

【D8 QUEST 簡易マニュアル】

2021年 11 月17日

運用責任者 榎本 真哉

●注意事項

- ・ディテクター、ジェネレーター、X線源側、N₂吹付口には触らないこと
- ・ゴニオヘッドのイモネジは締めすぎ、緩めすぎないこと
- ・装置内部に余計なものを置かない
- ・装置の設定は変えない
- ・ジェネレーターは落とさない
- ・低温装置の番号と温度の対応の設定を変更しない
- ・装置下部両側の赤いボタンは緊急停止ボタンなので緊急時以外は絶対に押さないこと

●測定データに関して

- ・データが溜まってくると PC の容量を圧迫するので、管理者がデータの削除を行う場合がある。十分注意すること
- ・USB はウイルスに汚染されていないものを使用すること

室温で測定する場合は、3 ページ目の

『操作 1. 「Measurement server」プログラムの確認』から開始する。

● 冷却装置の操作

1. **POWER** を押す。

2. 測定温度の確認

CONTROL ディスプレイの表示がオレンジ色の「No.4 -100°C」であることを確認する。

* その他の温度で測定したい場合

MODE を押す (ボタンが青く光る) → 青い **^** を押して、「MODE1」にする。

青い **SEL** を三回押す → NUMBER SELECT と表示されるので、測定したい温度になるように青い **^** または **v** を押す。

(番号と温度の対応は下の表を参照)

ENT を押して測定したい温度の表示になったことを確認する。



3. **RP** (Rotary Pump) を ON にする。

4. **PSA** (Pressure Swing Adsorption、窒素ガス発生装置) を ON にする。* N₂ ガスが流れ始めるまでに数分かかる。

5. 流量確認をする。

① DEWAR ガス 5.5 L/min

② SHEATH ガス 4.5 L/min

③ COLD ガス 4.5 L/min になっているか確認

* 値が違う場合はその場で操作せず、

田所研究室 (内線: 5781) まで連絡をすること。

6. **RUN** を押す。

7. **HEATER** を押す。

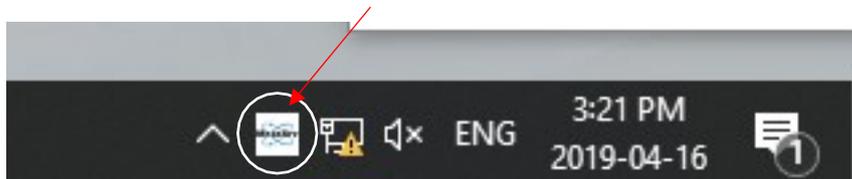
例えば -100°C なら 1 時間ほど、-183°C なら 2 時間ほどで目標温度へ到達できる。

No.	T [°C]
1	-183
2	-173
3	-153
4	-100
5	-50
6	0
7	20

● パソコン上の操作

1. 「Measurement sever」プログラムの確認

PC画面右下ツールバーの白い四角形の BRUKER のアイコンが表示されていることを確認する。



(アイコンがない場合、「Measurement sever」プログラムをダブルクリック
→ 測定装置本体の 3D グラフィックの図が表示されるので、実際の装置と様子がほぼ
同じであることを確認する。→ クローズ)

2. 「BIS server」プログラムの立ち上げ

Bis server をダブルクリック

ウィンドウとメッセージが 2 つ現れる

メッセージ：Ramp up generator to user settings? kv:50.0 mA:1.400 →

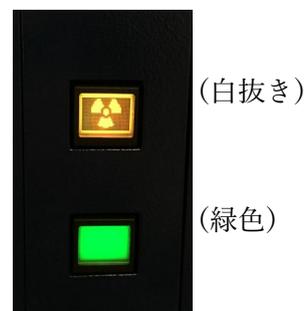
次のメッセージ：Home All Axes? Axes:AGH_X, AGH_Y, AGH_Z →

※その他のウィンドウやメッセージが出た場合には、必ず田所研究室 (内線：5781) ま
で連絡をすること。

3. 「BIS server」プログラム上での定常状態の確認 (装置本体左のランプ)

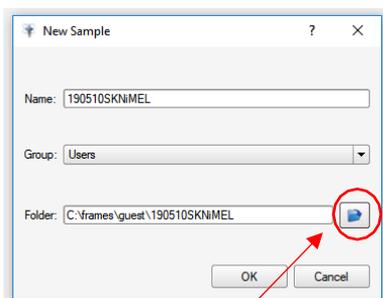
※ウィンドウの電圧 (50 kV, 1.4 mA) が安定しており、右の写真の
ように点灯していることを確認する。

また、パソコンの「BIS server」プログラムの画面で「chip temp.」
(ディテクターの温度) が -15°C ($\pm 1^{\circ}\text{C}$) であることを確認する。



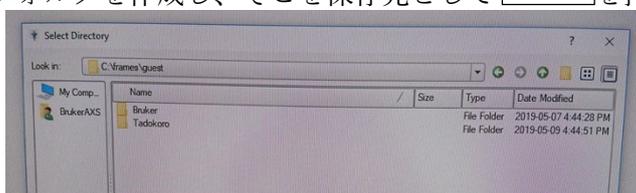
4. 測定ソフトの立ち上げ

「APEX3」プログラムをダブルクリック



Sample → New Name 欄に日付等の入力
(例：190522_測定者名イニシャル_サンプル名)
※保存先のディレクトリを変更したい場合、
Cドライブ中の Guest 以上は変更しない。

Guest 以下は、青いアイコンから自身の研究室のフォルダ内に上記の Name 欄と同じ名前のフォルダを作成し、そこを保存先として **choose** を押す。



OK を押す。

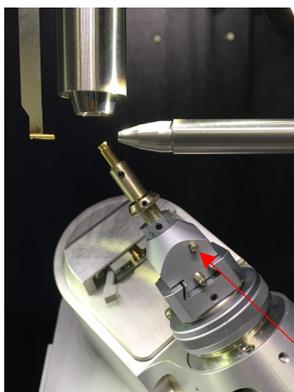
※スペースや日本語は絶対に使わないこと。半角英数、アンダーバーのみ入力可。

5. ゴニオメーターを初期位置に戻す

画面左上 **Set up** → **Center crystal** → **Mount** をクリック

※画面にエラーが出た場合は、本体の扉が閉まっているかを確認する。

6. ゴニオヘッドの取り付け



※本体の扉を開ける際には、装置本体正面右側にある図中の下のボタンを押し、ロックを解除したあと扉を開ける。

扉が開いている際には、装置本体の左側のボタンがグリーンに点滅になる。
※ゴニオヘッドには裏側に溝が二つ切っているが、z 軸方向の調節ネジが手前に来るようにゴニオメーターへ装着する。



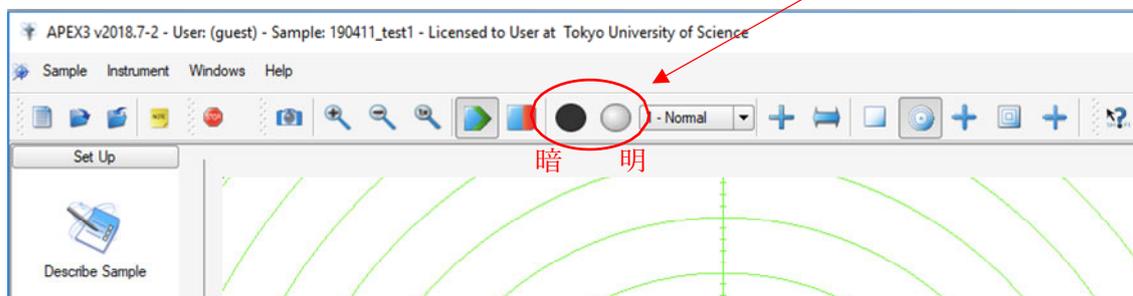
取り付けたら扉を閉めて、グリーンに点滅(ドアのマーク)が消えたことを確認する。

パソコンの画面の **Center** をクリックし、センタリングポジションまでもっていく。

7. サンプルの確認

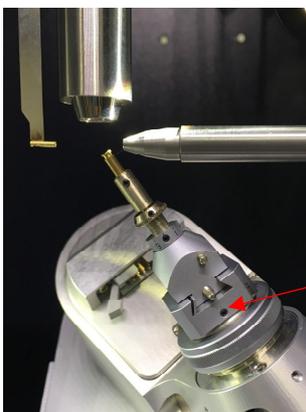
ビデオの映像で、サンプルが映っていることを確認する。

サンプルがビデオの明るさの関係でみえない場合には、ビデオの明度を調節する。



位置が原因で映っていない場合は扉を開いて、z 軸方向のネジで調節する。

8. センタリング



サンプル中心がビデオの最も小さな円(直径が 0.1 mm)の中心にくるように正面の調節ネジを回す。

扉を開けたあと以下の操作を行う

Spin Phi 180°

→ 正面中央の台座の調節ネジを回す→

Spin Phi 90°

→ 正面中央の台座の調節ネジを回す→

Spin Phi 180°

→ 中心がずれないことを確認する。

→ 本体扉を閉めてパソコン画面の **Left** と **Right** をおす。

* どのように動かしても、サンプル中心の位置が変わらなくても見えていれば良い。

(結晶が 0.1 mm よりも大きくなると解析に支障がでることもある)

※ X 線のビームの直径は 0.1 mm まで絞られているので、結晶サイズを 0.1 ~ 0.3 mm の範囲内におさえる。

9. 露光時間の決定

パソコン画面左下の **Evaluate** → **Determine Unit Cell** → **Collect Data** → Exposure Time

の欄に露光時間を入力する。

初めは 1 秒 (Min:0.5 秒) に設定し、**Collect** を押しと X 線の照射が始まるので反射の状態を確認する。明るさは、画面下の黒と白 2 つのバーで調整する。

測定途中で露光時間を変更する場合は **Abort** を押し、中止してから露光時間を変えて再び **collect** を押し測定する。

※この際、反射が高角(Resolution 0.83 Å 以上)まで見えているか。反射が流れていないか。写真が切り替わるごとに反射のパターンが動いているか。以上 3 点を確認する。

もし反射の状態が良くない場合は、**Abort** を押して測定を中止し、手順 5 に戻ってサンプルを交換する。

10. ユニットセルの決定

ユニットセル測定終了後、格子定数を決定する。

画面左上 **Evaluate** → **Determine Unit Cell** → **● Harvest Spots**

→ スライドバーで閾値を決定し、**Harvest** を押す。

このとき、集まった反射の数が多すぎる(3000 以上など)と計算に時間がかかったり、「APEX3」プログラムが落ちる可能性もある。その際には反射を少なくするために、Images per Run を 50~120 の適当な値に設定 or 閾値を上げて反射の数を少なく(1000 前後)する。

→ **● Index** → **Index**

このとき Score:1.00 以上, HKL histogram:95% 以上だと望ましい。→ 良ければ **Accept** やり直す場合は **Cancel** で戻る。

→ **histograms** → histograms のグラフが落ち着くまで **Refine**

・ Parameters の「Detector orientation」にチェック入れて histograms のグラフが落ち着くまで **Refine** → チェック外す

・ Parameters の「Goniometer zeros」にチェックを入れて histograms のグラフが落ち着くまで **Refine**

→ **close** → **Accept**

→ **● Bravais** → 適当な Bravais 格子を選択して **Accept**

→ **● Refine** → **histograms** → histograms のグラフが落ち着くまで **Refine**

・ Parameters の「Detector orientation」にチェック入れて histograms のグラフが落ち着くまで **Refine** → チェック外す

・ Parameters の「Goniometer zeros」にチェックを入れて histograms のグラフが落ち着くまで **Refine**

→ **close** → **Accept**

11. 測定

11-1. 測定条件の決定

Collect → **Run Experiment** → **Load Table** → HEMI50.exp を読み込む。

→ **Default Time** の欄に、手順 9 で決定した露光時間を入力する。

→ **Execute** で本測定を開始する。

※HEMI50 の設定は、変更しないこと。

※測定時間の目安としては、露光時間 10 秒で 2 時間である。

11-2. 反射強度の確認

Fast Scan の間は装置から離れず「BIS server」プログラムの Topped の値が 0 であることを確認する。

(0 でない場合、「APEX3」プログラム → Instrument タブ

→ Instrument Status の **Abort** で測定を中止し、田所研 5781 に連絡すること。)

Instrument Status 画面の Instrument の項目に測定終了の予想時刻が表示される。

11-3. 終了操作

Instrument の項目の測定終了予想時刻の表示が、「Idle」になれば測定が終了している。測定終了を確認したら、

「APEX3」プログラム → **Set Up** → **Center Crystal** で **Mount** を押しゴニオメーターを初期位置に戻す。扉を開けて、ゴニオヘッドを取り外す。必ず扉をしめる。

※この際ディテクターに決して触らない事。少しでも接触すると故障する可能性がある。

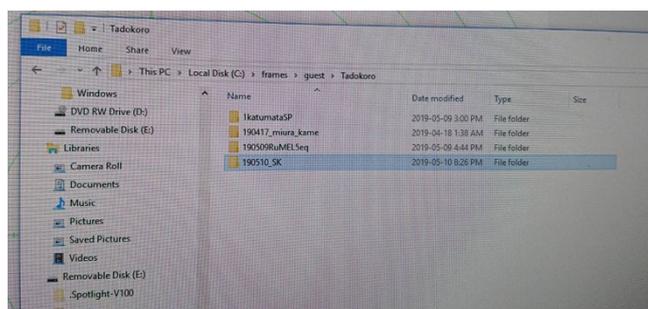
11-4. データの転送

「This PC」 → 「Local Disc(C:)」

→ 「frames」 → 「guest」

→ 各研究室のフォルダ

→ 測定データのフォルダ
の手順でデータを探しデータを取り出す。



12. PC の終了操作

「APEX3」プログラムをおとす(閉じる際に SAVE を押す)。

「BIS server」プログラムをおとす。

※「BIS server」プログラムをおとす際に

メッセージ : Exit BIS Server: Are you sure? →

次のメッセージ : Generator to standby settings? → (ジェネレータはおとさない)

このほかのメッセージが出て来た場合には、榎本研 5780 に連絡すること。

※PC はシャットダウンしない。

13. 冷却装置の終了操作

測定終了後、次の測定予約が入っていない場合は

の赤いボタンを押してから を押し、点滅が点灯になることを確認。

(15 分程度で と のランプが消える)

もう一度 を押し、ランプが消えたことを確認する。

最後に を押し、電源を落とす。