かす。Y を動かすときに、コリメータとシールドがぶつからないように注意。下の右図は、PC で x-ray の位置と、シールドの 3mm 穴の位置関係を確認している図。

注: 最低温では、コールドヘッド+エクステンションバーが約 1mm 縮む。そのため、最低温では、ゴニオ Y を約 -1mm 動かさないといけない(サンプル位置は 1mm 縮むが遮蔽シールドは縮まない)。最低温で、3mm 穴の中心に x-ray が通るように、室温でのセッティング時には、その -1mm 分を考慮しておく。図の矢印付近に、コリメータの窓(=x-ray)が見えるくらいの Y にしておけばよい。



6. 外部マグネットリングの位置決め

外部マグネットリングをきちんと固定する。このとき、シェラウドをかぶせてみて、ゴニオの omega を回転させても、シェラウドとリングとが干渉しないように取り付ける。

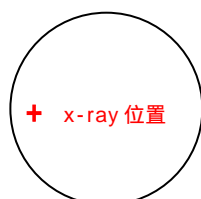
注: シェラウドを取り付けるときは、真空バルブを開けておくこと。Be 窓部や、それより先端側の部分を持って押し込まないこと。比較的素直に入るはずなので、無理に押し込んだりしないこと。

うまく入らない場合は、内部の遮蔽シールド板や、ビームストッパーと干渉している場合がある。

下の左図のように 360deg. 均等に隙間が出来るように調節する。2. で完全に偏心を取り除いていれば、多少偏りがあっても可。マグネットリングをきちんと固定したら、次に、ゴニオ Y を、上で決めた位置に持っていき、3mm 穴と、x-ray の位置関係を確認する。下中図のように、x-ray が通る位置関係になっていればよいが、下右図のように、3mm 穴で x-ray をさえぎってしまうような位置関係になっている場合は、やり直し。外部マグネットリングのねじを緩めて、下左図、下中図、いずれの状態も満足するように調整する。ここの調整が一番面倒。

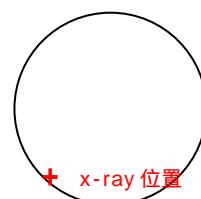


正しい調整



遮蔽シールド 3mm 穴

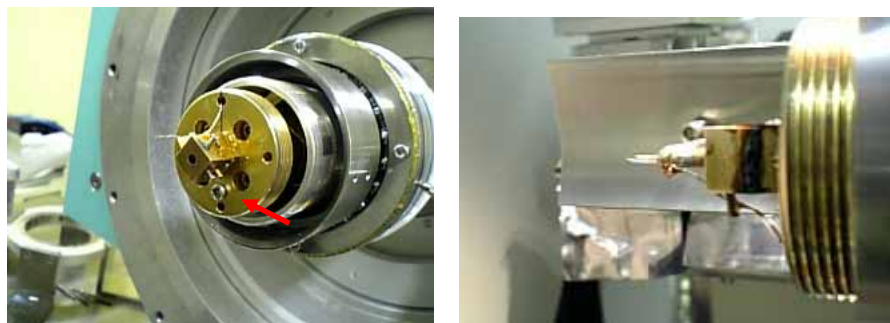
ダメな調整



7. サンプルマウント

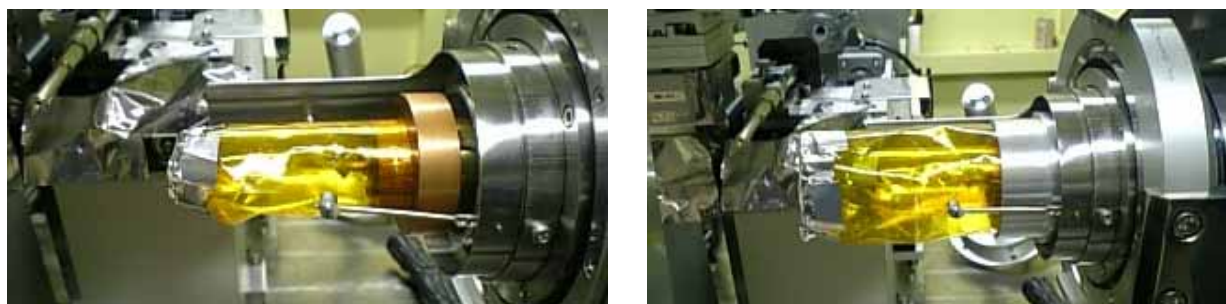
サンプルをマイクロゴニオに取り付ける。サンプル棒から伸びている熱アンカー用の Cu 線を、下左図

矢印のビスで、ステージに固定する。次に、先に決めたゴニオ Y の位置に移動させる。x-ray の位置はすでに分かっているので、サンプルの位置を x-ray の位置に「手」で合わせる。次に熱電対を、サンプル棒に取り付け。その後、サンプル回転中心を、マイクロゴニオを使ってあわせる。ゴニオの X, Z は基本的には使用できない。



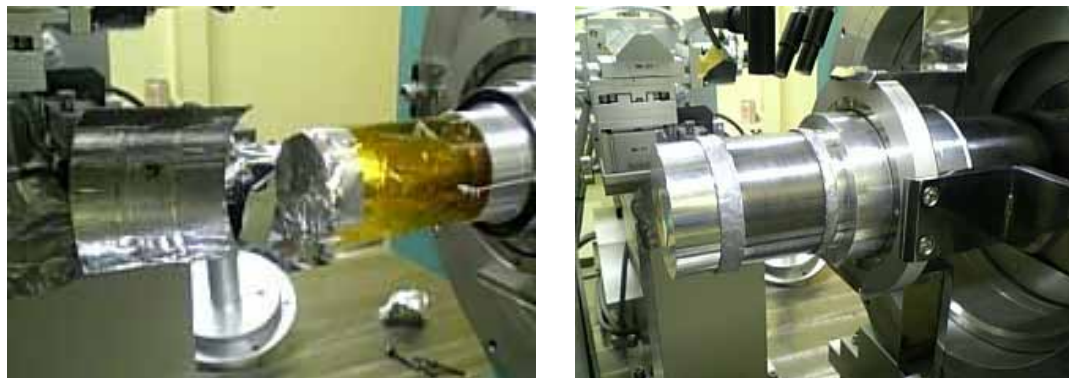
8. ラジエーションシールド取り付け

10K シールド(左), 100K シールド(右)を取り付ける。素材は、別に変更しても良いが、使用後は元に戻しておく。遮蔽シールドをはずしていれば、それも取り付ける。ビームストッパーは目視で調整して、この時点で1度振動写真を撮影して確認する。



9. シェラウド取り付け

下左図の、通称、「アゴ」をコリメータに取り付ける。これは、IP 高角側に出る Be 窓の後方散乱を防ぐもの。ビームストッパーの位置が大丈夫なら、Be 窓つきシェラウドを取り付ける(右図)。シェラウド取り付け時は、真空バルブを開けて、Be 窓より先端部に決して力がかけないこと。ゴニオ Y を写真撮影位置に動かすときは、アゴに冷凍機がぶつからないように注意。



10. 配線

LS340 背面に、常圧低温冷凍機用温調ケーブルをつなぐ(下左図)。冷凍機に、温調ケーブル(下中)とコ

ンプレッサー電源ケーブル(下右)をつなぐ。熱電対関係の配線をする。右下図の黒い箱から熱電対の出力線が出ている。



11. 真空引き

真空ホースを冷凍機につないで、真空引きをする。ロータリーポンプの電源は、レバーを On にすれば入る。ターボ分子ポンプは、緑色のボタンを押すと作動する。



12. 冷却

冷凍機のコンプレッサーは、ハッチの外にある。He ガス圧が低い場合は、高純度 He をチャージする。高純度 He, チャージ用ホース、レギュレータなどは BL4C にある。待機時標準ガス圧は、2MPa。



13. 温度制御

温度制御は、SPD 制御 PC ラック上にある LS340 で行う。温度によるサンプル位置の伸縮挙動は、ハッチ扉に貼り付けてあるグラフを参照。

14. 注意点

- ・ 振動写真の 2 90deg. ~ 100deg. 付近に、筋状 BG が出たときは、「アゴ」の調整が甘い。
- ・ セッティング時は、装置がコリメータなどにぶつからないように注意すること。
- ・ Be 窓は慎重に扱うこと。Be 部分や、先端部に必要以上の力をかけないようにすること。
- ・ うまく部品がセットできないときは、無理に押し込んだりねじ込んだりしないこと。