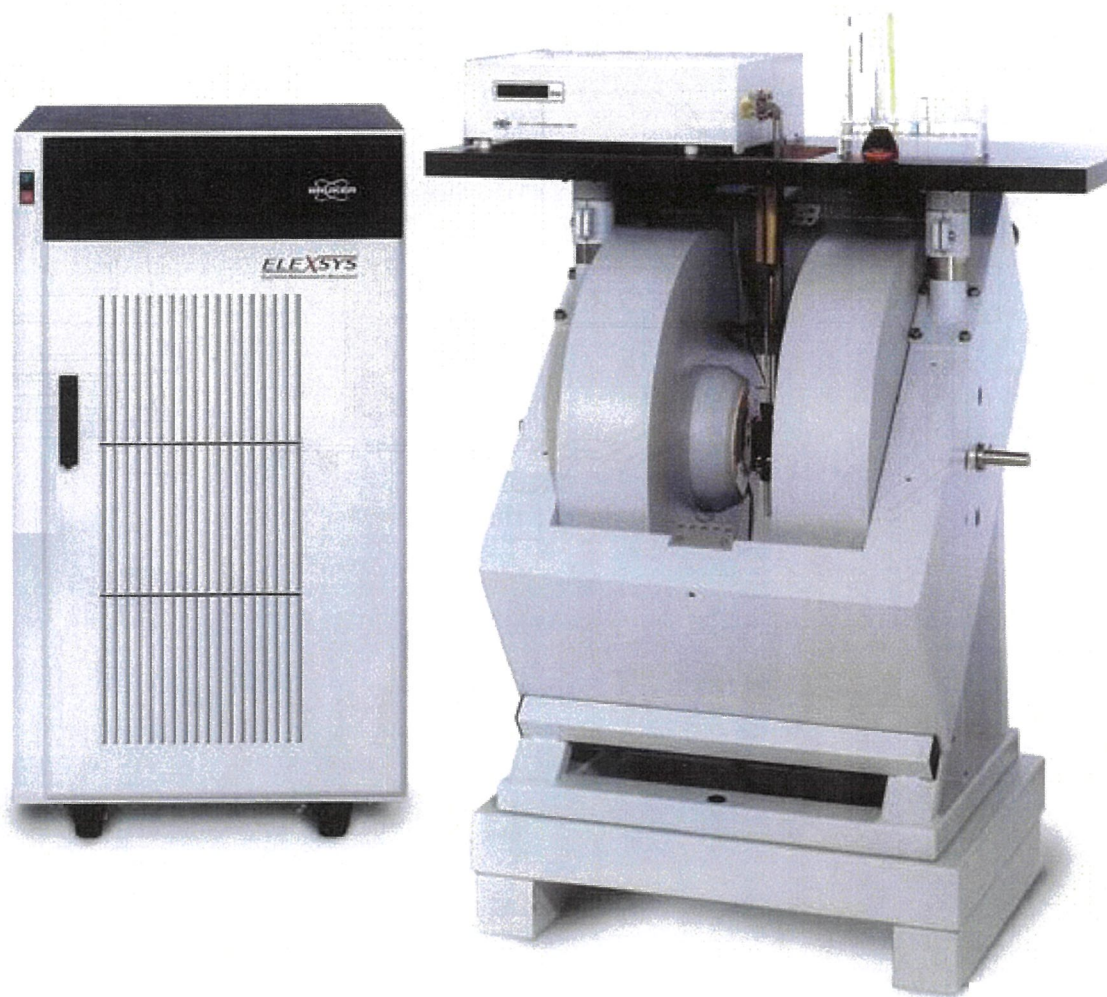


ELEXSYS

E500 簡易日本語マニュアル



Ver 1.0 Rev .00 2005/12/06

ブルカー・バイオスピン株式会社

ESR アプリケーション

原英之

1. 装置構成

E500 型 ESR 装置は以下のような装置構成になっています。

ESR の制御は全て LINUX の Xepr ソフトウェア上で行います。

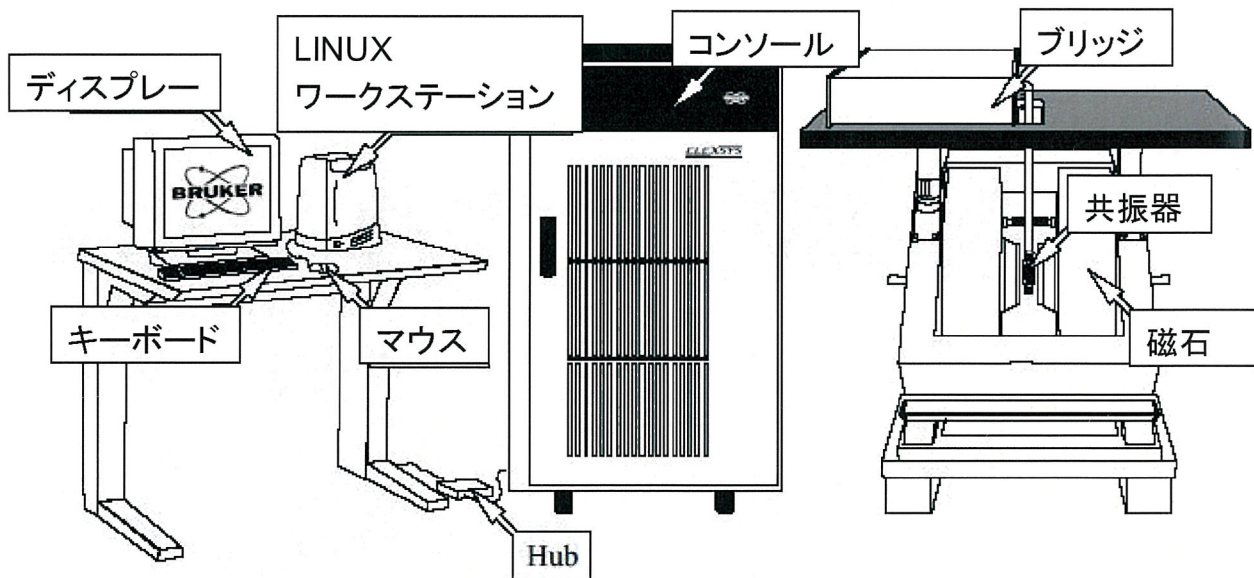


図 1
ESR 装置の構成

2. スペクトロメーターの起動

2.1 主電源の ON

ESR システムのメイン電源（ブレーカー）がある場合はそれを ON にします。

2.2 冷却水の ON

ESR の電磁石及び電源を冷却するための冷却水を流します。またマイクロ波ブリッジを冷却するチャージャーが取り付けられている場合はその電源も ON にします。

2.3 Xepr プログラムの起動

デスクトップ上の Xepr アイコンのアイコンをクリックして Xepr ソフトウェアを起動します。

user@xepr



図 2-1

Xepr アイコン

2.4 コンソールの電源を ON にします

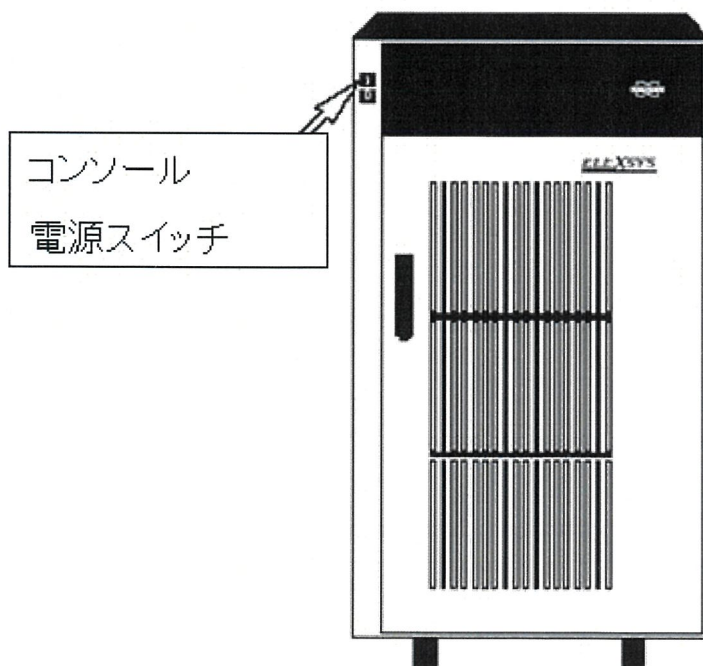


図 2-2

コンソールの電源スイッチ

2.4 電磁石の電源の ON

電磁石の電源を ON にします。ER081 電源ユニットの場合は電磁石のスイッチを ER082/083/085/086 の場合はまず電磁石のメインスイッチを入れて数秒待ってから（横の赤い LED が全て消灯してから）電磁石電源スイッチを ON にします。

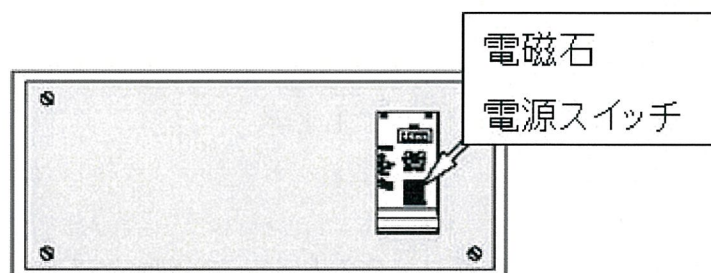
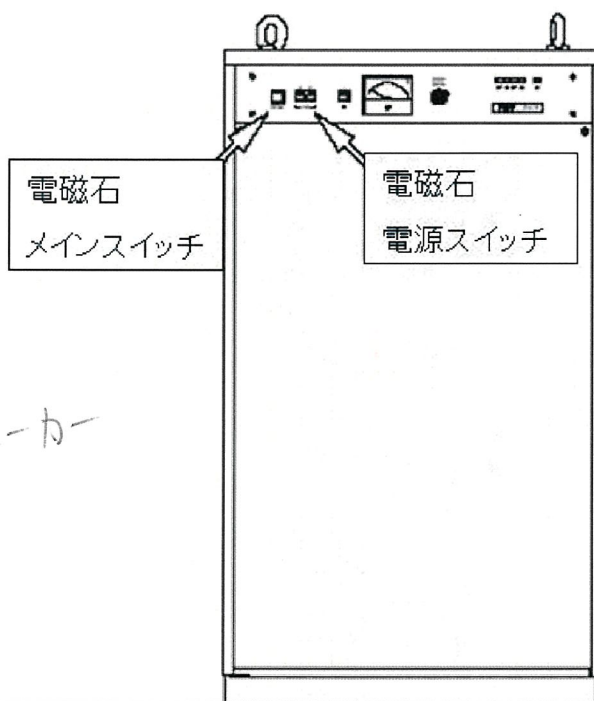


図 2-3
電磁石電源スイッチ ER081

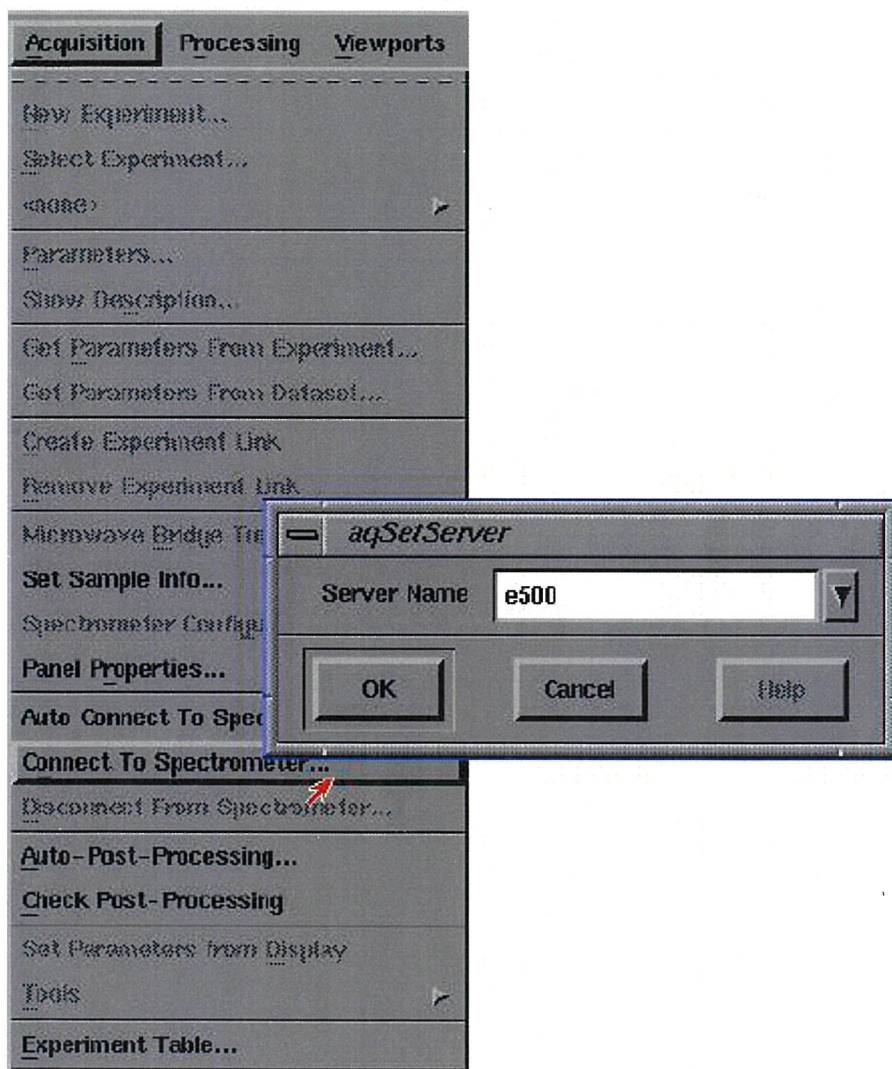


上記の図は
右の 4番目のブレーカー

図 2-4
電磁石電源スイッチ ER082/083/085/086

2.5 スペクトロメーターの接続

Xepr ソフトウェアと E500 スペクトロメーターとの接続を行います。Xepr ソフトウェアの[Acquisition] を選択し、[Connect to Spectrometer]を選択します。Server Name に E500 と表示されますので[OK]ボタンを押します。数秒たつと図 2-6 の様な画面に変わります。(画面上にマイクロ波の状態を表す項目が表示されます)



localhost
2" OK
error 2}か
何}か OK

図 2-5

スペクトロメーターの接続

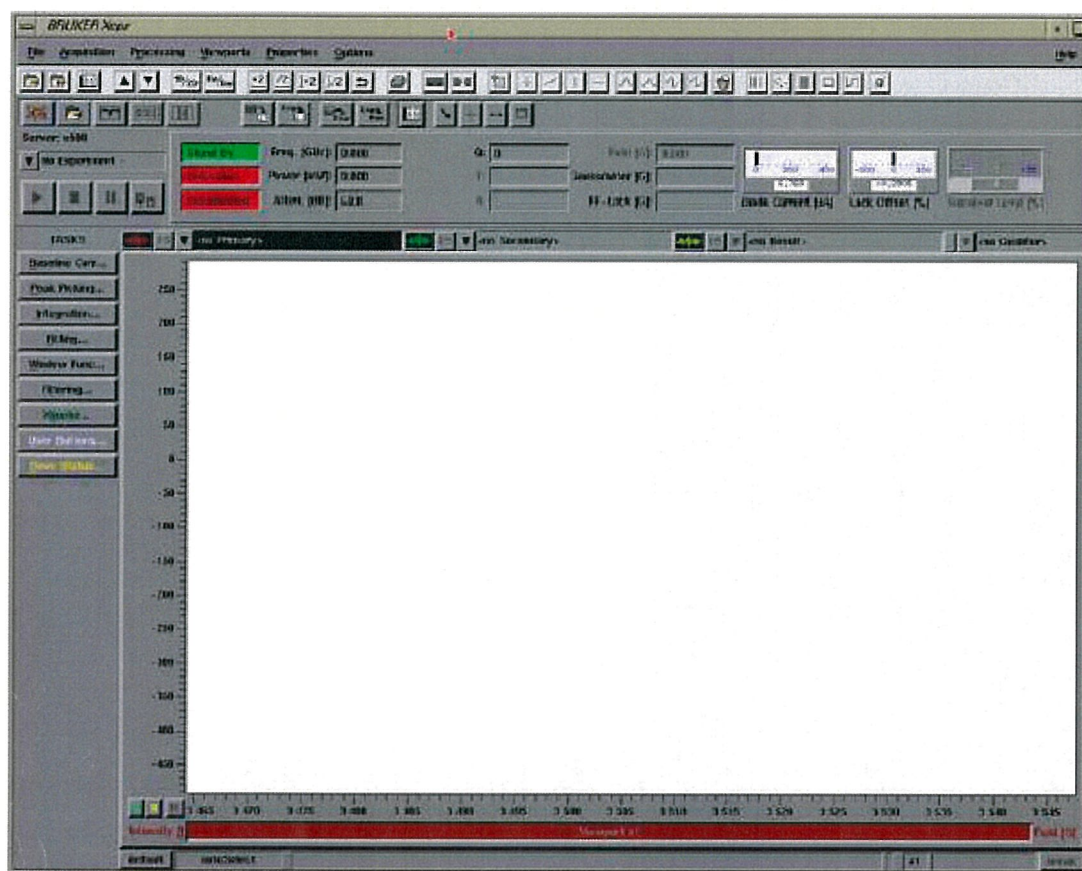


図 2-6

スペクトロメーターが正常に接続されたときの画面

3. スペクトロメーターのチューニング

3.1 マイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックスを開く

画面上のチューニングボタンを押します。するとマイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックスが開きます。

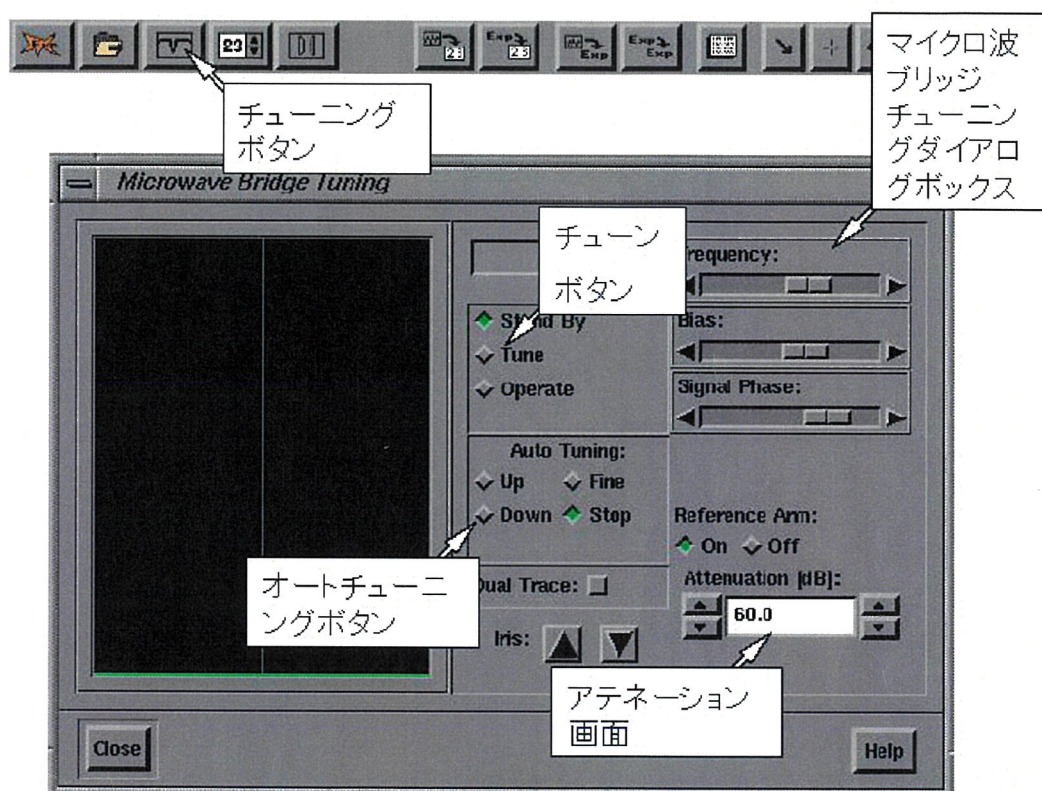


図 3-1

マイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックス

3.2 マイクロ波ブリッジを[Tune]の状態にします

マイクロ波ブリッジダイアログボックス中にある[Tune]ボタンを押します。チューニング画面上に線が現れます。

3.3 ³³ マイクロ波のアテネーターを 30dB にセットします。

マイクロ波ブリッジダイアログボックス中のアテネーション画面の横の矢印を操作してアテネーターを 30dB にセットします。アテネーション画面の左の矢印は 10dB ステップで、右の矢印は 1dB ステップでアテネーションの値を変えることができます。

3.4 試料を取り出す

もし既に共振器に以前の試料が挿入されている場合は試料を取り出します。試料管の取り出し方はコレットナットを緩めてゆっくり試料管を割らないようにまっすぐ上部に引くように注意して取り出してください。

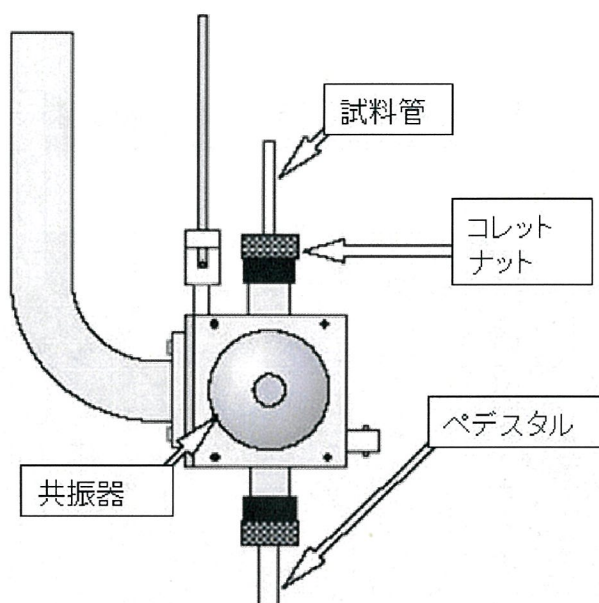


図 3-2
共振器及び試料管

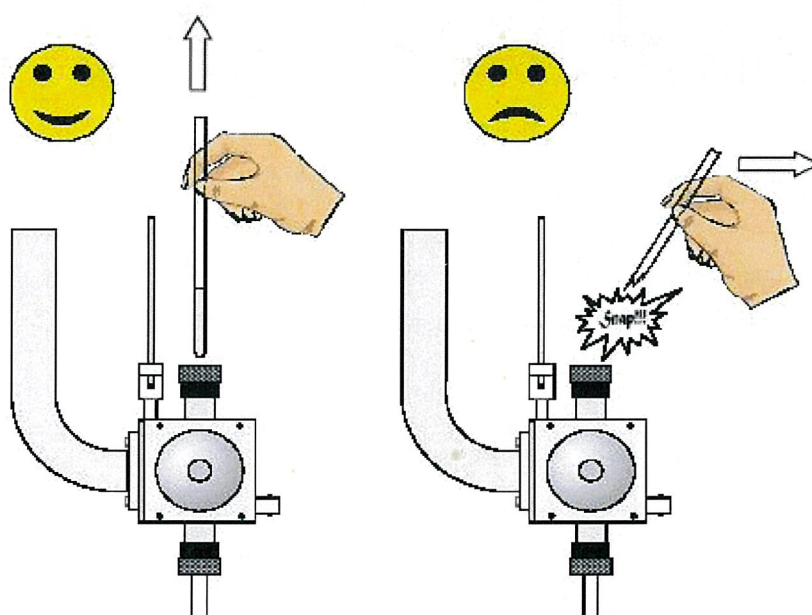


図 3-3
試料管の取り出し方の正しい例 (左) と間違った例 (右)

3.5 測定する試料管を拭く

共振器の内部が汚染されないように試料管の外側をティッシュペーパーなどでよく拭きます（水分もよく拭いてください）

3.6 共振器に試料を挿入

試料管のサイズにあったコレットを取り付けて試料を共振器の中に挿入します。試料は共振器にまっすぐに挿入して下さい。必要に応じてペDESTALを調節して試料管の底を最適の位置に調節してください。試料管の位置の調整はコレットナットを緩めて試料管及びペDESTALを上下させて調整してください。共振器の中心部分が最も感度の高い部分となります。

3.7 ブリッジと共振器のチューニング

マイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックス内の[Frequency]スライドを動かして図 3-4 のような Q-dip を探します。

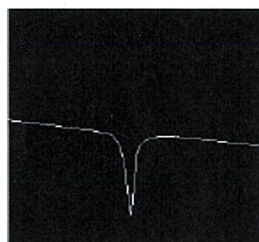


図 3-4

Q-dip

マイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックス内の[Up]あるいは[Down]ボタンを押すとオートチューニングが始まります。オートチューニングが終了するとマイクロ波のモードが[Operate]になり Xepr 画面上に[Operate] [Levelled] [Calibrated]のバーが緑色に表示されます。(図 3-5)

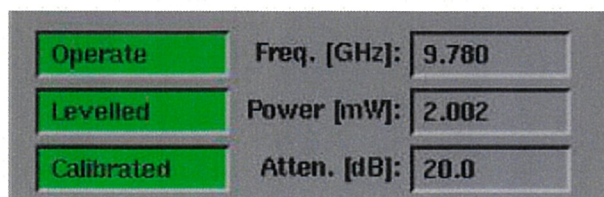


図 3-5

マイクロ波の状態を表す画面

もしオートチューニングでエラーが表示された場合は手動でチューニングしてください。

3.8 マイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックスを閉じる

[Close]ボタンを押してマイクロ波ブリッジチューニングダイアログボックスを閉じます。

4. スペクトルの測定

4.1 新しい実験の作製

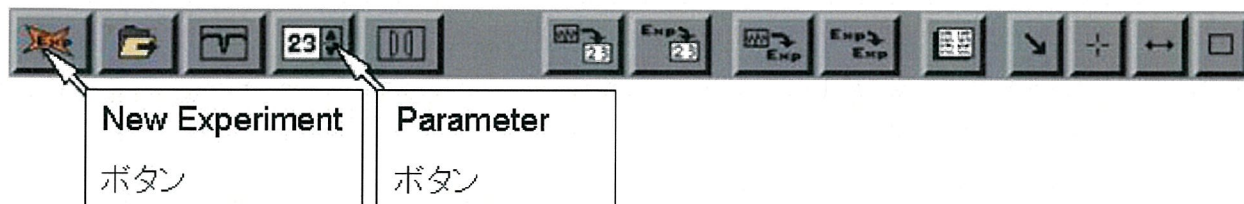


図 4-1

[New Experiment]及び[Parameter]ボタン

スペクトルの測定を行うにはまずどのような実験を行うかを決めてその実験を作製する必要があります。実験の作製を行うにはモニターパネルの[New Experiment]のボタンを押します。すると図 4-2 のような New Experiment ダイアログボックスが開きます。

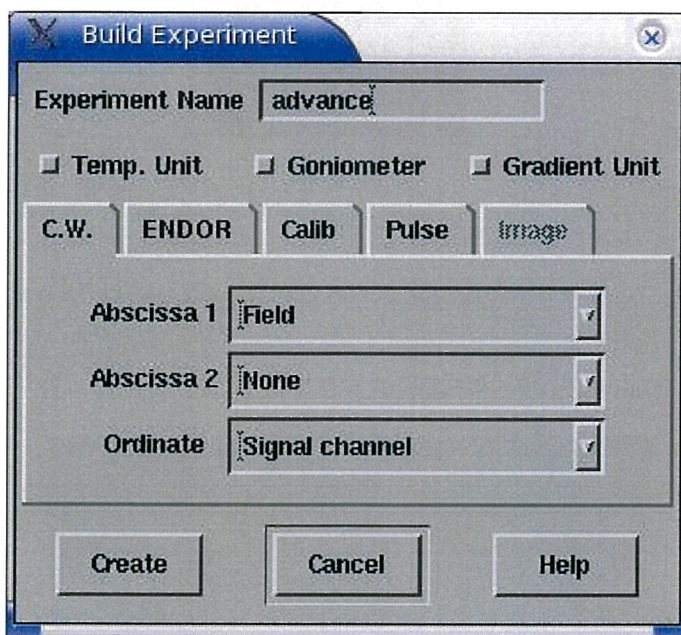


図 4-2

New Experiment ダイアログボックス

[Experiment Name]は実験の名前を入力する項目で初期値として[Experiment]と入力されています。ここには任意の名前を入力することができます。

実験のタイプを画面上のタグで選択します。ここでは CW の一般的な実験について説明するので[C.W.]のタグを選択します。

[C.W.]のタグの中にさらに[Abscissa 1] [Abscissa 2] [Ordinate]の項目があります。

[Abscissa 1]はスペクトルの横軸のユニットを設定します。一般的な磁場掃引の実験ではここは[Field]を選択します。

[Abscissa 1]は2次元の測定を行う際の変化させるパラメーターを設定します。一般的な磁場掃引の実験ではここは[None]に設定します。

[Ordinate]は信号を取り込むデバイスを設定します。一般的な磁場掃引の実験ではここは[Signal Channel]に設定します。

また上部にあるチェックボックス[Temp. Unit] [Goniometer] [Gradient Unit]はそれぞれ温度コントローラー、ゴニオメーター、磁場勾配ユニットを用いるときにチェックするとパラメーター内でそれらの設定を行うことが可能となります。

4.2 [Interactive Parameter Setting]モードを選択する

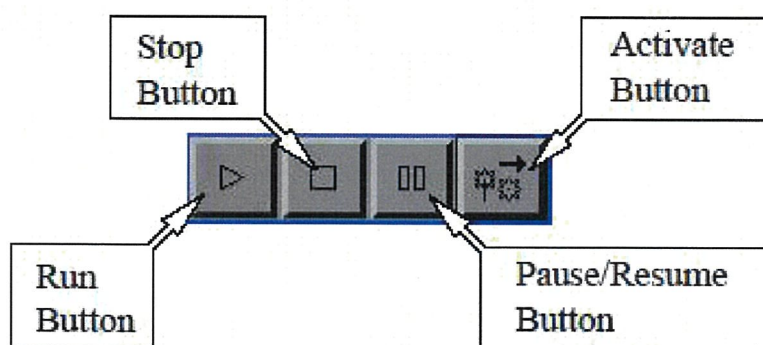


図 4-3

実験コントロールボタン

実験コントロールボタンの [Active]ボタンを押します。このボタンを押すことによってパラメーターを設定したときにそのパラメーターが直ちに分光器の方へ伝達されます。この[Active]ボタンは[Run]ボタンを押したときは自動的に押された状態となります。

4.2 測定パラメーター設定ダイアログボックスを開く

[Parameter]ボタン (図 4-1) を押して測定パラメーターダイアログボックスを開きます。

4.3 Signal Channel パラメーターの設定

Signal Channel のタグをクリックします。Signal Channel のパラメーターは4つのタグにさらに分かれています。[Detection]タグをクリックします。通常の実験ではこの項目だけ設定すれば測定可能です。必要であれば[Detection]内のそれぞれのパラメーターを設定します。

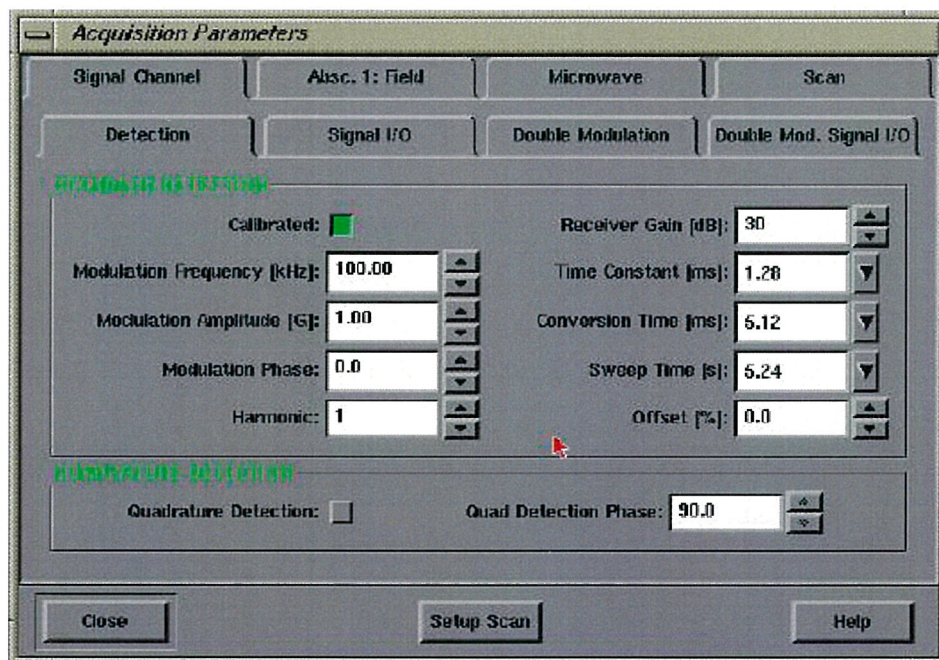


図 4-4

Signal Channel パラメーター

4-4 Filed パラメーターの設定

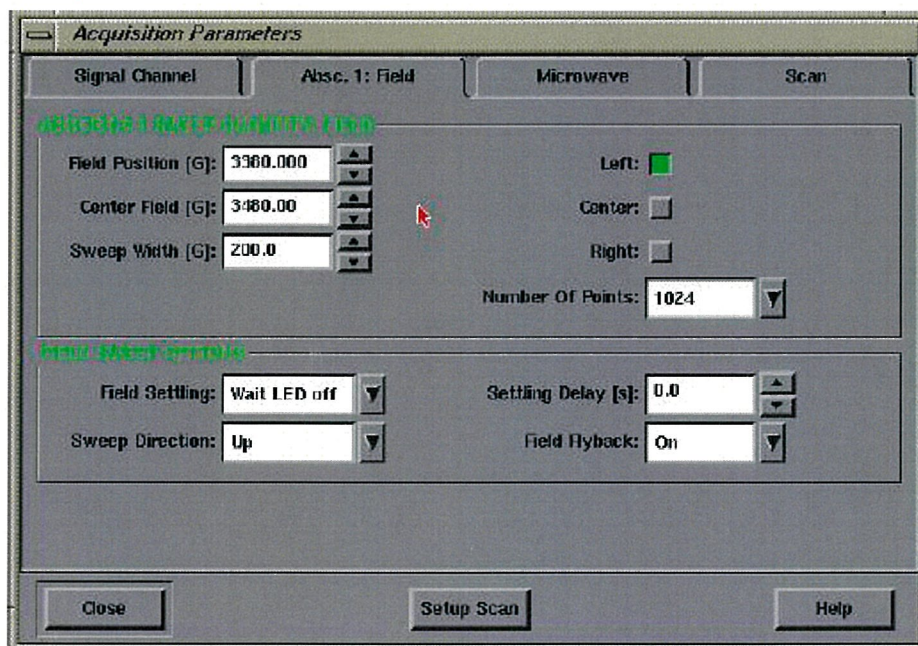


図 4-5

Filed パラメーター

[Absc.1 :Filed] タグをクリックします。中心磁場、磁場掃引範囲を設定します。

4.5 Microwave パラメーターの設定

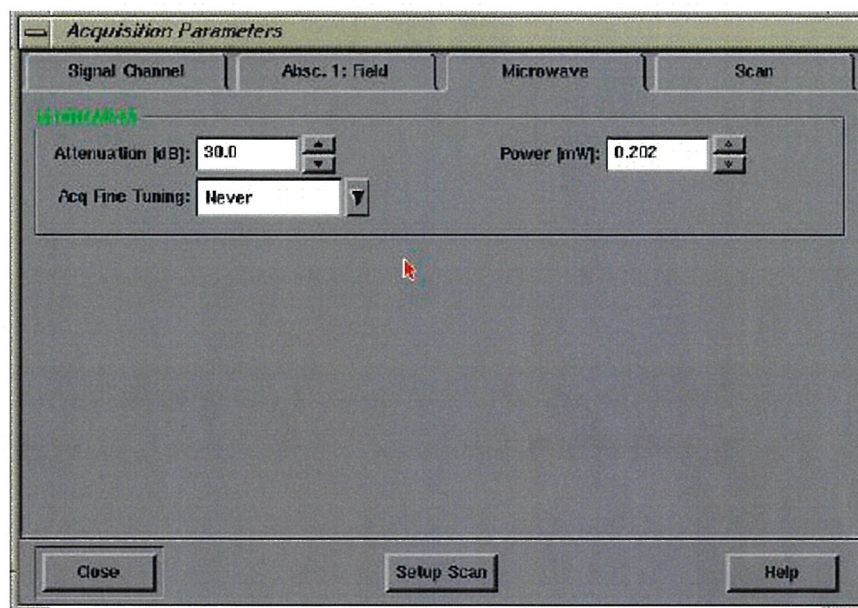


図 4-6

Microwave パラメーター

[Microwave] のタグをクリックします。測定するマイクロ波のパワーを dB 単位で設定します。

4.6 Scan パラメーターの設定

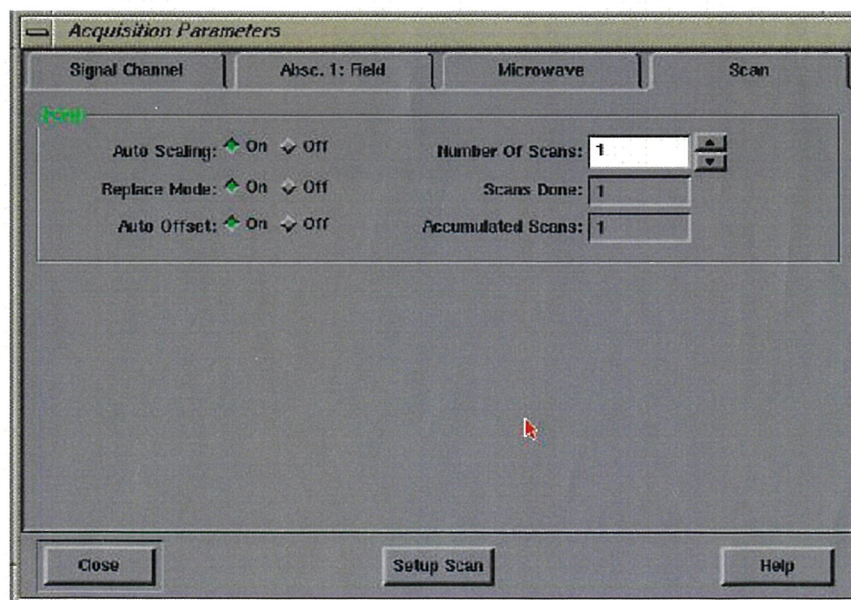


図 4-7

Scan パラメーター

[Scan]のタグをクリックします。スキャン回数（積算回数）を設定します。

4.7 スペクトルの測定

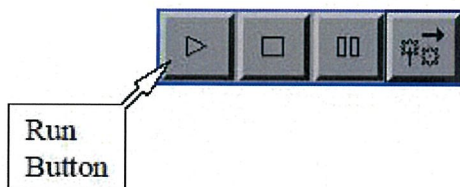


図 4-8

Run ボタン

[Run]ボタンを押すと測定が開始されます。Strong pitch 試料の場合図 4-9 のようなスペクトルが観測されます

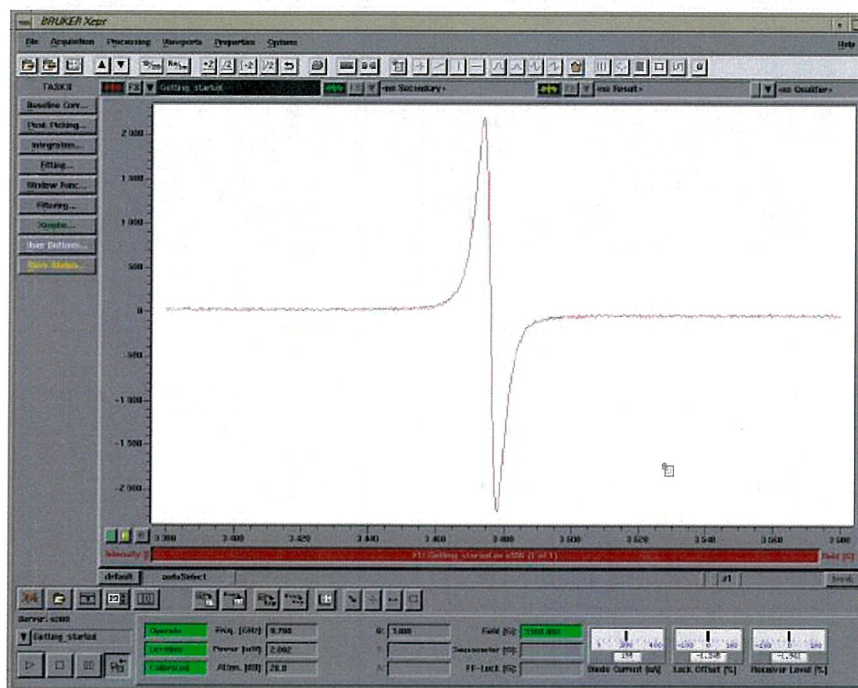


図 4-9

Strong Pitch の観測スペクトル

5. スペクトルの保存

5.1 スペクトルの保存 (メモリー上)

[Viewport Menu]ボタンをクリックします。するとドロップダウンメニューが表示されます。ドロップダウンメニュー内の[Store]をクリックすると Store ダイアログボックスが表示されます。任意の名前を入力することによって現在表示されているスペクトルをメモリー上に保存することができます。このデータは Xepr を終了しない限り読み出すことが可能です。Xepr ソフトウェアを終了すると[Store]されたスペクトルは消去されます。

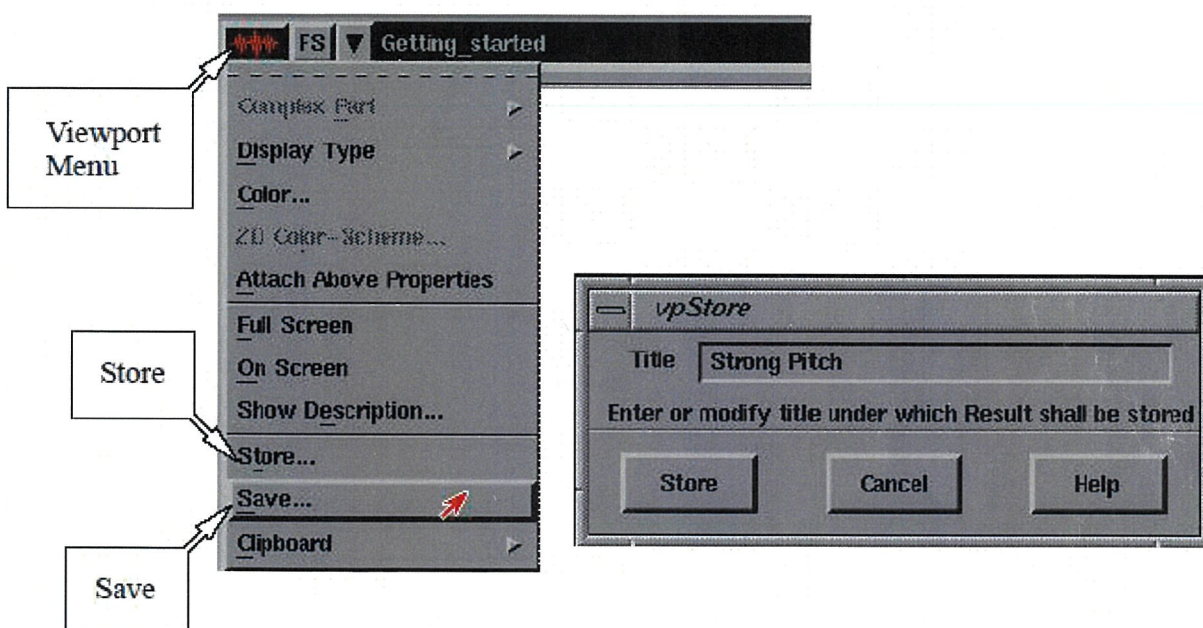


図 5-1

Save, Store ボタンと Store ダイアログボックス

5.2 スペクトルの保存(ディスク上)

[Viewport Menu]ボタンをクリックします。するとドロップダウンメニューが表示されます。ドロップダウンメニュー内の[Save]をクリックすると Save ダイアログボックスが表示されます。任意の名前を入力することによって現在表示されているスペクトルをディスク上に保存することができます。保存したいディレクトリーを選択し[File]ボックスにファイル名を入力します (必須)。[New Title]にこのファイルのタイトルを入力することもできます (任意)。ファイル名を入力し[Save]ボタンを押すとスペクトルの保存ができます。[Save]ではディスク上に保存するために Xepr のソフトウェアを終了、あるいはコンピューターをシャットダウンしても後で呼び出すことが可能です。もし入力したファイル名が既に存在する場合には警告のメッセージが表示されます。

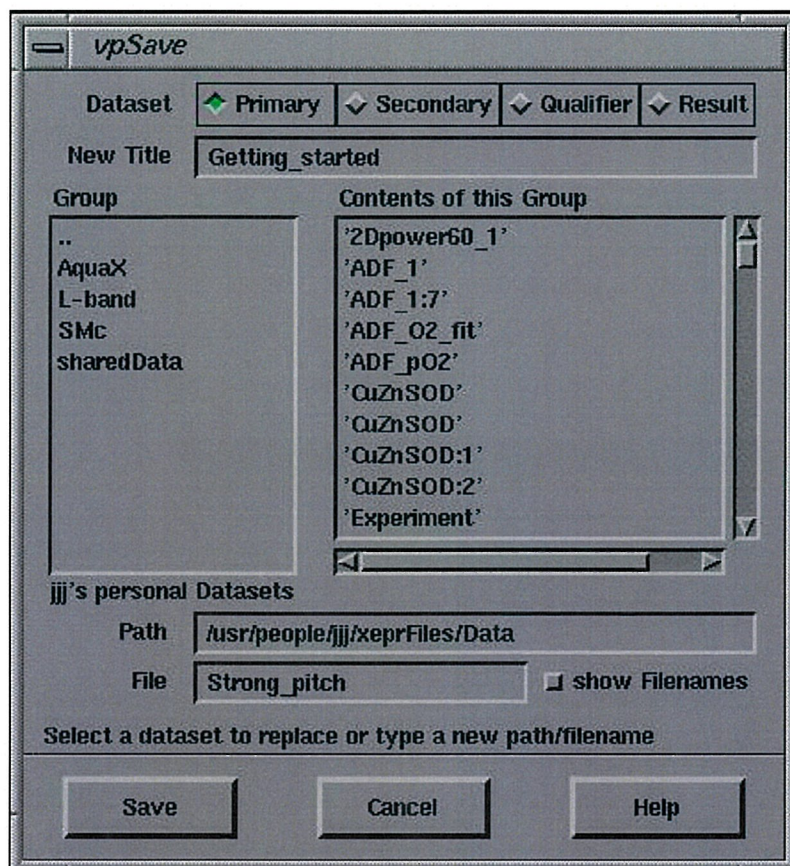


図 5-2

Save ダイアログボックス

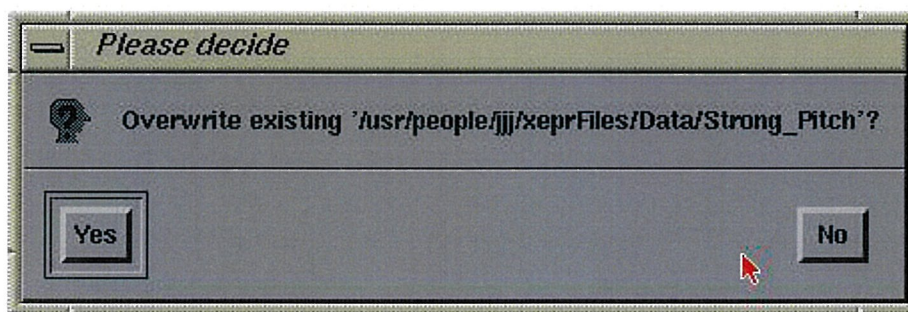


図 5-3

ファイル上書きの警告ダイアログボックス

6. スペクトルの印刷

6.1 プリンターの準備

プリンターが正しくインストールされているか、用紙が正しくセットされているか確認して下さい。

6.2 スペクトルの印刷

[File]のメニューバーから[Print]をクリックします。あるいはプリンターのアイコンをクリックします。すると Print ダイアログボックスが表示されます。[Print]ボタンを押すとスペクトルが印刷されます。

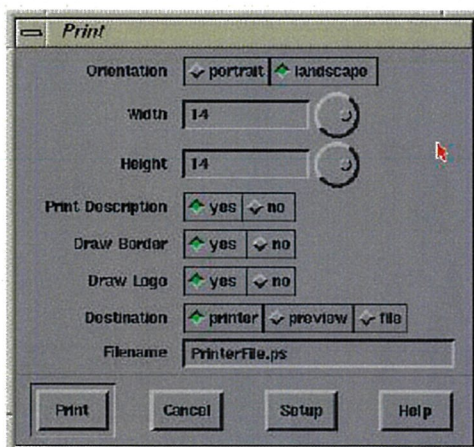


図 6-1

Print ダイアログボックス

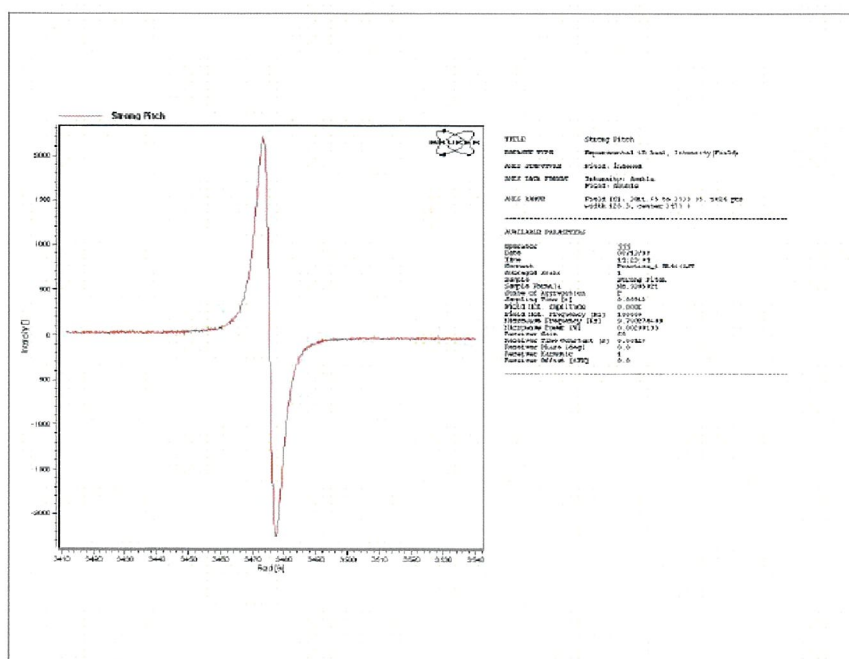


図 6-2

印刷例

7 スペクトロメーターの終了

7.1 マイクロ波チューニングダイアログボックスを開く

[Tune]ボタンを押してマイクロ波チューニングダイアログボックスを開きます。

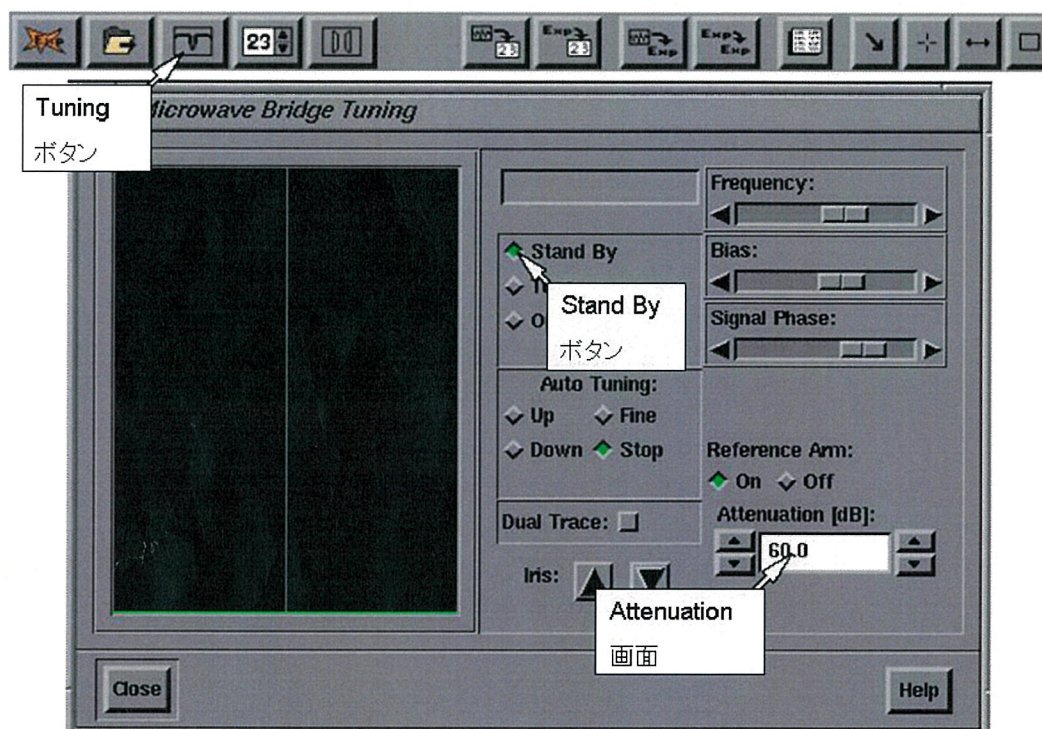


図 7-1

マイクロ波チューニングダイアログボックス

7.2 Stand By にする

[Attenuation]を 30dB 以上にして[Stand By]にします。

7.3 マイクロ波チューニングダイアログボックスを閉じる

[Close]をクリックしてマイクロ波チューニングダイアログボックスを閉じます。

7.4 試料を取り出す

共振器から試料を取り出します。

7.5 共振器の上部をふさぐ

共振器上部のコレットを穴の開いていないものに変えて共振器にごみが入らないようにします。

7.6 スペクトロメーターの接続をきる

[Acquisition]メニューバーから[Disconnect From Spectrometer]を選択してスペクトロメーターとの接続をきります。モニターパネルが表示されなくなります。

7.7 Xepr ソフトウェアの終了

[File]メニューから[Exit]を選択して Xepr ソフトウェアを終了します。設定を保存するかを聞いてきますので保存する場合は[Save]を選択します。

7.8 磁石の電源を OFF

電磁石の電源を OFF にします。ER081 電源ユニットの場合は電磁石のスイッチを ER082/083/085/086 の場合はまず電磁石のスイッチを OFF にしてから電磁石のメインスイッチを OFF にします

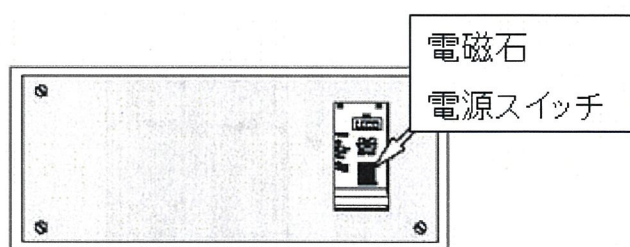


図 7-2

電磁石電源スイッチ ER081

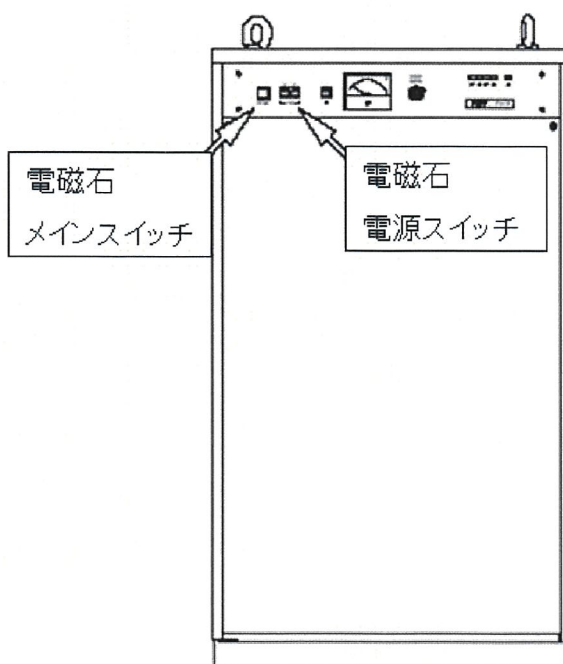


図 7-3

電磁石電源スイッチ ER082/083/085/086

7.9 冷却水の OFF

ESR の電磁石及び電源を冷却するための冷却水を止めます。またマイクロ波ブリッジを冷却するチラーが取り付けられている場合はその電源も OFF にします

7.10 コンソールの電源の OFF

コンソールの電源を OFF にします。

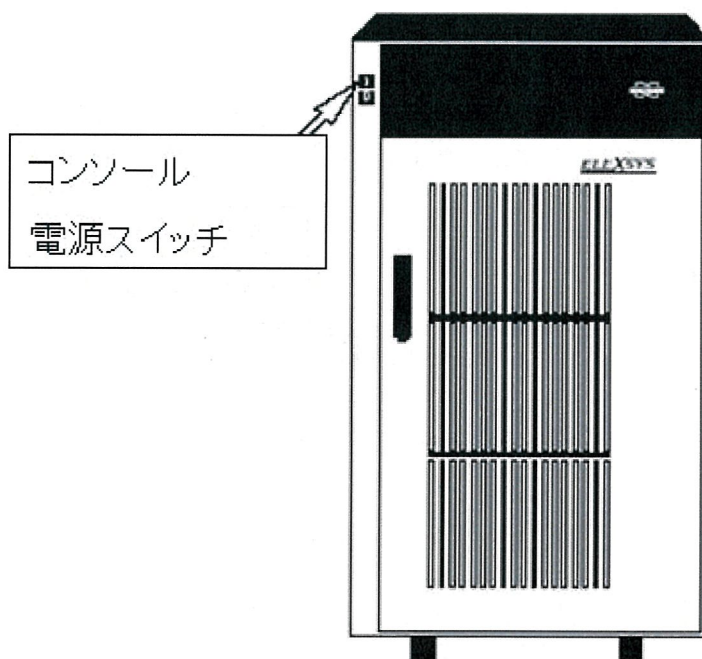


図 7-4

コンソールの電源スイッチ

7.11 主電源の OFF

ESR システムのメイン電源（ブレーカー）がある場合はそれを OFF にします。

追加事項

A マイクロ波ブリッジの手動チューニング

標準の共振器の使用、及び通常の試料では、自動チューニングによって共振器のチューニングを行うことができますが、水などの誘電率損失の大きな試料を測定したり、自動チューニングに対応していない共振器を用いる場合には手動でのチューニングが必要となります。ここでは、手動でのチューニングの仕方について説明します。

A-1 [Microwave Bridge Tuning] のダイアログボックスを開きます

このボタンをクリックすることによって[Microwave Bridge Tuning] のダイアログボックスが開き、図 A-1 のようなボックスが表示されます。

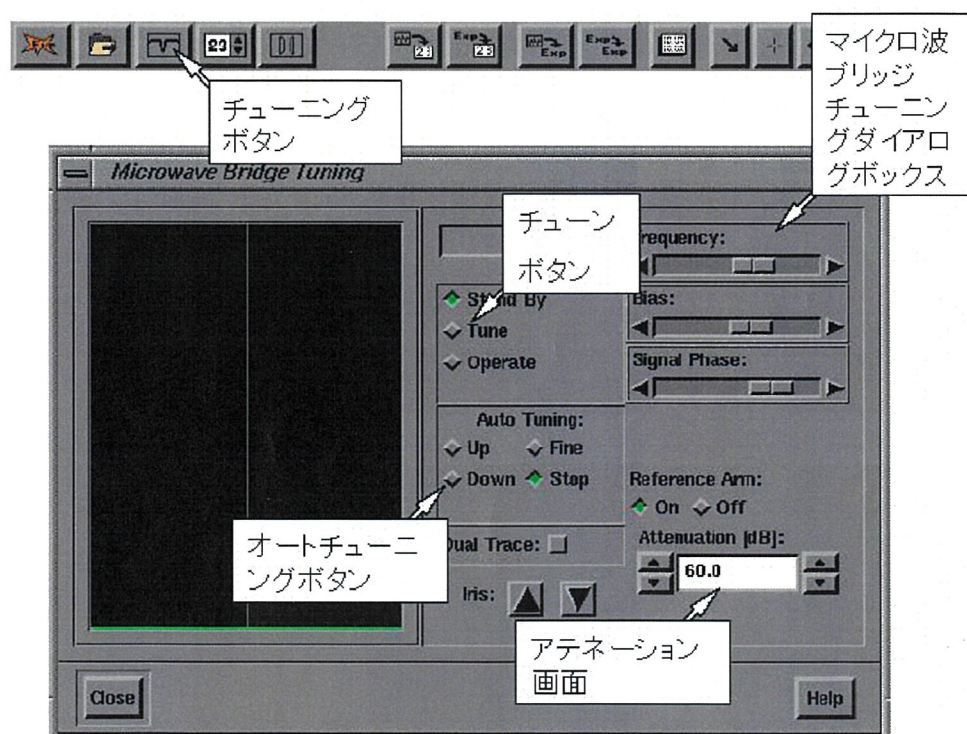


図 A-1

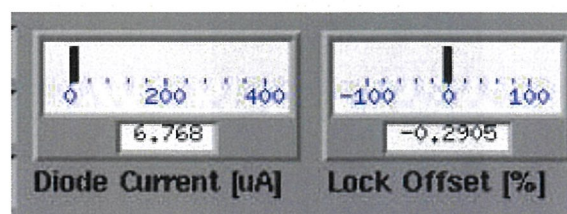


図 A-2

A-2 マイクロ波ブリッジを tune モードにします

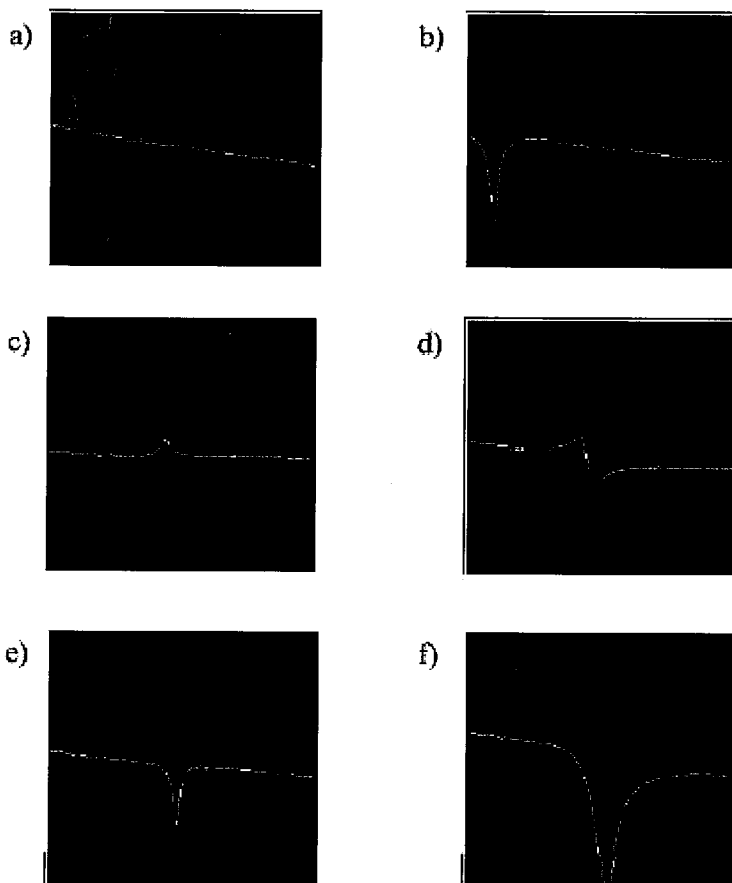
マイクロ波ブリッジの状態を示すインジケータは 3 種類有ります。[Stand By], [Tune], [Operate]。[Stand By] の状態ではマイクロ波のパワーはオフになっています。[Tune] に切り替えることによって、マイクロ波のスイッチが入り、共振器の Q-dip を観測することができます。[Operate] にすることによって、共振器に、その共振周波数でマイクロ波が供給されます。分光器の電源を落とすときには[Stand By] の状態にしてください。

A-3 マイクロ波の[Attenuation]を 30dB にセットします

マイクロ波の[Attenuation]は表示部の左右の矢印をクリックすることにより変えることができます。表示部の左側の矢印は 10dB ごとに、右側は 1dB ごとに変化します。

A-4 ダイアログのディスプレイで Q-dip を観測します

ここでは、共振器からのマイクロ波の反射とマイクロ波周波数による reference のパワーを観測します。図 A-3 にチューニングのパターンを示します。もしパターンが小さいときは 1dB ずつ、[Attenuation]を下げてください。逆に大きすぎるときは 1dB ずつ、[Attenuation]を上げていってください。



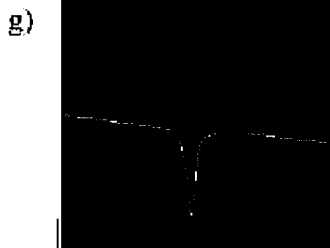


図 A-3

- a) 共振器の共鳴周波数からずれている
- b) 共振器の共鳴周波数からわずかにずれている
- c) 共鳴点（位相 180° ）
- d) 共鳴点（位相 90° ）
- e) 共鳴点（位相 0° ）アンダーカップリング
- f) 共鳴点（位相 0° ）オーバーカップリング
- g) 共鳴点（位相 0° ）クリティカルカップリング

A-5 マイクロ波周波数を共振器の周波数とあわせませす

[Frequency] のスライドバーを操作して、共振器の Q-dip をモニターの中心に持っていきます。左右の矢印をクリックすることによって、周波数を上下することができます。スライドバーの中をクリックすることによって、矢印を動かすよりも、すばやく周波数を変化させることが可能です。さらに、スライドバー中の四角いカーソルをマウスの左ボタンで押したまま移動させることによって、周波数を変化させることが可能です。パラメーターの値は数値 (%) とスライドバー中の四角いカーソルの位置で示されます。Q-dip はマイクロ波のパワーが共振器に吸収されていることを示し、検出用のダイオードにマイクロ波の反射がないことを示します。Q-dip を中心に持っていくことによって、共振器の共鳴周波数とマイクロ波の周波数が一致したことになります。

A-6 試料管をふき取ります

試料管の外側をティッシュペーパーなどで、十分にふき取っておきます。共振器の中に常磁性物質などが混入すると EPR の信号やベースラインにその信号がのってしまいます。

A-7 試料管を共振器に挿入します試料の大きさとコレットの大きさを確認します。コレットナットを固定する前に、少しだけ緩めて試料を固定しておきます。試料の下の部分がペDESTALのくぼみのところに固定されればきちんとまっすぐに試料が挿入されています。もし、小さな試料を測定するときには (2cm 以下) 試料の中心が共振器の中心になるように調節しなければなりません。高さの調節はペDESTALを上下することによって行うことができます。ただし、ペDESTALが共振器の中にまで入らないようにしてください。ペDESTALから信号が検出されることがあります。調節が終わったら上下のコレットナットを固定し試料管及びペDESTALを固定します。

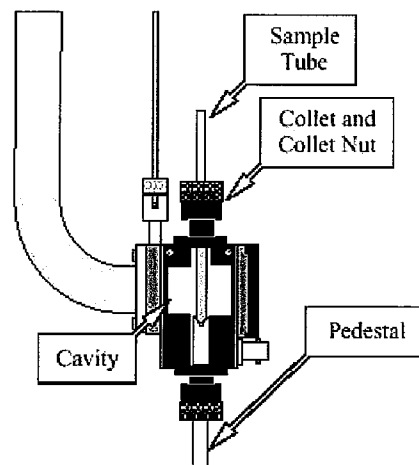


図 A-4

A-8 マイクロ波の再調整

手順 A-5 を繰り返します。試料管を挿入することによって Q-dip の周波数、幅、深さなどが変化します。これは試料管によって共振器内のマイクロ波のモードが乱されたことを示します。誘電率損失の高いもの、あるいは伝導性の高い試料ではこの効果が顕著に現れ、大きな周波数の移動が起こります。高導電性物質では周波数が高いほうに移動し、誘電率損失の大きな試料では低いほうに移動する傾向にあります。

A-9 信号の reference phase を調節します

Q-dip が中心にきたら、[Signal Phase] のスライドバーを調節し、Q-dip の深さが最大になり且つ、左右の対称性がよくなるように調節します。後ほど、きちんと phase を調節しますが、ここでできるだけ正しく調節してください。

A-10 マイクロ波周波数を正確に調節します

[Operate] のボタンを押し、[Operate] のモードにします。このモードにすると、画面から Q-dip は消えます。周波数のスライドバーを操作して周波数を [Lock Offset] のメーターが中心にくるように調節します。[Lock Offset] のメーターは図 A-2 で示してある場所にあります。ときどき [Lock Offset] のメーターが左右に振り切ってしまう、中心にこないときがあります。このようなときは [Lock Offset] がロックされていない状態なので、1 度 [Tune] に戻り手順 A-8 からもう 1 度行ってください。

A-11 Bias のレベルを調節します

マイクロ波のパワーを 50dB にセットします。[Bias] のスライドバーを調節して Diode メーターが中心にくるように調節します。[Diode Current] メーターは図 A-2 で示してある場所にあります。メーターの中心はダイオード電流の値 200 μ A に相当します。50dB にセットした際 [Lock Offset] が左右に外れてしまうことがあります。ほとんどの場合、マイクロ波のパワーを上げれば、[Lock Offset] が再びロックされます。もし、パワーを上げてもロックされないときは [Operate] から [Tune] にモードを戻して [Attenuation] を 30dB に戻して [Operate] にし、再び 45dB にしてください。

A-12 共振器のマッチング

最大の感度を得るには導波管と共振器の間でカップリングを合わせなければなりません。カップリングを最適に調節することによって、導波管と共振器の間のパワーを最大に伝えることが可能です。このことは共振器からマイクロ波の反射が存在しないということを示します。もし、共振器と導波管との間でカップリングが取れていれば、[Attenuation]の値を変えてもマイクロ波の反射は一定（すなわち 0）であるはずですが、このようになる様にカップリングを調整します。カップリングは共振器についているアイリスを動かすことによって調整します。まず、[Attenuation]を 10dB ずつ下げていき、↑及び↓のアイリスのボタンをクリックしてダイオード電流が 200 μ A になる様に調節します。[Attenuation]が 10dB になるまでこの操作を繰り返します。パワーを上げる、すなわち[Attenuation]を下げるほどアイリスの位置によってダイオード電流が敏感に変化します。また、アイリスの位置によって[Lock Offset]もずれることがあるので、その都度、周波数を中心に持って行ってください。10dB まで調節ができれば、[Signal Phase]を調節して[Diode Current]が最大になる様に調節してください。手順 A-10 で調節したのでそれほど大きな変化はないはずですが、もし、動いたときはアイリスを調節して[Diode Current]を中心にもって行ってください。[Attenuation]を 10dB から 50dB まで動かして、[Diode Current]に変化がなければマッチングされていることとなります。50dB に[Attenuation]をセットしたところで必要があれば [Bias] を再調整してください。もし、20mW(10dB)以上での測定が必要であれば、[Attenuation]を 0dB までもっていき、同様にアイリスでダイオード電流が 200 μ A になるように調節してください。[Diode Current]は高マイクロ波パワーでは試料が温まるために振れることがあります。2,3 分たってから再調整してください。

