



# SuperNova

Röntgendiffraktometersystem

## Bedienungsanleitung

**Version 1.9, September 2014**

**Agilent Technologies XRD Products**

10 Mead Road, Yarnton, Oxfordshire. OX5 1QU, Großbritannien

Tel.: +44 (0)1865 291600

Fax: +44 (0)1865 291601

<http://www.agilent.com/chem>



**Agilent Technologies**

## Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Gemäß US-amerikanischem und internationalem Urheberrecht darf dieses Handbuch ohne vorheriger Zustimmung und schriftlichem Einverständnis der Agilent Technologies, Inc. weder in Teilen noch als Ganzes in jedweder Form oder Art (einschl. elektronischer Speicherung und Abfragung oder Übersetzung in eine Fremdsprache) reproduziert werden.

## Hilfe und Unterstützung

<http://www.agilent.com/find/assist>

## Gewährleistungsbeschränkungen

Die vorstehende Gewährleistung gilt nicht für Mängel, die durch unsachgemäße oder unzureichende Wartung durch den Käufer, vom Käufer bereitgestellte Software oder Schnittstellen, unzulässige Veränderungen oder Missbrauch, Betrieb außerhalb der angegebenen Spezifikationen für das Produkt oder unsachgemäße Vorbereitung oder Wartung entstehen. Es werden keine anderen ausdrücklichen oder stillschweigenden Gewährleistungen erteilt. Agilent Technologies lehnt ausdrücklich die stillschweigende Gewährleistung der Marktgängigkeit oder Eignung für einen bestimmten Zweck ab.

## Gewährleistung

**Die in diesem Dokument enthaltenen Informationen werden in vorliegendem Zustand bereitgestellt und können ohne vorherige Ankündigung in künftigen Ausgaben geändert werden. Des Weiteren lehnt Agilent im größtmöglichen, nach geltendem Recht zulässigen, Umfang jegliche Gewährleistungen, ausdrücklich oder stillschweigend, in Bezug auf dieses Handbuch und die darin enthaltenen Informationen ab, einschließlich aber nicht begrenzt auf stillschweigende Garantien der Marktgängigkeit oder Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler bzw. für Neben- oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Bereitstellung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder einer hierin enthaltenen Information. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine separate schriftliche Vereinbarung mit Garantiebedingungen bezüglich des in diesem Dokument enthaltenen Materials ausgehandelt wurde, welche diesen Bedingungen widersprechen, gelten die Garantiebedingungen in der separaten Vereinbarung.**

## Technologie-Lizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hard- und/oder Software wird unter einer Lizenz bereitgestellt und darf nur in Übereinstimmung mit den Bedingungen dieser Lizenz verwendet bzw. kopiert werden.

## Beschränkte Rechte der US-Regierung

Ist die Software für den Einsatz in der Leistung eines Haupt- oder Untervertrags mit der US-Regierung bestimmt, wird die Software als „kommerzielle Computersoftware“ gemäß DFAR 252.227-7014 (Juni 1995), als „kommerzieller Gegenstand“ gemäß FAR 2.101 (a), als „eingeschränkte Computersoftware“ gemäß FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) oder gemäß anderen entsprechenden behördlichen Anordnungen oder Vertragsklauseln geliefert und lizenziert. Die Verwendung, Vervielfältigung oder Weitergabe von Software unterliegt den handelsüblichen Lizenzbedingungen von Agilent Technologies und Behörden der US-Regierung, die nicht dem US-Verteidigungsministerium angehören, erhalten keine über die eingeschränkten Rechte gemäß FAR 52.227-19 (c) (1-2) (Juni 1987) hinaus gehenden Rechte. US-Regierungs-Nutzer erhalten keine über die eingeschränkten Rechte gemäß FAR 52.227-14 (Juni 1987) bzw. DFAR 252.227-7015 (b)(2) November 1995 hinausgehenden Rechte, wie sie für alle technischen Daten gelten.

## Sicherheitshinweise

### VORSICHT

Ein VORSICHTshinweis weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebs- bzw. Verfahrensablauf o. ä. aufmerksam, der bei falscher Durchführung oder Missachtung zu einer Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Fahren Sie bei einem VORSICHTshinweis erst fort, wenn Sie alle angegebenen Anforderungen vollständig verstanden und die Bedingungen erfüllt haben.

### WARNUNG

Ein WARNUNGENhinweis weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebs- bzw. Verfahrensablauf o. ä. aufmerksam, der bei falscher Durchführung oder Missachtung zu Personenschaden oder Tod führen kann. Fahren Sie bei einem WARNUNGENhinweis erst fort, wenn Sie alle angegebenen Anforderungen vollständig verstanden und die Bedingungen erfüllt haben.

# Sicherheitsübersicht

## Allgemeine Sicherheitsvorkehrungen

Die folgenden allgemeinen Sicherheitsvorkehrungen müssen während allen Betriebsphasen des Geräts berücksichtigt werden. Die Missachtung dieser Sicherheitsvorkehrungen oder bestimmter Warnhinweise an anderen Stellen dieses Handbuchs stellt eine Verletzung der Sicherheitsstandards der Bauweise, Herstellung und der vorgesehenen Verwendung des Gerätes dar.

Agilent Technologies Inc. übernimmt keine Haftung bei Missachtung dieser Voraussetzungen durch den Kunden.

Vor der Inbetriebnahme das Gerät und Handbuch auf Sicherheitshinweise und -anweisungen durchgehen. Diese Hinweise und Anweisungen müssen befolgt werden, um einen sicheren Betrieb des Geräts zu gewährleisten und das Gerät in sicherem Zustand zu erhalten.

## Allgemeines

Dieses Produkt ist ein Gerät der Schutzklasse 1 (mit einem Schutzleiteranschluss ausgestattet). Die Schutzfunktionen dieses Produktes werden möglicherweise unterlaufen, wenn das Produkt nicht wie in der Betriebsanleitung angegebenen verwendet wird.

## Umweltbedingungen

Dieses Gerät ist für den Innenraumeinsatz bei Überspannungskategorie II in einem Umfeld mit Verschmutzungsgrad 2 bestimmt.

Die Netzspannungsanforderungen und den Betriebstemperaturbereich entnehmen Sie bitte den Tabellen für technische Angaben.

## Vor der Inbetriebnahme

Stellen Sie sicher, dass alle Sicherheitsvorkehrungen getroffen sind. Der Netzkabelanschluss des Geräts dient dazu, das Gerät bei Gefahr vom Netz zu trennen. Das Gerät muss so positioniert werden, dass der Bediener leichten Zugang zum Netzkabelanschluss hat.

## Das Gerät erden

Zur Verringerung der Stromschlaggefahr sind das Gehäuse und die Abdeckung des Geräts an eine elektrische Schutzterde anzuschließen. Das Gerät muss über eine geerdete Netzleitung an ein Wechselstromnetz angeschlossen werden, wobei der Schutzleiter fest mit einer elektrischen Masse (Erdung) an der Netzdose anzuschließen ist. Jede Unterbrechung des Schutzleiters (Erdung) oder Abschaltung des Schutzleiteranschlusses stellt eine potenzielle Stromschlaggefahr dar, die zu Personenschaden führen kann.

## Nicht in einer explosionsfähigen Atmosphäre betreiben

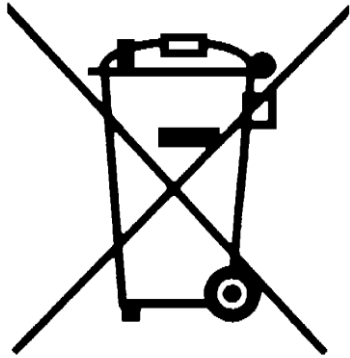
Das Gerät darf nicht in der Nähe von entzündbaren Gasen oder Dämpfen betrieben werden.

## Die Geräteabdeckung nicht entfernen

Das Bedienpersonal darf die Geräteabdeckungen nicht entfernen. Ein Austausch von Komponenten und interne Anpassungen dürfen nur von qualifiziertem Personal vorgenommen werden.

Geräte, die beschädigt oder defekt zu sein scheinen, sollten außer Betrieb genommen und vor unbeabsichtigter Inbetriebsetzung gesichert werden, bis sie durch qualifiziertes Wartungspersonal repariert werden können.

## Umweltinformationen



Dieses Gerät entspricht den Marketinganforderungen der EEAG-Richtlinie (2002/96/EC). Das angebrachte Etikett weist darauf hin, dass dieses elektrische/elektronische Gerät nicht im Hausmüll entsorgt werden darf.

Nicht im Hausmüll entsorgen.

Um unerwünschte Produkte zurückzugeben, wenden Sie sich bitte an Ihre lokale Agilent Geschäftsstelle bzw. besuchen Sie [www.agilent.com/environment/product/](http://www.agilent.com/environment/product/) für zusätzliche Informationen.

## Wichtige Informationen

Diese Bedienungsanleitung bezieht sich auf das SuperNova-System, das von Agilent Technologies Singapore (ATSI) in Polen hergestellt wird.

Produkt:	SuperNova, Einzel- oder Doppel-Röntgenquelle
Modell-Typ:	CCD (Eos, EosS2, Atlas, AtlasS2, Titan oder TitanS2)
Elektrische Nennwerte:	1/N AC 200-240V 50/60Hz 900W (ggf. 100-120V)

### Vor Inbetriebnahme des Systems, LESEN SIE BITTE DIE BEDIENUNGSANLEITUNG.

Dieses Produkt darf nur von gesetzlich dazu befugten Personen gehandhabt werden.

Wenn das Gerät auf eine nicht in der Bedienungsanleitung angeführte Art benutzt wird, werden die im Gerät eingebauten Schutzfunktionen möglicherweise unterlaufen.

#### Wichtiger Gesundheits- und Sicherheitshinweis

Bei der Rücksendung von Komponenten zur Wartung oder Reparatur ist es wichtig, die jeweilige Sendung mit einer unterzeichneten Erklärung einzuschicken, die klarstellt, dass das Produkt keiner gefährlichen Kontamination ausgesetzt war bzw. geeignete Verfahren zur Dekontamination des Produkts vorgenommen wurden und das Produkt somit sicher zu handhaben ist.

Es wurde darauf geachtet, dass die Informationen in diesem Handbuch korrekt und auf einem angemessenen Niveau sind. Bitte informieren Sie Agilent Technologies, wenn Sie Vorschläge zu Korrekturen oder Verbesserungen an diesem Handbuch haben.

Der SuperNova Kundendienst und Support steht Ihnen bei technischen und betrieblichen Fragen wie nachfolgend angeführt zur Verfügung.

- **Web:** [www.agilent.com/chem/contactus](http://www.agilent.com/chem/contactus)
- **E-Mail:** [XRDSupport@agilent.com](mailto:XRDSupport@agilent.com)
- **Tel.:** +44 (0) 1865 291600 zwischen 8.00 und 16.30 Uhr (britische Zeit), Montag bis Freitag
- **Fax:** +44 (0) 1865 291601

Agilent Technologies erkennt alle Warenzeichen und Registrierungen an.

Urheberrechte © 2014 Agilent Technologies Limited. Alle Rechte vorbehalten. Dieses Dokument darf ohne vorherige schriftliche Genehmigung von Agilent Technologies weder in Teilen noch als Ganzes oder in irgendeiner Form oder auf irgendeine Weise reproduziert oder vertrieben oder in einer Datenbank oder einem Datenabfragesystem gespeichert werden.

Originalanleitung des Herstellers in englischer Sprache.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Gesundheits-und Sicherheitsinformationen</b>	<b>9</b>
1.1 Allgemeines	9
1.2 Elektrische Sicherheit	10
1.2.1. Potenzielle Elektrische Gefährdungen	10
1.2.2. Empfohlene Vorsichtsmaßnahmen	10
1.3 Sicherheit bei Mechanischer Handhabung	11
1.4 Sichere Mechanische Verfahrensweisen	11
1.5 Mechanische Beanspruchung	11
1.6 Bewegliche Teile	11
1.7 Röntgenstrahlung	12
1.8 Extreme Temperaturen	13
1.9 Vakuum	13
1.10 Hochdruck	13
1.11 Gefährliche oder Giftige Stoffe	14
1.12 Wartung	14
<b>2. Einführung</b>	<b>15</b>
2.1 Umfang	15
2.2 Zur Verwendung dieses Handbuchs	15
2.3 Systemübersicht	15
<b>3. Technische Daten</b>	<b>16</b>
3.1 Umweltvoraussetzungen	16
3.2 Versorgungsanschlüsse	17
3.2.1. Stromversorgung	17
3.2.2. Wasserkühlung	17
3.3 Leistungsdaten	17
3.3.1. Röntgenstrahler	17
3.3.2. CCD-Detektor	18
3.3.3. PC-CCD-Schnittstelle	19
3.3.4. Vierkreis-Kappa-Goniometer	19
3.4 Elektrische Kenndaten	20
<b>4. Technische Beschreibung</b>	<b>21</b>
4.1 Überblick über SuperNova	21
4.2 Microfocus-Röntgenquelle	23
4.3 SuperNova-Röntgengenerator	24
4.4 Wasserkühler	25
4.5 Elektronik-Rack	26
4.5.1. Wasserverteiler	26
4.5.2. EA-Kasten für Sicherheitsverriegelungen	26
4.5.3. Vakuumsensor und -pumpe	27
4.5.4. Ethernet-Switch	27
4.5.5. Piezomotortreiber	27
4.6 Software	27
4.7 Niedertemperaturoption	27
4.8 Sicherheitsvorrichtungen	28

<b>5. Informationen zu Handhabung, Installation, Lagerung und Transport.....</b>	<b>29</b>
5.1 Warenempfang und Handhabung.....	29
5.1.1. Lieferung.....	29
5.1.2. Auspacken.....	29
5.1.3. Mechanische Handhabung.....	30
5.2 Installation und Inbetriebnahme.....	31
5.2.1. Vorbereitung des Aufstellungsortes und der Versorgungsanschlüsse.....	31
5.2.2. Inbetriebnahme.....	33
5.2.3. Installationsverfahren.....	33
5.3 Lagerung.....	34
<b>6. Bedienung.....</b>	<b>35</b>
6.1 Bedienelemente und Anzeigeelemente.....	35
6.1.1. Liste der Bedienelemente.....	35
6.1.2. Stromversorgung.....	35
6.1.3. Liste der Anzeigeleuchten.....	37
6.2 Microfocus-Röntgenquelle.....	38
6.2.1. Röntgenstrahlerzeugung.....	38
6.2.2. Wasserkühlung.....	39
6.2.3. Temperatursensor.....	39
6.2.4. Vakuumpumpe.....	39
6.2.5. Bedienung des Sicherheits-Shutters.....	40
6.2.6. Rotation der Strahlenblende.....	40
6.3 Systemstart.....	41
6.3.1 Aufwärmverfahren der Microfocus-Röntgenröhre.....	41
6.4 Standby-Betrieb und reguläres Herunterfahren.....	42
6.5 Not-Aus.....	43
6.5.1. Not-Aus-Prozedur.....	43
<b>7. Wartungspläne.....</b>	<b>44</b>
7.1 Einführung.....	44
7.2 Wöchentlicher Wartungsplan.....	44
7.3 Monatlicher Wartungsplan.....	44
7.4 Halbjährlicher Wartungsplan.....	45
7.5 Jährlicher Wartungsplan.....	45
7.6 Wartungsplan nach 10 000 Betriebsstunden.....	45
<b>8. Wartungsanweisungen.....</b>	<b>47</b>
8.1 Feinanpassung der Geräteparameterdatei.....	47
8.2 Justierung des Videomikroskops.....	48
8.3 Kontrolle der Türsicherheitsverriegelungen.....	50
8.4 Kontrolle des Not-Aus.....	50
8.5 Intensitätskontrolle der Röntgenstrahlung.....	51
8.6 Abpumpen von Vakuum aus dem CCD-Detektor.....	51
8.7 Justierung des Niedertemperatur-Aufsatzes.....	53
8.8 Reinigung der Wasserfilter.....	55
8.9 Auffüllung des Wasservorrats.....	56
<b>9. Störungsbehebung.....</b>	<b>58</b>
<b>10. Ersatzteile.....</b>	<b>66</b>

10.1 Sicherungen .....	66
10.2 Lampen.....	66
<b>11. Hinweise zur Entsorgung .....</b>	<b>67</b>
11.1 Röntgenröhre und CCD-Detektor .....	67
11.2 Ausrüstung von Fremdherstellern .....	67
<b>12. Zusatzinformationen .....</b>	<b>68</b>
12.1 Information von Fremdherstellern.....	68
12.2 Zeichnungen.....	69

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Komponenten eines typischen SuperNova-Systems.....	21
Abbildung 2 Computer und Monitor.....	21
Abbildung 3 Ansicht eines typischen Diffraktometers .....	22
Abbildung 4 Goniometer Phi-, Kappa-, Omega- und Theta-Achsen (dargestellt an einem typischen Diffraktometer) .....	23
Abbildung 5 Im Inneren des SuperNova-Röntgenstrahlers .....	24
Abbildung 6 Luftkühlmodul.....	25
Abbildung 7 Wasserverteiler und -behälter.....	26
Abbildung 8 EA-Kasten Steuerungsfenster .....	27
Abbildung 9 Lage der Schalter .....	36
Abbildung 10 Status-LEDs des SuperNova-Röntgengenerators .....	38
Abbildung 11 Microfocus Röntgenquelle auf SuperNova-Diffraktometer montiert.....	38
Abbildung 12 Rotieren der Primärstrahlfängerposition .....	40
Abbildung 13 CrysaliSPro Schnittstelle zum Röntgengenerator .....	42
Abbildung 14 Einstellungen des Goniometerkopfs .....	48
Abbildung 15 Einstellungen des Videomikroskops .....	48
Abbildung 16 Ansicht des Abpumpanschlusses des Titan CCD-Detektors .....	52
Abbildung 17 Ansicht des Abpumpanschlusses des Eos CCD-Detektors .....	52
Abbildung 18 Ansicht des Abpumpanschlusses des AtlasS2-Detektors .....	52
Abbildung 19 Helijet-Adapterplattenschrauben .....	54
Abbildung 20 Ausgangsposition zur Helijet-Justierung .....	54
Abbildung 21 Helijet-Justierungshinweis .....	54
Abbildung 22 Wasserfilter .....	56
Abbildung 23 Empfohlener Aufstellungsplan von SuperNova .....	69
Abbildung 24 SuperNova-Systemabmessungen (erweitert) .....	70

# 1. Gesundheits- und Sicherheitsinformationen

## 1.1 Allgemeines

Das System wurde zur ordnungsgemäßen Nutzung konstruiert und kann auf diese Weise sicher betrieben werden. Alle Benutzer von SuperNova sollten sich der bestehenden potentiellen Gefahren bewusst sein, welche in und in der Umgebung von solchen Geräte auftreten, und wissen, wie sie mögliche Personen- und Sachschäden, die sich aus inadäquater Handhabung ergeben, vermeiden können. Dieser Abschnitt enthält eine Beschreibung der potentiellen Gefahren und Anweisungen zu deren Vermeidung.

In diesem Handbuch werden die folgenden Darstellungskonventionen verwendet:



**Kennzeichnet einen Warn- oder Vorsichtshinweis. Wenn Sie dieses Symbol auf einem Produkt bemerken, beachten Sie unbedingt die in den Handbüchern enthaltenen näheren Informationen zu diesen Warn- bzw. Vorsichtshinweisen, um Personen- bzw. Produktschäden zu vermeiden.**

Warnsymbole am Gerät:



**Schutzleiterklemme**



**Erdungs- (Masse-) klemme**



**VORSICHT  
Stromschlaggefahr**



**VORSICHT  
Siehe Begleitpapiere**



**WARNUNG  
Strahlungsgefahr. Nach Einschalten produziert dieses Gerät Röntgenstrahlung**



**(CANADA) WARNUNG  
Strahlungsgefahr. Nach Einschalten produziert dieses Gerät Röntgenstrahlung**



**VORSICHT  
Fingerklemmgefahr zwischen beweglichen Teilen**

Siehe Originalanleitungen des Herstellers zu Sicherheitsdaten von Drittgeräten, die im Lieferumhang dieses Systems enthalten sind. Eine Liste dazu ist in diesem Handbuch enthalten.



**WARNUNG  
Gehen Sie kein Risiko ein. Sie tragen Verantwortung für den arbeitssicheren Zustand und Betrieb des Geräts.**

**WARNUNG**

Die Ausrüstung darf nur von zugelassenen Bedienern des Systems bedient und gewartet werden. Ein zugelassener Bediener ist eine Person, die eine Strahlenschutz-Fachschulung vorweisen kann und von Agilent Technologies Personal in die Verwendung von SuperNova eingewiesen wurde.

## 1.2 Elektrische Sicherheit

Bei ordnungsgemäßem Gebrauch wird der Benutzer vor den Gefahren geschützt, die mit den von der Ausrüstung verwendeten Spannungs-, Strom- und Leistungsstufen einhergehen.

### 1.2.1. Potenzielle Elektrische Gefährdungen

Die folgende Liste ist nicht als komplette Aufführung aller elektrischen Gefahren gedacht, die am System vorkommen können, sondern dient nur zur Veranschaulichung der Bandbreite des bestehenden Gefahrenpotenzials:

- Stromschlag
- elektrische Verbrennung
- durch die Elektrik ausgelöster Brand
- Lichtbogen

### 1.2.2. Empfohlene Vorsichtsmaßnahmen

**WARNUNGEN**

Die gesamte, als Teil des Systems gelieferte, elektrische Ausrüstung muss mit einer Schutzerdung versehen sein. Entfernen Sie keine Schutzleiter, da dies die Gefährdung der elektrischen Sicherheit erhöhen kann. Das System muss unbedingt zu jeder Zeit ordnungsgemäß geerdet sein.

Befolgen Sie die örtlichen und nationalen Vorschriften und Verfahren für elektrische Anlagen.

Keine Verriegelungen umgehen, Anschlüsse entfernen, Ausrüstung trennen, Sicherheitsabdeckungen öffnen, Ausrüstung zerlegen oder verändern, außer eine entsprechende Qualifikation und Berechtigung sowie Vertrautheit mit der Bedienung und den damit verbundenen Gefahren dazu liegt vor bzw. es wurde durch einen örtlichen Erlaubnisschein für Elektroarbeiten absolut sichergestellt, dass die Ausrüstung sicher gemacht wurde.

Sicherstellen, dass die Netzstromversorgung mit einer Sicherung von geeigneter Nennleistung oder mit einem Schutzschalter gesichert ist und sie örtlich über einen deutlich gekennzeichneten, gut sichtbaren und leicht erreichbaren Trennschalter isoliert werden kann. Die Stromversorgung trennen, bevor irgendwelche Wartungsarbeiten durchgeführt werden.

Keine ungeschützten Leiter oder Steckverbinder berühren, während die Netzstromversorgung zum System eingeschaltet ist.

Weder Wasser noch Fremdkörper dürfen mit den elektrischen Komponenten der Ausrüstung in Berührung kommen.

**WARNUNG**

Im System liegen Netzspannungen vor. Hochspannungen werden von der Röntgenröhre und der Stromversorgung verwendet.

Nur Personal, das für Arbeiten mit hohen Spannungen und Strömen qualifiziert ist, darf Inspektions- und Wartungsarbeiten an dieser Art von Ausrüstung durchführen.

## 1.3 Sicherheit bei Mechanischer Handhabung

**WARNUNG**

Um eine sichere Handhabung der Komponenten zu garantieren, wurde das Gerät mit Hebepunkten versehen. Eine sichere Handhabungspraxis muss in Übereinstimmung mit örtlichen Vorschriften befolgt werden.

Stellen Sie sicher, dass die Hebepunkte nur für den vorgesehenen Zweck eingesetzt werden.

Das System selbst und einige Komponenten sind schwer und erfordern eine sorgfältige Handhabung. Befolgen Sie sichere Hebeverfahren für schwere Gegenstände, um mögliche Verletzungen durch Überlastung zu vermeiden.

## 1.4 Sichere Mechanische Verfahrensweisen

Bei regulärem Gebrauch sind vonseiten des Personals keine mechanischen Arbeiten nötig. Allerdings können Wartungs- oder Reparaturarbeiten den Zugang zu einem beliebigen Teil des Systems erforderlich machen. Nur Personen, die von Agilent Technologies in Wartungsarbeiten an diesem Gerät geschult wurden, dürfen Wartungsarbeiten an diesem Gerät durchführen.

Wasseranschlüsse müssen in Übereinstimmung mit allen örtlichen und nationalen Sicherheitsvorschriften hergestellt und geprüft werden.

## 1.5 Mechanische Beanspruchung

Das Gehäuse des Sicherungsschaltsschranks schützt das Personal vor verschiedenen Risiken (inkl. elektrischer, mechanischer und thermaler Risikofaktoren und elektromagnetischer Strahlung). Es sollte darauf geachtet werden, das Gehäuse nicht mechanisch zu beschädigen. Die Metallverkleidung des Gehäuses schirmt das Gerät vor einer Aufprallenergie bis zu 5J ab, wobei das transparente Fenster in der Vordertür einer Aufprallenergie bis zu 1J (IK06-Stoßfestigkeitsgrad) standhalten kann. Sollte eine Beschädigung an den Gehäusewänden bzw. dem Fenster festgestellt werden, stellen Sie den Gebrauch des Instruments sofort ein und informieren Sie Agilent Technologies.



IK06

**WARNUNG**

Schützen Sie das Fenster vor mechanischer Beschädigung. Verwenden Sie das Instrument nicht, wenn das Fenster beschädigt ist.

## 1.6 Bewegliche Teile

Im System befinden sich einige bewegliche Teile, die von Elektromotoren angetrieben werden.

**WARNUNG**

Es können Verletzungen auftreten, wenn Kleidungsstücke oder Körperteile von beweglichen Mechanismen erfasst werden.

Halten Sie daher Kleidungsstücke, Hände und andere Körperteile von den beweglichen Mechanismen fern.

**WARNUNG**

**Zwischen den beweglichen Teilen des Goniometers befinden sich einige Stellen, an denen eine potenzielle Fingerklemm- bzw. Schergefahr besteht. Am Goniometer wurden Warndreiecke (wie links abgebildet) sichtbar in der Nähe dieser Stellen angebracht. Hände vom Goniometer fernhalten, wenn sich dessen Teile bewegen.**

Bei geöffnetem Sicherungsschaltenschrank sind die beweglichen Teile deaktiviert. Das SuperNova-System verfügt über zwei **MOTION ENABLE**-Schalter vorne am Goniometer, im Sicherungsschaltenschrank. Während der Ausführung bestimmter Operationen, wie z.B. bei der Befestigung von Proben, muss der Goniometer zwischen bestimmten Positionen bewegt werden, während der Sicherungsschaltenschrank geöffnet ist. Um dies zu erreichen, müssen **BEIDE** Motion Enable-Schalter gedrückt und gleichzeitig gehalten werden. Dies garantiert, dass beide Hände des Bedieners vor potentieller Fingerklemm- und Scheuergefahr geschützt sind.

Sollten die beweglichen Teile des Goniometers durch ein Hindernis blockiert werden, wird die Bewegung automatisch gestoppt und eine kleine Rückwärtsbewegung gemacht, damit das Hindernis gefahrlos gelöst werden kann. Die Kontrollsoftware wird einen Bewegungsfehler melden und auf einen Benutzereingriff warten. Das Neustartverfahren wird im Kapitel zur Störungsbehebung in dieser Bedienungsanleitung erläutert.

## 1.7 Röntgenstrahlung

**WARNUNG**

**Dieses Gerät enthält eine Röntgenröhre. Sorgen Sie dafür, dass sichere Arbeitsverfahren in Bezug auf Strahlung befolgt werden. Halten Sie sich an alle örtlichen, nationalen oder internationalen Vorschriften und Richtlinien. Vorsätzlicher oder grob fahrlässiger Missbrauch des Röntgengenerators bzw. seiner Sicherheitseinrichtungen, einschließlich Sicherheitsverriegelungen und Schrankabschirmung, kann zu schweren Verletzungen oder sogar zum Tod führen.**

Während des Betriebs gibt es einen akzeptablen Röntgenstrahlungswert, der auf den veröffentlichten Empfehlungen zum Risikomanagement der Internationalen Kommission für Strahlenschutz (ICRP) beruht und der Britischen Strahlenschutzkommission (NRPB) mit Sitz in Großbritannien befürwortet wird. Bei der Verwendung in Großbritannien müssen die Ionising Radiations Regulations 1999 eingehalten werden. Außerhalb Großbritanniens gelten die entsprechenden Gesetze des jeweiligen Landes hinsichtlich Registrierung und Inspektion.

Kunden müssen sich ihrer Pflicht dazu bewusst sein, die Sicherheit ihrer Mitarbeiter und Besucher zu sichern.

**WARNUNGEN**

**Um mögliche Personen- und Geräteschäden zu vermeiden, beachten Sie bitte die folgenden Richtlinien:**

- 1. Das System bedienen darf nur autorisiertes Personal mit angemessener Einweisung und Kenntnis der Laborregeln, welche die Verwendung solcher Systeme bestimmen.**
- 2. Bauen Sie niemals die Blende bei laufendem System aus.**
- 3. Betreiben Sie das System nicht ohne Kollimator, sofern keine Justierung des Strahlengangs durchgeführt wird.**
- 4. Benutzen Sie geeignete Röntgenstrahlungsdetektoren für regelmäßige Strahlungskontrollen gemäß Laborregeln.**
- 5. Entsprechend den Empfehlungen von Agilent Technologies, verwenden Sie ausschließlich Röntgenröhren, Röntgengeneratoren, Goniometerköpfe und Kollimatoren**

des Originalherstellers, wie von Agilent Technologies empfohlen. Die Verwendung anderer Produkte kann eine Gefährdung für die Leistung der Abschirmung und des Sicherheitssystems bedeuten und Ihre Garantie ungültig machen.

## 1.8 Extreme Temperaturen

### WARNUNG



Systeme mit einer Niedertemperaturoption verwenden flüssigen Stickstoff und / oder flüssiges Helium als Kühlmittel. Flüssiger Stickstoff und flüssiges Helium sind kryogene Flüssigkeiten und können Erfrierungen verursachen. Tragen Sie beim Umgang mit kryogenen Flüssigkeiten Handschuhe und einen Augenschutz. Weitere Informationen können den dem Gerät beiliegenden Unterlagen entnommen werden.

## 1.9 Vakuum

### WARNUNG



Bei der Handhabung und Verwendung der Röntgenröhren und des CCD-Detektors ist besondere Vorsicht geboten, um Verletzungen durch eine mögliche Implosion der Vakuumröhre zu vermeiden. Tragen Sie einen Augenschutz.

Das Bedienfeld des CCD-Detektors besteht aus Beryllium und kann mit starker Kraftausübung von Hand und leichter Kraftausübung mit einem spitzen Gegenstand schnell beschädigt werden. Diese Schäden können eine Vakuum-Implosion des CCD-Detektors hervorrufen. Es besteht die Gefahr, dem potentiell giftigen Beryllium ausgesetzt zu werden. In einem solchen Fall, schließen Sie die Türen und Blenden des Sicherungsschaltsschranks und suchen Sie fachliche Unterstützung bei der Beseitigung des Berylliums.

Die Microfocus-Röntgenquelle nutzt eine Membranpumpe, um die inneren Teile des Geräts luftleer zu machen. Aufgrund der begrenzten Leistung der Vakuumpumpe ist die Implosionsgefahr gering. Dennoch ist Vorsicht geboten und das Gerät darf nicht unter Vakuum zerlegt werden.

## 1.10 Hochdruck

### WARNUNG



Machen Sie sich mit dem Gesetz zu Hochdruckgasflaschen bekannt und befolgen Sie es. Hochdruckgasflaschen werden oft verwendet, um Gase aufzubewahren (in der Regel bei einem Druck bis 200 Bar). In den meisten Ländern ist deren Nutzung gesetzlich geregelt.

Ketten Sie die Hochdruckgasflaschen an einen festen Gegenstand oder bewahren sie diese in speziell dazu gebauten Wagen auf.

- Ketten Sie die Hochdruckgasflaschen an einen festen Gegenstand oder bewahren sie diese in speziell dazu gebauten Wagen auf.
- Verwenden Sie ausschließlich zugelassene und geprüfte Hochdruckarmaturen.

## 1.11 Gefährliche oder Giftige Stoffe

Beryllium und Berylliumoxid sind giftige Stoffe. Die entsprechende Handhabungs-, Transport-, Verwendungs-, Lagerungs- und Entsorgungsverfahren und -vorschriften verwenden. Weitere Informationen sind im BrushWellman Sicherheitsdatenblatt Nr. M10 zu finden.

Beryllium ist im Bedienfeld des CCD-Detektors und in den Röntgenröhren enthalten. Es sollte darauf geachtet werden, die Berylliumplatten und -fenster am Detektor und an den Röhren nicht zu berühren.



### **WARNUNG**

**Wenn Beryllium Feuer ausgesetzt wird, kann es zu hochtoxischem Berylliumoxidpulver oxidieren. Die Reste eines Brandes auf keinen Fall beseitigen, sondern der zuständigen örtlichen Behörde mitteilen, dass es zu einem Zwischenfall mit möglicher Beryllium- oder Berylliumoxidkontamination kam.**

## 1.12 Wartung

Der Hersteller übernimmt keine Verantwortung für die Sicherheit, Zuverlässigkeit oder die Leistungsfähigkeit des Geräts, ausgenommen dass Montagearbeiten, Erweiterungen, Neueinstellungen, Änderungen bzw. Reparaturen nur von Personen durchgeführt werden, die vom Hersteller dazu autorisiert wurden. Untereinander austauschbare Teile, die während des Betriebs verschleissen, müssen in den vorgegebenen Intervallen gewartet und ausgetauscht werden.

## 2. Einführung

### 2.1 Umfang

Diese Bedienungsanleitung bezieht sich auf das SuperNova-System, welches von Agilent Technologies hergestellt wird.

### 2.2 Zur Verwendung dieses Handbuchs

Dieses Handbuch richtet sich an die Bediener und das Wartungspersonal des SuperNova-Systems. Die Bediener des Systems sollten PC-Kenntnisse besitzen, mit Röntgenbeugungstechniken vertraut sein, im Gebrauch des SuperNova-Systems durch Mitarbeiter von Agilent Technologies geschult worden sein und Schulungen zum Strahlenschutz erhalten haben.

Dieses Handbuch soll den Bedienern einen praktischen Leitfaden für das System und seine Bedienung bieten. Dadurch soll der Benutzer sich mit den Funktionen des Systems vertraut machen können und ein besseres Verständnis der Systembedienung erhalten.

Alle Personen, die das System bedienen sollen oder mit den Systemkomponenten in Kontakt kommen können, müssen den Abschnitt **GESUNDHEITS- UND SICHERHEITSINFORMATIONEN** dieses Handbuchs lesen. Dieser Abschnitt liefert grundlegende Informationen, welche die Sicherheitsgefahren im Umgang mit der Ausrüstung hervorheben.

Weitere detaillierte Informationen und Anweisungen zu den Komponenten des Systems sind in den Handbüchern ihrer jeweiligen Hersteller zu finden, die dem System beigelegt sind und in diesem Handbuch aufgeführt sind. Diese Handbücher müssen ebenfalls vor dem Betrieb des Systems gelesen und verstanden werden.

Zweck dieses Handbuchs ist es:

- die Bedienung des Geräts zu erläutern
- erklären, wie eine Schnittstelle zum Gerät herzustellen ist
- die Leistungsmerkmale des Geräts aufzuführen
- die Funktionsweise des Geräts zu beschreiben
- Unterstützung bei einfacher Fehlersuche und Wartungsarbeiten zu bieten

### 2.3 Systemüberblick

SuperNova-Systeme sind Einkristall-Diffraktometer, die mithilfe der Röntgenbeugung die Kristallstruktur von Stoffen bestimmen. Sie sind für den Einsatz mit Einkristallen von chemischen Stoffen (anorganischen, organischen oder metallorganischen), mineralogischen und biologischen Proben bestimmt. SuperNova-Systeme können auch in der Analyse von Pulverproben eingesetzt werden. Die vorgesehenen Proben müssen eine maximale Gitterkonstante von 500 Angstrom für makromolekulare PX-Systeme haben.

SuperNova-Systeme können mit Kristallkonditioniergeräten verwendet werden. Insbesondere sind dies Nieder- und Hochtemperaturkammern und Hochdruckzellen. Einige kleinere Modifikationen von Agilent Technologies können erforderlich sein, um die Nutzung dieser Geräte zu ermöglichen.

## 3. Technische Daten

### 3.1 Umweltvoraussetzungen

Es ist wichtig, die Klimabedingungen im Labor zu kontrollieren, um sicherzustellen, dass der CCD-Detektor nicht beschädigt wird. In der Regel sollte eine Klimaanlage installiert werden, um die Raumtemperatur und Luftfeuchtigkeit innerhalb der unten aufgeführten Bereiche zu halten. Besonders wichtig ist die relative Luftfeuchtigkeit, da der CCD und seine Kühlrohre bis zu ~ 15 °C reichen können, wobei es aber zu keinem Zeitpunkt zu Kondensierung auf dem CCD kommen darf.

**Das SuperNova-System kann entweder durch seine Umgebungsluft oder über eine externe Wasserversorgung gekühlt werden. Diese Entscheidung muss bei der Bestellung des Geräts getroffen und Agilent Technologies mitgeteilt werden, damit die Hardware entsprechend vor dem Versand vorkonfiguriert werden kann.**

**Eine Umkonfigurierung kann auch noch während der Installation von Technikern der Agilent Technologies durchgeführt werden. In diesem Fall treten jedoch zusätzliche Kosten auf. Die Umweltvoraussetzungen für beide Konfigurationen sind unten dargestellt.**

Lufttemperatur im Raum während des Betriebs. 18 – 25 °C

SuperNova gibt 1170 Watt an Wärme ab, ausschließlich etwaiger optionaler Kryogeräte.

Stabilität der Umgebungstemperatur während des Betriebs ± 1 °C

Lagerungstemperatur >10°C  
<40°C

Relative Luftfeuchtigkeit 20 - 80 % nicht kondensierend

Ort Saubere, staubfreie Umgebung  
>2m Abstand zu Klimaanlage oder Heizungen

Tragfähigkeit des Untergrunds Muss das Systemgewicht von ~450 kg auf einer Grundfläche von 80x60 cm tragen können

## 3.2 Versorgungsanschlüsse

### 3.2.1. Stromversorgung

Gesamtleistungsbedarf	200-240V~ (optional 100-120V~) 32 A
Anzahl der erforderlichen Steckdosen	1 einphasige Steckdose 16 A/200-240 V (32 A/100-120 V) für das Diffraktometer-System (bestehend aus Goniometer, Schnittstelle, Wasserkühler, Generator usw.)  4-6 einphasige Steckdosen (für Temperaturvorsatzgeräte, PC und Bildschirm)
Spannungsschwankung	< ± 10 % (mit Netzregler, sofern vorhanden, falls notwendig, angepasst)
Lage der Steckdosen	An der Wand hinter dem System
Schutzvorrichtungen	Schutzschalter für alle eingebauten Steckdosen

### 3.2.2. Wasserkühlung

Dies ist nur erforderlich, wenn das SuperNova-System keinen Luft-Wasser-Kühler verwendet.

Minstdurchfluss	1 L/min
Druck	1 – 3 Bar Anzeigedruck
Rücklaufdruck	Mindestens 1 Bar weniger als der Zuleitungsdruck ( <b>Bitte achten Sie darauf, den Druck in geschlossenen Wasserkreisläufen zu testen</b> )
Temperaturstabilität	± 5 °C
Temperaturbereich	10 – 20 °C

## 3.3 Leistungsdaten

### 3.3.1. Röntgenstrahler

Die maximale Strahlungsdosis, hervorgerufen durch Zerstreung oder Undichtheit in einer Entfernung von 10cm von seiner beliebigen Außenfläche: < 1µSv pro Stunde

Typische Bedienungsbedingungen:

Röhre	Spannungseinstellung (kV)	Stromeinstellung (mA)	Ausgangsleistung (W)
Mo/Cu-50W-Röhre	50	0.8	40
Ag-44W-Röhre	65	0.62	40

Maximale Bedienungsbedingungen:

Röhre	Spannungseinstellung (kV)	Stromeinstellung (mA)	Ausgangsleistung (W)
Mo/Cu-50W-Röhre	50	1.0	50
Ag-44W-Röhre	65	0.67	44

### 3.3.2. CCD-Detektor

#### 3.3.2.1. Allgemeines

CCD-Chip	Truesense Imaging KAF4320-E
Szintillatormaterial	Gadox
Peltier-Kühlung	-40°C (Drei-Stufen-Kühler)
Temperaturstabilität	± 0.05°C(Mikroprozessor-PID)
Analog-Digital-Auflösung	Echte 18 Bit
Geräuschemission (sog. Ausleserauschen)	<12 e- RMS
Dunkelstrom	<0.05 e-/pix.s
Kommunikation	Gigabit-Ethernet
Auslesezeit (EosS2, AtlasS2, TitanS2)	0.22s (4 x 4 Klasseneinteilung)
	0.38s (2 x 2 Klasseneinteilung)
	0.75s (1 x 1 Klasseneinteilung)
Auslesezeit (Eos, Atlas, Titan)	0.28s (4 x 4 Klasseneinteilung)
	0.46s (2 x 2 Klasseneinteilung)
	1.59s (1 x 1 Klasseneinteilung)

#### 3.3.2.2. Eos- EosS2- Detektoren

Sensorfläche	95mm Durchmesser
Gewicht	10kg
Pixelgröße auf Szintillator	31µm
Faseroptische Reduktion	1.3; Reduktionskegel (Taper) mit niedriger Verzerrung

### 3.3.2.3. Atlas- AtlasS2-Detektoren

Sensorfläche	135mm Durchmesser
Gewicht	16kg
Pixelgröße auf Szintillator	48µm
Faseroptische Reduktion	2.0:1; Reduktionskegel (Taper) mit niedriger Verzerrung

### 3.3.2.4. Titan- TitanS2-Detektoren

Sensorfläche	165 mm Durchmesser
Gewicht	20kg
Pixelgröße auf Szintillator	60 µm
Faseroptische Reduktion	2.5:1; Reduktionskegel (Taper) mit niedriger Verzerrung

### 3.3.3. PC-CCD- Schnittstelle

Kommunikation	Gigabit-Ethernet
Betriebssystem	Win XP / Win 7
Typischer Host-Computer	Pentium IV-Klasse PC >2.8 GHz ≥1.0 Gb RAM 20" Farbdisplay

### 3.3.4. Vierkreis-Kappa-Goniometer

Typ	Vierkreis-Röntgengoniometer mit Kappa-Geometrie
Wirkungskreis der Omega-, Kappa-, Phi-Koinzidenz	10 µm
Maximale Belastung Phi-Achse	2 kg
Auflösung	0.00125 ° bei Omega und Theta 0.0025 ° bei Kappa 0.005 ° bei Phi
Abtastgeschwindigkeitsbereich	0.005 bis 3.0 °/s
Szintillationsdetektor-Winkelbereich	-115 bis 157 °
Abstand zw. Szintillationsdetektor-Winkelbereich und Probe	40 bis 150 mm (je nach Detektor)
Ansprechzeit	3 ms

### 3.4 Elektrische Kenndaten

	<b>Röntgenera- tor</b>	<b>Goniometer- Schnittstelle</b>	<b>CCD-Detektor</b>
Stromanschluss	1/N AC 200-240V (ggf. 100-120V) 50/60 Hz	1/N AC 200-240V (ggf. 100-120V) 50/60 Hz	1/N AC 200-240V (ggf. 100-120V) 50/60 Hz
Maximale Leistungsaufnahme	100W	250 W	125 W
Maximaler Netzstrom	1.2A	1.2 A	1.2 A
Hauptsicherung	6.3A	6.3 A	3.15 A
Erdungsklemme	-	2.5 mm <sup>2</sup> Cu	2.5 mm <sup>2</sup> Cu

	<b>Wasserkühler</b>	<b>Luftkühler- Strahler</b>
Stromanschluss	1/N AC 100/230V 50/60 Hz	1/N AC 100/230V 50/60 Hz
Maximale Leistungsaufnahme	500W	80 W
Maximaler Netzstrom	2.4A (230V)	0.3 A
Hauptsicherung	T 3.15A/230V (T6.3A/110V)	T 1A/230V (T2A/110V)
Erdungsklemme	2.5 mm <sup>2</sup> Cu	2.5 mm <sup>2</sup> Cu

## 4. Technische Beschreibung

### 4.5 Überblick über SuperNova

Das SuperNova-System besteht aus:

1. Einem Geräteschrank mit Elektronik-Rack
2. Luftkühler (nur wenn die Wasser-Luft-Option gewählt wurde)
3. Ein Ständer (optionale Komponente) für den PC, Monitor, Tastatur und Maus
4. Systemsoftware, am PC-Arbeitsplatz installiert



Hinweis:

Die Zahlen in der Abbildung beziehen sich auf die nummerierte Liste oben.

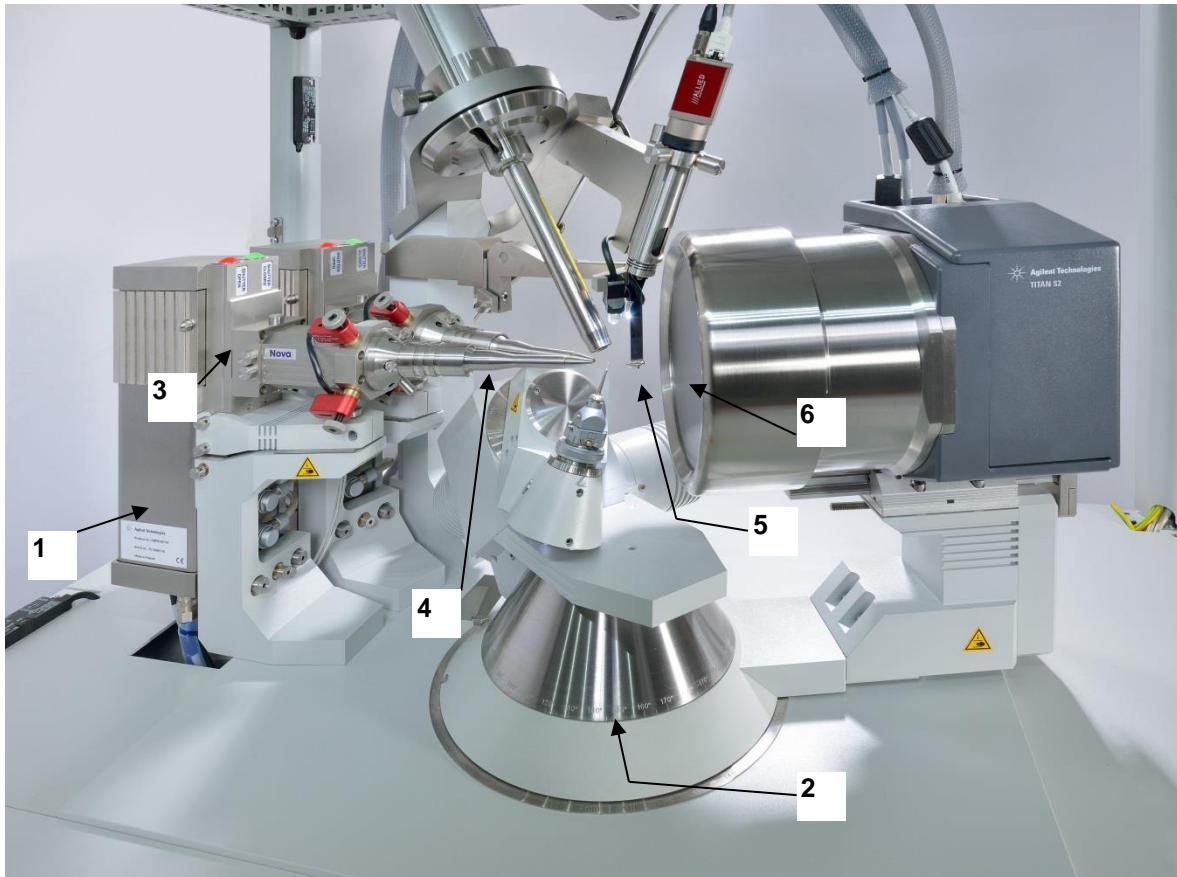
Abbildung 1 Komponenten eines typischen SuperNova-Systems



Abbildung 2 PC und Monitor

Das Diffraktometer und der CCD-Flächendetektor sind in einem Schrank eingebaut. Die Experimentierfläche des Schrankes befindet sich auf dem Elektronik-Rack. Der Wasserkühler für den CCD-Detektor und die Röntgenquelle sind im Rack untergebracht. Der Steuer-PC mit Monitor, Tastatur und Maus ist auf einem Ständer neben dem System montiert.

Das Diffraktometer besteht aus einer oder zwei Röntgenröhren, einem 4-Achs-Kappa-Goniometer (Omega-, Kappa-, Phi und Theta-Achse) für die Probenorientierung mit einem Detektorarm, der mit einer Universalhalterung versehen ist, die alle Agilent Technologies CCD-Flächendetektoren bzw. Szintillationsdetektoren tragen kann. Der CCD-Flächendetektor und der Punktdetektor werden verwendet, um die aus der Probe gebeugten X-Quanten zu messen.



Legende

- |                             |                     |
|-----------------------------|---------------------|
| 1. Röntgenröhre             | 4. Kollimator       |
| 2. 4-Kreis-Kappa-Goniometer | 5. Strahlenblende   |
| 3. Röntgen-Shutter          | 6. Berylliumfenster |

**Abbildung 3 Ansicht eines typischen Diffraktometers**

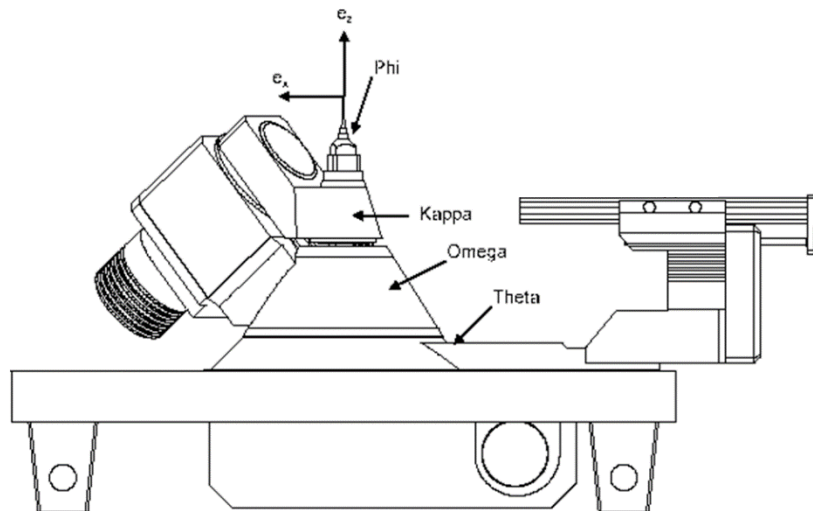
Die Röntgenstrahlen werden durch eine geschlossene Mikrofokus-Röntgenröhre erzeugt, die auf dem Goniometer montiert ist und durch den Hochspannungsröntgengenerator angetrieben wird. Die Röntgenoptik besteht aus einem Hochgeschwindigkeits-Shutter neben dem Röhrenschutzgehäuse, einer Röntgenfokussieroptik und einem Kollimator zur Feinanpassung des Röntgenstrahls.

Die Probe kann mit dem Videomikroskop betrachtet werden, welches am Ständer über dem Gerät angebracht ist. Die Abbildung wird auf dem Computerbildschirm angezeigt.

The Der CCD-Flächendetektor funktioniert nach folgendem Prinzip: Die Röntgenstrahlen gelangen über ein Beryllium-Fenster in den Detektor zur vakuumdichten Detektoreinheit. Ein Szintillationsschirm wandelt die Röntgenphotonen in Licht um, das über einen faseroptischen Reduktionskegel zum wissenschaftlichen CCD-Chip geleitet wird. Das CCD-Signal wird in eine 18-Bit-Auflösung durch eine korrelierte Doppel-Abtastschaltung

mit Analog-Digital-Wandler im Detektorkopf digitalisiert. Die Datenübertragung erfolgt über einen Gigabit-Ethernet-Link zum PC-Arbeitsplatz. Das Steuerprogramm speichert die Daten zur weiteren Analyse auf der Festplatte.

Die vier Goniometer-Achsen werden von mikroprozessorgesteuerten Schrittmotoren mit 12,800 Mikroschritten pro Umdrehung angetrieben.



**Abbildung 4 Die Phi-, Kappa-, Omega- und Thetaachsen des Goniometers (dargestellt an einem typischen Diffraktometer)**

Die Probe wird mithilfe eines CCD-Videomikroskops abgestimmt. Das Probenbild wird auf dem Steuerungs-PC angezeigt. Ein ultrahelles LED-Beleuchtungssystem sorgt für eine brillante Hochkontrast-Beleuchtung der Probe bei allen Goniometerpositionen.

## 4.2 Microfocus- Röntgenquelle

In der Standardkonfiguration enthält diese Quelleneinheit eine geschlossene Mikrofokus-Mo- oder -Cu-Röntgenröhre, einen Doppel-Shutter, eine Röntgenfokussieroptik, einen Kollimator und einen Röntgenblende. Der Name „Mova“ bezieht sich auf die Mo-Quelle und „Nova“ auf die Cu-Quelle. Die Optik wird mit einer Kombination von piezoelektrischen Motoren und manuellen Einstellschrauben positioniert. Sie wurde für den Betrieb mit dem SuperNova Röntgengenerator und dem Nova Wasserkühler von Agilent Technologies entwickelt, die in getrennten Handbüchern beschrieben sind.

Um Hochspannung und Heizstrom zu produzieren, ist die Mikrofokus-Röntgenröhre an ein Modul angeschlossen, welches sich innerhalb des SuperNova Röntgengenerators befindet. Der Spannungsbereich liegt bei 10-50kV. Das mitgelieferte Hochspannungskabel muss zwischen der Röntgenröhre und dem Modul im SuperNova-Röntgengenerator angeschlossen werden.

Die Microfocus-Röntgenquelle enthält sowohl einen Schnell-Shutter als auch einen Sicherheits-Shutter. Der Sicherheits-Shutter dient ausschließlich zu Sicherheitszwecken und reagiert nicht schnell genug, um zeitgesteuerte Aufnahmen eines CCD-Detektors zu machen. Schnelle Aufnahmen werden mit dem Schnell-Shutter gemacht. Der Sicherheits-Shutter wird vom SuperNova-Röntgengenerator, und der Schnell-Shutter von der Systemschnittstelle gesteuert.

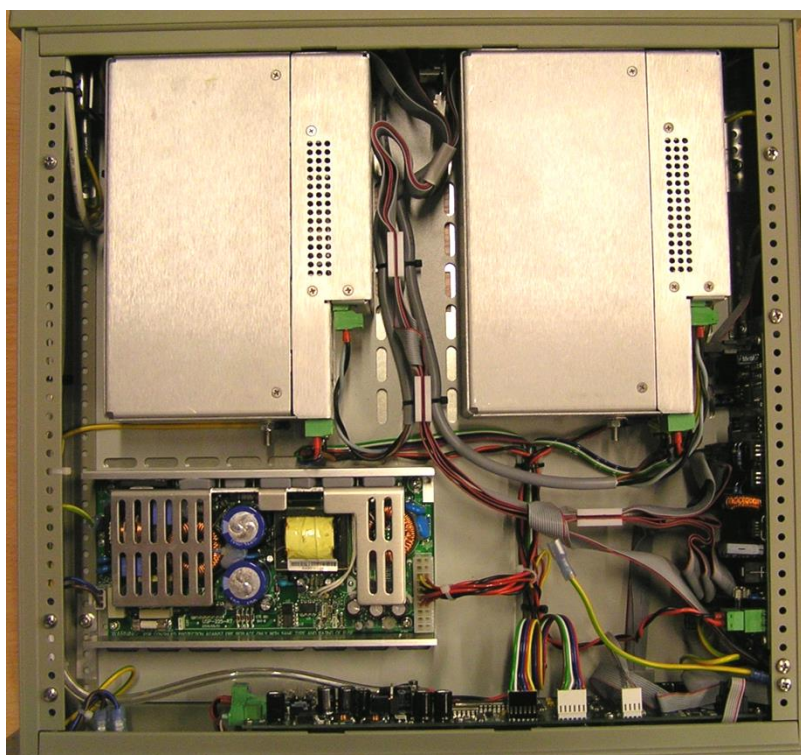
In einer Spezialkonfiguration kann SuperNova mit einer einfachen Microfocus-Ag-Quelle und einem modifizierten Röntgengenerator mit einem Spannungsbereich von 10 bis 65kV bestellt werden.

### 4.3 SuperNova-Röntengenerator

SuperNova-Systeme wurden mit dem Agilent Technologies SuperNova-Röntengenerator geliefert.

Der Röntengenerator befindet sich im Elektronik-Rack im Geräteschrank.

Diese Einheit beinhaltet Netzanschlüsse und Elektronikbauteile, die mit der Kontrolle einer oder zweier Hochspannungs-Röntgenröhren, Shutter-Einsatz und Sicherheitsverriegelungen verbunden sind. Sie versorgt auch eine Pumpe mit Strom, um in der Röntgenoptik Vakuum zu erzeugen, und enthält ein Vakuummeter. Diese Einheit wurde entworfen, um mit der Microfocus-Röntgenquelle von Agilent Technologies betrieben werden zu können, was in einem separaten Handbuch beschrieben wird. Die untere Abbildung zeigt zwei Hochspannungsnetzteile, die nebeneinander im Generatorgehäuse angebracht sind.



**Abbildung 5 Im Inneren des SuperNova-Röntengenerators**

Der Spannungsbereich liegt zwischen 10 und 50kV. Das gelieferte Hochspannungskabel sollte zwischen der Röntgenröhre und dem Modul an der Rückwand des SuperNova-Röntengenerators angebracht werden.

Die Stromversorgung des Röntengenerators wird bei Überhitzung der Röntgenröhre ausgeschaltet.

Warnleuchten auf der Frontplatte zeigen den Betriebszustand des Röntengenerators an.

Der SuperNova-Generator enthält auch einen Sensor zur Überwachung des Vakuums im Inneren der Microfocus-Röntgenquelle.

Diese Einheit kann speziell angefordert werden, um die Agilent Technologies Microfocus-Quelle mit der Ag-Röntgenröhre zu betreiben. In diesem Fall treten einige Unterschiede zur Standardausführung der Einheit auf. Nur eine Röntgenquelle kann in diesem Fall angeschlossen werden (dualer Quellenanschluss ist nicht verfügbar). Der Spannungsbereich liegt zwischen 10 und 65kV. Die Ag-Röntgenröhre sollte an die Seite der Einheit angeschlossen werden, die in der Standardausführung als "Cu" bezeichnet wird. Die "Mo"-Seite der Einheit bleibt in dieser speziellen Konfiguration unbenutzt.

## 4.4 Wasserkühler

Der Wasserkühler (Modellname KMW70) befindet sich im Elektronik-Rack im Geräteschrank.

Der KMW70-Wasserkühler ist kompatibel mit Wasser-Luft- bzw. Wasser-Wasser-Wärmetauscher. Um die Einheit von einem Betriebsmodus in einen anderen zu überführen, werden einige Zusatzteile benötigt. Diese können bei Agilent Technologies erworben werden und müssen von einem Agilent Technologies-Techniker eingebaut werden.

Der KMW70-Wasserkühler benötigt im Wasser-Luft-Betrieb einen externen Luftkühler (siehe **Abbildung 6**). Dieses Gerät befördert die Hitze an die Umgebung ab und erfordert keine externe (z. B. Leitungs-) Wasserversorgung.

Im Wasser-Wasser-Betrieb enthält das Gerät einen Wasserbehälter (siehe **Abbildung 7**) an der linken Seite des Elektronik-Racks. Dieser Behälter wird dazu benutzt, die inneren Flüssigkeitskreisläufe aufzufüllen. Es benötigt auch eine externe Wasserversorgung (Leitungswasser, hausintegrierter Wasserkreislauf oder zusätzlicher Wasserkühler, wie z.B. Thermoflex 900) um das Gerät zu kühlen. Die in den inneren Kreisläufen entstehende Hitze wird zum externen Wasserkreislauf befördert.

Um die Behälter im Rack oder dem Luftkühler aufzufüllen, verwenden Sie eine 1:10-Lösung von destilliertem Wasser mit Ethylenglykol, um Algenwachstum in der Flüssigkeit und den Kreisläufen zu verhindern. Um den Behälter aufzufüllen, sollten 3L Flüssigkeit benötigt werden, für die Leitungen sollten zusätzliche 3 L Flüssigkeit gebraucht werden. Die Einfüllöffnung befindet sich oben auf dem Luftkühler/Behälter im Rack.



**Abbildung 6** Luftkühlmodul

## 4.5 Elektronik-Rack

### 4.5.1. Wasserverteiler

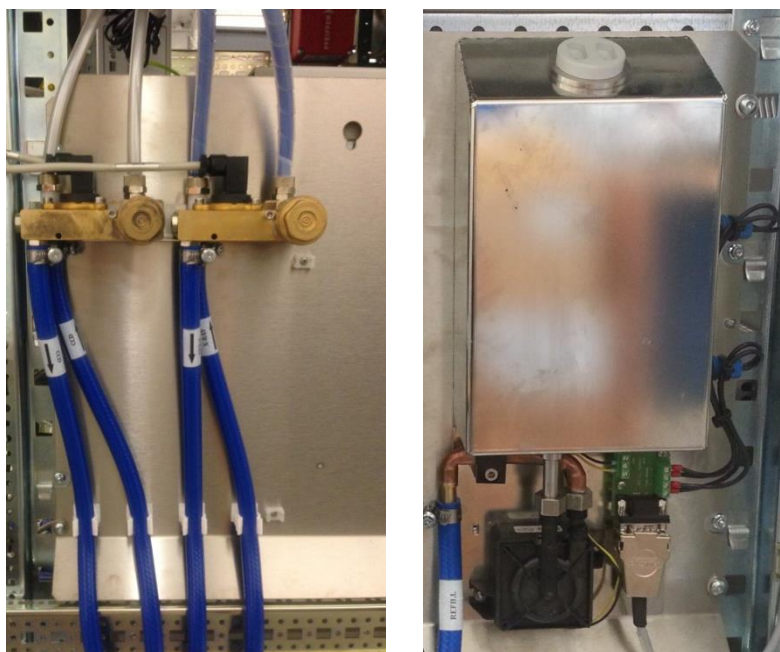


Abbildung 7 Wasserverteiler und -behälter

Der Wasserverteilerkasten ist an der linken Seite des Racks montiert. Dieser Kasten enthält Strömungssensoren und lineare Wasserfilter für die inneren Wasserkreisläufe (durch den CCD-Detektor und die Microfocus-Röntgenquelle(n)). Ist der KMW70-Wasserkühler im Wasser-Wasser-Betrieb installiert, wird auch ein Behälter zur Auffüllung der inneren Kreisläufe (vom externen Kühlwasser getrennt) an dieser Platte montiert.

### 4.5.2. EA-Kasten für Sicherheitsverriegelungen

Die Verdrahtung der Sicherheitsverriegelung wird über eine Leiterkarte (auch EA-Kasten genannt) im Systemschaltschrank eingerichtet.

Nach einem Fehlerzustand muss der EA-Kasten zurückgesetzt werden, um den Fehler zu löschen. Dieser Schritt muss vorgenommen werden, um die Verriegelungsschaltung zu schließen, damit der Röntgengenerator wieder betriebsbereit ist. Das Fenster des EA-Kastens (in der unteren Abbildung dargestellt) kann geöffnet werden, indem das EA-Symbol in der Nähe der rechten oberen Ecke des Hauptfensters der Crysalis<sup>Pro</sup>-Software geöffnet. Der Bediener muss die **Reset**-Taste klicken, um den Fehler zu löschen. Die Gehäuseleuchten können auch von diesem Fenster aus ferngesteuert werden.

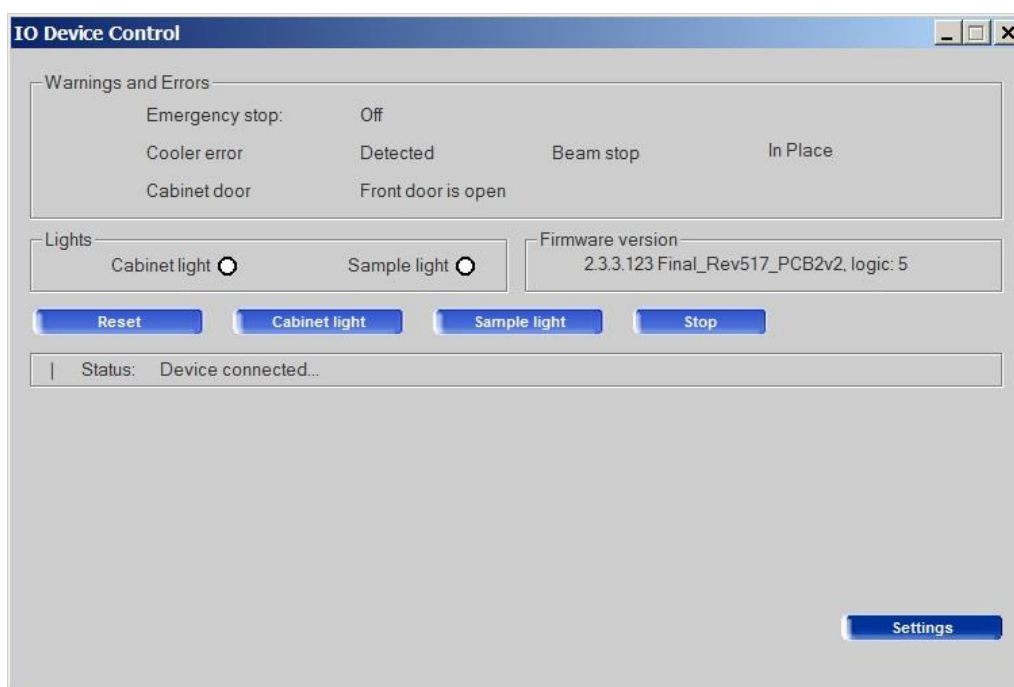


Abbildung 8 EA-Kasten Steuerungsfenster

### 4.5.3. Vakuumsensor und -pumpe

Der Vakuumsensor und die Elektronikbauteile sind im Hochspannungsgenerator eingebaut. Ein Sensoranschluss (Unterseite) ist zum Atmosphärendruck offen und der andere ist an ein Y-Stück im Schlauch zwischen der Vakuumpumpe und der Nova Röntgenquelle angeschlossen. Die Pumpe ist im Elektronik-Rack im oberen Bereich eingebaut.

### 4.5.4. Ethernet-Switch

Ein Ethernet-Hub ist in den Systemschaltschrank eingebaut, und dient Verbindungen zwischen einem externen Netzwerk und dem System-PC, dem SuperNova-Röntgengenerator und dem Wasserkühler. Dadurch kann der PC den Generator und Kühler über das Ethernet fernsteuern und mit diesen kommunizieren, auch wenn er von einem externen Netzwerk getrennt ist.

### 4.5.5 Piezomotortreiber

Im Inneren des Elektronik-Racks befindet sich ein Treiberkasten für die Piezomotoren, welcher der Ausrichtung der Microfocus-Quellen dient. Der Treiberkasten enthält vier Outputs für die Ansteuerung zweier Motoren an jeder der beiden Röntgenquellen.

## 4.6 Software

Die Programme zur Steuerung der Messverfahren des Systems sind Win32-Anwendungen, welche auf Windows XP bzw. Windows 7 laufen. Die Datenerfassung und -reduktion erfolgt gleichzeitig mit dem CrysAlisPro-Programm.

## 4.7 Niedertemperaturoption

Wenn am Diffraktometersystem ein Kryo-Kühler angebracht ist, muss ein entsprechender Adapter verwendet werden, um den Kühler auf den für die Zusatzausrüstung vorgesehenen Ständer zu montieren. Weitere Einzelheiten können bei Agilent Technologies erfragt werden.

## 4.8 Sicherheitsvorrichtungen

Während des Betriebs werden Röntgenstrahlen generiert und in einem vollständig geschlossenen Gehäuse aus Stahl und Strahlenschutzglas projiziert.

SuperNova hat (ins Sicherheitssystem integrierte) Magnetschalter an der Vordertür, den hinteren, rechten und linken Platten des Schutzgehäuses angebracht. Während des Betriebs lässt sich der Röntgen-Shutter nicht öffnen, solange die Tür und die Platten nicht geschlossen sind. Wenn die Tür oder die Platten bei offenem Röntgen-Shutter geöffnet sind, wird der Röntgen-Shutter sofort geschlossen.

Beim Wechseln der Proben muss auf das Innere des Schanks durch die Vordertür zugegriffen werden. Wenn die Tür während des Wechsel und der Ausrichtung der Proben geöffnet ist, bleibt der Röntgengenerator eingeschaltet, um optimale Performance zu garantieren, der Sicherheits-Shutter bleibt jedoch geschlossen.

Die an der äußeren Gehäusesseite montierten Anzeigeleuchten zeigen an, ob der Generatorstrom eingeschaltet (oranges Licht), der Röntgen-Shutter geöffnet (rotes Licht) oder geschlossen ist (grün). Wenn diese Leuchten defekt sind, kann der Röntgengenerator nicht in Betrieb genommen werden (im Fall der orangen Leuchte) und der Röntgen-Shutter lässt sich bei rotem und grünem Licht nicht öffnen.

Die Schranktür sollte geschlossen bleiben, wenn das System unbeaufsichtigt ist, um unbefugten Zugang zum System zu verhindern.

## 5. Informationen zu Handhabung, Installation, Lagerung und Transport

### 5.6 Warenempfang und Handhabung

#### 5.6.3. Lieferung

Befolgen Sie bitte nach der Lieferung des SuperNova-Systems:

1. Überprüfen Sie das erhaltene System in Anwesenheit des Lieferungsfahrers auf sichtbare Schäden. Kontaktieren Sie im Schadensfall den Spediteur und Agilent Technologies **sofort**.



#### **WARNUNG**

**Die Versandkisten sind schwer. Falsche Handhabung kann zu schweren Verletzungen und Schäden an der Ausrüstung führen. Verwenden Sie bitte geeignete Hebevorrichtungen und –verfahren. Heben Sie die Versandkisten nur von unten an.**



#### **VORSICHT**

Entnehmen Sie das Gerät den Versandkisten erst, wenn sie an ihren vorgesehenen Aufstellungsort gebracht worden ist. Das Gerät wurde sorgfältig verpackt, um Transportschäden zu verhindern. Durch Entfernen der Verpackung wird die Gefahr von Transportschäden am Gerät gesteigert.

2. Heben Sie die Versandkisten immer von unten mithilfe geeigneter Hebevorrichtungen an (das Gewicht der einzelnen Komponenten ist im nachfolgenden Abschnitt aufgeführt).
3. Bringen Sie die Versandkisten zum vorgesehenen Aufstellungsort.
4. Teilen Sie Agilent Technologies mit, dass die Ausrüstung für die Installation durch einen werksgeschulten Servicetechniker bereit ist.

#### 5.6.4. Auspacken

1. Bewahren Sie das gesamte Verpackungsmaterial bis zum Abschluss der Systeminstallation auf.
2. Stellen Sie sicher, dass Spezialwerkzeuge sicher für künftige Wartungsarbeiten aufbewahrt werden.

## 5.6.5. Mechanische Handhabung

### 5.6.5.1 Gewichte, Abmessungen und Hebepunkte

Beschreibung	Nettogewicht kg	Abmessungen (Breite x Höhe x Tiefe) cm	Schwerpunkt	Hebepunkte
Kappa-Goniometer	106	43 x 64 x 47	Versetzt von der Mitte des Geräts hin zur Seite der Röntgenröhrenhalterung	An vier Ecken (NICHT von unten anheben)
Röntgenerat or	12	48 x 13 x 43	Mitte des Geräts	Von den Seiten und unten
Schutzschrank	120	100 x 72 x 84	Mitte des Geräts	Von Hand von unten an den vier Ecken
Elektronik-Rack	140	60 x 104 x 77	Mitte des Geräts	Von Hand von oben oder unten an den vier Ecken
Wasserkühler	35	48 x 13 x 48	Mitte des Geräts	An den vier Ecken und von unten
Luftkühler	25	70 x 93 x 32	Mitte des Geräts	Von den Seiten und unten
Helijet	10	30 x 25 x 10 (nur Kopf)	Mitte der Komponententeile	Von unten mit ausgebautem Übertragungsrohr
Cryojet5	15	15 x 35 x 15 (nur Kopf)	Mitte der Komponententeile	Von unten oder mit Griffen bei gleichzeitiger Abstützung des Übertragungsrohrs.
MercuryITC	5	44 x 10 x 30	Mitte des Geräts	Von Hand von unten
GFC1	12	45 x 26 x 38	Mitte des Geräts	Griffe an der Frontplatte

### 5.1.3.2 Gewichte und Abmessungen der Versandkisten

Versandkiste (Nr.)	Position	Gewicht (kg)	Länge (cm)	Breite (cm)	Höhe (cm)
1	Goniometer	160	95	60	90
2	Elektronik-Rack	185	92	71	134
3	Schutzschrank	220	115	100	100
4	Kühler / Zubehör	195	122	80	95
5	Röntgenquelle(n) / Generator	195	122	80	95
6	CCD-Detektor	145	120	95	117
7	LN2 Dewar	120	70	70	155
8	Cryojet5	145	70	80	190
9	Helijet	90	60	95	55

Die o.g. Gewichte und Abmessungen sind Schätzwerte und sollten lediglich als Hinweis auf die erforderlichen Hebeanforderungen bei Systemlieferung angesehen werden. Alle Versandkisten sind mit Vorrichtungen für die Entladung durch Gabelstapler ausgestattet. Jede Versandkiste verfügt über einen Bodenfreiraum von 15 cm.

Es wird empfohlen, die Versandkisten mit einem Gabelstapler vom Lieferfahrzeug abzuladen und die Kisten anschließend mit einem Hubwagen an ihren endgültigen Aufstellungsort zu bringen.

## 5.7 Installation und Inbetriebnahme

### 5.7.6. Vorbereitung des Aufstellungsortes und der Versorgungsanschlüsse

#### 5.7.6.2. Umweltvoraussetzungen

Es liegt in der Verantwortung des Kunden, alle örtlichen Bau- und Sicherheitsvorschriften einzuhalten.

Stellen Sie sicher, dass die Umweltbedingungen des Installationsortes mit den Anforderungen im Abschnitt TECHNISCHE DATEN dieses Handbuchs übereinstimmen.

#### 5.7.6.3. Systemaufbau

Für die Wartung ist ausreichender Platz um das System herum erforderlich. Der Mindestabstand zu den Wänden und eine empfohlene Systemanordnung sind in der unteren Zeichnung dargestellt.

Wenn die Niedertemperaturoption eingebaut ist, ist ein zusätzlicher Abstand auf der linken Seite des Systems von 100 cm erforderlich.

Mitsamt der Verpackung passt die größte Unterbaugruppe durch eine Türöffnung von 85 cm. Die Türöffnung kontrollieren, um sicherzustellen, dass das System am gewünschten Aufstellungsort zusammengebaut werden kann.

#### 5.7.6.4. Stromversorgung

Ein Einphasen-Netzanschluss mit 16A/200-240V (32A/100-120V) ist erforderlich. Darüber hinaus werden vier einphasige Netzanschlüsse benötigt, siehe untere Zeichnung.

Verwenden Sie nur die mitgelieferten Netzkabel.

Schließen Sie keine anderen Geräte an diesen Stromkreis an. Begrenzen Sie elektrisches Rauschen im System mithilfe eines Erdungskabels, das an eine externe Erdungsklemme angeschlossen werden sollte. Das Instrument ist mit einer Klemme versehen, um das externe Schutzerdungskabel mit einem Mindestquerschnitt von 4 mm<sup>2</sup> anzuschließen. Der Widerstand zwischen dem Erdungsanschluss und der Instrumentenklemme sollte nicht mehr als 0.1 Ohm betragen. Diese Erdungsverbindung sollte auf eine sichere Weise hergestellt werden, um eine unvorhergesehene Unterbrechung des Stromflusses zu verhindern.

Bauen Sie einen Netzregler ein, wenn die Versorgungsspannung um mehr als  $\pm 10\%$  schwankt.

Befestigen Sie die Netzsteckdose an der Wand hinter dem System. Die Netzsteckdose muss mit einem Schutzscharter ausgestattet sein. (Steckdose und Anschlussstecker sind nicht im Lieferumfang enthalten). Der Netzstecker muss vom Bediener jederzeit erreichbar sein, sobald die Ausrüstung installiert ist.

In Bereichen, in denen das Stromnetz unzuverlässig ist, wird eine „unterbrechungsfreie Stromversorgung“ (USV) empfohlen. Die USV sollte für 2200VA mit einem 2200VA und einem bzw. zwei Akkus ausgelegt sein. Die folgende Lösung von APC sollte SuperNova ca. 200 Minuten lang betreiben können:

*APC Smart-UPS XL 2200VA 230V Tower/Rack Convertible + (2)SUA48XLBP Akkus*

Beschreibung	Spannung V	Frequenz Hz	Maximaler Nennstrom A
Röntgengenerator	100 – 240	50/60	1.2
Wasserkühler	100 – 240	50/60	2.5
CCD-Detektor	90-130 / 180-260	50/60	2.5
Goniometer-Schnittstelle, Videobildschirm, Halogenlampe, Probenbeleuchtung	90-130 / 180-260	50/60	2.5
Computer und Peripheriegeräte	100 – 240	50/60	2.5
Cryojet-Steuerung (optional)	100 / 240	50/60	2
Autofill-Steuerung (optional)	100 / 230	50/60	0.6

### 5.7.6.5. Wasserversorgung (wenn kein Wasser-Luft-Kühler verwendet wird)

Ein Kühlsystem ist erforderlich, um die von der Röntgenröhre erzeugte Wärme abzuleiten. Ein geschlossenes Kühlsystem ist im Lieferumfang enthalten, um die Auswirkungen von Partikeln, Niederdruck und Wassertemperaturschwankungen auf die Systemleistung durch örtliches Leitungswasser zu minimieren.

Das Kühlgerät ist ein für diesen Zweck geeignetes geschlossenes Kühlsystem. **Es wird über Schläuche mit einem 10-mm-Innendurchmesser versorgt.** Der Abstand zwischen der Wasserversorgung und dem Kühlgerät ist nicht beschränkt, aber die Versorgung muss 1 – 3 Bar Überdruck mit einem Mindestdurchfluss von 1,8 l/min liefern können.

Die Wasserversorgung muss über ein wandmontiertes Absperrventil verfügen.

### 5.7.6.6. Niedrigtemperaturoption

Eine geeignete Hochvakuumpumpe, idealerweise 70 l/s Turbo, ist erforderlich, um den Cryojet Kopf und den Heizfuß in regelmäßigen Abständen abzusaugen.

Um den Betrieb des Cryojets zu demonstrieren, sind 100 Liter flüssiger Stickstoff erforderlich.

Der Kunde muss sowohl für die ILM- als auch für die Cryojet-Steuerung einen geeigneten Rack bereitstellen.

### 5.7.6.7. Absaugen der CCD-Kamera

Eine geeignete Hochvakuumpumpe, idealerweise eine 70 l/s Turbo-Molekularpumpe, ist erforderlich, um die CCD-Kamera in regelmäßigen Abständen zu abzusaugen.

### 5.7.6.8. Helijet-Option

Der Kunde muss mindestens 50 Liter flüssiges Helium und mindestens 1 volle Helium-Druckgasflasche bereitstellen, die mit mindestens 99,99 % reinem Helium gefüllt ist, um den Betrieb des Helijets vorzuführen.

## 5.7.7. Inbetriebnahme

### 5.7.7.9. Erforderliche Zusatzausrüstung

Tisch/ Regale für die Kühler-Steuerung und ein Tisch/Gestell für den PC, Monitor, Tastatur und Maus.

### 5.7.7.10. Für die Installation erforderliches Personal

5 Personen, um schwere Komponenten zu heben

## 5.7.8. Installationsverfahren

Die Installation wird von Mitarbeitern der Agilent Technologies ausgeführt. Die Installation dauert in der Regel 3 Werktage, mit einem zusätzlichen Tag für die Niedertemperaturoption. Danach folgen 2 Tage Schulung durch einen Anwendungstechniker der Agilent Technologies.

### 5.7.8.11. Bewegung des Systems auf Rädern

Das SuperNova-System ist mit Füßen mit Rollen ausgestattet. Bitte beachten Sie folgendes:

1. Der Fuß sollte vertikal, mithilfe des roten Einstellrads so bewegt werden, damit das Systemgewicht entweder durch die Rolle oder den Fuß bewegt wird.

2. Während des Betriebs muss das System geebnet und standfest auf die Füße gestellt werden (nicht auf den Rollen stehen)
3. Die Rollen können nur durch von Agilent ermächtigtem Service-Personal verwendet werden
4. Während des Transports des Systems auf Rollen sollte darauf geachtet werden, das System nicht zu kippen.
5. Das System darf nur unter den folgenden Bedingungen auf Rollen transportiert werden:
  - der Boden ist eine flache und ebene Fläche
  - die Bewegungsgeschwindigkeit beträgt maximal 1 km/h
  - die Bewegung begrenzt sich auf den Raum, in dem das System installiert ist

## 5.3 Lagerung

Bewahren Sie das Diffraktometer vor der Installation, oder wenn das System längere Zeit nicht verwendet wurde, gemäß den im Abschnitt TECHNISCHE DATEN dieses Handbuchs genannten Umweltbedingungen für Temperatur und Luftfeuchtigkeit auf.

Lagern Sie das SuperNova-System immer in einem sicheren Raum.

## 6. Bedienung

SuperNova ist ein computergesteuertes System. Alle Funktionen werden vom PC aus gesteuert. Der Strom wird über handbetätigte Schalter an dem SuperNova System ein- und ausgeschaltet.



### WARNUNG

**Für die Verwendung des Diffraktometers können örtliche Regeln und Vorschriften gelten. In diesem Fall diese örtlichen Regeln und Vorschriften vor Inbetriebnahme des Systems in Erfahrung bringen.**

## 6.8 Bedienelemente und Anzeigeleuchten

### 6.1.1. Liste der Bedienelemente

Bedienelement	Typ	Lage	Funktion
Not-Aus	Rote Taste	Rechte obere Ecke der Vordertür des Elektronik-Racks	Schaltet den Strom zum Röntgengenerator ab und hält das Goniometer an
Motion Enable	Zwei Metall-Drucktasten	Im Schutzschrank vor dem Goniometer	Halten Sie beide Tasten gleichzeitig gedrückt - dies ermöglicht eine Goniometerbewegung bei geöffnetem Schutzschrank
Schrankbeleuchtung	Kleine schwarze Taste	Vorne am Schutzschrank	Beleuchtet das Innere des Gehäuses
Probenbeleuchtung	Kleine schwarze Taste	Vorne am Schutzschrank	Beleuchtet die Kristallprobe

### 6.1.2. Stromversorgung

Bedienelement	Typ	Lage	Funktion
Diffraktometer-Goniometer-Schnittstelle	Roter Schalter	Frontplatte der Schnittstelle, links; in der Vordertür des Elektronik-Racks	Schaltet das Goniometer ein/aus
Röntgengenerator	Drucktastenverriegelung	Frontplatte des Generators, links; in der Vordertür des Elektronik-Racks	Schaltet den Röntgengenerator ein/aus
Wasserkühler	Roter Schalter	Frontplatte des Wasserkühlers, links; in der Vordertür des Elektronik-Racks	Schaltet die Kühlmodule ein/aus
DC-Stromversorgung	Schalter	In der Hecktür des Elektronik-Racks, unter dem Netzteil	Schaltet den CCD-Detektor ein/aus



Schrankbeleuchtungsschalter  
 Probenbeleuchtung

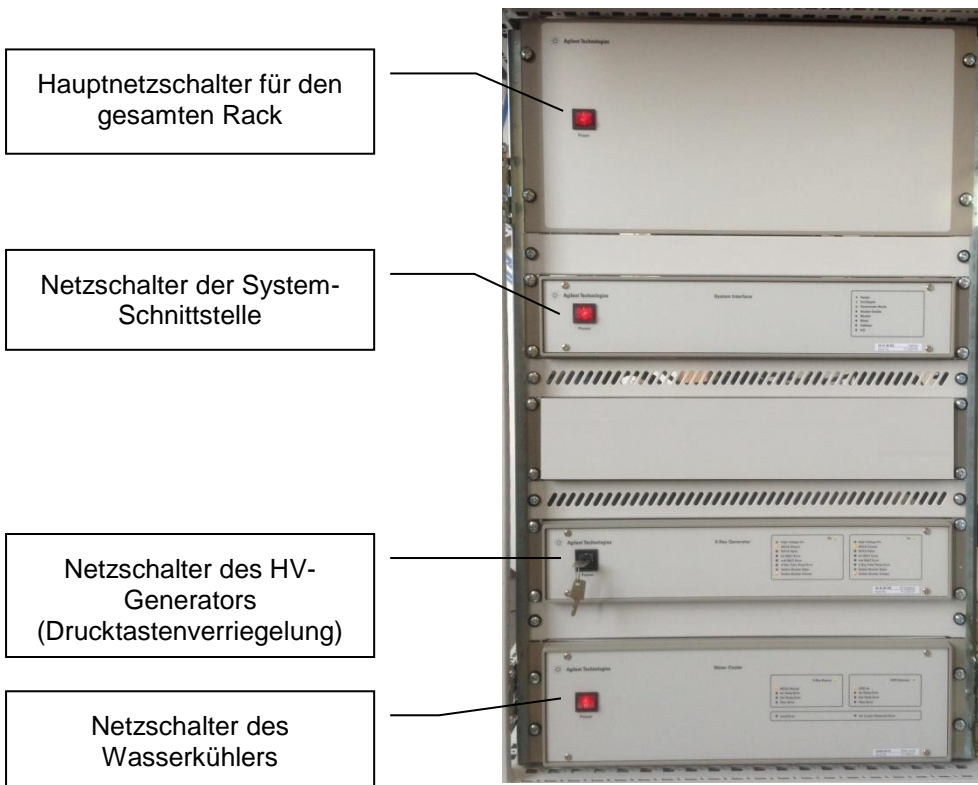


Abbildung 9 Lage der Schalter

### 6.1.3. Liste der Anzeigeleuchten

Anzeigeleuchte	Lage	Bedeutung
Oranges Licht (Röntgen)	Außen, oben rechts auf dem Schutzgehäuse	Röntgenstromversorgung ist eingeschaltet
Rotes Licht (Shutter offen)	Außen, oben rechts auf dem Schutzgehäuse	Röntgen-Shutter ist offen
Grünes Licht(Shutter geschlossen)	Außen, oben rechts auf dem Schutzgehäuse	Röntgen-Shutter ist geschlossen
Rotes Licht	Im Gehäuse, oben auf der Microfocus-Quelle	Röntgen-Shutter ist offen
Grünes Licht	Im Gehäuse, oben auf der Microfocus-Quelle	Röntgen-Shutter ist geschlossen
Grüne LEDs	Frontplatte des Generators, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Hochspannungsmodul(e) sind eingebaut und betriebsbereit
Orange LEDs	Frontplatte des Generators, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Hochspannung ist eingeschaltet. Die Sicherheitsverriegelung ist geschlossen und ermöglicht dadurch den Shutter-Betrieb. Sicherheitsshutter-Anzeigeleuchten offen / geschlossen.
Rote LEDs	Frontplatte des Generators, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Die Sicherheitsverriegelung ist geöffnet und verhindert dadurch den Shutter-Betrieb. Fehlerleuchten wie angegeben.
Grüne LEDs	Frontplatte des Wasserkühlers, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Wasserkühlerkreislauf (entweder für die Röntgenquelle oder den CCD-Detektor) ist betriebsbereit
Orange LEDs	Frontplatte des Wasserkühlers, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Wasserkühlerkreislauf (entweder für die Röntgenquelle oder den CCD-Detektor) mit geschlossener Sicherheitsverriegelung um den Quellen-bzw. CCD-Betrieb zu aktivieren
Rote LEDs	Frontplatte des Wasserkühlers, rechts; In der Fronttür des Elektronik-Racks	Wasserkühlerkreislauf (entweder für die Röntgenquelle oder den CCD-Detektor)wenn ein Fehler angezeigt wird

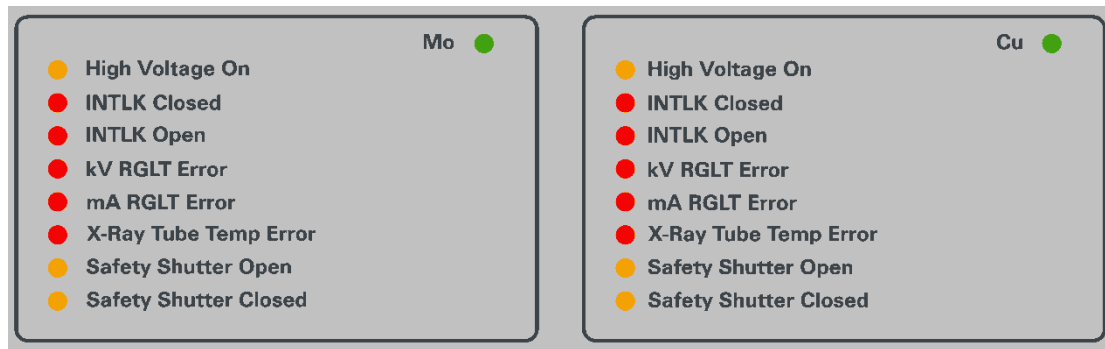


Abbildung 10 Status-LEDs des SuperNova-Röntgenerators

## 6.2 Microfocus-Röntgenquelle



Abbildung 11 Microfocus-Röntgenquelle auf dem SuperNova-Diffraktometer montiert

### 6.2.1. Röntgenstrahlerzeugung

Während des regulären Betriebs erzeugt dieses Gerät ein fokussiertes Röntgenstrahlenbündel. Die Mikrofokus-Röntgenröhre erzeugt Röntgenstrahlen, wenn sie durch den Röntgenerators mit hoher Spannung und Heizstrom versorgt wird. Der Doppel-Shutter blockiert die Röntgenstrahlenemission an der Quelle, wenn einer der beiden Shutter geschlossen ist. Die Shutter sind zwischen der Röntgenröhre und Fokussieroptik angeordnet. Die Röntgenstrahlen gelangen nur in die Optik, wenn beide Shutter geöffnet sind.



#### WARNUNG

Die Röntgenröhre ist in einem abgeschirmten Gehäuse untergebracht. Die Abschirmung darf NIEMALS bei laufendem Hochspannungsgenerator entfernt werden, da es sonst zu schädlicher Röntgenstrahlenbelastung kommen kann. Das Röhrenschutzgehäuse darf nur von voll ausgebildeten Fachkräften entfernt werden.

Die Orientierung und Leistung der Röntgenröhre hängt von den korrekten Generatoreinstellungen ab. Bei der Bereitstellung von Agilent Technologies wird der Röntgengenerator entsprechend auf die begleitende Microfocus-Röntgenquelle eingestellt.

Die Microfocus-Röntgenröhre ist ein Verschleißteil, der im Laufe der Zeit ersetzt werden muss. Dies sollte von einem von der Agilent autorisierten Dienstleister getätigt werden.

Die Spannung sollte vor die Stromstärke erhöht werden, um einen entsprechenden Betrieb der Röntgenröhre sicherzustellen. Somit darf die Stromstärke den Nullwert nicht überschreiten, bis die Spannungsanzeige mindestens 10kV erreicht.

Die maximalen Parameter betragen 50kV und 1mA in der Standardkonfiguration und 65kV und 1mA in der Spezialversion der Ag-Röntgenquelle. Die Ag-Quelle enthält einen Filter, der zwischen der Röhre und der Fokussieroptik angebracht ist und vom Bediener nicht entfernt werden kann. Nur Agilent Technologies Servicetechniker können Modifikationen am Filter vornehmen.

### **6.2.2. Wasserkühlung**

Die Erzeugung von Röntgenstrahlen verursacht Wärme, weshalb die Microfocus-Röntgenquelle zur Hitzebeseitigung und hoher Stabilität eine Wasserkühlung benötigt. An der Unterseite der Quelle befinden sich zwei Schnellanschlüsse für den Kühlwassereintritt und -austritt. Die Durchflussrichtung des Wassers ist nicht relevant. Der Wasserkühler sollte verwendet werden, um die Microfocus-Röntgenquelle mit Kühlwasser zu versorgen. Der Röntgengenerator ist so mit der Kühleinheit gekoppelt, dass Hochspannung erst dann anliegt, wenn das Kühlwasser normal fließt. Die Wasserversorgung darf nicht abgeschaltet werden, während die Mikrofokus-Röntgenröhre in Betrieb ist, da dies zum schnellen Herunterfahren führt und die Lebensdauer der Röhre verkürzt. Die Röhre muss erst langsam auf Nullleistung heruntergefahren werden, bevor der Wasserdurchfluss unterbrochen wird.

### **6.2.3. Temperatursensor**

Die Microfocus-Röntgenquelle verfügt über einen Temperatursensor, der mit der Mikrofokus-Röntgenröhre in Kontakt ist. Dieser Sensor ist über ein Kabel mit dem Nova Röntgengenerator verbunden und umfasst auch den Anschluss des Sicherheits-Shutters. Wenn die Temperatur der Röhre einen eingestellten Grenzwert übersteigt, schaltet der Röntgengenerator die Hochspannung ab, damit die Röhre abkühlen kann. Eine solche Überhitzung kann durch den Ausfall der Kühlwasserversorgung oder durch einen Fehler in der Röntgenröhre verursacht werden. Die Röhre darf erst wieder eingeschaltet werden, wenn der Fehler gefunden und korrigiert wurde.

### **6.2.4. Vakuumpumpe**

Die Röntgenfokussieroptik muss in einem Vakuum betrieben werden. Ohne Vakuum verschlechtern die Röntgenstrahlen die Qualität der Optik und die Leistung der Quelle. Das Vakuum wird mit einer Membranpumpe erzeugt, die an die Microfocus-Röntgenquelle angeschlossen ist. Die Pumpe muss über eine Saugleitung an die Quelle angeschlossen werden, bevor mit der Erzeugung von Röntgenstrahlen begonnen wird. Der Röntgengenerator startet die Pumpe automatisch, sobald die Hochspannung eingeschaltet wird.

Die Lochblende (Pin-Hole) am Ende des Kollimators kann auch ausgetauscht werden, wenn die Vakuumpumpe in Betrieb ist, da die Lochblende nicht Teil des gepumpten Volumens ist.

## 6.2.5. Bedienung des Sicherheits-Shutters

Der Sicherheits-Shutter öffnet nur, wenn die Sicherheitsverriegelungen geschlossen sind. Dieser Shutter wird automatisch gesteuert und öffnet und schließt in Abhängigkeit vom Verriegelungszustand. Die Frontplatte des Röntgenerators zeigt an, ob die Verriegelungsschaltung offen oder geschlossen ist.

Wenn die Blende offen ist, ertönt ein intermittierender Alarm.

Der schnelle Shutter kann bei geöffneter Verriegelung auch nicht geöffnet werden. Wenn der Schutzschrank geöffnet wird, während die beiden Shutter geöffnet sind, wird die Verriegelungsschaltung geöffnet und bewirkt, dass die beiden Shutter schließen. Wenn der Schrank wieder geschlossen wird, öffnet der Sicherheits-Shutter automatisch, aber der Schnell-Shutter bleibt geschlossen, bis ihn der Benutzer über den Softwarebefehl öffnet.

## 6.2.6. Rotation der Strahlenblende

Die Strahlenblende kann zwischen den Positionen „unten“ und „oben“ rotiert werden. Die „unten“-Position ist für reguläre Nutzung vorgesehen und bedeckt den Primärstrahl (bzw. zwei Strahlen im Fall der Doppelquellen-SuperNova) um diese daran zu hindern, den CCD-Detektor zu erreichen. Die „oben“-Position bewegt die Strahlenblende 90 Grad in Richtung Geräterückseite und öffnet somit den Zugang zur Kristallposition, was die Positionierung des Kristalls erleichtert, insbesondere wenn dieser in flüssigem Stickstoff angebracht werden muss (unter einem Niedertemperaturgerät, wie z.B. Cryojet oder Cryostream).

Die Strahlenblende muss in die „unten“-Position zurückversetzt werden, bevor es zu einer Strahlenbelastung kommt. Die Strahlenblende enthält einen Sicherheitsschalter, welcher ein Piepsgeräusch erzeugt, wenn sich die Strahlenblende in der „oben“-Position befindet und hindert den Röntgenshutter vor dem Öffnen.

Das Softwarekollisionsmodell des Instruments setzt voraus, dass sich die Strahlenblende in der „unten“-Position befindet. Bewegen Sie also die Goniometer-Achsen nicht, wenn sich die Strahlenblende in der „oben“-Position befindet, da es sonst zu einer Kollision kommen kann. Achten Sie bei der Rotation der Strahlenblende zwischen ihren Positionen darauf, mit dem Endstück der Strahlenblende nicht gegen das CCD-Detektor-Berylliumfenster zu stoßen. Wenn das passiert, kann die Strahlenblende falsch ausgerichtet werden und im schlimmsten Fall kann das Berylliumfenster beschädigt werden.

Der Griff der Strahlenblende wird von Hand gedreht und sollte wie in der unteren Abbildung erfasst werden. Indem Sie den Griff der Strahlenblende nach vorne und unten ziehen, rotieren Sie die Strahlenblende von der „unten“ zur „oben“-Position. Die entgegengesetzte Bewegung wird die Strahlenblende zurück in die „unten“-Position bringen. Die Strahlenblende rastet sowohl bei der „oben“- als auch der „unten“-Position fühlbar ein.

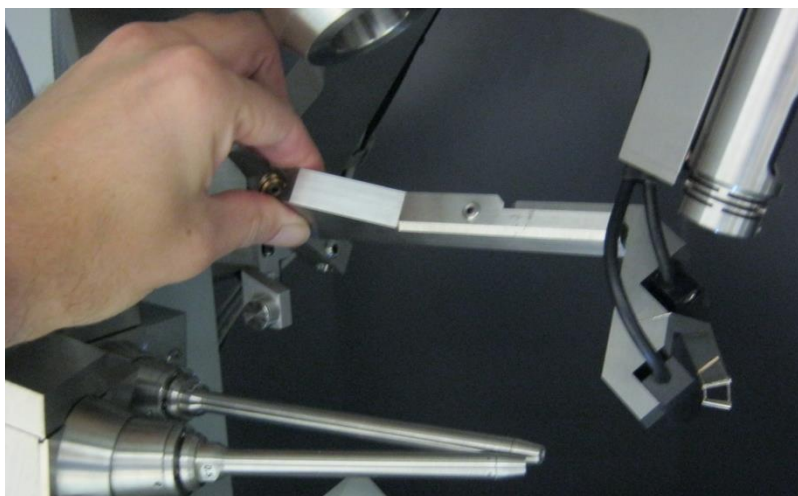


Abbildung 12 Rotieren der Primärstrahlfängerposition

## 6.3 Systemstart

Die Schutzvorrichtungen des Diffraktometers schützen während des Starts vor System- und Personenschaden. Die folgenden Einschaltverfahren müssen befolgt werden.

1. Stecken Sie alle Netzkabel in die entsprechenden Steckdosen (System, Zubehör).
2. Stellen Sie sicher, dass der externe Wasserkühlungskreislauf eingeschaltet ist – nur für den Wasser-Wasserkühlungsmodus.
3. Öffnen Sie die Fronttür des Elektronik-Racks und betätigen Sie den oberen roten Schalter.
4. Schalten Sie den Wasserkühler ein (roter Schalter am der Frontplatte).
5. Beide Module werden simultan gestartet, wenn der Netzschalter an der Frontplatte gedrückt wird. Während der Aufwärmphase leuchten alle Fehlerstatus-LEDs auf. Wenn diese abgeschaltet sind, wird dieses Modul regulär betrieben.
6. Erst nach dem Abschluss der Aufwärmphase wird der CCD-Detektor (vom CCD-Modul) mit Strom versorgt, und eine „Durchflussbestätigung“ wird vom Röntgenmodul signalisiert.
7. Warten Sie 60 Minuten, bis der CCD-Detektor den Peltier und Chip auf -40°C abkühlt.



### **VORSICHT**

**Die Abkühlzeit des CCD-Detektors beträgt 60 Minuten. Sehen Sie weitere 12 Stunden Abkühlzeit für alle Innenteile, damit deren Temperatur ausgeglichen wird und der Detektor eine optimale Leistung erreichen kann.**

8. Schalten Sie die Schnittstelle ein, indem Sie den roten Schalter links an der Frontplatte der Schnittstelle betätigen und 10 Sekunden warten. Stellen Sie sicher, dass die 2 grünen LEDs rechts an der Schnittstelle aufleuchten.
9. Schalten Sie den PC sowie den Monitor ein.
10. Starten Sie das CrysAlis<sup>Pro</sup>-Programm über die Desktop-Verknüpfung. Das Goniometer sollte selbst hochfahren und eine Systembereitschafts-Dialogbox im Verlaufs Fenster von CrysAlis öffnen (wenn die Eingabeaufforderung geöffnet ist).
11. Schalten Sie den Röntgenerators ein (Schlüsselschalter am der Frontplatte).

### 6.3.1 Aufwärmverfahren der Microfocus-Röntgenröhre

Der reguläre Betrieb der Microfocus-Röntgenquelle findet bei 40W mit folgenden Leistungseinstellungen statt: 50 kV und 0.8 mA bei Mo/Cu, bzw. 65kV und 0.62mA bei Ag. Verwenden Sie die CrysAlisPro Software zur Auswahl der Leistungseinstellungen. Die grafische Benutzeroberfläche ist in Abbildung 13 unten dargestellt. Der SuperNova-Röntgenerators fährt die Einstellungen automatisch mit entsprechender Geschwindigkeit hoch. Nach Erreichen der Betriebswerte empfiehlt es sich, 20 Minuten zu warten, um eine optimale Röntgenstrahlenintensität zu erreichen.

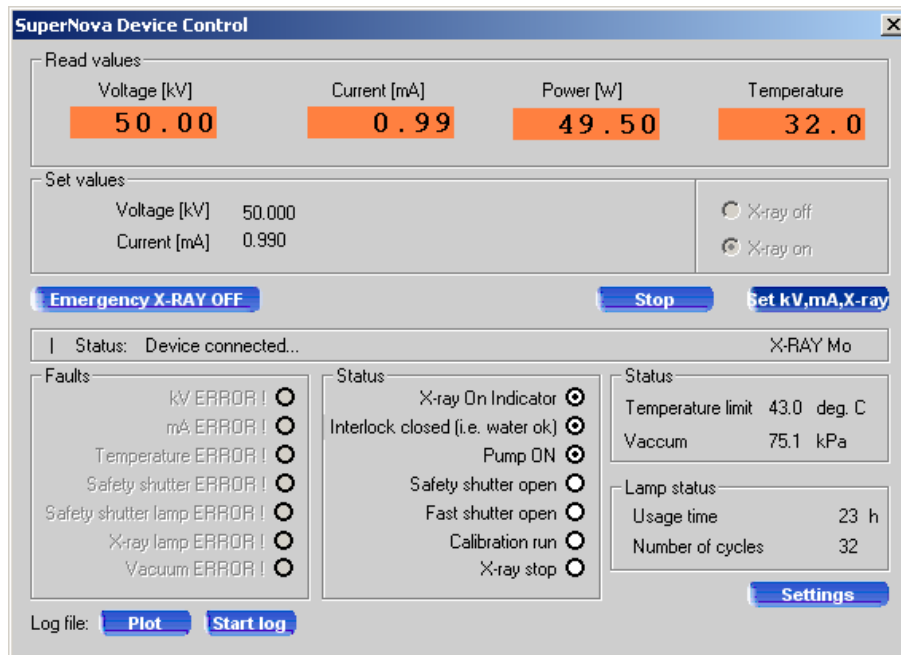


Abbildung 13 CrsyalisPro Schnittstelle zum Röntgengenerator

## 6.4 Standby-Betrieb und reguläres Herunterfahren

Je nach Dauer der Diffraktometer-Inaktivität ist eines der 3 unten beschriebenen Verfahren zu befolgen.

### 6.4.1 Herunterfahren (Diffraktometer wird voraussichtlich 2-3 Tage lang nicht verwendet werden)

1. Den Röntgengenerator auf Nulleinstellungen rücklaufen lassen und die Hochspannung mithilfe der CrsyalisPro -Software ausschalten (verbessert die Lebensdauer der Röntgenröhre).
2. Stellen Sie das Goniometer in seine Ausgangsposition, indem Sie einfach das CrsyalisPro –Programm beenden.
3. Die Schrank- und Probenbeleuchtung mithilfe der Schalter an der Frontplatte abschalten.
4. Die Probenkühlvorrichtung ggf. aufwärmen/ausschalten (gemäß Herstellervorgaben).
5. Schalten Sie den PC und den Monitor ab.

### 6.4.2 Herunterfahren (Diffraktometer wird voraussichtlich 1-3 Wochen lang nicht verwendet werden)

1. Befolgen Sie das Abschaltverfahren (Diffraktometer wird voraussichtlich 1-3 Wochen lang nicht verwendet werden).
2. Schalten Sie den Röntgengenerator ab (Schlüsselschalter an der Frontplatte).
3. Schalten Sie die Diffraktometer-Schnittstelle ab (roter beleuchteter Schalter an der linken Seite der Frontverkleidung).

### 6.4.3 Herunterfahren (Diffraktometer wird voraussichtlich über 3 Wochen nicht verwendet werden)

1. Befolgen Sie das Abschaltverfahren (Diffraktometer wird voraussichtlich über 3 Wochen nicht verwendet werden).
2. Schalten Sie den Wasserkühler aus, der seinerseits den CCD-Detektor ausschaltet. (Es empfiehlt sich, dieses Element laufen zu lassen, sofern es nicht unbedingt nötig ist, es auszuschalten. Das Abkühlen des CCD-Detektors von Raumtemperatur stellt eine Begrenzung beim Neustart des Diffraktometers dar).
3. Schalten Sie die Energieversorgung ab, indem Sie den roten Schalter an der Oberblende in der Fronttür des Elektronik-Racks betätigen.
4. Drehen Sie die Wasserversorgung ab (bei Wasser-Wassermodus)
5. Ziehen Sie bei Bedarf die Systemnetzstecker.

## 6.5 Not-Aus

Das Not-Aus-Verfahren sollte befolgt werden:

- Wenn ein Feuer ausbricht oder ein anderer Notfall auftritt, der eine Evakuierung des Personals aus der Umgebung erfordert

### 6.5.9. Not-Aus-Prozedur

1. Drücken Sie die rote Not-Aus-Taste, die vorne rechts an der SuperNova angebracht ist.



**WARNUNG:**

**Die Not-Aus-Taste schaltet nur die Hochspannung am Röntgengenerator aus. Die restliche Ausrüstung des SuperNova-Systems bleibt weiter eingeschaltet.**

2. Unterbrechen Sie die Netzstromversorgung.
3. Unterbrechen Sie die Wasserversorgung (bei Wasser-Wassermodus).

## 7. Wartungspläne

### 7.9 Einföhrung

Um einen sicheren und zuverlassigen Betrieb des Diffraktometer-Systems zu sichern, mussen verschiedene Wartungsarbeiten durchgeföhrt werden. Diese Aufgaben sind in den unten genannten Wartungsplanen aufgeföhrt.



#### WARNUNGEN

1. **Wartungsarbeiten durfen nur von zugelassenen Bedienern mit Strahlenschutz-Fachschulung durchgeföhrt werden. Siehe ortliche Regeln und Vorschriften zu weiteren Einzelheiten.**
2. **Wenn die vorgesehenen Wartungsarbeiten nicht plangema und in den entsprechenden Intervallen durchgeföhrt werden, kann die Sicherheit und das Leistungsvermogen dieses Systems beeinflusst werden.**
3. **Stellen Sie vor der Durchföhrung der Wartungsarbeiten jedesmal sicher, dass die GESUNDHEITS- UND SICHERHEITSINFORMATIONEN am Anfang dieses Handbuchs und alle die Verwendung des Diffraktometersystem betreffenden Regeln und Vorschriften gelesen und verstanden wurden.**

Geplante Wartungsarbeiten, die vom Benutzer ausgeföhrt werden konnen, beschranken sich auf den Austausch von Verbrauchsmaterialien, Ausrichtungsverfahren, Abpumpverfahren und die uberprufung von Strahlungsintensitat und Sicherheitsmerkmalen. Der vom Benutzer autorisierte Servicetechniker muss andere Aufgaben ausföhren. Bei Zweifeln an der Leistung des Diffraktometers wenden Sie sich bitte an Agilent Technologies.

### 7.10 Wochentlicher Wartungsplan

#### Werkzeuge und Materialien:

Keine

Manahme	Personal	Geschatzte Arbeitszeit	Geschatzte verbleibende Zeit
1. Sicherheitsverriegelungen der Turen uberprufen	Befugter Bediener	2 Minuten	2 Minuten

### 7.11 Monatlicher Wartungsplan

#### Werkzeuge und Materialien:

Strahlungsmessgerat

Manahme	Personal	Geschatzte Arbeitszeit	Geschatzte verbleibende Zeit
1. Not-Aus uberprufen	Befugter Bediener	10 Minuten	10 Minuten
2. Rontgenstrahlungsintensitat prufen	Befugter Bediener	20 Minuten	20 Minuten

## 7.12 Halbjährlicher Wartungsplan

Dieser Wartungsplan muss auch nach der Anpassung des Röntgenstrahls, des Kollimators, der CCD-Detektorposition usw. durchgeführt werden.

### Werkzeuge:

Ylid-Testkristall - (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>SO<sub>2</sub>)

Maßnahme	Personal	Geschätzte Arbeitszeit	Geschätzte verbleibende Zeit
1. Feinanpassung der Geräteparameterdatei	Befugter Bediener	30 Min	4 – 5 Std
2. Ausrichtung des Videomikroskops überprüfen	Befugter Bediener	30 Min	30 Min
3. Ausrichtung des Niedertemperaturzusatzes überprüfen (falls vorhanden)	Befugter Bediener	30 Min	30 Min
4. Wasserfilter reinigen	Befugter Bediener	30 Min	30 Min
5. Wasservorrat auffüllen	Befugter Bediener	30 Min	30 Min

## 7.13 Jährlicher Wartungsplan

### Werkzeuge und Materialien:

Spezialwerkzeug „T“

Phillips-Schraubenzieher

Rotationsvakuumpumpe mit einem Druckvermögen von 1x10<sup>-1</sup> mbar

Vakuumschlauch und -adapter

Maßnahme	Personal	Geschätzte Arbeitszeit	Geschätzte verbleibende Zeit
1. CCD-Detektor – Vakuum auspumpen	Agilent-Techniker	1 Std	16 Std

## 7.14 Wartungsplan nach 10 000 Betriebsstunden

### Werkzeuge und Materialien:

1 Satz Inbusschlüssel

1 Satz Flachschrubschraubendreher

Wasserbehälter (z.B. Eimer)

Spezialwerkzeuge – Spezialwerkzeug 1 und 2 (siehe Abschnitt 8 zur Kennzeichnung)

<b>Maßnahme</b>	<b>Personal</b>	<b>Geschätzte Arbeitszeit</b>	<b>Geschätzte verbleibende Zeit</b>
1. Röntgenröhre austauschen	Agilent-Techniker	1 - 2 Std	1 - 2 Std
2. Röntgenoptik ausrichten	Agilent-Techniker	2 – 3 Std	2 – 3 Std

## 8. Wartungsanweisungen



### WARNUNGEN

1. Lesen und verstehen Sie die Gesundheits- und Sicherheitsinformationen in diesem Handbuch vor Durchführung der Wartungsarbeiten.
2. Befolgen Sie alle örtlichen, nationalen oder internationalen Regeln und Richtlinien, die diese Ausrüstung betreffen, bei Durchführung der Wartungsarbeiten.
3. Wartungsarbeiten dürfen nur von befugten Bedienern des Diffraktometers durchgeführt werden.

### 8.15 Feinanpassung der Geräteparameterdatei

**Arbeitszeit:** 4 – 5 Std

**Wann:** Nach Anpassung des Röntgenstrahls, des Kollimators, der CCD-Detektorposition usw.  
Ansonsten zweimal im Jahr.

**Werkzeuge:** Ylid-Testkristall - (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>SO<sub>2</sub>)

**Verfahren:**

Siehe Bedienbereich „Feinanpassung der Geräteparameterdatei“ im Software-Handbuch.

## 8.16 Justierung des Videomikroskops

(Einschließlich Probenzentrierung und Fehlerkugelkontrolle)

**Arbeitszeit:** <30 Minuten

**Wann:** Wenn sich die Probe auf dem Bildschirm des Videomikroskops nicht zentrieren lässt; dies kann jedoch auch ein viel ernsteres (aber sehr unwahrscheinliches) Problem einer Fehlausrichtung des Goniometers sein.

**Werkzeuge:** Vormontierte 0,3-mm-Stahlkugel



Abbildung 14 Einstellungen des Goniometerkopfs

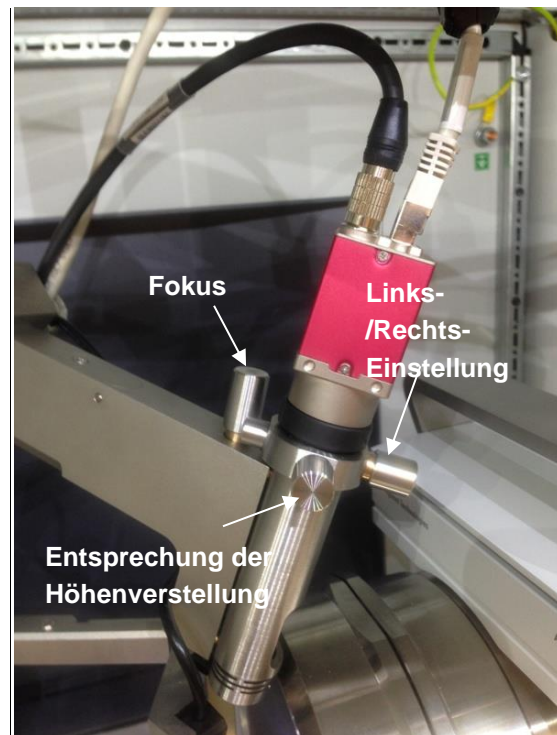


Abbildung 15 Einstellung des Videomikroskops

Bei der ersten Montage sollten der Goniometer-Probenmittelpunkt und der Brennpunkt des Videomikroskops dicht aneinander liegen. Das Sichtfeld beträgt dann jedoch nur ca. 1,2 mm x 0,8 mm, wobei die Tiefenschärfe ähnlich begrenzt ist. Einstellungen müssen vorgenommen werden, damit der Probenmittelpunkt und der Brennpunkt des Mikroskops miteinander übereinstimmen. Sowohl beim Goniometer-Kopf als auch beim Videomikroskop lässt sich der Mittelpunkt in drei Ebenen einstellen. Agilent Technologies Ltd liefert eine vormontierte 0,3-mm-Stahlkugel, die dieses Verfahren unterstützt. Die drei Justierungsverfahren für das Mikroskop sind in der Abbildung oben sichtbar. Als Erstes wird die Brennweite des Geräts justiert, danach erfolgt am Goniometer die entsprechende Höhenverstellung der Probe (wenn sich die Probe in der „unteren“ oder „oberen“ Position befindet). Schließlich gibt es die Links-/Rechts-Einstellung. Um den Videobildschirm zu zentrieren und die Fehlerkugel zu kontrollieren, befolgen Sie die folgende Prozedur:

### Verfahren

1. Drücken Sie die F12-Taste auf der Tastatur, um das Ausrichtverfahren zu starten (ein neues Fenster wird geöffnet)

2. Bringen Sie die 0.3mm-Stahlkugel am Goniometer an.
3. Drücken Sie die Tasten „Lower (Untere Position)“, dann „0“ und warten Sie, bis der Goniometer stillsteht (beachten Sie, dass die Motion Enable-Tasten bei geöffnetem Schrank simultan gedrückt werden müssen).
4. Lokalisieren Sie mithilfe der Goniometerkopfjustierung die Stahlkugel auf dem Videobildschirm.
5. Drücken Sie '180' und beobachten Sie, wie sich die Stahlkugel dreht. Sie bewegt sich dabei wahrscheinlich aus dem Anzeigefeld des Bildschirms heraus. Bringen Sie mithilfe der gleichen Kopf- und Mikroskopeinstellungen die Stahlkugel wieder zurück in die Bildmitte und drücken Sie '0'. Die Stahlkugel sollte nun möglichst mittig auf dem Bildschirm erscheinen. Justieren Sie die Kugel solange, bis sie in der Bildmitte erscheint. Bei Bedarf wiederholen, bis die Bewegungen der Stahlkugel minimiert sind.
6. Drücken Sie '90' und bewegen Sie die Kugel in Richtung Mitte, indem Sie nur den Kopf benutzen.
7. Drücken Sie '270' und beobachten Sie, wie sich die Stahlkugel dreht. Wenn das Mikroskop richtig von links nach rechts zentriert wurde, kann die Stahlkugel allein über die Kopfeinstellungen zentriert werden. Andernfalls können kleinere Anpassungen des Mikroskops erforderlich werden. Solange wiederholen, bis sich die Stahlkugel in allen vier Winkeln auf der Stelle zu drehen scheint.
8. Drücken Sie '0', dann „Upper (Obere Position)“ und beobachten Sie, wie sich die Stahlkugel bewegt. (Beachten Sie bitte, dass die Motion Enable-Tasten bei geöffnetem Schrank simultan gedrückt werden müssen).
9. Verstellen Sie die Höhe des Kopfes sowie des Mikroskops gleichmäßig, um die Kugel erneut zu zentrieren, versetzen Sie die Kugel zurück zur unteren Position und wiederholen Sie diesen Vorgang bis sich die Kugel nicht mehr bewegt und der Goniometer sich zwischen zwei Positionen bewegt.
10. Stellen Sie sicher, dass die Links-Rechts-Position für die obere und untere Position des Goniometers in Ordnung ist. Justieren Sie den Mikroskop-Fokus so lange, bis die Stahlkugel deutlich abgebildet ist. Sobald der Vorgang abgeschlossen ist, muss das Mikroskop nicht wieder justiert werden, es sei denn, es wird angestoßen oder zusätzliches Gewicht wird vom Stützarm hinzugefügt bzw. entfernt, z.B. ein Niedertemperatur-Aufsatz wird hinzugefügt bzw. entfernt. Die Probenzentrierung sollte nur durch Anpassungen am Kopf erfolgen.



#### ANMERKUNGEN

**Ein Hinweis darauf, dass das Mikroskop nicht richtig zentriert wurde, ist es, wenn die Probe nicht zum Videobildschirmmittelpunkt zentriert werden kann. In diesem Fall sind kleinere Nachstellungen des Mikroskops während des Probenzentriervorgangs möglicherweise erforderlich. Der Fokus muss unter Umständen ebenfalls gelegentlich nachgestellt werden, da sich Kristallgrößen je nach Experiment voneinander unterscheiden können.**

**Bei entsprechender Zentrierung der Probe und des Videomikroskops darf die Positionsabweichung der Probe (Fehlerkugel) während ihrer Drehung in eine der Positionen der Fernbedienung (außer Home) nur einen kleinen Abschnitt des Displays beanspruchen (10 µm). Im unwahrscheinlichen Fall, dass keine richtige Zentrierung möglich ist, bitte Agilent Technologies um Rat fragen.**

Wenn die oberen und unteren Goniometerpositionen gänzlich zentriert sind, muss das Goniometer in seine Ausgangsposition „Home“ zurückbewegt werden. Nachdem dieser Prozess abgeschlossen ist, erscheint die Stahlkugel (oder der Kristall) nach links versetzt auf dem Videobildschirm. Es handelt sich dabei um eine optische Täuschung, die vom Winkel des Mikroskops bezüglich der Ausgangsposition der Stahlkugel oder des Kristalls hervorgerufen wird, und kann ignoriert werden.0.

## 8.17 Kontrolle der Türsicherheitsverriegelungen

**Arbeitszeit:** 2 Minuten

**Wann:** Wöchentlich

**Werkzeuge:** Keine

### Verlauf



#### **WARNUNG**

**Stellen Sie sicher, dass die Verriegelungen nicht umgangen werden und kein Warnton ertönt. Wenn Verriegelungen umgangen werden, besteht die Gefahr von Röntgenstrahlenexposition.**

1. Im normalen Diffraktometerbetrieb mit regulären Röntgengenerator-Einstellungen und offenem Shutter: Öffnen Sie die Vordertür des Gehäuseschranks. Der Röntgen-Shutter sollte sofort schließen.
2. Schließen Sie die Gehäusetüren. Öffnen Sie den Shutter erneut mittels Software.
3. Öffnen Sie die Seitenplatten des Schrankes. Der Röntgen-Shutter sollte sofort schließen.
4. Schließen Sie die Seitenplatten. Öffnen Sie den Shutter erneut mittels Software.
5. Öffnen Sie die Rückwand des Schrankes. Der Röntgen-Shutter sollte sofort schließen.
6. Schließen Sie die Rückwand.
7. Notieren Sie das Datum und die Prüfpersonen und unterzeichnen Sie das Prüfergebnis.

## 8.18 Kontrolle des Not-Aus

**Arbeitszeit:** 10 Minuten

**Wann:** Einmal im Monat

**Werkzeuge:** Keine

### Verlauf

1. Im Diffraktometerbetrieb bei Mindesteinstellungen (z.B. 10 kV, 0.05 mA): Drücken Sie die rote Not-Aus-Taste.
2. Der Röntgengenerator sollte sofort herunterfahren. Lassen Sie die Not-Aus-Taste los und starten Sie den Röntgengenerator neu. Kehren Sie zu den erforderlichen Einstellungen zurück.
3. Die Crysalis-Software zeigt an, dass die Not-Aus-Taste betätigt wurde. Schalten Sie die Schnittstelle aus, starten Sie diese erneut und geben Sie den Befehl **gon reinit** ein, um das System neu zu starten.
4. Vermerken Sie die Prüfungsdetails im örtlichen Strahlungsprotokoll. Versehen Sie diese mit Datum, Namen der Prüfpersonen, Ergebnis und Unterschrift.

## 8.19 Intensitätskontrolle der Röntgenstrahlung

<b>Arbeitszeit:</b>	20 Minuten
<b>Wann:</b>	Einmal im Monat
<b>Werkzeuge:</b>	Strahlungsmessgerät

### Verlauf

1. Bei eingeschaltetem Röntgenerators (bei regulären Einstellungen) und geschlossenem Shutter: Verwenden Sie das Strahlungsmessgerät um die Umgebung des Röntgenröhrengehäuses, den schnellen Shutter und den Kollimator auf Strahlungslecks (im Gehäuse) zu überprüfen.
2. Schließen Sie die Türen des Schutzgehäuses und öffnen Sie den Röntgen-Shutter (Befehl **sh o** in CrysAlis<sup>Pro</sup>)
3. Fahren Sie mit dem Strahlungsmessgerät das Gehäuse außen ab und achten Sie dabei besonders auf die Ebene der Röntgenröhre, dem Bereich der zweiten Strahlenblende (am Gehäusefenster angebracht) und die Türdichtungen.
4. Vermerken Sie die Prüfungsdetails im örtlichen Strahlungsprotokoll. Versehen Sie diese mit Datum, Namen der Prüfpersonen, Ergebnis und Unterschrift.

## 8.20 Abpumpen von Vakuum aus dem CCD-Detektor

<b>Arbeitszeit:</b>	16 Std
<b>Wann:</b>	Einmal im Jahr
<b>Werkzeuge:</b>	Spezialwerkzeug „T“ (von einem Agilent Technologies Servicetechniker mitgetragen) 1 Satz Inbusschlüssel Drehschieber-Vakuumpumpe mit einem Druckvermögen von $1 \times 10^{-1}$ mbar Vakuumschläuche und -adapter

### Verlauf

1. Schalten Sie den Wasserkühler ab (dies wird auch den Hochspannungsgenerator anhalten und eine Röntgenstrahlenerzeugung verhindern).
2. Warten Sie 12 Std, bis der Detektor aufgewärmt ist.
3. Schrauben Sie die Abdeckung vom Abpumpanschluss ab (siehe Abbildung 12 unten). Beim Eos-Detektor befindet sich dieser Anschluss unter der Stoßschutzabdeckung, die durch Lösen von vier Schrauben entfernt werden kann (siehe Abbildung 17 unten). Beim S2-Detektor-Spektrum wird auf den Abpumpanschluss von der Rückseite des Detektors nach Entfernen einer runden Abdeckung zugegriffen (Siehe **Abbildung 18** unten) indem Sie den entsprechenden Hexagon-Schlüssel einführen und gegen die Uhrzeigerrichtung drehen bis die Abdeckung lose wird und herausfällt.

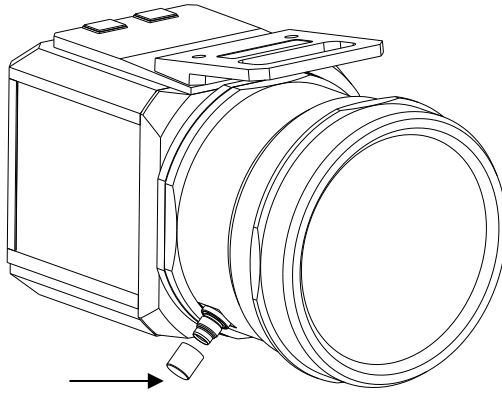


Abbildung 16 Ansicht des Abpumpanschlusses des Titan CCD-Detektors

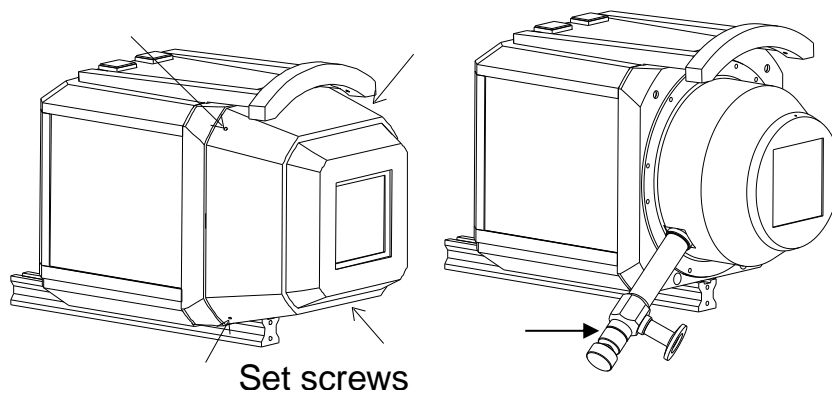


Abbildung 17 Ansicht des Abpumpanschlusses des Eos CCD-Detektors

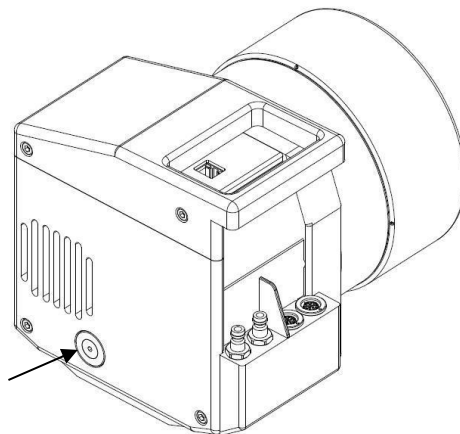


Abbildung 18 Ansicht des Abpumpanschlusses des AtlasS2-Detektors

4. Schrauben Sie das T-Werkzeug an seinen Platz ein (das S2-Detektor-Spektrum bedarf einer längeren Version des Werkzeugs, welches in die Öffnung an der Rückseite eingeführt wird).
5. Bringen Sie die Vakuumpumpe am Seitenarm des T-Werkzeugs mithilfe eines geeigneten Adapters und Vakuumschlauchs an.



**VORSICHT**

Verwenden Sie nur neue, saubere Schläuche. Erzeugen Sie das Vakuum, bevor die Vakuumdichtung des CCD-Detektors entfernt wird, damit kein Öl usw. in den Detektor gelangen und dort Schäden verursachen kann.

6. Schalten Sie die Vakuumpumpe ein und lassen Sie diese 5 Minuten laufen.
7. Drücken Sie den Stößel des T-Werkzeugs nieder und schrauben Sie ihn fest. Der Stößel wird in den mit einem O-Ring versiegelten Metallverschluss geschraubt, der das Detektorvakuum abdichtet.
8. Ziehen Sie den Stößel mitsamt dem Metallverschluss heraus. Bringen Sie den Stößel wieder sicher an seinem Platz an.
9. 16 Stunden lang unter Vakuum lassen.
10. Drücken Sie den Stößel des T-Werkzeugs nieder, um den Stopfen wieder einzusetzen, und schrauben Sie den Stößel heraus.

**VORSICHT**

**Schalten Sie die Vakuumpumpe erst aus, nachdem der CCD-Detektor mit dem entsprechenden Stopfen wieder abgedichtet wurde.**

11. Schalten Sie die Vakuumpumpe aus und die entfernen Sie die Leitungen.
12. Schrauben Sie das T-Werkzeug heraus, bringen Sie die Abdeckung am Abpumpanschluss wieder an (bzw. beim Eos die Stoßschutzabdeckung, dabei einen Spalt von 1 mm lassen, damit sich die Abdeckung bewegen kann). Ersetzen Sie beim S2-Detektor-Spektrum die runde Abdeckung an der Rückseite und rasten Sie diese ein, indem Sie den entsprechenden Hexagon-Schlüssel einführen und in Uhrzeigerrichtung drehen, bis die Abdeckung fest angebracht ist.
13. Schalten Sie den Wasserkühler ein.

## 8.21 Justierung des Niedertemperatur-Aufsatzes

**Arbeitszeit:** 30 Min

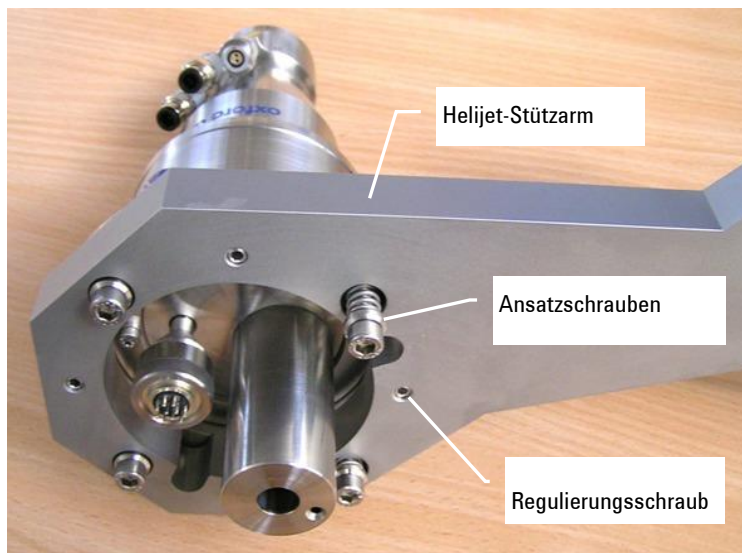
**Wann:** Wenn Sie bemerken, dass der kalte Luftstrom des Niedertemperatur-Geräts nicht auf die Kristallprobe ausgerichtet ist, die am Goniometer angebracht und zentriert ist.

**Werkzeuge:** 1 Satz Inbusschlüssel

### Verlauf

Die folgende Anleitung beschreibt, wie der Helijet am Xcalibur- bzw. SuperNova-Diffraktometer anzubringen ist. Eine ähnliche Prozedur wird bei der Justierung von Niedertemperatur-Aufsätzen befolgt. Jeder dieser Aufsätze benötigt einen anderen kompatiblen Zentrierring (der am Stützarm angebracht wird, welcher universal und an alle Aufsätze passt). Zentrierringe für Niedertemperatur-Aufsätze von den meisten großen Herstellern können bei Agilent Technologies erworben werden.

Bei Niedertemperatur-Aufsätzen, wie dem Oxford Instrument's Cryojet und dem Oxford Cryosystem's Cryostream, ermöglicht der kompatible Zentrierring, den Aufsatz nach oben und unten zu bewegen (in Richtung bzw. weg vom Kristall) und ihn mit einer seitlich montierten Verriegelungsschraube in Position zu halten. Bevor Sie mit dem Justierungsprozess fortfahren, stellen Sie sicher, dass der Ansatz in die untere Position gebracht wurde, um möglichst nahe am Kristall zu liegen.



**Abbildung 19 Helijet-Adapterplattenschrauben**

1. Drehen Sie die Regulierungsschrauben im Stützarm zurück, damit der Zentriering an die Unterseite des Stützarms geklammert ist. Die Ansatzschrauben müssen unter Umständen festgezogen werden, damit eine entsprechende Klemmkraft durch die Federung erzeugt wird.



**Abbildung 20 Ausgangsposition zur Helijet-Justierung**



**Abbildung 21 Helijet-Justierungshinweis**

2. Platzieren Sie die Regulierungsspitze am Endstück der Helijet-Düse.
3. Passen Sie einen Metallzeiger an den XYZ-Kopf an (siehe oberes Foto) und platzieren Sie ihn auf dem Goniometer.
4. Passen Sie das Endstück des Metallzeigers mithilfe der Goniometermitte optisch an (verwenden Sie dazu die XY-Schrauben am Goniometerkopf), und wenden Sie den F12-Befehl der CrysAlis<sup>Pro</sup>-Software.
5. Regulieren Sie die Helijet-Anpassschrauben so lange, bis die Regulierungsspitze fast in Kontakt mit dem Endstück des Metallzeigers kommt. Wenn alle Anpassschrauben ebenmäßig hineingeschraubt werden, bewegt sich der Helijet hinunter in Richtung Zeiger (und vice versa). Wenn nur eine der Anpassschrauben hineingeschraubt wird, bewegt sich der Helijet seitwärts, relativ zum Zeiger.
6. Stellen Sie sicher, dass alle vier Anpassschrauben den Zentrierring berühren und es keine losen Stellen im Bereich über dem Ring gibt.
7. Stellen Sie sicher, dass alle vier Anpassschrauben so festgedreht sind, dass der Helijet in der angepassten Position angeklammert bleibt.
8. Entfernen Sie den Goniometerkopf.
9. Entfernen Sie die Regulierungsspitze.

## 8.22 Reinigung der Wasserfilter

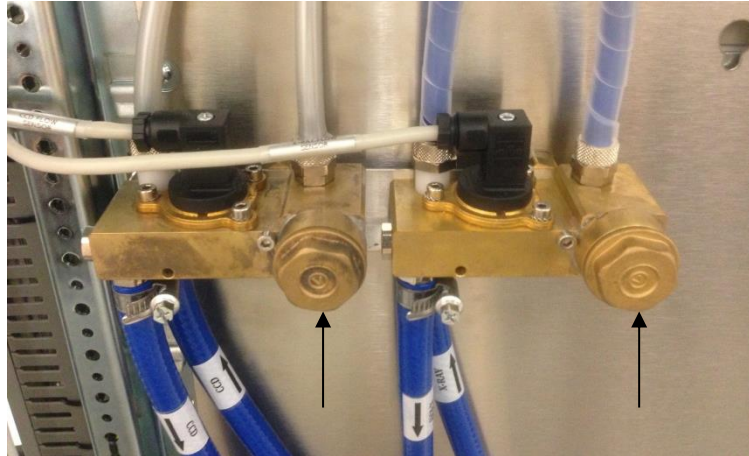
<b>Arbeitszeit:</b>	2 Std
<b>Wann:</b>	1 Mal jährlich bzw. auf Anfrage
<b>Werkzeuge:</b>	Großer Schraubenschlüssel Behälter, um verschüttetes Wasser aufzufangen Reinigungsbürste

Um den CCD-Kühlmittelfilter zu reinigen, muss der CCD-Detektor bei offenem Filter für einige Zeit ausgeschaltet werden. Dadurch wird der CCD aufgewärmt. Deshalb sollte diese Prozedur nicht zu oft ausgeführt werden, sondern nur während regelmäßigen Vorsorge-Wartungsbesuchen oder im Falle eines Kühlmittelfluss-Fehlers am CCD-Detektorkreislauf.

### Verlauf

1. Verwenden Sie die CrysAlisPro-Software, um die Röntgenquellenleistung auszuschalten. Warten Sie, bis die aktive Quellenleistung auf Null herunterfährt.
2. Öffnen Sie die Fronttür des Elektronik-Racks.
3. Schalten Sie den Wasserkühler ab, indem Sie den an der Frontplatte montierten roten Schalter verwenden (das stoppt auch den Hochspannungsgenerator und verhindert Röntgenstrahlenerzeugung).
4. Der CCD-Detektor wird durch den vorigen Schritt automatisch ausgeschaltet.
5. Öffnen Sie die linke Seite des Elektronik-Racks und finden Sie beide Wasserfilter, wie in der unteren Abbildung dargestellt.

6. Schrauben Sie mithilfe eines entsprechend großen Schraubenschlüssels die Messingmuttern los. Schrauben Sie eine nach der anderen ab, wie von den Pfeilen in der unteren Abbildung gekennzeichnet. Bereiten Sie sich darauf vor, verschüttetes Wasser aufzufangen.
7. Entfernen Sie das Metallsieb aus dem Inneren und reinigen Sie es unter Fließwasser oder, wenn nötig, mit einer Bürste.



**Abbildung 22 Wasserfilter**

8. Bringen Sie das Metallsieb wieder in entsprechender Richtung an.
9. Bringen Sie die Messingmutter (und die O-Ring-Dichtung) wieder an und ziehen Sie diese mit entsprechender Drehkraft fest, um das Element gegen Wasserlecke abzusiegeln.
10. Starten Sie den Wasserkühler und warten Sie eine Minute, um zu sehen, ob keine Wasserlecke auftreten. Reparieren Sie diese, wenn nötig.
11. Betrachten Sie die Frontplatte des Wasserkühlers, um sicherzugehen, dass keine Fehlermeldungen erscheinen.
12. Im Falle einer Pegel-WARNUNG, füllen Sie den Behälter wie im unten beschriebenen Verlauf auf.
13. Schließen Sie die linke Seite des Elektronik-Racks.
14. Warten Sie ungefähr 60 Minuten, bis der CCD-Detektor abkühlt.
15. Fahren Sie die CrysAlisPro-Software herunter und starten Sie diese erneut, um für einen erneuten Anschluss an den CCD-Detektor zu sorgen.

## 8.23 Auffüllung des Wasservorrats

Das System beinhaltet einen kleinen Wasservorratsbehälter, der entweder im Luftkühler oder in der linken Seite des Elektronik-Racks angebracht ist. (bei der Wasser-Wasserkühlungsoption). Die Software kann dem Bediener einen WARNUNGS-Hinweis zum Wasserstand anzeigen, und wenn keine entsprechenden Maßnahmen getroffen werden, später auch einen Wasserstand-Fehler, der den Wasserkühler für den CCD-Detektor außer Betrieb setzt. Die Frontplatte des Wasserkühlers im Elektronik-Rack wird auch diese WARNUNG mit einem

aufleuchtenden LED anzeigen. Im Falle dieses WARNUNGS-Hinweises bzw. der Fehlermeldung, muss der Bediener den Wasservorrat auffüllen. Die Prozedur sieht folgendermaßen aus:

1. Wasser-Wasser-Version: Öffnen Sie die linke Platte des Elektronik-Racks indem Sie die oberen und unteren Schösser mit demselben Schlüssel drehen, der zur Öffnung der Schutzschranktüren eingesetzt wurde.
2. Finden Sie den Vorratsbehälter, der sich an der Vorderseite des Racks befindet.
3. Öffnen Sie die Einfüllöffnung oben am Wasserbehälter (oder an der Oberseite des Luftkühlers).
4. Mischen Sie eine Lösung von 10% Ethylenglykol und 90% destilliertem Wasser vor.
5. Falls vorhanden, finden Sie das Sichtfenster an der Seite des Behälters.
6. Füllen Sie die Lösung in die Einfüllöffnung, bis der Pegel im Sichtfenster sichtbar ist.
7. Wenn es kein Sichtfenster gibt, füllen Sie den Behälter bis etwas unter der Einfüllöffnung auf.
8. Schließen Sie die Einfüllöffnung,
9. Schließen Sie die linke Platte des Elektronik-Racks.
10. Wenn sich der Wasserkühler des CCD-Detektors aufgrund eines Pegelfehlers ausgeschaltet hat, öffnen Sie die Fronttür des Elektronik-Racks, schalten Sie den Wasserkühler aus, indem Sie die leuchtende Taste an der Frontplatte betätigen, warten Sie 5s, und schalten Sie diese wieder ein.
11. Das System sollte dann automatisch neu starten. Gehen Sie sicher, dass der Pegelfehler-LED an der Frontseite des Wasserkühlers nicht aufleuchtet.
12. Schließen Sie die Fronttür des Elektronik-Racks.

## 9. Störungsbehebung

Symptom	Störung	Lösung
Röntgen-Shutter lässt sich nicht öffnen	1. Türen oder Seitenwände des Schutzschanks sind nicht richtig geschlossen.	Türen und Seitenwände richtig schließen.
	2. Röntgengenerator-Signalleuchte defekt	Anschlüsse und Lampe der Leuchte überprüfen Lampe ersetzen
	3. Strahlenblende ist in oberer Position.	Strahlenblende in untere Position bewegen, um den Röntgenstrahl zu blockieren.
	4. „Shutter offen“ - bzw. „Shutter geschlossen“ - Leuchte defekt	Anschlüsse und Lampen der Leuchten überprüfen Lampen ersetzen
	5. Schutzschranktüren wurden bei geöffnetem Shutter geöffnet und die Sicherheitsschaltung wurde aktiviert.	In CrysAlisPro das Experiment neu starten.
Unterbrochener Piepston vom System	Strahlenblende ist in oberer Position.	Strahlenblende in die untere Position bewegen, um den Röntgenstrahl zu blockieren.
Vakuumpumpe lässt sich nicht einschalten	Kein Strom an der Vakuumpumpe	Das Netzkabel zwischen dem Stromausgang an der Rückwand des Röntgengenerators und der Vakuumpumpe anschließen.
Vakuumpumpe ist laut	In der Röntgenoptik kann kein ausreichendes Vakuum erzeugt werden	Die Unterdruckleitungen auf sicheren Sitz zwischen Pumpe und Y-Stück im Gehäuse unter dem SuperNova-System überprüfen. Sicherstellen, dass die durchsichtigen Schläuche sicher zwischen dem Y-Stück, dem SuperNova System und dem Vakuumsensor im Gehäuse unter dem SuperNova-System angebracht sind. Sicherstellen, dass der Kollimator an das SuperNova-System angebaut ist. Sicherstellen, dass die Leitung des Vakuumsensors an der Rückwand des Röntgengenerators angeschlossen ist.

Symptom	Störung	Lösung
Generator erzeugt keine Röntgenstrahlen	1. Kein Strom am Röntgengenerator	1. An der Rückwand einschalten. 2. Die EIN-Taste auf der Frontplatte drücken.
	2. Die Not-Aus-Taste wurde gedrückt und nicht ausgelassen	1. Zum Rücksetzen die Not-Aus-Taste im Uhrzeigersinn nach rechts drehen. 2. Den Röntgengenerator mithilfe der EIN-Taste auf der Frontplatte zurücksetzen
	3. Kein Kühlwasser fließt durch die Röntgenquelle	1. Wasserkühler einschalten. 2. Sicherstellen, dass alle Wasserschläuche richtig angeschlossen sind. 3. Sicherstellen, dass keine Fehlermeldungen auf der Frontplatte des Wasserkühlers erscheinen. 4. Kontrollieren, ob das Kabel zwischen Rückwand des Wasserkühlers und dem Röntgengenerator angeschlossen ist.
	4. Die Röntgenstrahlungswarnleuchte am Schaltschrank ist nicht angeschlossen oder funktioniert nicht.	Sicherstellen, dass das Kabel der Warnleuchte (im Schutzschrank am oberen Rahmen der rechten Vordertür) angeschlossen ist, danach Agilent XRD-Kundendienst informieren.
	5. Die Temperatur der Röntgenröhre überschreitet ihre Maximaltemperatur. Der Fehler wird an der Frontplatte des Röntgengenerators angezeigt.	Den Röntgengenerator mithilfe der EIN-Taste auf der Frontplatte zurücksetzen. Den Agilent XRD-Kundendienst um Rat fragen.
Problem bei der Messung der kV- und mA-Werte des Röntgengenerators.	Ethernet-Kabel nicht richtig angeschlossen.	Ethernet-Anschlüsse zwischen PC und Hub (rechts vom Schaltschrank) und zwischen dem Röntgengenerator und Hub überprüfen.

Symptom	Störung	Lösung
<p>Goniometer hat Winkelpositionen aus dem Speicher verloren</p>	<p>1. Stromausfall am Goniometer</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Die Stromversorgung des SuperNova Systems wieder herstellen, den PC und das CrysAlisPro-Programm neu starten.</li> <li>2. Die SuperNova Schnittstelle ausschalten, 5 Sekunden warten und dann wieder einschalten.</li> <li>3. In CrysAlisPro die Befehlseingabe öffnen, <b>KM4 MGCUTIL</b> eingeben und auf „Enter (Eingabe)“ drücken.</li> <li>4. Auf „Parameters (Parameter)“ klicken und die zwei Tasten „Edit deg (Grad bearbeiten)“ drücken. Beide auf 1.0000 einstellen und auf „Slow (Langsam)“ klicken. Auf „Enter (Eingabe)“ klicken.</li> <li>5. Den fehlerhaften Winkel in den Optionsfeldern wählen. Auf „Set angles (Winkel einstellen)“ und „Start“ drücken. Die aktuelle Position jeder Achse, wie vom mechanischen Goniometer abgelesen, eingeben. Dabei auf „+“ oder „-“ achten.</li> <li>6. „Rsync all“ wählen und auf „Start“ klicken. Darauf achten, dass am Ende des Rsync-Vorgangs die Marken „Rsync“ auf 1 stehen müssen. Sie befinden sich auf der Textzeile unter der Parameter-Schaltfläche.</li> <li>7. „Hsync all (Hsync alle)“ wählen und auf „Start (Starten)“ klicken. Darauf achten, dass am Ende des Hsync-Vorgangs die „Hsync“- Markierungen auf 1 stehen müssen. Diese befinden sich auf der Textzeile unter der Parameter-Schaltfläche. Auf „OK“ klicken.</li> <li>8. In der Befehlszeile „gon reinit“ eingeben und auf „Enter (Eingabe)“ drücken. Dadurch werden alle Antriebe neu gestartet und der Goniometer kehrt in seine Ausgangsposition betriebsbereit zurück.</li> </ol>

Symptom	Störung	Lösung
	2. Not-Aus-Taste gedrückt	<p>Den Not-Aus-Taster im Uhrzeigersinn nach rechts drehen und zurücksetzen. Den Anweisungen auf dem PC-Bildschirm folgen:</p> <p>Schnittstelle ausschalten, 5 Sekunden warten und wieder einschalten.</p> <p>In CrysAlisPro „gon reinit“ eingeben und auf „Enter (Eingabe)“ drücken. Dadurch werden alle Antriebe neu gestartet und das Goniometer kehrt in die Position zurück, in der es beim Drücken des Not-Aus-Tasters war.</p>
Bewegungsfehler des Goniometers	Goniometerstillstand nach einem Zusammenstoß bzw. ein Hindernis die Goniometerbewegung blockiert	<p>Das Hindernis vom Goniometer entfernen und der Anleitung am PC-Bildschirm folgen.</p> <p>Schnittstelle ausschalten; 5 Sekunden warten und wieder einschalten.</p> <p>In der Befehlszeile „gon reinit“ eingeben und auf „Enter (Eingabe)“ drücken. Dadurch werden alle Antriebe neu gestartet und der Goniometer kehrt in die Position zurück, in welcher der Bewegungsfehler aufgetreten ist.</p> <p>Sollte der Fehler weiterhin bestehen, die CrysAlisPro-Software schließen und neu starten. Beim Neustart wird die Software die Spaltenbestimmungen des Goniometers testen und bei gefundener Störung den Bediener um erneute Spaltenbestimmung bitten. Der Anleitung auf dem PC-Bildschirm folgen.</p>
Seltsame Störbilder auf den CCD-Bildern (Zeilen, Blöcke, Schachbrett)	1. Fehler bei der Ethernet-Kommunikation zwischen Detektor und PC.	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Den CCD-Detektor durch Ausschalten der Stromversorgung des Wasserkühlers auf der Frontplatte zurücksetzen, 10 s warten und neu starten.</li> <li>2. Sicherstellen, dass der Ethernet-Link kurz danach neu startet, dazu die Windows Symbolleiste kontrollieren.</li> <li>3. CrysAlis<sup>Pro</sup> schließen und neu starten.</li> </ol>

Symptom	Störung	Lösung
Leere Bilder, da sich Röntgen-Shutter nicht öffnet	1. Schutzschranktüren sind nicht richtig geschlossen.	Sicherstellen, dass alle Türen/Platten/Wände geschlossen und gesichert sind. Wenn die Sicherheitsschaltung geschlossen ist, leuchtet eine grüne Leuchte in der Steuerungselektronik. Zugang über die Frontplatte des Elektronikschanks hinter der Vordertür.
	2. Leuchten für Shutter offen/geschlossen sind defekt.	Sicherstellen, dass die LED-Arrays noch funktionieren: Die Schnittstelle ausschalten, 5 Sekunden warten und die Schnittstelle neu einschalten. Alle Shutter-Anzeigeleuchten müssen kurzzeitig leuchten (z.B. offen/geschlossen an der Schrankaußenseite und die Leuchte „Shutter offen“ (rot) im Schrank an der Strahlenblendenhalterung).  Wenn die LED-Arrays nicht wie beschrieben funktionieren, wenden Sie sich bitte an den Agilent XRD-Kundendienst.
	3. Röntgengenerator ist nicht eingeschaltet oder erzeugt keine Röntgenstrahlen.	1. Sicherstellen, dass der Generator eingeschaltet ist und die Software anzeigt, dass die Stromeinstellungen des Röntgengenerators normal sind.  2. Sicherstellen, dass das orangefarbene Röntgen-LED-Array leuchtet (siehe Abschnitt oben zur Störungsbehebung des Röntgengeneratorsystems).
	4. Shutter-Signalkabel	Sicherstellen, dass das Shutter-Kabel (Fischeranschluss) am Optik-/Shutter-Gehäuse gesichert ist.
	5. Strahlenblende	Sicherstellen, dass die Strahlenblende in die Datenerfassungsposition gedreht ist (d.h. senkrecht).

Symptom	Störung	Lösung
	6. Die Not-Aus-Taste wurde gedrückt.	Sicherstellen, dass die Not-Aus-Haupttaste nicht gedrückt wurde (Röntgengenerator funktioniert auch nicht). Wenn doch, den Taster zurücksetzen und die Schnittstelle aus- und dann einschalten.
Goniometer bewegt sich nicht	Goniometer bewegt sich nicht, wenn der Schrank geöffnet ist	Die zwei Motion Enable-Tasten simultan gedrückt halten, um eine Goniometerbewegung zu ermöglichen

## Wasserkühler:

Symptom	Störung	Lösung
Die Einheit kann von der Frontplatte aus nicht eingeschaltet werden	Keine Netzstromversorgung	Netzstrom an der Rückwand anschließen.
Pegelfehler-LEDs leuchten nach Einschalten des Moduls auf	Pegel des Wasserkühlers/Vorrats ist zu gering	Den Luftkühler/Behälter mit Kühlmittel auffüllen (Lösung von 90% destilliertem Wasser und 10% Glycol).
Durchflussfehler-LEDs leuchten nach Einschalten des Moduls auf	Im Wasserkreislauf befinden sich Luftblasen	Das Gerät aus- und einschalten. Falls nötig, die Prozedur einige Male wiederholen, um die Luftblasen aus den Schläuchen und Rohren zu entfernen.
Durchflussfehler-LEDs leuchten während des Betriebs auf	Die Flüssigkeit kann nicht durch den inneren Kreislauf fließen (durch den CCD-Detektor oder die Röntgenquelle)	Kontrollieren, ob die Schläuche entsprechend miteinander verbunden und die Ventile geöffnet sind. Prüfen, ob der Filter nicht verstopft ist, und bei Bedarf reinigen.
Luftkühler-/Behälter-FehlerLEDs leuchten	Strom- oder Signalkabel des Luftkühlers/Behälters ist nicht angeschlossen	Schalten Sie die Stromversorgung zum KMW70-Wasserkühler an der Frontplatte aus. Das Luftkühler-/Behälter-Signalkabel an die Einheit und das Stromkabel an die Rückseite des Systems anschließen. Gerät einschalten.
Innere/äußere Temperatur-FehlerLEDs leuchten	Die Flüssigkeit im Kreislauf ist zu heiß.	a). Im Wasser-Luft-Modus, die Raumtemperatur unter 25 Grad C senken. Stellen Sie guten Raum zur Luftströmung um den Luftkühler zur Verfügung.

		b). Im Wasser-Wasser-Modus, die Wassertemperatur im äußeren Kreislauf reduzieren oder die Durchflussmenge steigern.
--	--	---

## Röntgenerators:

<b>Problem</b>	<b>Grund</b>	<b>Maßnahme</b>
Die Einheit kann von der Frontplatte aus nicht eingeschaltet werden	Keine Netzstromversorgung	Den Netzstrom mit dem Schalter an der Frontplatte verbinden
Wenn eingeschaltet, lässt die Einheit unterbrochene akustische Signale ertönen	Strahlenblende ist in oberer Position	Strahlenblende senken
Vakuumpumpe lässt sich nicht einschalten	Kein Strom an der Vakuumpumpe	Kabel zwischen dem CON-10 an der Rückseite und der Vakuumpumpe verbinden
Vakuumpumpe ist laut	In der Röntgenoptik kann nicht genügend Vakuum hergestellt werden	Kontrollieren, ob die Vakuümrohre sicher zwischen der Pumpe und dem Y-Teil im Gehäuse unter dem Sicherheitsschrank befestigt ist. Kontrollieren, ob die durchsichtigen Schläuche sicher zwischen dem Y-Teil, der Microfocus-Quelle und der Vakuumsensor-Verbindung an der Rückseite des Generators angebracht sind. Kontrollieren Sie, ob der Kollimator an der Microfocus-Quelle montiert ist.
Hochspannung kann nicht eingeschaltet werden	Die Röntgenröhre könnte zu heiß sein, Kühlwasser fließt wahrscheinlich nicht durch die Microfocus-Quelle, bzw. die Not-Aus-Taste wurde gedrückt.	Kontrollieren, ob die Not-Aus-Taste ausgelassen ist. Kontrollieren, ob das Wasserkühler-Generatormodul eingeschaltet ist und keine Fehlermeldungen zeigt. Kontrollieren, ob der

		Generatortemperaturfehler-LED deaktiviert ist. Dann den Generator an der Frontplatte ausschalten und nochmals einschalten, um den Status neuzustarten. Hochspannung einschalten.
Temperaturfehler-LED leuchtet	Die Röntgenröhre hat überhitzt und die Hochspannung wurde abgeschaltet	Den Generator an der Frontplatte ausschalten und neu starten, um den Status zurückzusetzen. Mit Agilent XRD-Kundendienst in Kontakt setzen, bevor Sie fortfahren.
Sicherheitsshutter lässt sich nicht öffnen, ein unterbrochenes akustisches Signal ertönt	Strahlenblende ist hochgezogen	Strahlenblende senken
Sicherheitsshutter lässt sich nicht öffnen, kein akustisches Signal ertönt	Die Sicherheitsschrankplatten oder –Türen sind geöffnet	Die Sicherheitsschrankplatten und –Türen schließen
Hochspannung ist eingeschaltet, kann aber mA über Null emittieren	kV-Einstellung ist zu klein	Die Spannung auf mindestens 10 kV einstellen, und den mA-Wert erhöhen.
	kV-Einstellung ist korrekt, eine Emission ist aber unmöglich	Möglicherweise ist der Glühdraht der Röntgenröhre defekt. Setzen Sie sich mit Agilent Technologies in Verbindung, um die Röhre auszuwechseln.
kV- oder mA-LED-Fehlerleuchten bei Einstellungsänderungen	Die Einstellungen werden schnell gesteigert, sodass der eigentliche Wert hinter dem angefragten Wert zurückbleibt	Nachdem die Steigerung der Werte abgeschlossen ist, sollte der Fehler-LED nicht mehr leuchten.

## 10. Ersatzteile

### 10.1 Sicherungen

Gerät	Lage	Wert	Packung	Bezeichnungen
Stromversorgung	Elektronik-Rack (rechte Seite)	10 A / 250 V flink	5x20 mm	F1
Luftkühler	Luftkühler	1 A / 250 V flink		F1
Kühler	Rückseite des Kühlers	3.15 A / 250 V flink		F1

### 10.2 Lampen

Gerät	Lage	Beschreibung
Schutzschrank Röntgen- und Shutter-Anzeigeleuchten	An der Schrankvordertür	M-LIGHT LED-Module (gelb, grün, rot)
Anzeigeleuchte „Shutter offen“	Am Strahlenblendensockel	MultiLED T5, 5 ROT 12 V / 25 mA (Swisstac)
Schutzschrank-Beleuchtung	Im Inneren des (oberen) Schutzschanks	MEGA X1R WEISS LED
Probenbeleuchtung	Am Strahlenblendenarm	LED WEISS 10MM 6DEG

# 11. Hinweise zur Entsorgung

## 11.24 Röntgenröhre und CCD-Detektor

Sowohl die Röntgenröhre als auch die CCD-Detektoren sind mit Beryllium-Fenstern ausgestattet. Entsorgen Sie Beryllium in Übereinstimmung mit den örtlichen behördlichen Vorschriften.

## 11.25 Ausrüstung von Fremdherstellern

Für Informationen zur Entsorgung von Ausrüstung von Fremdherstellern, siehe Bedienungsanleitungen der Fremdhersteller.

## 12. Zusatzinformationen

### 12.26 Information von Fremdherstellern

Informationen, die als „optional“ markiert wurden, werden nur geliefert, wenn diese Option im System eingebaut ist.

<b>Titel</b>	<b>Lieferant</b>	
Technisches Datenblatt zur Metallsicherheit M10 Beryllium	Brushwellman	
Cryojet Bedienungsanleitung	Oxford Instruments	optional
Cryostream Bedienungsanleitung	Oxford Cryosystems	optional
Helijet Bedienungsanleitung	Agilent Technologies	optional

## 12.27 Zeichnungen

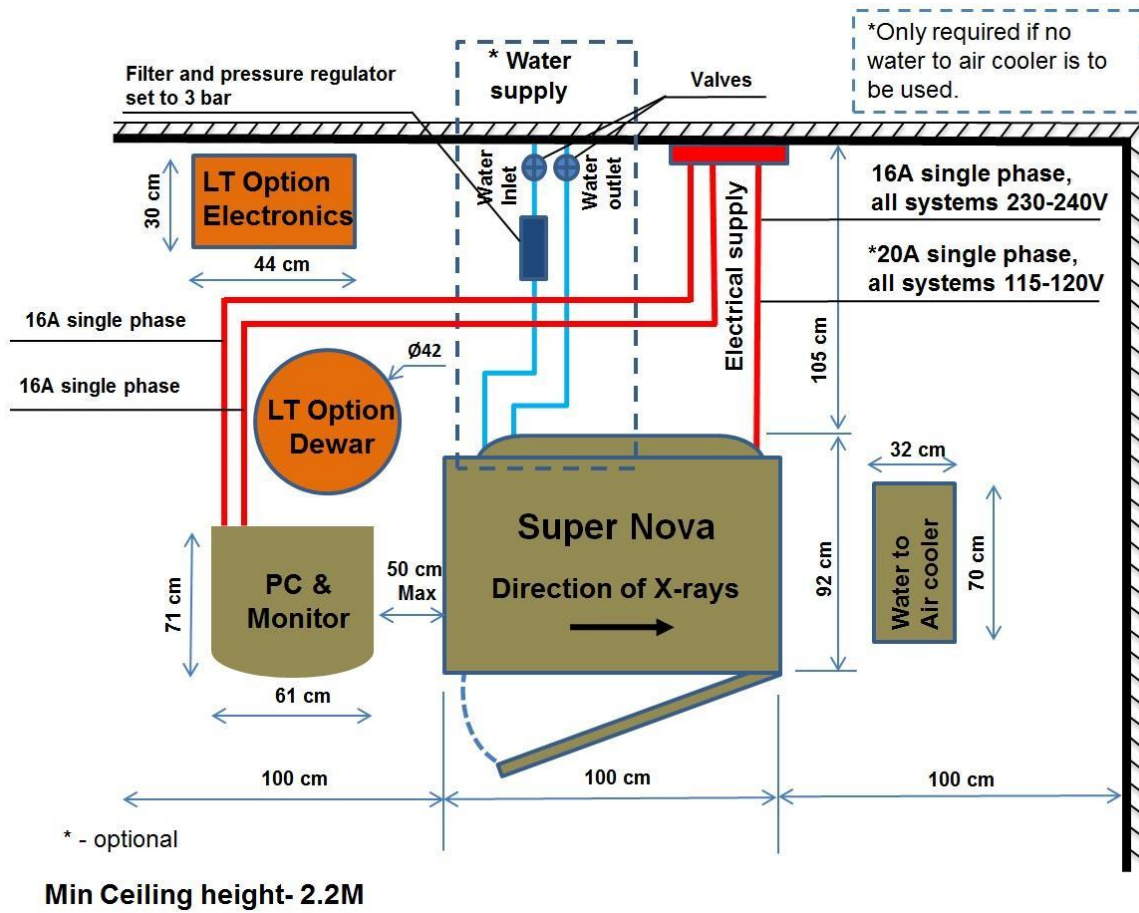


Abbildung 23 Empfohlener Aufstellungsplan von SuperNova

## SuperNova-Abmessungen (in cm)

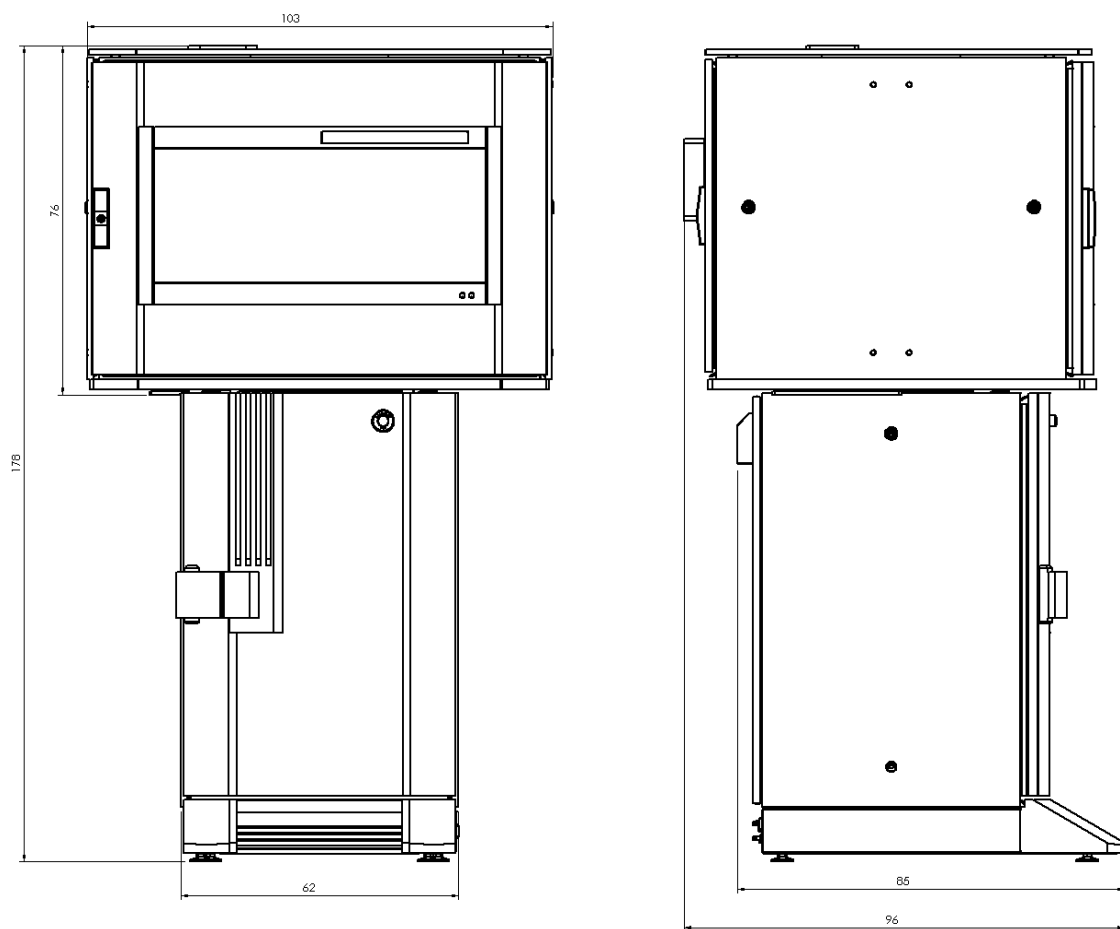


Abbildung 24 SuperNova-Systemabmessungen (erweitert)

# Anhänge

## Anhang 1

## Röntgenröhren-Wellenlängen

Anode	K $\alpha_1$	K $\alpha_2$	K $\beta_1$	K $\alpha_1$ □ K $\alpha_2$
Cr	2.28976(2)	2.293663(6)	2.08492(2)	1.00170
Co	1.78901(1)	1.79290(1)	1.62083(2)	1.00217
Cu	1.540598(2)	1.544426(2)	1.39225(1)	1.00248
Mo	0.7093187(4)	0.713609(6)	0.632305(9)	1.00605
Ag	0.5594214(6)	0.563812(4)	0.497081(4)	1.00785
W	0.180199(2)	0.185080(2)	0.158986(3)	1.02709

## Anhang 2

## Standard Crystal Parameters

Verbindungsname: Ylid (2- Dimethylsulfuranyliden-1,3-Indandion)

Verbindungsformel: (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>S)

Zellkonstanten: a= 5.947 Å                       $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$   
 b= 9.026 Å  
 c= 18.399 Å

## Anhang 3

## Temperaturskalen-Umrechnung

Zur Umrechnung von Fahrenheit in Celsius: 32 von F subtrahieren, dann mit 5/9 multiplizieren      C=5/9(F-32)

Zur Umrechnung von Celsius in Fahrenheit: mit 9/5 multiplizieren, dann 32 addieren      F=(9/5C)+32

Zur Umrechnung von Celsius in Kelvin: 273,15 addieren      K=C+273.15

Zur Umrechnung von Fahrenheit in Kelvin: zuerst F in C umrechnen, dann 273,15 addieren

## Anhang 4                      **Wartungsprotokolle**

Die beigefügten Protokollblätter sind Beispiele für die Art der Aufzeichnungen zu Wartungskontrollen, die für SuperNova erstellt werden müssen. Diese Aufzeichnungen sollen nur nachweisen, dass die Wartung, wie in diesem Handbuch beschrieben, durchgeführt wurde. Andere Wartungsaufzeichnungen müssen entsprechend lokalen, nationalen oder internationalen Vorschriften geführt werden.

<b>Wöchentliches Wartungsprotokoll</b>				
<b>Woche Nr.</b>	<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Kommentar</b>
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				

<b>Wöchentliches Wartungsprotokoll</b>				
<b>Woche Nr.</b>	<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Kommentar</b>
21				
22				
23				
24				
25				
26				
27				
28				
29				
30				
31				
32				
33				
34				
35				
36				
37				
38				
39				
40				
41				
42				
43				
44				
45				

<b>Wöchentliches Wartungsprotokoll</b>				
<b>Woche Nr.</b>	<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Kommentar</b>
46				
47				
48				
49				
50				
51				
52				

<b>Monatliches Wartungsprotokoll</b>						
<b>Monat</b>	<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Not-Aus-Kontrolle OK? J/N</b>	<b>Röntgenstrahlungskontrolle OK? J/N</b>	<b>Kommentar</b>


<b>Halbjährliches Wartungsprotokoll</b>			
<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Kommentar</b>

<b>Jährliches Wartungsprotokoll</b>					
<b>Datum der Wartung</b>	<b>Name der Person, die den Test durchführt</b>	<b>Unterschrift</b>	<b>Geräteparamet erdatei feinangepasst? J/N</b>	<b>Vakuum aus dem CCD- Detektor gepumpt? J/N</b>	<b>Kommentar</b>

---

© Agilent Technologies, Inc.  
Gedruckt in Polen, September 2014

