

Útmutató az MTEST diffraktométeren nyalábfelügyelői szerepkörben dolgozók számára

Temleitner László
June 14, 2020

1 Általános megjegyzések

A felhasználói segédlettel szemben a nyalábfelügyelői szerep körben dolgozók számára szánt leírást magyar nyelven folytatom. Az alábbiakban a jelenleg általánosan használt felszerelés kezelésére térek ki. Ennek nem képezi részét az elmúlt időszakban néha csak 1-1 mérésre épült speciális eszköz ismertetése.

A nyalábfelügyelő ténykedése az alábbiakra terjed ki:

- Ciklusonkénti rutin: a mérési rendszer be- és kikapcsolása, felkészítése usermérésre, felaktiválódott minták szakszerű kezelése
- Euler-kör centrálás és a detektor védelmének beállítása
- A bejövő nyaláb optimalizálása a monokromátortól a mintáig
- Mérési mintakörnyezetek telepítése, működtetése és leszerelése
- A berendezés kalibrációja
- Mérések kiértékelése

Mivel ezek közül az utóbbi tevékenység a felhasználók részére teljesen transzparens módon kell végrehajtani, ennek részleteit már a felhasználói dokumentációban ismertettem. A nyalábfelügyelőtől elvárt, hogy tisztában van a diffraktométerek szerkezetével, a Linux számítógépes rendszer kezelésével, üzemeltetésével és alapfokú szerelési ismeretekkel rendelkezik.

2 Ciklusonkénti rutin: a mérési rendszer be- és kikapcsolása, felkészítése usermérésre

A felaktiválódott minták szakszerű kezelését a gyakorlati bemutató során ismertetem.

A bekapcsolás lépései a következők:

1. Az elektromos rendszert bekapcsoljuk a torony előlapján alul a jobb oldali forgókapcsoló derékszögű elforgatásával. Ellenőrizzük, hogy a monitor számláló feszültsége 500V közelében van.
2. Bekapcsoljuk a számítógépet, hosszabb kikapcsolási periódus esetén a BIOS-t újra beállítjuk
3. A megadott felhasználói néven és a hozzá tartozó felhasználói azonosító segítségével lépünk be (1. ábra)
4. Ellenőrizzük, hogy a megfelelő USB eszközök kerültek kiosztásra a parancs sorban kiadott parancsokkal.

Kapcsolat a CAMAC rendszerrel: `./mtest 2Theta` parancs után a 2Θ tengely szögállásával kell visszatérnie.

Kapcsolat a nagyfeszültségű tápegységgel: `./hvsetup actual 0` parancs után OK jelzéssel kell visszatérnie.

Kapcsolat a hőmérséklet szabályozóval: ha az előbbi két kapcsolat felvétel sikerült, akkor feltételezzük, hogy működőképes. További instrukciókat 5.3-ben találunk.

5. Amennyiben valamilyen gond merült fel, a számítógépet újraindítjuk, s addig folytatjuk, míg sikerrel nem járunk, vagy a hibát el nem hártottuk¹

¹Ez már a berendezésgazda illetékességébe tartozik.



Figure 1: Bejelentkezési képernyő

6. A feltétet előkészítjük, stb.
7. Ráadjuk a nagyfeszültséget a detektorokra: `for i in {0..3}; do ./hvsetup hv $i on; done` paranccsal.
8. Időről időre ellenőrizzük, hogy a kölcsönzött 1 hüvelykes detektorokra az 1950V, a félhüvelykes detektororra a 2050V, illetve az ORDELA detektororra az előírt 4500V-ot elérte-e a tápfeszültség a `for i in {0..3}; do ./hvsetup actual $i; done` paranccsal.
9. A procedúra végeztével nyalábbal végzünk egy próbamérést a `./mtest 2Theta trial 1 1 57.5 57.5 57.5 33 60 comment` paranccsal
10. Ellenőrizzük le, hogy a monitorszámláló beütés száma nem nulla, valamint a detektorokról is érkezik jel.
11. Sikeres esetben a berendezés mérésre kész állapotban van.

Abban az esetben, ha számítógépes hiba miatt kell újraindulni a tápfeszültségek beállítása elhagyható. Nem maradhat el viszont a próbamérés!

A kikapcsolás lépései a következők:

1. A detektort 57.5 fokos szögállásba mozdítjuk: `./mtest 2Theta 57.5`
2. Kikapcsoljuk a nagyfeszültséget a detektorokon: `for i in {0..3}; do ./hvsetup hv $i off; done` paranccsal.
3. Időről időre ellenőrizzük, hogy a tápfeszültség mindenhol 20V alatti a `for i in {0..3}; do ./hvsetup actual $i; done` paranccsal.
4. Ha elérte, akkor a számítógépet kikapcsoljuk.
5. A toronyt a jobb oldal legalján lévő forgatókapcsoló derékszögű elforgatásával kikapcsoljuk.

3 Euler-kör centrálása és a detektor védelmének beállításai

3.1 Euler-kör és centráló mikroszkópok beállítása

Figyelem! A beállítás kellő körültekintést igényel, hogy elkerüljük a ϕ -tengely alapjának és detektor védelmének az összeakadását! A mikroszkóp beállításához USB porttal és videó lejátszóval felszerelt számítógép szükséges. A $2\Theta=57.5$ fok esetében a két kamera hozzávetőlegesen a nyalábbal párhuzamosan, illetve merőlegesen helyezkedik el.

1. A detektor kis szórási szögű részéről távolítsuk el az esetleges kiegészítő Cd védelmet.
2. A φ tengelyre feltesszük a próbacúcsot, majd a φ tengely függőleges állítócsavarjával és fekete színű hatszögű csavarhúzójával szemre a χ tengelyen 0-180 fokos vonal magasságára állítjuk a csúcsot.
3. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Θ tengelyen.
4. A mikroszkópot úgy állítjuk, hogy a csúcs látszodjon a látómező közepe tájékán. A csúcs pozícióját leolvassuk.
5. A detektort 68.5 fokos szögállásra mozgatjuk.
6. A csúcsot a χ tengelyen 180 fokra forgatjuk.
7. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Θ tengelyen.
8. Leolvassuk a csúcs helyzetét a mikroszkópon.
9. A csúcsot a két pozíció átlagának megfelelő helyre mozgatjuk a kulccsal, a pozícióját lejegyezzük.
10. A detektort 68.5 fokos szögállásra mozgatjuk.
11. A csúcsot a χ tengelyen 0 fokra forgatjuk.
12. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Θ tengelyen.
13. Csúcs pozícióját ellenőrizzük, szükség esetén korrigáljuk.
14. Centráljuk a kamerákat is.

A későbbiekben fontos, hogy centrálás esetén azt mindig 57.5 fokos 2Θ tengelyen végezzük!

3.2 Detektorok védelmének beállítása

Ez a beállítás általában új feltét, vagy kalibrálás kiegészítéseként válik szükségessé. Az Euler-körön lévő csúcsot használjuk, a cél az, hogy a csúcs henger alakú teste jól látszódjon minden mérési pozíció esetében. Ehhez szemmel ellenőrizve addig mozgatjuk a detektorok védelmét, ameddig ez nem teljesül. Kiegészítő védelem felszerelésére is ekkor nyílik mód. *A védelem ilyenén állítása után a kalibráció ismételt elvégzése szükséges!*

4 A bejövő nyaláb optimalizálása a monokromátortól a mintáig

A címben említett feladat négy területet foglal magában, úgy mint a monokromátor és diffraktométerkar beállítása, a monitorszámláló előtti rések beállítása, monitorszámláló működőképességének ellenőrzése, a monitorszámláló és minta közötti teleszkóp részeinek beállítása.

4.1 Monokromátor-kristály és diffraktométerkar beállítása

Új beállítás esetén első lépésként célszerű megnézni, szükség van-e a diffraktométerkar állítására. Ha erre nem lenne szükség, az általános beállítások után rögtön a megfelelő részre ugorhatunk. Nincs szükség optimalizálásra, ha ezt már korábban megtettük, és csak ráállunk az előzőleg meghatározott pozíciókra. Az alábbi táblázatban néhány gyakrabban használt beállítás hozzávetőleges pulzusértékei szerepelnek, melyekről indulva az optimalizáció kivitelezhető.

Név	Monokr.	λ [Å]	Q [Å ⁻¹]	Inten. [%]	MTilt	MShift	MRotate	DArmRotate
Disordered crystal	Cu(111)	1.45	0.35...8.2	100	2637	4000	32769	3101
Medium res. crystal	Cu(220)	1.35	0.4...8.8	40	1225	4500	30605	987
Liquid/amorphous	Cu(111)	1.11	0.45...10.7	85	2640	4200	33641	3959
Medium-Q liq./am.	Cu(220)	0.89	0.55...13.3	10	1220	4000	32730	3101
Low-Q liq./am.	Ge(111)	2.27	0.25...5.2	3 6.5	4070	4000	32750	3101

Itt jegyzem meg, hogy az installáláskori tapasztalatok alapján a monokromátor pozíciója jól reprodukálható, de ez a diffraktométerkarról nem mondható el. Emiatt a DArmRotate=3101-es pozícióban a monokromátorok cseréje mérés közben is elvégezhető, ha valamilyen okból nagyobb Q-tartományra, vagy jobb felbontásra lenne szükség.

4.1.1 A monokromátor beállító program elindítása

1. Ha tervezzük, hogy a diffraktométer kart állítjuk, akkor mindenképpen nyissuk ki a sűrített levegő csapját, mely a monokromátorház tetejére felmászva kényelmesen elérhető a reaktor betonvédelmén felszerelve. *Mivel nem túl gyakran kerül sor az átállításra, célszerű a felgyűlt folyadékot leereszteni a tényleges állítást megelőzően!*
2. Kapcsoljuk be a monokromátor beállító elektronikát: a "MOTOR DRIVER OMNI RAY" előlapon POWER ON.
3. A "STEP MOTOR CONTROLLER"-en a biztonság kedvéért a "RESET" gombot nyomjuk le.
4. Indítsuk el az `./mtest_wl dátum.txt` paranccsal a beállító programot
5. A program ezután helyes működés esetén a pozíciókat nyers egységekben jelzi ki

A program kezelése az `./mtest` program motorvezérlésénél alkalmazott logika szerint történik:

1. Ki kell választani, hogy melyik tengely körül szeretnénk forgatni, illetve szeretnénk e lebegtetni: 1 - MTilt (kristály döntése vízszintes tengely körül – itt van lehetőség a kristályok váltására is), 2 - MShift (kristály eltolása előre-hátra), 3 - MRotate (függőleges tengely körüli forgatás), 4 - DArmRotate (diffraktométer kar), 5 - lebegtetés, 6 - kilépés. A választott opciót be kell írni, majd ENTER-t megnyomni
2. Motor mozgatás esetén a szkennelés inicializáló, kezdő, végső pozícióját, lépésközét és idejét kell megadni, míg lebegtetés esetén a lebegtetés azonnal indul – a sűrített levegőt bármely billentyű és ENTER megnyomásával zárhatjuk el. *Mozgatás esetében általános szabály, hogy a mechanika kotyogását elkerülendő a kisebb pulzusszámtól megyünk a nagyobb felé!*
3. A mozgatás/lebegés végeztével a program a kezdő képernyőre tér vissza.
4. Motorok vészleállítása a `/home/mtestuser` könyvtárban kiadott `touch stop` paranccsal lehetséges.

4.1.2 A diffraktométerkar beállítása

A diffraktométerkar beállításához tegyük szabaddá az elérendő területet, majd kezdjük meg a mozgatást. Amennyiben a kisebb szögek irányában szeretnénk állítani, úgy nagyobb pulzusértéket írjunk be. *Nagy szögek irányában való mozgatásnál ügyeljünk, hogy a diffraktométer táblájának vezetői ne feszüljenek!* A mozgatás befejezésekor ellenőrizzük, hogy a mintapozíció a kicsatolási irány közepén van iránypálcá, valamint a korábban az Euler-kör középpontjára centrált csúcs és függő segítségével. Ha nem lenne, lebegtetés és finom kézi tolás alkalmazásával megfelelő helyzetbe juttatjuk. Ezután rátérünk a monokromátor kristály beállítására.

4.1.3 Monokromátor kristályok beállítása és optimalizálása

1. A várható optimum közelébe állítjuk a kristályt a korábbi eredmények alapján.
2. Kinyitjuk a nyalábot.
3. Tetszőleges sorrendben elvégezzük az *MTilt* és *MRotate* tengelyek beállítását. Ez általában a monitorszámláló 10 másodperces szkennelésével végezzük el, rendre 5 és 10 pulzus értékkel léptetve, a várható optimumtól kb. 50, illetve 150 kisebb értékről inicializálva. Az eljárás végeztével a maximális intenzitású helyre állítjuk be a kérdéses pozíciót a motor inicializálását nem elfelejtve.
4. Ezt követi az *MShift* optimalizálása 1000...7000 pulzus tartományon 500-as lépésközzel, inicializálással nem törődve. Ezt szintén a maximális intenzitású helyre állítjuk.

5. Ismét elvégzünk egy iterációs lépést finomabb lépésközzel. Amennyiben az első iteráció eredményét kapjuk, megállunk, ellenkező esetben újabbat kezdünk.
6. Az eljárás végeztével kilépünk a programból.
7. Zárjuk a nyalábot
8. Lezárjuk a sűrített levegő csapját és a monokromátor elektronikát kikapcsoljuk
9. A keletkezett fájlt a megfelelő könyvtári helyre tesszük².

4.2 Monitorszámláló előtti rések és kollimátorok beállítása

Ha csak a réseket kell megváltoztatni, akkor egyszerűen cseréljük ki őket. A kollimátorok cseréjéhez viszont első lépésként *feszültségmentesítjük a monitorszámlálót*, majd szereljük le. Ezután elvégezzük a kollimátorok cseréjét, végezetül a monitorszámlálót visszaszereljük. Az elvégzett változtatást, beállítást rögzítjük a `default` fájlban.

4.3 Monitorszámláló és holtidejének mérése

A monitorszámláló tápfeszültségét 500V-on kell tartani, ami a berendezés bekapcsolásakor automatikusan megtörténik. A monitorszámláló működőképességéről rövid idejű futtatással kell meggyőződni. A holtidő mérése két darab bőrkarbidos lap segítségével történik stabil nyalábfluxus mellett egyenként, közösen, illetve abszorbens nélkül. A holtidő a legutóbbi mérés szerint 22 μ s.

4.4 A monitorszámláló és minta közötti teleszkóp réseinek beállítása

4.4.1 Rések középpontjának meghatározása

Ezt minden detektorkar mozgatáskor ismételt el kell végezni. Ehhez az Euler-körben a φ tengelyre a próbacsúcsot felszereljük, majd centráljuk. A centrálás után a csúcson átnézve úgy mozgatjuk fejünket, hogy a csúcs és a monitorszámláló közepe látszólag egybeessen. Ezután a függőleges réseket erre a szintre mozgatjuk, pozícióikat a `default` fájlba írjuk. Ennek analógiájára járhatunk el a vízszintes résekkal is, azonban ezek bizonytalansága nagy – célszerűbb a nyalábbal elvégezni a középpont meghatározását. Ekkor a 2mm-es kapillárisban lévő nikkelt helyezük egyes feltétre, majd centráljuk. Ezután a függőleges réseket teljesen kinyitjuk, a vízszintesek közé pedig alul-felül 1-1 2 mm-es távtartót teszünk (pl. fej nélküli gyufa). A detektort a nikkel (111) és (200) csúcsainak irányába mozgatjuk, majd 5 perces mérési idővel 1, illetve fél mm-ként végigszkenneljük a tartományt (az egyik oldalon lévő egész egység a másik oldalon lévő felével egyezik meg 2mm-es távtartó esetében). *A gyakori nyaláb nyitások és zárások miatt fokozottan ügyeljünk a belépéskor!* A félértékek alapján a nyalábközeget meghatározzuk. Következő lépésként a réstartó teleszkóp kihuzatának nagyságát (a bejövő nyalábhoz közelebbi bakelit felület és a kihuzati gyűrű távolsága), valamint az imént meghatározott közép pozíciót a `default` fájlban időponttal együtt rögzítjük.

4.4.2 Rések beállítása

A korábban meghatározott középponttól a vízszintes réseket mintatartó sugár+1 mm szélességre nyitjuk ki³. A függőleges réseket a szükséges mértékben állítjuk, majd csavarokkal rögzítjük. A beállításokat bevezetjük beállítási dátummal együtt a következő formátumban mm egységekben a `default` fájlban: `r5.5/h4.0/u23/d18`, melyeknél az r (eaktor) oldali, h (all) oldali vízszintes, illetve u (p) és d (own) függőleges réseket jelentenek.

5 Mérési feltétek, mintakörnyezetek telepítése és lebontása

Jelenleg az MTEST diffraktométer három működőképes mérési feltéttel rendelkezik. Ezek:

- szobahőmérsékletű egyes mintafeltét
- szobahőmérsékletű forgatható mintafeltét

²A program a megváltoztatott pozíciókat automatikusan felülírja a `default` fájlban.

³Itt jegyzem meg, hogy a detektorok legfeljebb 10 mm átmérőjű centrált középpontot látnak minden pozícióból.

- magas hőmérsékletű mintakörnyezet

Nem működőképes a kriosztát (vákuumtömítettség gond), a szobahőmérsékletű egyes forgató pedig házilagos elkészítésű, használatára csak ritkán van szükség.

Mindhárom esetben csupasz φ -tengely esetétől indulunk ki.

5.1 Szobahőmérsékletű egyes mintafeltét

Ez a mérési elrendezés általában kalibráció esetében, vagy nagyon kényes minták esetében szükséges.

1. Feltesszük a külső menetes csészét, majd erre a külső kis csappal rendelkező lapos hengert 2 db hatszögfejű csavarral rögzítjük.
2. A feltét másik részét ráhelyezzük, majd a menetes csészével rögzítjük.
3. A felső csészébe a kiválasztott mintatartót tartót betesszük.
4. Betesszük a mintatartót és rögzítjük.
5. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Theta tengelyen.
6. A minta középpontját a diffraktométer középpontjába állítjuk a centráló mikroszkópok segítségével a φ tengely magasságának változtatásával.
7. A kiegészítő Cd lemezes védelmet testreszabjuk, paramétereit a default fájlba írjuk.
8. A feltét típusát, beállítási idejét, z magasságát rögzítjük a default fájlban.

A mérést ezután az általános felhasználói leírás szerint folytathatjuk.

Lebontása fordított sorrendben történik.

5.2 Szobahőmérsékletű forgatható feltét

Ez az általánosan használt mérési elrendezés szobahőmérsékleten, általában függő helyzetben használatos, azonban kialakítása lehetővé teszi mérések elvégzését álló helyzetben is.

1. A középpontban hatszög alapú csapos feltétet hatszöges csavarok segítségével rögzítjük.
2. Erre egy 1:5 áttételt teszünk, amit a φ tengely melletti bakon rögzítünk + csavarokkal⁴.
3. Az áttét szabad tengelyébe helyezzük a forgatóhasáb hatszögletes tengelyét és alul-felül rögzítjük.
4. A kívánt magasságban centrálendő próbamintát rögzítjük, illetve álló helyzetben távtartóra helyezzük
5. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Theta tengelyen
6. A mintát φ tengelyen a függőlegesre pozicionáljuk, a magasságot addig állítjuk, míg a centráló kamera szálkeresztjében nem lesz a minta középpontja. Ha a minta álló helyzetben van, akkor a szintjelző gyűrű látszólagos ellipszisének tengelyébe állítjuk be a középpontot, s ezután a beállítás utolsó előtti lépésére ugunk.
7. A függőleges helyzet esetében viszont tovább megyünk: a detektort 68.5 fokos szögállásra mozgatjuk.
8. A feltétet χ tengelyen 180 fokra forgatjuk, ezzel a minta függő helyzetbe kerül.
9. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Theta tengelyen.
10. A korábbi és a jelenlegi leolvasott pozíció átlagának megfelelő magasságra mozgatjuk a mintát
11. A feltét típusát, beállítási idejét, z magasságát rögzítjük a default fájlban

⁴A bejövő nyaláb irányú menet korábban károsodott

12. A nem szándékolt mozgatót elkerülendő a CAMAC keret alatti második átvezető panelből a χ mozgó motor hatpólusú LEMO csatlakozóját kihúzzuk
13. A kiegészítő Cd lemezes védelmet testreszabjuk, paramétereit a default fájlba írjuk.
14. A feltét típusát, beállítási idejét, z magasságát rögzítjük a default fájlban.

A mérést ezután az általános felhasználói leírás szerint folytathatjuk.
Lebontása fordított sorrendben történik.

5.3 Magas hőmérsékletű mintakörnyezet

A magas hőmérsékletű mintakörnyezet lehetővé teszi pordiffrakciós mérések rutinszerű elvégzését 600C-ig, illetve korlátozott ideig 1000C-ig mind 6 és 8 mm-es mintatartók esetében. Folyadék minták vizsgálata 200C-ig lehetséges 8mm-es vanádium mintatartóban, illetve a kályha átszerelésével 400C-ig 6mm-es üveg mintatartóban. A kályhán belüli szerelés a berendezésgazda felelőssége, így ennek részleteire itt nem térünk ki. A kályha mintapozíciója centrált, így annak beállításával a magasság beállítását kivéve nem kell foglalkozni. *Figyelem! A kályha működtetése földeletlen elektromos fűtéssel történik, emiatt a leírak betartása kötelező! Továbbá a kályha mérés közbeni működtetése nem bízható felhasználói minősítésű személyre!*

5.3.1 Magas hőmérsékletű mintakörnyezet telepítése és lebontása

1. A kályha aljától a tervezett mintapozíció, valamint a felső és alsó határoló szerkezeti elemek távolságának lemérése
2. A detektort 23 fokos inicializálás mellett 57.5 fokra mozgatjuk a 2Theta tengelyen.
3. Feltesszük a csúcst, magasságát beállítjuk, s a "z" magasságot a skálán leolvassuk, csúcst leszereljük.
4. A detektort 68.5 fokos szögállásra mozgatjuk, kis szögeknél lévő védelmét teljesen lebontjuk.
5. A kályha aljára szerelhető távtartók közül kiválasztjuk azt, amely lehetővé teszi, hogy a "z" irányban centráljunk, ennek magasságát beállítjuk, majd a kályha talpzatában végződő feltétet feltesszük és két hosszú csavar segítségével rögzítjük
6. A φ tengelyt úgy állítjuk be, hogy a talpazat nyelve az Euler-kör függőleges részébe, a bejövő nyálábra rézsút álljon
7. A kályhát oszlopánál és a felső rész nyakánál megfogva a talpazatra helyezzük és hosszú csavarhúzó segítségével 3 csavarral rögzítjük.
8. Ellenőrizzük, hogy detektor-tartó, illetve a védelem semelyik mérési pozícióban sem érintkezik az Euler-kör egységeivel
9. Leellenőrizzük, hogy a két elektród között kicsi az ellenállás (kb. 6-8 Ω) és nincsen semmilyen érintkezése sem a kályha testjével, sem pedig a termopárokkal.
10. A χ és φ motorok hatpólusú LEMO csatlakozóját kihúzzuk a CAMAC keret alatti második átvezető panelből, megelőzendő a nem szándékolt állítást
11. A vákuumszivattyú egység reaktor felőli oldalán mindkét szakaszoló csapot kinyitjuk.
12. A zártkörű hűtőbe szükség szerint vizet töltünk, majd bekapcsoljuk. Bekapcsolás esetén a keringtető szivattyúnak azonnal el kell indulnia és a buborékok megfigyelésével a helyes keringtetésről meggyőződünk.
13. Kb. 5 perces járatás alatt szivárgást ellenőrizzük a csatlakozási pontokon. Itt célszerű a hűtési hőmérsékletet a csarnok hőmérsékleténél legalább 3C-al alacsonyabbra választani a hűtővíz túlzott párolgását elkerülendő.
14. Az árnyékoló Cd gallérok feltétele és rögzítése rugós szorítóval a kályha oszlopán
15. Szivárgás mentesség esetén a vákuumrendszerhez lehet csatolni a kályhát mind membránnal, mind vákuummérővel, és a hőmérsékletmérőket is csatlakoztatni lehet (szürkével megjelölt a szabályozóé, amit a kályha alsó darabján lévő csatlakozóba kell betenni).

16. Ekkor kell a fűtő áramkört összeszerelni, s az ampermérőt a vákuumrendszer tetejére tesszük
17. Ellenőrizzük, hogy továbbra sincsen rövidzár a test és a fűtő kör között
18. A detektor védelmét testre szabjuk, ellenőrizzük, hogy nem akad be sehol, s nem akadályozza a kályha megbontását
19. Bedugjuk a leválasztó transzformátort a hálózatba (a toroid trafó nincsen bedugva), majd a vákuumszivattyút is, és bekapcsoljuk
20. Normális működés esetén a szabályozók értelmes hőmérsékleteket, a vákuummérő normál nyomást mutat
21. Ellenőrizzük, hogy lehetséges-e a hőmérséklet számítógépes regisztrálása: ehhez a torony hátulján lévő kék színű RS-232/RS-485 átalakító tápkábelét a NIM keret egyik nem túl professzionálisan kinéző moduljának hátulján bedugjuk. Továbbá az RS-232 oldalon az RS-232 - USB átalakítót bedugjuk, majd elindítjuk a regisztrálást `./temp_reg 60` paranccsal. Megfelelő működés esetén mindkét egység hőmérsékletét ki kell írnia.⁵
22. Ha a hőmérséklet regisztrálása működik, indítsuk el a vákuumszivattyút a start gomb megnyomásával. Normál esetben a kapcsolón a zöld gomb kezd el ilyenkor villogni. Ha folyamatos, akkor nyomjuk meg megint, mire leáll a rendszer, és a hátul lévő 3 állású kapcsolót állítsuk át. Ezután ismét próbálkozhatunk
23. Ha a nyomás 5×10^{-1} mbar alá csökkent, bekapcsolhatjuk a turbomolekuláris szivattyút a hátul lévő kapcsolóval
24. Kiteszük az áramütésre figyelmeztető jelzést, bedugjuk a toroid trafót a leválasztó trafóba
25. Ha a nyomás elérte a 10^{-3} mbar, állítsuk kb. 10% teljesítményre a toroid transzformátort, és indítsunk el egy felfűtést (szabályzón: START gomb hosszan megnyomva). Ha minden megfelelően megy, akkor az árammérő kitér – állítsuk le a fűtést (szabályzón: START gomb hosszan megnyomva).
26. Leállítjuk a vákuumszivattyút (START/STOP megnyomása), majd a toroid trafót kihúzzuk a leválasztóból és villamos figyelmeztetőnket is eltesszük
27. Miután a turbópumpa sebessége a maximális 50%-t eléri a rendszer automatikusan levegőt enged be, majd hamarosan megáll: kapcsoljuk ki, illetve hátul a háromállású kapcsolót állítsuk át
28. Kikapcsoljuk a vákuumszivattyút, leállítjuk az adatgyűjtést

A leszerelés a tesztelési lépések kihagyásával fordított sorrendben történik.

5.3.2 Magas hőmérsékletű mintakörnyezet üzemeltetése

5.3.2.1 Minta előkészítése

1. A detektort mozgassuk 57.5 fokos állásba.
2. A kályháról a vákuum-membránt a csatlakozásnál bontsuk meg: a membrán felőli részre záródugós gyorsszorító, a kályhára műanyag dugófedél kerül.
3. A felső termopárt és a vákuummérő vezetékét leszereljük, és a három alátétes szárnyas csavar eltávolítása után óvatosan kiszedjük a kályha felső részét
4. A minta kiszedése és betétele után a felső részt 3 csavarral rögzítjük, csatlakoztatjuk a vákuummérőt, vákuummembránt és a felső termopárt
5. Ellenőrizzük, hogy nincsen rövidzár a test és a fűtőkör között.

⁵Ha nem teszi, akkor vagy az átalakítóval van a baj (próbáljuk a számítógépet újraindítani), vagy a kábel kijött a foglalatból a vákuumszivattyúban (állítsuk le a vákuum egységet, majd a szabályozókat kiszerve ellenőrizhetjük a helyes kontaktust). Ha korábban szerelés volt a kábelen, próbálkozhatunk azzal is, hogy fordítva kötjük be

5.3.2.2 Minta felfűtése

1. Elhelyezzük a feszültség alatti eszköz jelet, és csatlakoztatjuk a toroid transzformátort a leválasztó transzformátorhoz, beállítjuk a megfelelő fűtőteltjesítményt (kb. 10%-os teljesítmény elegendő 200C-ig)
2. Elindítjuk a vákuumszivattyút. Ha a nyomás néhányszor 10^{-1} mbar alá csökkent, bekapcsolhatjuk a turbomolekuláris szivattyút a hátul lévő kapcsolóval.
3. Elindítjuk a hőmérséklet regisztrálását a `./temp_reg 60 > fájl.név&` paranccsal⁶.
4. Ha a nyomás 10^{-3} mbar alá csökkent, elindíthatjuk a fűtést a `/home/mtestuser` könyvtárban kiadott `./program_furnace` elérendő_hőmérséklet_C_fokban felfűtési_sebesség_C/óra_egységben. *Ajánlás: felfűtési sebesség tekintetében legfeljebb 120 C/óra sebességet válasszunk. Az elérendő hőmérséklet nagy valószínűséggel el fog térni a stabilizálódási hőmérséklettől. Továbbá, főleg alacsonyabb hőmérsékleten a beállított hőmérséklet és a minta stabilizálódási között akár 50K különbség is lehet! Ezért mérés előtt, cikluson kívüli időben gyakoroljuk be a használatát!*

5.3.2.3 Üzemeltetés

- A felfűtési hőmérsékletet és sebességet a `/home/mtestuser` könyvtárban kiadott `./program_furnace` elérendő_hőmérséklet_C_fokban felfűtési_sebesség_C/óra_egységben paranccsal tudjuk szabályozni, akár a mérési bash szkriptfájl részeként
- Nem kielégítő teljesítmény esetében állítjuk a toroid transzformátor teljesítmény-szabályozóját.
- A hőmérséklet stabilizálódása után indulhat a mérés. Bash szkriptek esetében a stabilizálódási időre méréseket indítunk, mely alatt az esetleges fázisátmenetek korlátozottan, de követhetőek lesznek.
- Ha a lengések túl nagyok lennének, a PID paramétereket állíthatjuk a szabályozón, illetve önhangolást indíthatunk a hátul lévő csomózott fekete és fehér vezetékek összeérintése után⁷. Ennek végeztével elindítjuk a hőmérsékleti programot.
- Legalább 2 naponta ellenőrizzük a zártkörű hűtőben lévő vízszintet, illetve hogy szivárgásnak nyoma sincsen.
- Ugyancsak ellenőrizzük a vákuumszivattyú állapotát szemrevételezéssel⁸.

5.3.2.4 Kikapcsolás

1. Adjuk ki a `./program_furnace stop` parancsot a `/home/mtestuser` könyvtárban. Ez akár történhet bash szkript részeként is
2. Ha a mintatér hőmérséklete 50C alá csökkent⁹, leállíthatjuk a vákuumszivattyút a STOP gombbal.
3. Húzzuk ki a leválasztó transzformátorból a toroid trafó tápellátását, távolítsuk el a feszültség alatti figyelmeztető jelzést
4. A vákuumszivattyú leállása után a hátul lévő háromállású kapcsolót állítsuk át
5. Ha ez az utolsó mérés, akkor állítsuk le a regisztrációt `kill processz_szám`, ahol a `processz_szám-ot` a `ps ax | grep "temp_reg"` parancsra kapott válaszból tudhatjuk meg.

⁶Ezt csak az első ciklusnál kell megcsinálni!

⁷Ezek részleteit a KD48P szabályozó kezelési utasítása tartalmazza

⁸Kismértékű olajszivárgás magasabb hőmérsékleten előfordulhat

⁹Az ember fájdalomküszöbe ennél magasabban van.

6 A berendezés kalibrációja

A berendezés kalibrációjának célja, hogy minimális számú paraméterrel rekonstruálni tudjuk azt a szórási képet, amit akkor kapnánk, ha a detektorrendszer a mintától egyenletes távolságban helyezkedne el. A kalibráció folyamatáról A. Møllergård kézírata[1] mintájára készült.

A kalibráció elvégzéséhez szükség van mérésekre, valamint ezek kiértékelésére is. A kalibráció folyamata három részre osztható:

1. A pozícióérzékeny detektorok csatornaszám - detektor pozíció közötti összefüggés paramétereinek meghatározása
2. A kalibrációs paraméterek meghatározása
3. Detektorok határfokának kalibrációja

A kalibráció első lépését (pozícióérzékeny detektorok csatornaszám - detektor pozíció) ritkábban is elég elvégezni.

6.1 A pozícióérzékeny detektorok csatornaszám - detektor pozíció kalibrációja

A kalibráció első fázisához egy adott szögpozícióban egy jól és egyenletesen szóró mintára van szükségünk, amit gyengítetlenül és Cd-féssűvel is lemérünk. Ebben a lépésben határozzuk meg a

$$\text{pozíció} = \sum_{i=0}^{N_p} \text{csatornaszám}^i \quad (1)$$

$$\sigma = \sum_{i=0}^{N_s} \text{csatornaszám}^i \quad (2)$$

együtthatóit.

6.1.1 Mérések

A következő méréseket minden esetben 57.5 fokos szögnel végezzük. Elsőként plexit helyezünk be, majd a Cd-féssűvel (középső detektorra 20 bemaérés 10mm-es lépésközzel, a detektor rekeszekre 30 bemaérés 20mm-es lépésközzel van beállítva) az alábbiak alapján elvégezzük a mérést. Ezután a detektoraknak védelmét helyreállítjuk, és gyengítetlenül lemérjük a plexit, illetve nyitott nyaláb mellett a háttérrel. Ez utóbbi két mérés a normálásra, illetve a háttérkorrekció miatt szükséges.

6.1.1.1 Mérés lépései Cd-féssűvel

E művelet közben kellő óvatossággal járjunk el (nagyfeszültség!), a Cd miatt viseljünk kesztyűt!

1. A detektoraknak felső védelmét helyezük át
2. Tegyük be a Cd-féssűket a rajtuk lévő jelzések alapján a detektorok elé. A középső detektor esetében mindkét oldalon a vezetőgombok között kell átmennie, míg az alsó és a felső rekeszekben a középső oldal irányában a detektortartó bakon lévő vezetőgomba, a szélső irányban pedig a szűkítő szélső védelem hátsó része tartja helyén őket. Ügyeljünk, hogy leérjenek az aljaig teljesen!
3. Helyezzük vissza átmenetileg a detektorakna felső védelmét!
4. Végezzük el a mérést!
5. Detektorakna védelmét mozgassuk el, és szedjük ki a Cd-lemezeket!
6. Tegyük vissza a védelmet!

6.1.2 Paraméterek meghatározása

A paraméterek meghatározásához végezzük el a mérési adatok előfeldolgozását és összegzését tetszőleges korábbi kalibráció szerint a hatásfokkal nem korrigálva. A kapott .ndt fájlokat másoljuk abba a könyvtárba, ahol a paraméterek becslését szeretnénk elvégezni.

Ezután hozzunk létre egy új fájlt (pl. `mask_calibration.txt` néven), melynek első sorába a szegmensek számát írjuk (10). A következő sorban a Cd-al gyengített plexi, gyengítetlen plexi és háttér fájlok tőfájlnéveit írjuk. A következő sorokat minden egyes detektorra el kell készíteni.

A sorok rendre a következő bejegyzéseket tartalmazzák:

- Feladat a detektorral kapcsolatban: kihagyás(0), fittelés(1), két tartományú fittelés (2), két tartományú fittelés közös σ polinom-együtthatókkal (3)
- minimális és maximális csatornaszámok (ORDELA: 70...990, többi:70-80... 870-890)
- lépésköz a fésűn rácson mm-ben (ORDELA: 10., többi 20.)
- csatornaszám -> mm polinom fokszáma (3)
- σ (csatornaszám) polinom fokszáma (2)
- polinomiális háttér fokszáma (0)
- csúcsok száma
- középponti csúcs sorszáma
- a csúcsok pozíciói csatornaszám egységekben

Ezután futtassuk a programot `mtest_calibration1_mask.py mask_calibration.txt dátum_after_mask_calibration.txt` paranccsal.

A program futtatása során `masked_corr*.dat` korrigált fájlok keletkeznek. Helyes program futtatás esetén jó illeszkedést kapunk, amit ellenőrizhetünk a keletkezett `masked_corr_fitted*.dat` fájlokon. Létrejön ezen felül egy `dátum_after_mask_calibration.txt` vázfájl, ami a következő kalibrációs lépésben tartalmazza a pozícionális paramétereket.

6.2 A kalibrációs paraméterek meghatározása

Ebben a lépésben a kalibráció fő paramétereit fogjuk meghatározni. Ezek:

- minta-detektor távolságok függőleges és vízszintes komponensei
- detektor bankok közös szögeinek eltérése a kijelzettől
- hullámhossz
- csövenként a minta-detektor merőleges pontjának és a cső referencia pontjának távolsága

Ehhez szükséges nikkell, vanádium, háttér – illetve üres mintatartó intenzitásának lemérése 24.5 foktól 68.5 fokig 5.5 fokos lépésekben, megfelelő statisztikával. A mérési adatok előfeldolgozását és összegzését tetszőleges korábbi kalibráció szerint a hatásfokkal nem korrigálva végezzük el. A kapott .ndt fájlokat másoljuk abba a könyvtárba, ahol a paraméterek becslését szeretnénk elvégezni.

Ezután írjuk át a `dátum_after_mask_calibration.txt` vázfájlt! Az első sorban a detektorok száma (10) szerepel. Ezt követi a fájlok nevei: nikkell, nikkell háttére, vanádium és vanádium háttére. A 3. sorban a finomítandó vízszintes, függőleges távolságok – utána pedig a detektor-bankok száma áll. A 4., 5. sorban a vízszintes és függőleges távolságok, míg a 6.-ban a detektorbankok szögeltolásának kezdeti értékei szerepelnek.

Ezután minden detektorra meg kell adni új sorban a következőket (a sablon ezek egy részét már tartalmazza):

- felhasználjuk-e a jelét, vagy sem (1)
- távolsági index (1), eltolási távolság ehhez képest (0.0)
- magasság index (1), majd ennek szorzója (1: felső detektor)

- szög index (3)
- csatornaszám-detektor transzformációs tartományok száma (1: inentől a sablon már tartalmazza ezeket az adatokat)
- minimális és maximális csatornaszámok (70 895)
- csatornaszám -> mm polinom fokszáma (3)
- középponti csatornaszám (483.191)
- csatornaszám -> mm polinom együtthatói tartományonként egymás után (0.739853 7.10995e-06 -3.13349e-08)

Ezután a következő sor a hullámhossz kezdőértékét, a reflexiók számát, a háttér polinom fokát tartalmazza (1.44 26 0). A következő sor a mért kristály rácsparamétereit (3.52394 3.52394 3.52394 90.0 90. 90.0) tartalmazza. A fájlban ezután soronként a reflexiók Miller-indexei követik egymást.

A paraméterek hosszadalmas meghatározását a /mtest_calibration2_crystal.py dátum_after_mask_calibration.txt dátum_crystal_calibration.txt paranccsal indíthatjuk el. Kimenatként keletkezik az a kalibrációs fájl, amit a mérés kiértékelésénél fel tudunk használni – a detektorok holtidejének beírása után.

6.3 Detektorok hatásfokának kalibrációja

A detektor kalibrációjához vanádium rudat, illetve háttérrel mérünk az általános 24.5 és 57.5 fokos állásban jó statisztikával. Az adatokat a frissen meghatározott kalibrációs fájl alapján előkészítjük. A vanádium inkoherens szóró, azonban tartalmaz Bragg-csúcsokat is: ezeket kell kivágni egy fitteléssel, elcsúsztatásos technikával (a detektor egyik pozícióban mért jelét osztjuk a másikkal – ekkor egy lassan változó görbét kapunk, amiből a Bragg-csúcsok alul-felül kilógnak)

```
Ezután az alábbi szkriptet lefuttatjuk, ami : for i in {1..10}; do scnd=$((i+10));
echo $scnd; ../create_efficiency_from_vanadium.py vanadium_${i}_ndt
bckg_${i}_ndt Cagliotti{U V W} λ 3.03 0 0.0184 5.08 2 vanadium_${scnd}_ndt
bckg_${scnd}_ndt 2; done
```

Ez a Cagliotti paraméterek, hullámhossz, rácsállandó (3.03 Å), átlagos négyzetes eltérés, koherens majd inkoherens szórási keresztmetszet, eltolási technika(2) és a két kép hányadosát 2. fokú polinommal közelítve meghatározza a Bragg-csúcsok intenzitását és kivonja őket ez eredeti adatból, amit a megfelelő vanadium*_ndt_efficiency.dat fájlba tesz. Az illeszkedéseket a következő szkripttel nézhetjük meg: for i in {1..10}; do xmgrace -block van_twopos_\${i}_ndt_efficiency.dat -bxy 1:4 -block vanadium_\${i}_ndt_efficiency.dat -bxy 1:5 ; done

1. Melléklet: A berendezés néhány fontos – látszólag bonyolult – egységének áttekintése

6.4 Torony

A toronyban alulról felfelé haladva a következő egységeket találjuk (2. és 3. ábrák):

1. Főkapcsoló (jobb oldalt)
2. Előtét-ellenállások
3. A monokromátorházban lévő mozgatható szegmens vezérlője
4. A diffraktométer kör szervomotorjainak tápegysége kettesével csoportosítva
5. A következő 3 tálcán találjuk a diffraktométer motorok encoder és vezérlő-jel átvezetéseit, tápellátását
6. Az e feletti CAMAC keret jobbról balra a következő egységeket tartalmazza:

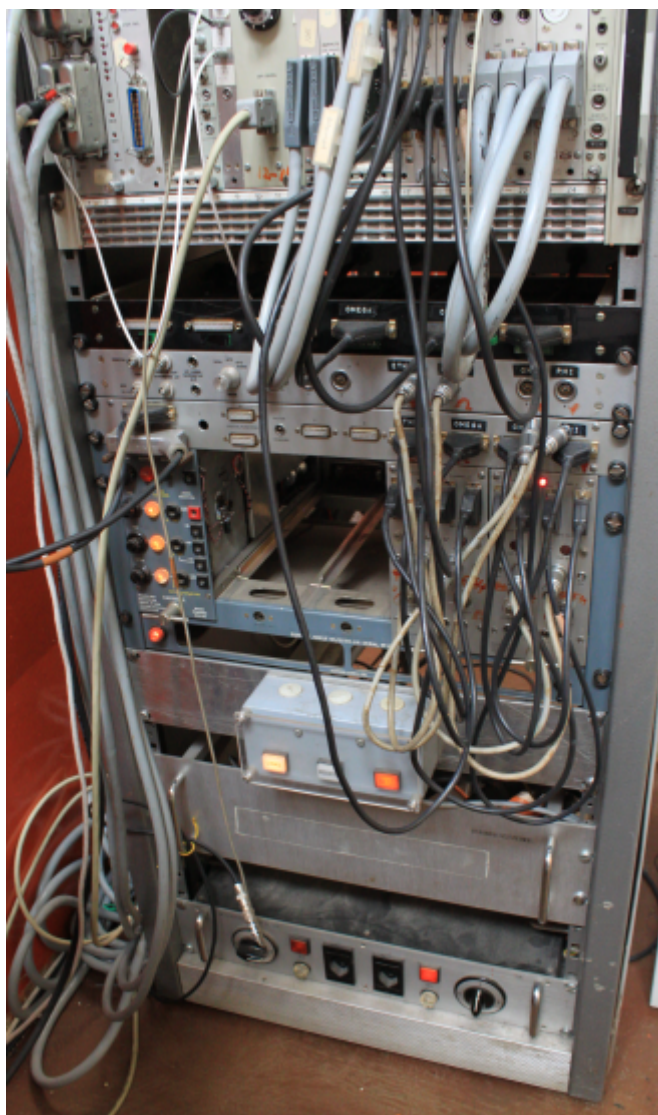


Figure 2: Torony alsó része



Figure 3: Torony felső része

- CAMAC soros keretvezérlő
- számítógép interfész
- a 4 diffraktométer motor vezérlője
- 1-1 digitális ki és bemenet, ami tartalmazza a motorok biztonsági reléjét, a léptető motor kiválasztót és visszajelentő jeleket fogadja
- monitorszámláló tápegysége
- amplitudóillesztő egység
- monitorszámláló fogadóegysége
- monokromátor(léptető) motor vezérlője
- monokromátor motorok encodereinek fogadóegysége

7. monokromátor motorok elektromos egysége

8. NIM keret az alábbi egységekkel jobbról balra:

- monitorszámláló tartalékegysége
- nagyfeszültségű tápegység
- time-delay egység
- modul
- ORDELA detektor pozíció kódolója

9. vezérlő számítógép

6.5 Detektor alatti NIM modul

A következő egységeket tartalmazza jobbról balra (4 ábra):

- 4 csatornás nagyfeszültségű tápegység
- PSD modul – számítógép interfész (tartalék és egy használatban lévő)
- PSD modul (előbb a félhüvelykes, majd az egyhüvelykes detektorok részére)

2. Melléklet: A default fájl

A default fájl szolgál arra, hogy a reprodukálhatóság szempontjából fontos eseményeket, beállításokat rögzítsük. Lényegében elektronikus jegyzőkönyvként szolgál. Fontos tulajdonsága, hogy minden eleme rögzítésre kerül a mérési adatfájlban.

Egy példával:

```
no collimator - before monitor.. -- beállítások a monokromátor és a monitorszámláló között
r6.5/h4.0/u23/d18... -- beállítások a monitorszámláló és a minta közötti neutron útban
vanadium can 8mm -- mintatartó általános leírása
furnace(z=+3mm set at 2020.03.16).. -- az alkalmazott mintakörnyezet leírása
regular MTEST ver 3.1... -- minta-detektor közötti neutron útban lévő elemek leírása
regular_position+Ordela LLD.. -- detektorok leírása (pl. ORDELA diszkriminátor beállításai)
1800 -- alapértelmezett pillanatképek mentési ideje másodpercenként
10 -- motorok száma
MTilt 2637 1000 4150 -- mindegyiknél: motor_név jelenlegi_pulzus minimum_pulzus
Y_NA esetében szögértékben is)
MShift 4000 200 7000
MRotate 32769 23568 39051 20.422222
DArmRotate 3101 0 4289 39.730000
Phi 35272 1268 64268 25.040000
Chi 32770 32268 51268 0.020000
```

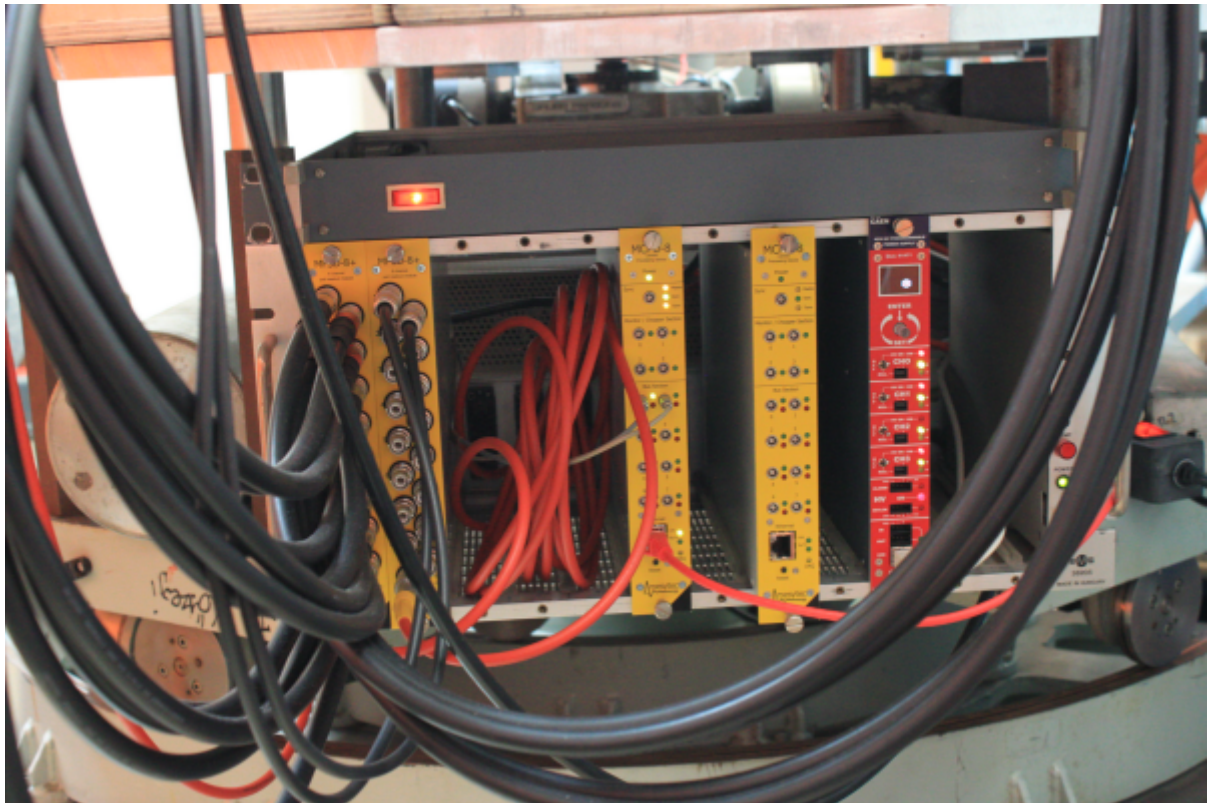



Figure 4: A detektor alatti NIM modul

```

Omega -1 35268 40868 42949345.270000
2Theta 38518 34368 39618 57.500000
X_NA 32768 2768 62768 0.0
Y_NA 32768 5768 59768 0.0
2 9 55 55 -- PSD detektormodulok (ORDELA detektor alapértelmezett
diszkriminátorai minden egyes modulra
0 0 High_near_down_81 37 280 800 -- Minden egyes PSD csőre: modul száma (0-tól); beme
0 1 High_near_cent_79 43 280 800
0 2 High_near_up_82 52 280 800
0 3 High_far_downcent_83 43 280 800
0 4 High_far_centup_88 37 280 800
0 5 Low_down_85 51 280 800
0 6 Low_cent_86 42 280 800
0 7 Low_up_87 38 280 800
1 0 Small_tube 40 280 790

```

References

- [1] A. Møllergård, "Calibration of the SLAD diffractometer", 2003. Letölthető a https://www.szki.hu/temla/rmcpow_tutorial_win_nflp.zip címről.