

2008年11月9日(土) ~ 11月12日(水)

名古屋工業大学 エレクトロニクス基礎工学研究室  
井田 隆

共同利用実験 20076093

「検出器多連装型高分解能軌道放射線分析装置の  
高性能化」

2008年11月9日(土)

○ 京大. 三宅グループの31主観を.

- ・ 高温処理の代わりに DATA PRO 1-  
使えば. "Connect" は使えば 125° の  
オージェット 1-100.
- ・ 軸差誤, 非円筒性処理の必要性が不明確.
- ・ "Kill All Graphs" 機能を使えば, 石と玉の  
挙動がわかる.
- ・ 高温 (1200°C ~ 1300°C) の格子定数標準は  
あるだろうか?  
→ 京大 石澤伸夫教授の最近の  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  の  
データが使えるかも.
- ・ LAN, 110°以下の角度から HUB の電圧  
入りを確認して回収した.
- ・ 7-321 を新しく購入. 現在は 4B21107 の  
上流, 425° 傾きのままに 412 あり.

9:33

○ ~~MA5~~ MAS X 120210-3 25-10FF

○ 11° Y 3 = 用カ-1° Y-3 と 12° Y-3

(以前, INAX 山崎氏から 助言をうけた。2-4° n a 4-0° 2 a 12°)

○ 夕-三夕-夕 (S11 NS-2270) 電源 OFF

PS-232C と USB 接続器 (2) だけ。

○ 測定制御) "07" "u" "MAS20081022-1" 起動,  
"MAS20081109-1" として保存。

[MAS] → [Delete All Scan Data...]

④ [File] → [Save Experiment] で上書き保存。

[MAS] → 「Initialize control panel」で  
初期化 (コマンドの  $11^\circ$  を表示)。

コマンドの  $11^\circ$  を  $10^\circ$  に閉じて、もう一度

[MAS] → 「Initialize control panel」で  
再表示する。

○ MAS がコマンドの電源 ON。

9:57 全軸初期化

④ 検出器位置調整の終了

○  $z$ - $u$  位置確認

74.11  $z$ - $u$  位置  $-8.3 \text{ mm}$  2"

4+3" の撮影 (120s)

問題発生。

○ 74.11  $z$ - $u$  スキップ

Cu K $\alpha$  (2) 減衰相. 巾  $2.5 \text{ mm}$ , 高  $0.05 \text{ mm}$

74.11 番号

No.1 検出器  $2.4^\circ$  に設定。

3+3"  $z$ - $u$   $14 \text{ mm}$

No.1 3+3"  $z$ - $u$   $1.7^\circ$ ,  $20 = 1.7^\circ$

冷却水. 上流側  $24.1^\circ \text{C}$ , 下流側  $24.7^\circ \text{C}$

$z$ - $u$  位置  $-8.2 \text{ mm}$  に初期化

変更 ( $\leftarrow -8.3 \text{ mm}$ )

○ コーポレーション調整

標準材料台と 0.05mm 0.27-27.1 設定

$\theta = 0^\circ$ , 0.27-27.1  $\alpha$  向 = 3 p1 位置で  $\theta = 0^\circ$  同様確認

$\Sigma_{Gowd} = -12.12 - 9.1 \text{ mm}, 0.05 \text{ mm}$  77.7°

$\Sigma = -10.5 \text{ mm}$  (付添の明確な値) p1 位置で  $\theta = 0^\circ$  同様確認

-10.5mm 位置に移動

$\Sigma = -10.65 \text{ mm} \sim -10.35 \text{ mm}$ , 77.7° 0.005mm

2° ずつ 0.2. 0.25 位置 -10.495mm

77.7° 位置を 変更 ( $\leftarrow -10.620 \text{ mm}$ ), 初期化.

$\Rightarrow$  コーポ ~~MAS2008~~ MAS2008(109)-1

○ 3+3+4 調整

0.27-27.1 設定

No.1 標準台を 21.4° 位置に移動

3+3+4 エッジを  $\theta = 0^\circ$  1mm 位置

No.1 3+3+4 を 77.7° 位置 (10.620°) に移動

11:04

~~調整開始~~ 自動調整開始 (No.1)

12:03 (自動調整継続中)

No.5 調整開始.

12:22

自動調整終了

エッジの  $\theta$  の  $\gamma$  位置信号切替  $\Sigma$  と p1

~~off~~ 12.5: 21.4  $\Rightarrow$  コーポ MAS2008(109)-2 disable

enable に変更 ( $\Sigma = 20.5$  と  $\Sigma = 21$ )

Batch No. 34 再設定 (No. 6, 20 と  $\Sigma = 2$ )

同様に Batch No. 28, 22, 16, 10, 4 を再設定

~~調整~~



No.	$\theta_A (^\circ)$	$2\theta_{\text{J}} (^\circ)$	$2\theta_{\text{I}} (^\circ)$	$Z_{\text{J}} (\mu\text{m})$	$\Delta Z_{\text{J}} (\mu\text{m})$
1	10.518	124.8198	124.8229	-10.51	2.18
2	10.457	99.8111	99.8120	-10.49	2.41
3	10.408	74.7788	74.7787	-10.50	2.04
4	10.843	49.8092	49.8072	-10.51	2.66
5	10.655	24.8289	24.8269	-10.51	2.12
6	10.482	-0.0215	-0.0214	-10.49	2.60

No.3  $\theta$  と  $\theta'$  の調整順序の並び (10.427° → 10.408°)

$2\theta$  補正値 (74.8043° → 74.7788°) の並び

$\theta'$  と  $\theta$  の並び: 正しく補正できず問題がある  
見直し

⇒ 2番目 "MAS20081109-3"

$\theta$  と  $\theta'$  の  $2\theta$  を 5mm ずつ開けた

○  $2\theta$  補正値の再調整

$\theta$  と  $\theta'$  の  $2\theta$  の開き幅を調整するとともに  
 $\theta$  と  $\theta'$  の軸に合わせる (軸ずれ) の  
 $\theta'$  の  $2\theta$  の  $2\theta$  補正値に並び  
調整する

No.	$2\theta_{\text{J}} (^\circ)$	$2\theta_{\text{I}} (^\circ)$	$\Delta 2\theta_{\text{J}} (^\circ)$	$\Delta 2\theta_{\text{I}} (^\circ)$
1	124.8195	124.8225	-0.0003	-0.0004
2	99.8099	99.8110	-0.0012	-0.0010
3	74.7789	74.7782	-0.0008	-0.0005
4	49.8071	49.8054	-0.0021	-0.0018
5	24.8292	24.8265	-0.0007	-0.0004
6	-0.0215	-0.0213	0.0000	+0.0001

⇒ 2番目 "MAS20081109-4"



## ○ 調整

平板回転試料台を設置.

半割径号設置

2回転/分

θ スキップ (No. 1):  $-0.85^\circ \rightarrow 1.15^\circ$  (ステップ  $0.05^\circ$ )

θ<sup>2</sup> の値は 約  $0.07^\circ$

θ スキップ (No. 1):  $-0.03^\circ \rightarrow 0.17^\circ$  (ステップ  $0.005^\circ$ )

θ<sup>2</sup> の値は 約  $0.075^\circ$ . θ<sup>2</sup> の強度 約 300カウント

θ =  $0.075^\circ$  に切り分

2θ スキップ (No. 1 補正):  $-0.015^\circ \rightarrow 0.015^\circ$  (ステップ  $0.001^\circ$ )

2θ θ<sup>2</sup> の値は:  $0.010^\circ$ . θ<sup>2</sup> の強度 約 5600カウント

半割調整. 最大強度 15,000カウント  
半割強度 7200カウント

θ スキップ:  $-0.025^\circ \rightarrow 0.175^\circ$  (ステップ  $0.005^\circ$ )

θ<sup>2</sup> の値は:  $0.075^\circ$ , θ<sup>2</sup> の強度 7,500カウント

⇒ 22 号 MAS20081109-5"

## ○ 入射 X 線分光強度分布評価

スリット: 巾 10 mm, 高さ 1 mm

14:58

自動測りを開始.

θ =  ~~$0.1^\circ$~~   $0.1^\circ$  に切り分, 2117 =  $(12 \frac{1}{2})^\circ$  c.

15:12

θ =  $8^\circ$  に切り分. 自動測りをやめた.

17:21 終了.

⇒ MAS20081109-6"

○ 入射X線分布の測定, 計測方法.

111 反射: "Safe Scan" は向3分終了.

~~111~~ 220 反射: "Batch Scan" 終了.

$$2\theta = 36.4835^\circ, \theta = 18.1560^\circ$$

と  $\gamma, \tau_2$ . 計測12分, 2分.

~~check~~ "Positioning" 11° & 112 check (title = New)  
 1分 > 1分 > 2分 > 2分 > 2分.

"Batch scan" 2° の  $2\theta - \theta$  2分, 2分, 1分 + 1分 = 1分  
 2分 > 1分 > 1分 > 1分 > 1分.

11° > 1分.

19:34 Batch No. 3 開始

21:46 測り終了.  $\Rightarrow$  "MAS20081109-7"

Batch 15, 16 1分 入射12分, 2分.

この2つの合計4分.

$\Rightarrow$  "MAS20081109-8"

見かけの  $d$  の値:

hkl	111	220	311	400
$2\theta(^\circ)$	22.018	36.345	42.900	52.338
331	422	511	440	531
57.447	65.385	69.903	77.169	81.42
620	533	444	711	642
88.420	92.600	99.608	103.876	111.18
553	800	733	822	555
115.74	123.77	128.96	138.62	145.41



○ S.P.M. (SPM640c) 物子統計評価実験

対称反射法にて

2°D<sub>5</sub>の中 "Batch scan" にて軸番号37を  
自由回転とあり可なり書述した。

0.9°ステップ、7°ステップ、7°ステップにて、0°~360°  
(400点) 測PT=0.5s、測PT平均時間9'17"  
連続回転cyは400点の場合、所要時間6'43"

2008年11月10日(月)

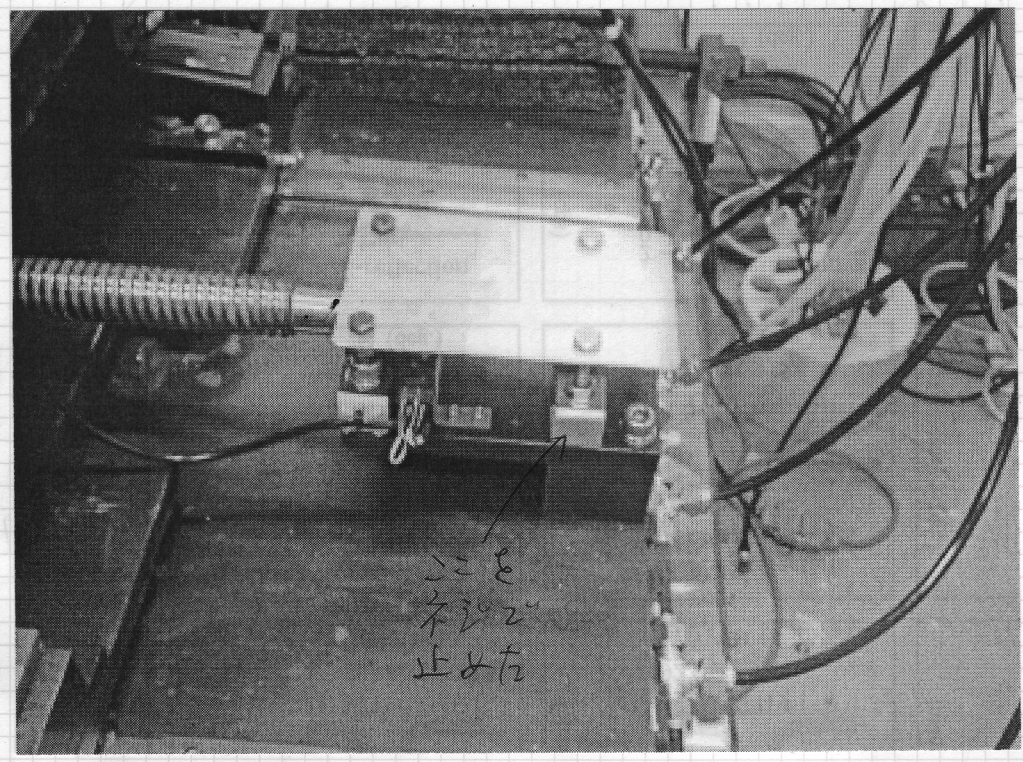
○ 物子統計評価実験 (対称反射法) (11月4日 No.34)

733反射法にて測定して、822反射法測定途中にて  
40=各ルソ0-2°の予定。

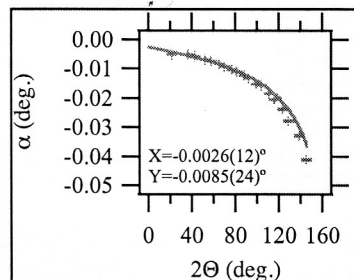
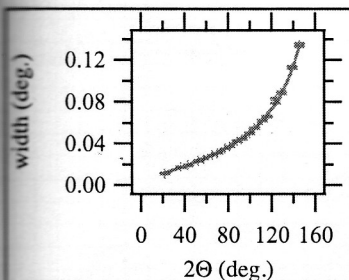
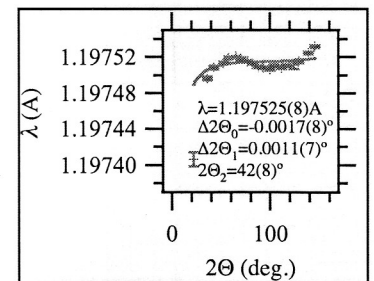
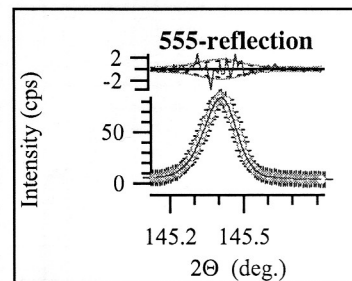
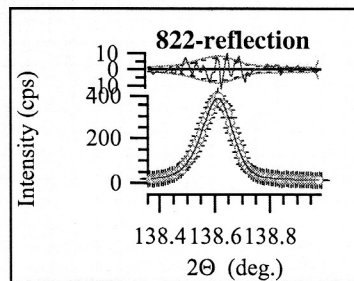
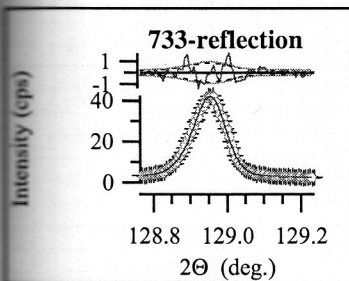
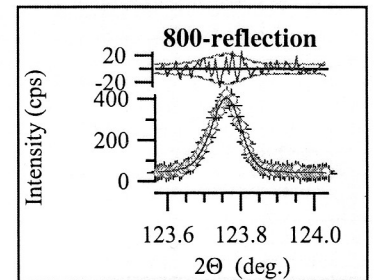
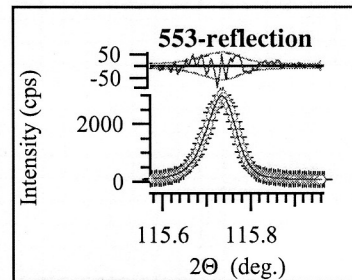
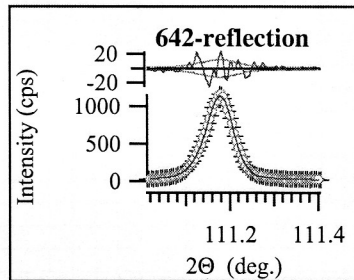
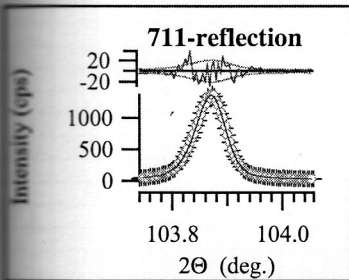
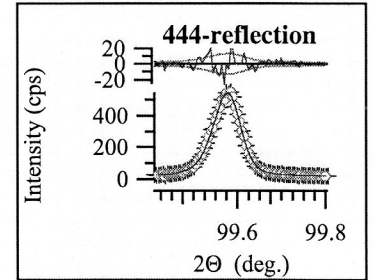
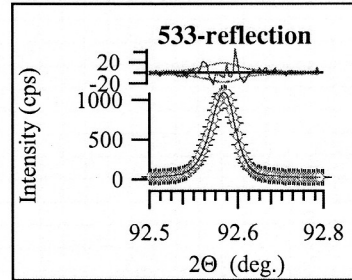
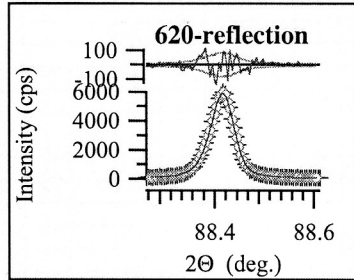
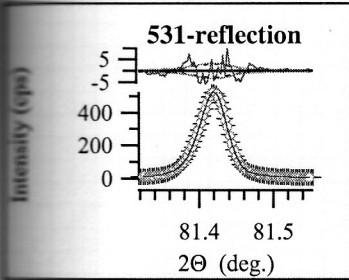
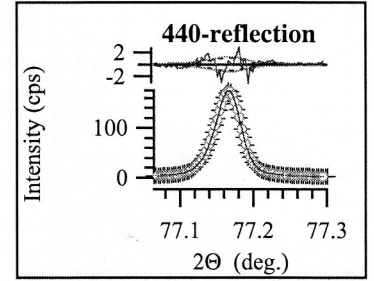
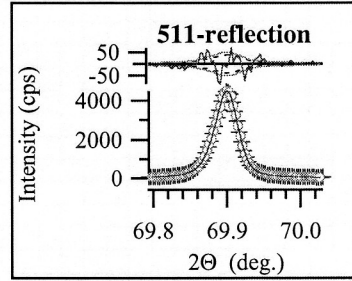
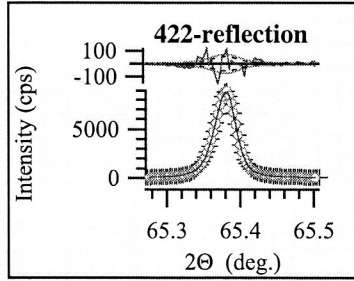
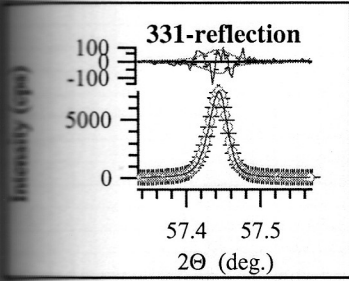
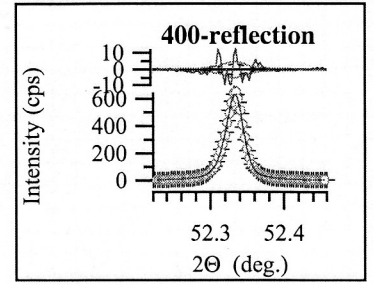
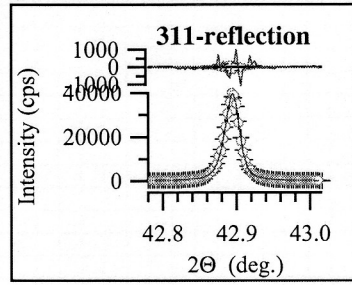
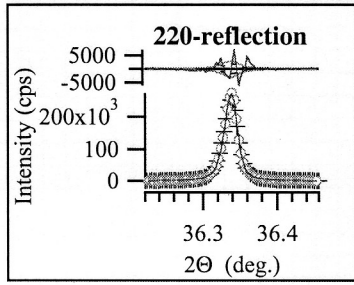
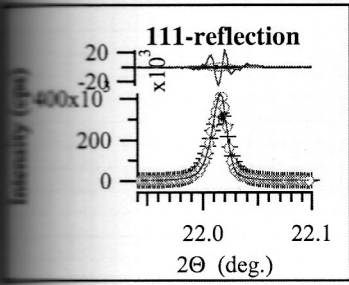
09:00 千代田大学にて、測定途中 ⇒ MDS20081109-9"

○ コントロール位置決め用のカメラ設置の準備

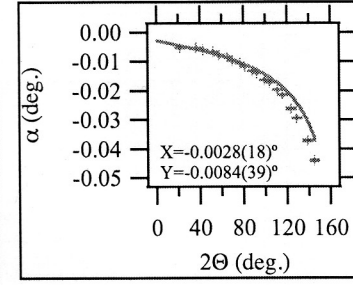
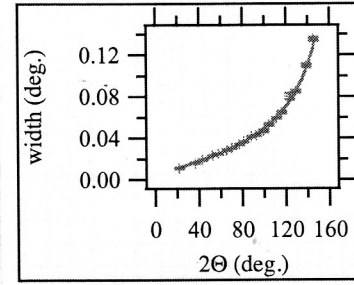
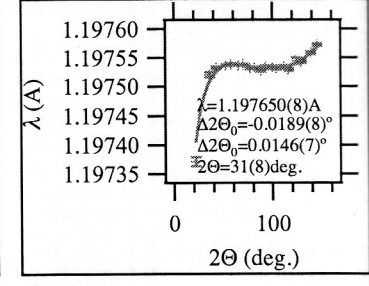
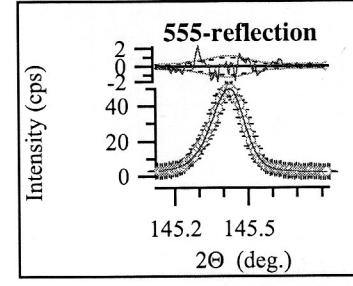
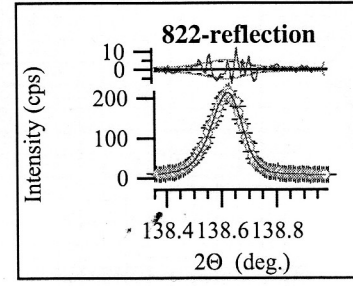
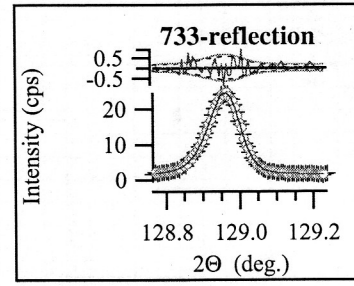
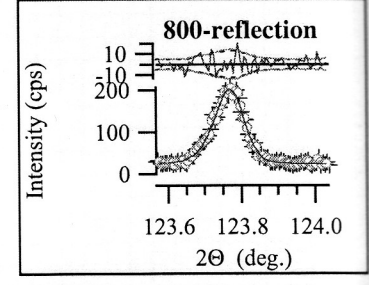
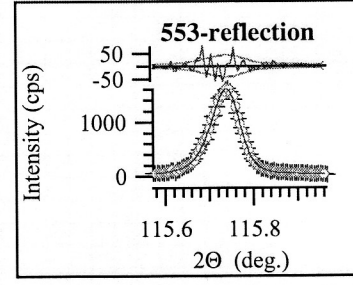
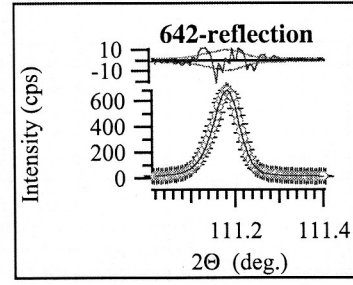
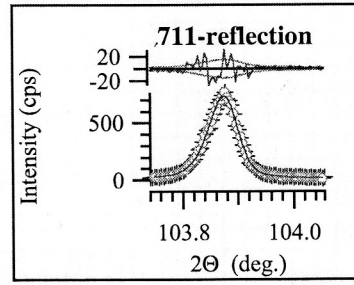
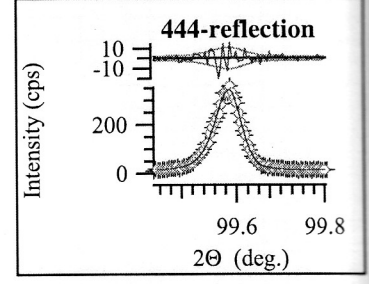
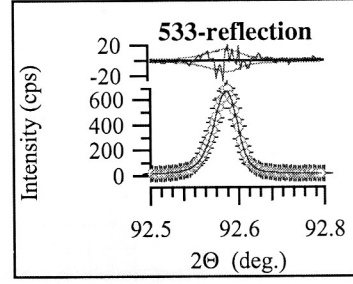
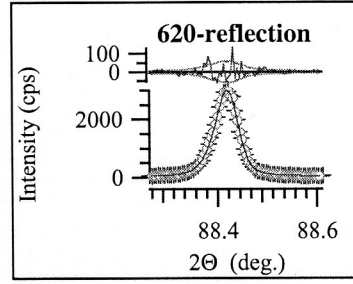
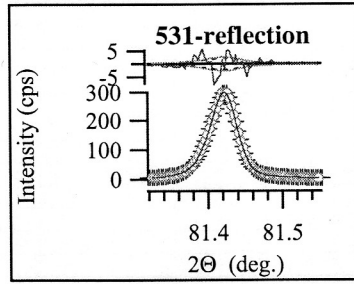
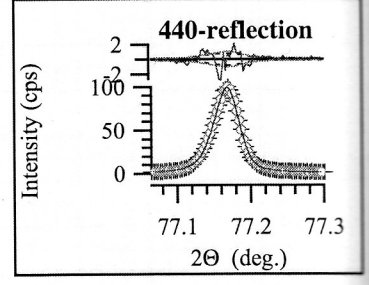
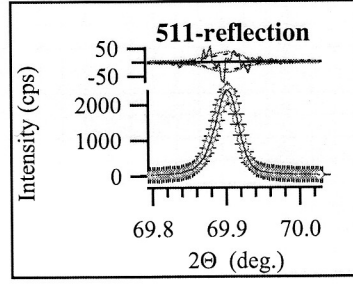
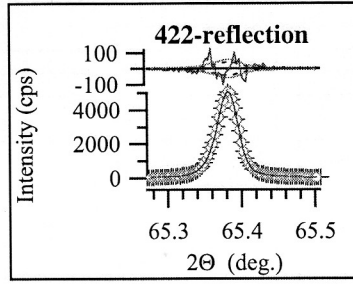
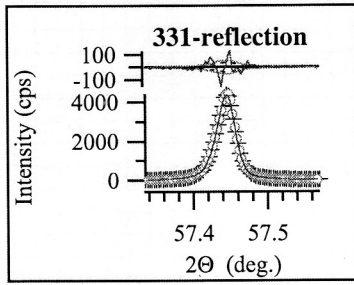
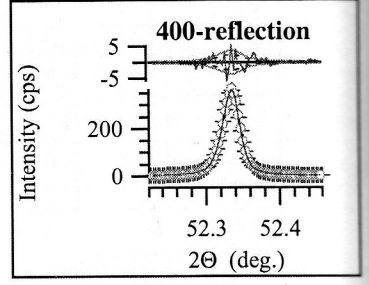
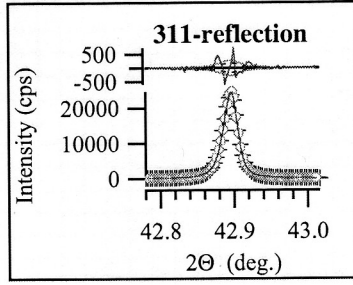
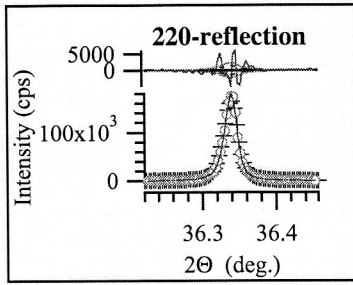
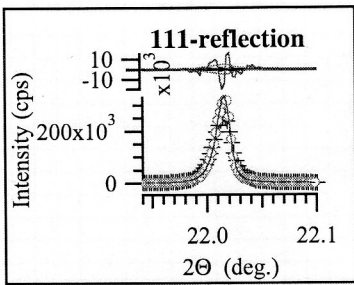
カメラの位置決め板 (cf. #11-170) をカメラと  
カメラとの距離を調整して、カメラの位置を固定した。







非衍射法  
α = 8°  
2008年11月9日 204号  
"MAS20081109-6"



扫描方法  
2008年11月9日  
"MAS 2008 1109-8"



○ 非対称反射法と対称反射法との波長校正値の不一致について考察

非対称反射法(入射傾斜角  $8^\circ$ ) では

$$\lambda = 1.197525(8) \text{ \AA}$$

と見積られたが、角度のずれによっての不一致が原因。

対称反射法では

$$\lambda = 1.197650(8) \text{ \AA}$$

と見積られた。  $\lambda_{obs}$  の  $\gamma$  のずれは

良好である。

非対称反射法では  $\gamma$  のずれが結晶面上での X 線電極の当り面積が変化する。  $\gamma$  のずれが結晶の歪みの影響を受ける可能性がある。

○ キュービク回転試料台の不具合の修正

キュービク回転試料台のキュービクの異常に大きい分解に調へた。連続回転を止めると、ステップ駆動には不都合を状態である。

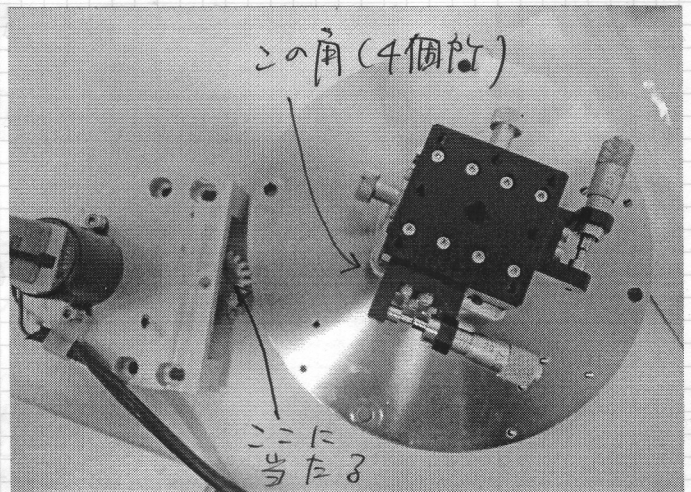
XY ステップを支持している台の角が、キュービクを噛み

合せると、中間キュービクの軸受け部に衝突してしまう。

衝突しないように中間キュービクを  $1 \text{ mm}$  くらい離して

使った。異常に大きいステップの要因は、 $\gamma$  と関係がある。角(4個所)をヤスリで削り、2.

歯車を噛ませると干渉しないように修正した。





2008年11月11日(火)

① 粒子統計評価実験. 対拉力打込(27~31)

822/660 打込 と 751/555 打込 (cf. p.51)  
 (11~4 番号 34~37 を継ぎ足す)

⇒ "MDS20081111-1"

また, 以下の11~4+2 異常に強度が出た.  
 To まで強度には異常が出た.  
 20 値域には出たが, 右可能性がある.  
 今までの27~31 値域に記録しているが, 右の  
 粒子統計誤差評価実験 27 27~31 値域  
 記録した方がよい.

(強度出異常に記録した27~31)

11~4 番号	20(°)	hkl	回転	出た回数
19	88.420	620	連続	1
20	92.600	533	27.7°	2
21	<del>99.608</del>		連続	2
22	99.608	622	27.7°	2
23	"		連続	2
30	123.770	800	27.7°	1
31	"		連続	1

"MDS20081111-2"

また, 11~4 No. 18~23 を確認 (有るか).  
 No. 19 の 27 打込が記録されたので, 右の27 中絶. ↗  
 No. 19 ~ 23 の20 値域に記録した No. 5 ~ No. 1 検出率を用い  
 て, 27 右. No. 24 ~ 37 は 補正をしたので, 右の27  
 強度が出たのでよい.

現行 11~27 の27 試料の自由回転を評価軸  
 番号 37 は番号 4 番 22 の打ち込み. 27 27~31 値域 (27

対応している。加中変位の百操作に与るべきは  
 3.2を指している。その2.20=2.7°を各心を用設計  
 する必要がある。

① 粒子統計評価実験、これは計測室内の解析。

回転計料台の0.9°回転 = 0.5s

強度の読み込み = 0.5s

かかるとそのほかの扱いは説明して置。

単位計数時間 0.5s の繰り値に2.21は  
 無効か。

② 粒子統計評価実験、特徴的状況。

11°と番号 30, 31 (800度特) は単位に

強度は但し11°の2.21統計的に有意な差を得た。

0.5s の計数時間

と一致する 0.5s 4回繰り値に2.21は

有意と見なす。

2.21の7.7 → "MDS20981111-3"

③ 粒子統計解析

hkl	2θ(°)	m	7.7°回転 / 連続回転 平均	分散
111	22.018	8	36,970(130)	6,908,600(50,000)
			37,340(20)	101,000(5,000)
220	36.345	12	23,690(90)	3,800,000(300,000)
			23,648(12)	60,000(900)
			13,410(50)	

No.	平均回転		連続回転	
	平均	分散	平均	分散
0	36,970(130)	6,900,000(500,000)	37,337(16)	101,000(5,000)
1	23,780(100)	3,800,000(300,000)	23,648(12)	60,000(900)
2	13,410(50)	810,000(50,000)	13,511(8)	25,000(5,000)
3	12,900(100)	3,700,000(400,000)	12,763(6)	15,000(3,000)
4	10,990(50)	810,000(80,000)	10,878(6)	14,800(1,800)
5	12,490(50)	1,000,000(80,000)	12,384(7)	18,000(600)
6	6,000(30)	290,000(20,000)	6,005(4)	<del>7,860(110)</del> 6,800(900)
7	9,550(60)	1,510,000(140,000)	9,330(5)	10,900(1,200)
8	9,500(40)	480,000(60,000)	9,382(5)	11,700(600)
9	1,750(10)	44,000(6,000)	1,722(2)	1,860(110)
10	1,670(10)	43,000(6,000)	1,683(2)	1,730(160)
11	862(7)	20,000(2,000)	855(1)	880(60)
12	920(4)	5,300(400)	906(2)	960(60)

- 13
- 14
- 15
- 16
- 17
- 18

I<sub>0</sub> まで平均回転の12にまで平均回転を上げ、  
3分

連続回転

1回転/0.5s, 2回転/0.5s, 連続回転20  
回転/0.5s (平均回転12.5) 平均回転20  
確認 した。

⇒ "MP52008111-3" 上昇



① 非対称炉材による粒子統計評価測定。

充てん炉材の得られた

111, 220, 311, 400, 331, 422, 511/333

1=7.12, ~~FT=13~~, FT=0.552

④ = 8° と 12 回転試験台を中々測定を  
実施した。

⇒ "MAS 20081111-4" (炉内径 1°13')

② 連続回転時の粒子統計誤差評価測定の実験。

試験器回転 ④ を中々: 8° → 12° (0.01° ステップ)  
とした場合と。

試験器連続回転した際の同じ ④ を中々とした場合とを  
比較する。

非対称炉材による粒子強度増大効果に対応する  
強度依存性があることを示す。

これを差した際の残りを比較する。

平板回転試験台による粒子統計改善効果を  
評価するものと考へた。

18:12 111 ~ 511/333 の炉材の測定

16:07 測定開始

18:21 測定終了

連続回転時の統計的有意性を分析する

増大の粒子数を正確に記録 ⇒ "MAS 20081111-5"

残りの炉材は単位計測時間 1s 2"

測定あり。(No. 14 ~)

21:00 是時入射: 測定中 (No. 21 終了)

21:06 入射終了 23:27

⇒ 23:27 の炉内径

1 hr 45 min

No. 22 ~ No. 29 (82#02)

Unit RT = 15 254 是. 254 是 1hr 43min

No. 30 ~ No. 37 (82#02)

Unit RT = 25 254 是. 254 是 2hr 37min

25:32 254 是 終了.  $\Rightarrow$  "MAS20081111-6"

○ ZnO, 5 $\mu$ m 254 是

Wako Pure Chemical, 99.8%

254 是 42 倍 的 p- 太 主. 254 是 254 是 254 是 254 是

254 是 254 是. 254 是 254 是

-5 $^{\circ}$  ~ 29.98 $^{\circ}$ , 0.005 $^{\circ}$  254 是, RT = 25

254 是 254 是. (254 是 254 是 254 是)

26:08

254 是 254 是

2008 年 11 月 12 日 (水)

○ ZnO, 5 $\mu$ m 254 是

8:28

254 是 254 是

$\Rightarrow$  "MAS20081111-7"

申し添えの事柄.

・ 波長設定  $1.2 \text{ \AA}$ , 変更なし (cf #11, p.158)

波長校正値  $1.197650(8) \text{ \AA}$  (cf. p.54)

・ 回折光学系の調整と不十分, 在 (cf. p.46~49)

・ 3+3 計:  $\sim 2 \text{ GeV}$ , 選定されたエネルギー  $5 \text{ mm}$  の位置