

2010年2月9日(火)~2月11日(木)

名古屋工業大学 工学部 基盤工学研究センター 井田隆
昭和薬科大学 清谷多美子

共同利用実験 2009G131

「軌道放射光粉末回折による多結晶体の組織解析」

2010年2月9日(火) 晴

○最近のログブック記載の確認

開始頁	実験期日	担当
#14-28	2009年 1月22日~1月28日	車工大八島

監視カメラ Sony SSC-DC430 P

生モ21 ~~2009年~~ 2 Sony SSC-DC40 P

故障して11子のP #14-5で確認して11子のP

「7-ブールの問題がわからない」(#14-30)

との記載がある。腑に落ちない。

# ¹⁵ 14-41	2010年2月5日~2月9日	名工大館
-----------------------	----------------	------

22子「7-ブールに問題がある」との記載がある。
しP「カメラ本体は故障して11子」との
記載がある。

~~記載した2子の内容が「カメラ本体は故障して
11子」という結論が導き出され
たように見えます。~~

○監視カメラ現状の確認

試料位置監視用カメラ位置に Sony SSC-DC430
P 設置した21子P。モニタは映るが、7-

7-ブールの接続を確認したところ

[ACIN.VS IN] 2は5< [MONITOR OUT] の各77に

つなぐ、2はT=0! 電源が供給されずというので
CCDがうつろいのはあつた。

BL-10Aが3本、2本た(?) CCDカメラ
SONY SSC-AC430 と SSC-AC20

各1台が並べた、たの2:

故障したと見ゆゆ SONY SSC-AC40E
交換した。 SSC-AC430

東工大館グループにはと、「新しいカメラを
SONY SSC-AC40 に接続して映像が
映った」との記載が女子校 (p.44) だ。

その様子現象は確認した。そこの
"NO SYNC" と表示されたた、た。

なお、借りた(?) SSC-AC20 を
カメラグループの1台に並べた、た BNCケーブルで
アダプター (SONY YS-W270) に接続すると、

垂直同期が命令がうつた、た ~~映像が~~
映像は映った。

東工大八島グループも東工大館グループも電源が
供給されずというので CCDがはたさないと
期待していたが、記載した2つの
内容を判断も信用できずか不審な点がある。

○ プログラフ記載の確認 (27-5)

市工太館より「PHAの曲線が
50~140%内に面積が含まれるため
BL 50% ⇒ 30%と12測定を行なった」とい
^た記載 (p.41) がある。

MAS20100207-1.pxp と ~~用~~ 用い

MAS20100209-1.pxp に名称変更保存。

Initialize Panel と用い2用いしといた。こ
レが原因で COM1 と用いしといた
メッセージが出た。

USBケーブルの電源ケーブルが抜けていた。
コネクターと奥の差込口のLED点灯確認
解決した。

HV/PHA のデータ一覧

No.	HV(V)	BL(%)	WIN(%)
1	790	30	100
2	665	30	100
3	675	30	100
4	751	30	100
5	708	30	100
6	884	30	100
7	810	30	100

と行った。

2009年10月14日(水). ロジック #14-72~75の値

No.	HV(V)	BL(%)	WIN(%)
1	795	50	100
2	670	50	100
3	685	50	100
4	765	50	100
5	710	50	100
6	885	50	100
7	810	50	100

に戻す = とにちる。

12:02
全軸初期化

No.4のテストが初期化動作の際に「かたかた…」と音が鳴った。

2009年10月14日(ロジック) #14-69~70)に
No.5のテストが2回同様の現象がよじやちている。

テストがとまりはあし確認。今日は
カウティングの止めネジがゆりかたしているのどはたす。
7オトセニサ用の遮光板のセリネジが
ユルユルで頭が突き出した。

ネジを締め直す。正常に動作するのを確認した。

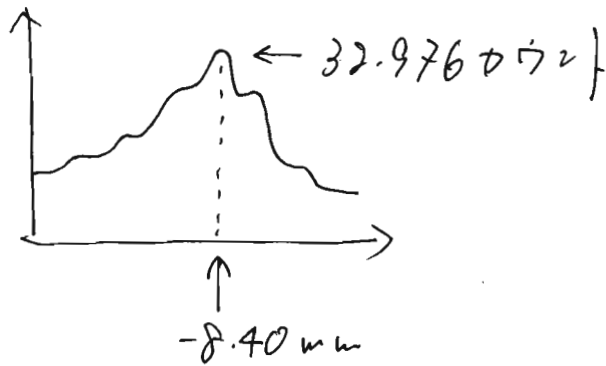
○ スリットレーズスキャン

スリット W2.5 × H0.05

減衰板 (u5(2))

リング電流: 450.0 mA (2.5 GeV 211711 = 7
連続入射運転)

FT=0.5s, No.6 抽出器



ターゲット値
 -8.45mm 付近
 -8.40mm に変更

少し弱い? (c.f. #15-7)

○ BL-4B 分光集光光学系制御系操作のニミ

"BL4B 光学系設定マニュアル = エンリ.pdf"
 に従って操作を試みたが、

getpara スクリプトが動作しない。
 あまじいことなる。

○ ゴニオメータ スキャン

ターゲット値 -10.8055 付近 -10.753 mm に変更

⇒ MDS20100209-1.pxp

○ アラームの自動セリヤ

16:03 「セムタリノ発生. チカニケルノ-2」のアラーム

16:36 「実験モードに切り替えた」のアラーム

ニミチ MDS20100209-2.pxp として保存。

No.4 アラームの自動セリヤは失敗した

No.1 途中チカニケルノ-2で中止

まだ Batch #30~35 No.1 再実行

アラームの自動セリヤ

Batch #12 (No. 4 3 1 3 5 4 1 2 1 2)

スキャン範囲を 10.11 ~ 11.11 から 10.11 ~ 13.11 に
変更. θ の位置は 11.33°. 2θ を $\sim 10.6^\circ$ に
なるように基準位置を変更

2θ を実現するたためには.

- ① No. 4 3 1 3 5 4 を ~~10.000~~^{9.3750} 位置に移動.
セッティング ① をやる
- ② No. 4 3 1 3 5 4 を 10.000° 位置に移動,
セッティング ② をやる
- ③ No. 4 3 1 3 5 4 を 10.730° 位置に移動.
遮光板の切り欠きの位置と高さを合せ
セッティング ② を締める
- ④ No. 4 3 1 3 5 4 を 10.105° 位置に移動.
セッティング ① を締める
- ⑤ No. 4 3 1 3 5 4 に 5 2 1 3 5 4 をかけた

という一連の操作で実現できる.

Batch #12 ~ 17 を再実行.

No.	$\theta_A (^\circ)$	$\Delta 2\theta_{gonio} (^\circ)$	$\Delta 2\theta_{enc.} (^\circ)$
1	10.470 10.468	124.8337	124.8360
2	10.595	99.7909 99.7909	90.7911 99.7911
3	10.528	74.7900	74.7890
4	10.659	49.8060	49.8033
5	10.574	24.8011	24.7976
6	10.592	-0.0228	-0.0233

⇒ MFSS20100209-3.pxp

○ 平板回転試料台 半割調整

① 補正値: 0.090°

⇒ MDS20100209-4.pxp

○ S: 標準 NIST SRM640c 測定

74mm x 高さ $\pm 0.5mm$

打仔2枚

19:15'48" 開始

21:35'50" 終了

2hr 20min @ 25

No.2 補正角 12.1° $\pm 0.1^\circ$ あり。

No.2 検出器 125 \times 111 打仔2枚 (111 #22)

のみ測定。

⇒ MDS20100209-5.pxp

○ S: 標準, 粒子統計評価測定, 平板試料, 打仔1枚

22:59'33" 測定開始。

$0^\circ \sim 360^\circ$, 1° ステップ

計測時間内 標準測定と同じ。

08:05'24" 終了

⇒ MDS20100209-6.pxp

計測時間内 9hr 5min 51s

運転記録に 08:30 に連続入射中断, 08:44 に

連続入射再開の記載と確認

測定中 θ - ω 電流はほぼ一定だった。

2010年2月10日(水)

① キャピラリーの調整準備

新型ステータ駆動用マシナは既に組み立て済みである。

どうやら、マシナは既にある。 (調整制御マシナ)

マシナのICカード、メモリー: ~~Menu~~ MDS menuに

"Capillary Spinner control panel" という

項目をつけておく。連続回転/停止の操作は

マシナのICカードに書き込む必要がある。

(E.STOPによる急停止と違って減速停止あり)

回転速度確認。2回転/秒設定 (?)

100回転に要する時間測定。

1回目: 43.5s

2回目: 40.5s

3回目: 40.7s

SG8030J設定。「機械原角復帰過回転11°以上発生」

"Ho. ur" -250 (CCW 25kHz)

マシナの0.036°のマシナマシナ駆動を12

u/sの2.5回転/秒設定にする。

"Ho. vr" を変更するには "PROG" モードで

SET + ↑ 長押しして ~~書き込み~~ 実行。

設定を CCW 20kHz にする。

100回転に要する時間測定

1回目: 50.7s, 2回目: 50.1s, 3回目: 50.1s

○ 5. キャットリットル試料設定

2010年1月16日に準備した試料 (D5) の p.13)

実径が鏡のスケールだと $0.55 \text{ mm} < \phi < 0.6$
 公称太さ $\pm 0.5 \text{ mm}$ の太さ

見直し. 前回のキャットリットル測定の際の解析結果より
 太さ $\pm 0.54 \text{ mm}$ 中, 揮発性から求めた高密度
 0.838 g cm^{-3} , 線吸収係数 24.47 cm^{-1}

~~今回の測定は不要.~~

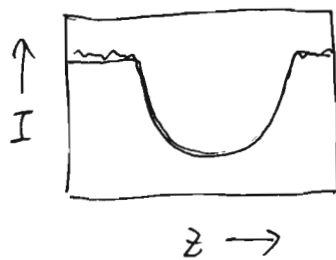
○ 5. キャットリットル測定

スケール $W10 \times H0.05$ Cu5(2) 減衰板

スケール径 160 kcps $< \phi < 0.6$ のスケール. 測定完了.

スケール $W2.5 \text{ mm}$ に変更

スケール位置を $\pm 0.5 \text{ mm}$ の範囲. 0.01 mm スケール
 スケール = 50



スケール径のスケール径

$$I(z) = \frac{I_0}{H} \int_{-H/2}^{H/2} \exp\left[-2\mu \sqrt{R^2 - (z-t-z_0)^2}\right] \left[\int_{|z-t-z_0| < R} \int_{R < |z-t-z_0|} dt \right]$$

スケール径

キャットリットル直径: 0.54 mm

線吸収係数 $\mu^{\text{Cu}} = 26.74(5) \text{ cm}^{-1}$

とみるべきです.

⇒ MAS20100210-1.p4p

○ Si: フェラウツ 分割測定

標準測定条件

スリット $W 10 \text{ mm} \times H 1 \text{ mm}$

エッジ 1 mm

測定開始 $12:04'36''$

終了 $14:12'04''$ } $2 \text{ hr } 07 \text{ min } 28 \text{ s}$

⇒ MASS20100210-2.pxp

○ Si: フェラウツ 粒子統計評価測定

フェラウツを $0^\circ \sim 360^\circ$ の範囲で 1° ステップの
スキャン

測定開始: $14:45'12''$

- 一時中断: $14:52'36''$ } $11 \text{ min } 24 \text{ s}$

再開: $15:31'27''$

※ バック # ~~2~~ 又, 440 万計測途中に

連続入射中停止 ($17:35$)

$17:47$ 連続入射再開の γ 計測

$42 \mu\text{A}$ 電流 447.1 mA

この内、同じ強度の分割に $t \sim 2$ 分の 10^4
モジュールを挿入して、連続入射中停止の
影響は無視できると見られる。

○ α -quartz 試料 フェラウツ 評価 (試料 #1)

水篩による分割した $\phi - 12 \mu\text{m}$ 粉末

0.5 mm 中 フェラウツ, 34.8 mm 長さ 充填時

秤量値 8.08 mg , 蒸気密度換算値 1.18 g cm^{-3}

質量吸収係数 $\mu_g(\text{Si}) = 29.196 \text{ cm}^2/\text{g}$

$\mu_g(\text{O}) = 4.793 \text{ cm}^2/\text{g}$, $\mu_g(\text{SiO}_2) = 16.200 \text{ cm}^2/\text{g}$ あり

予備土壌粒子線吸収係数 19.12 cm^{-1}

○ α -quartz 試料 #2 の準備 (試料 #2)

3-7 μ m 粉末 76.08 mg と 18-22 μ m 粉末 958.42 mg
を混合した試料. 粒子統計に用いる有効粒子径は
試料 #1 と同程度になるように調整した.
調整

○ S: ファクトリーの粒子統計評価試験 (7/7)

21:05:44, 11 μ m #14 終了

\Rightarrow MAS20100210-3.psp

○ α -quartz 試料 #1. 透過率測定

スリット W 2.5 mm \times H 0.05 mm, Cut (2) 減衰板設置
No. 6 検出器角を 2.4 $^\circ$ 付近に移す.

アッパーステア遮光板の D μ を 1.8 $^\circ$ 付近に設定.

2 θ = θ A6 = 1.7 $^\circ$ に設定

ゴニオメータスキャナ. 現在位置 ± 0.5 mm, 0.01 mm (7 μ m)

強度の D μ を 1 $^\circ$ 解析結果:

\Rightarrow MAS20100210-4.psp

ファクトリーの ± 0.5 mm

透過率測定 $\mu = 17.07(4) \text{ cm}^{-1}$

○ α -quartz 試料 #1. 粒子統計評価. 予備測定.

~~スリット~~

ビームスリット 11 $^\circ$ 設定.

スリット W 10 mm \times H 1 mm

No. 6 検出器角を 21.3 $^\circ$ 付近に移す

アッパーステア遮光板の D μ を 1 mm 位置に移す

アッパーステア初期値

No. 6

19
 19 月 13 日 19 日 FT=0.5 s 2 分 19 日 19 日

21:59'55" 測定開始

22:48'28" 終了

48 min 33 s

⇒ MAS20100210-5.pxp

○ α -quartz 粒子統計評価測定. 7 月 13 日 19 日 試料 # 1

19 日 19 日 FT=0.5 s, $0^\circ \sim 360^\circ$, 1° ずつ 2 分 19 日 19 日

23:31'34" 測定開始

23:38'25" Batch # 0 終了

6 min 51 s

23:45'04" Batch # 1 終了

6 min 39 s

予熱終了時刻. 01:38 (総計 2 hr 07 min)

01:38'08" 測定終了

⇒ MAS20100210-6.pxp

○ α -quartz 7 月 13 日 試料 # 1. 粒径分布評価測定

粒径 10 μ m 以下. FT=0.5 s, $0^\circ \sim 360^\circ$, 0.072° ずつ

測定開始 01:47'02"

終了 03:12'16"

1 hr 25 min 14 s

⇒ MAS20100210-7.pxp

○ α -quartz 試料 # 2. 透過率測定

長さ 49.0 mm 直径 7.56 mm

直径 0.5 mm 中 7 月 13 日

7 月 13 日 結果

⇒ MAS20100210-8.pxp

7 月 13 日 直径 0.50 mm 中

11 月 13 日 No. 1


測定吸収係数 $\mu = 15.47(4) \text{ cm}^{-1}$

計算吸収係数: 12.7 cm^{-1}

○ α -quartz 試料 #2. 粒子統計評価準備測定

04:00'49" Batch #0 開始
 04:02'50" #0 終了
 04:39'46" #18 終了

⇒ MAS20100210-9.gxp

2010年2月11日(木) 建国記念日  マシマシマシ

○ α -quartz 試料 #2. 粒子統計評価測定

14面¹⁹の~~#18~~反材の 0.72° 正誤差測定

$t^\circ \rightarrow 2\theta = 20.623^\circ$ の最強線 101/011 反材 =
 (有効強度 9.54) の 0.072° 正誤差測定

04:54'20" Batch No. 0 開始
 05:03'31" " 終了
 07:44'06" No. 18 終了

~~09:08~~

07:44'23" Batch No. 19 開始
 09:08'07" Batch No. 19 終了

スキャンの途中マシマシマシのためキャパシタリコバ-2-
 したため、4598 桌 / 5000 桌の~~マシマシ~~で終了。

⇒ MAS20100210-a.pxp

○ 波長校正

2010年2月9日12時測定した~~マシマシ~~ (c.f. p. 51) に基づく。

$$t^\circ \rightarrow \text{波長 } \lambda = \frac{1}{1.196996(6)} \text{ \AA}$$

$$\Delta 2\theta_0 = -0.0152(10)^\circ$$

$$\Delta 2\theta_{\text{ecc.}} = 0.0090(8)^\circ$$

$$\Phi_{\text{ecc.}} = 39.9(1.8)^\circ$$

申し送り事項

- BL-4B ビームラインに分光集光光学系の制御が
できない状態です。(c.f. p.49) 波長は 1.2 \AA 設定のまま。
- イオンチャンセル位置監視用カメラには BL-10A から
借りて来た SONY SSC-DC430 が設置して
あります。1月15日に確認したところ、
SSC-DC40のは
お詫いのようにです。

従来試料位置モニタ用に
使用していた
- 石工館さんには映ったと記載していましたが
(c.f. p.44) 一時的に蘇生したかもわかりません。
修理費用が高額になるので、修理はせめて
新しく買う方が良かったらう (by 中尾明子さん)
とのことですが、しばらくは借りていりモノを使いようと思っております。
- HV/PHA ハイボルトは 2009年10月14日に調整した
値に戻っております (c.f. p.48)。波長を変更した
ときには HV/PHA 調整が必要ですが、そう
なければならぬと変更しないで使用の方が良いはず。
- No.4 フラウダの駆動系に問題がありました。
2009年11月14日に実施したメカニカル調整の際、
またはその以後に本機の弛緩が徐々に進行して
いたことがわかりました。(c.f. #14-122, #15-48~50)
- 波長校正は $1.196996(6) \text{ \AA}$ (c.f. p.57)
- フラウダは 2 Ge(111) 。キック 1 mm 設定