

2011年10月3日(月)~

共同利用実験 2011G015

「高分解能軌道放射光粉末回折測定における
粒子統計評価」

名古屋工業大学セウミックス基盤工学研究センター

井田 隆・淺藤 大士・二宮 圭亮

2011年10月3日(月)

の ビームライン担当 山崎 さんと コミュニ

・ BL-4B モノクロ冷却水系に水漏れが有る、T₁に
修設したとある。

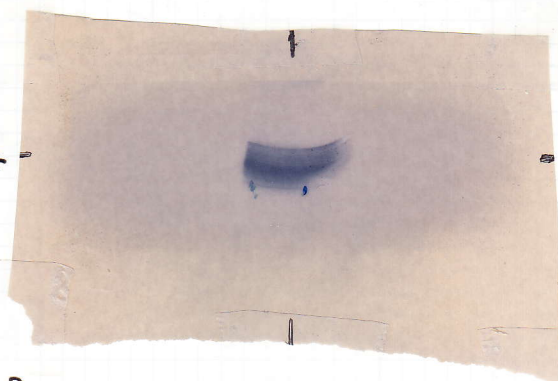
モノクロの調整が済む。

・ ビーム断面積 廊下側が切れて2.0mほどに
見えT₁は根元(BBS付近?)のスリットの
位置がズレる。開玉時、2.0mほど、T₁=T₂と見えて、

BL-4B 2.1m以内 ビームポート位置で

ビームの断面積は2倍くらいはT₁, T₂... とある。

ロウカ側 ←



→ リング側

4B₁ の太陽光をT₁で動かすのとT₂より動かす。

・ 光軸確認.

BL-4B, 11... 千送端位置の巻戻板は
ビームを確認できていた.

モリウ口直送の巻戻板はほんやりまわっている.

モリウ口調整ができていない. ためと見られる.

・ 制御用PC千送

・ 電源が入らない. UPSが点灯していない.

UPSが点灯しないのは電源と見られる.

と見えてもUPSを使わずに直接電源をとる.

・ マウスが失くしている... 盗まれた?

と見えても、地震で転落したPCで

3月11日の

使われていたマウスを使うことになる.

・ ネットワークがつかない. (c.f. p. 163)

→ 1-4 ネット UTPケーブルの接続を

確認して正しいにたはねてきた(?) ↓

Windows 3.11 ネット実施 つかないが解決

~~制御用PC~~

・ 小と糸付と実験ステーションにはホロ椅子

ひとつしかなかった.

と見えても4B, から拝借する.

・ 解析用PCチェック

LANケーブルが抜かされてた。

挿すように Windows Update

○ モノの調整. 準備.

BL-4B211-4内のPS90P210PX-7の電圧をon.

トランスを1E08V/Aに設定. センサオフ.

5枚4枚11-11用 高圧電圧on.

○ コニカ金全軸制御

→ 正常終了

スリットバーズ位置: -10.0mm

○ モノの. ミラ-調整用PC不調.

OSが立ち上がらない.

ハードディスクが死んでた。

⇒ ツミコンの手動制御で調整する事に...

CH ミラ-調整用

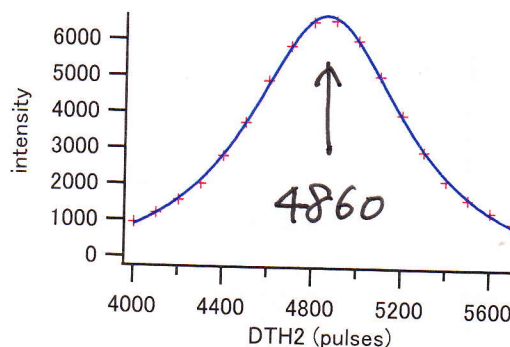
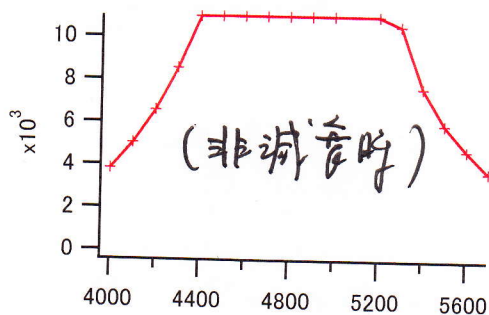
0	: TEM	-392624	
1	: Z2	254598	
2	: ATH2	9518	← 調整操作でずれた
3	: ?	0	
4	: MFV	147018	
5	: MAV	-157211	
6	: MFH	149000	
7	: MPH	20310	
8	: ?	0	
9	: ?	-0000870	

ATH2 ステップ, A2 階層 L. 合計 777777.15

ATH2	合計
4000	3800
4100	5030
4200	6560
4300	8550
4400	10960
4500	10980
4600	10980
4700	10980
4800	10980
4900	10980
5000	10980
5200	10980
5300	10980 10530
5400	7630
5500	5930
5600	4730
5700	3700

← 合計 777777.15

○ DTH2 2枚の Al 箔 $12\mu\text{m} \times 16$ 枚挿入.



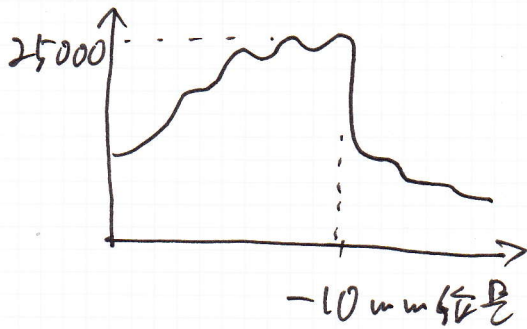
還元時の DTH2 2枚の曲線は、Lorentz 型の関数でよく近似される。

DTH2 = 4860 11°K 付近に移動した。

○ 7-6 断面形状、位置確認。



○ スリット幅 - スキャン



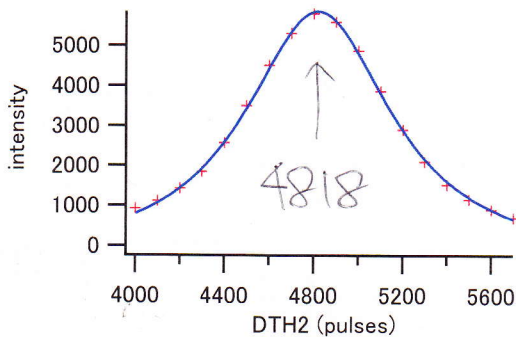
スリット幅 $W 2.5 \times H 0.05$
減衰器 Cu 5 (2)

異常に位置が低い。DTH2調整と

スリット幅 - 10mm 位置で $\sigma = \sigma_0$ と $\sigma = \sigma_0$ である

可能性がある。 → MDS 2011003-1.pxp

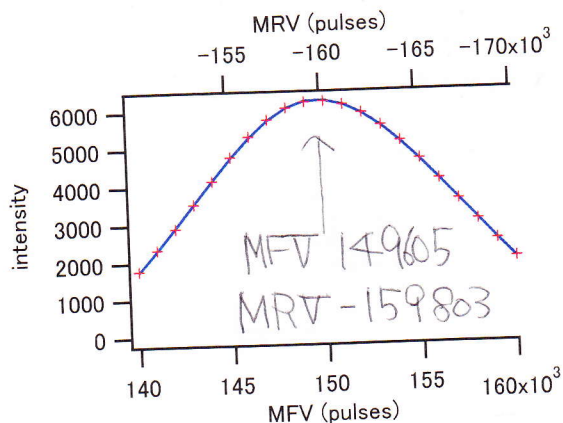
スリット幅 - 8.5mm DTH2スキャン AQ箱 $12\mu\text{m} \times 16$ 枚



DTH2 4820 設定

~~ミラ-縦回転スキャン~~

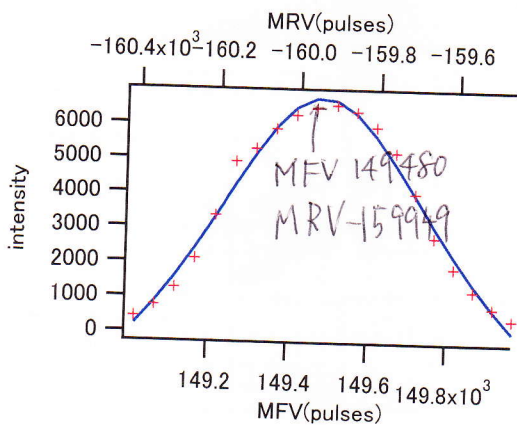
ミラ-垂直移動スキャン



MFV 149618

MRV 159811 に設定

ミラ - ~~標準~~ 平行移動 スキャン
縦回転

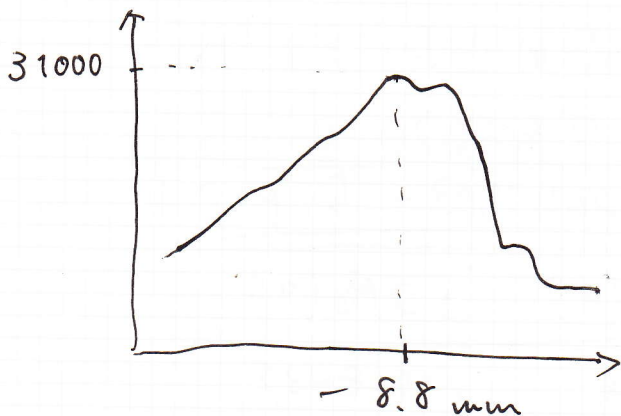


MFV 149478

MRV -159951

に設定

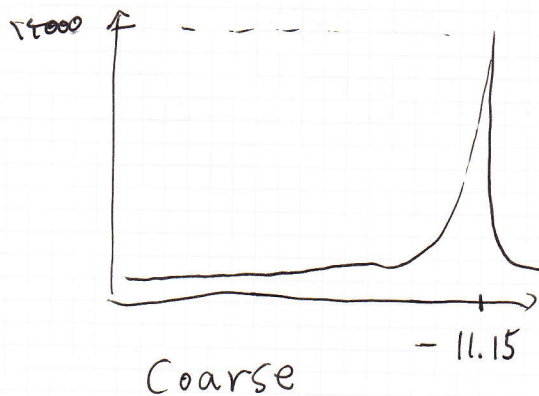
スリットバー スキャン



スリット $w 2.5 \times H 0.05$
減衰器 Cu 5(2)

→ MDS 20111003-2. PXP
1mm の範囲で強度が確保
できるようにスリットバー位置
を 8.7mm とする

ジオメータ 架台位置調整
ジオバー スキャン

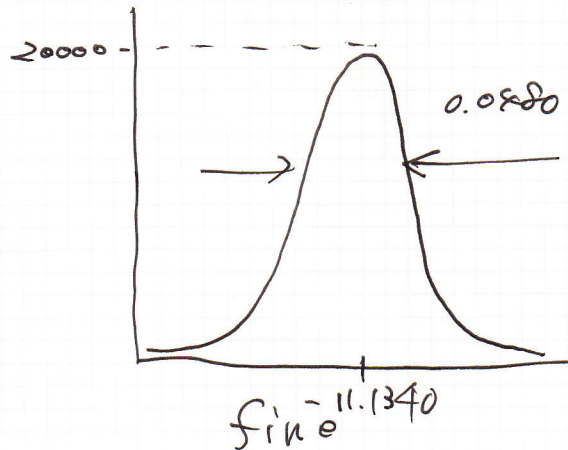
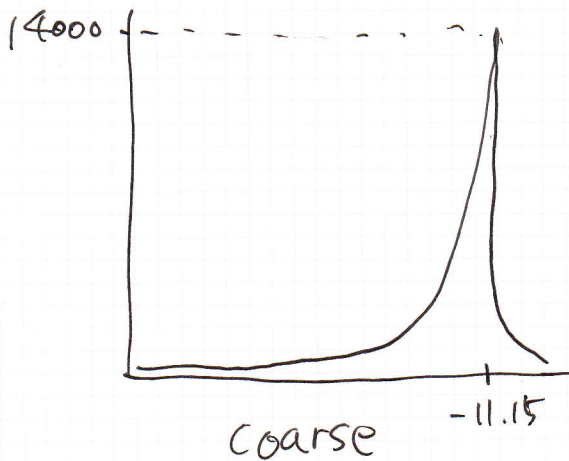


→ MDS 20111003-2. PXP

。ゴ=オメ-夕架台位置調整(ステ-で読み込んだ)

と型に見にくくないように

(3-度記7)



→ MDS 20111003 - 3. PXP

。ア+ライザ"自動センタリング"

~~5番ア-ムのエッジの本~~

→ MDS 20111003 - 4. PXP

5番ア-ムのエッジの締め忘れにより

再度5番のみ自動センタリングを行う。

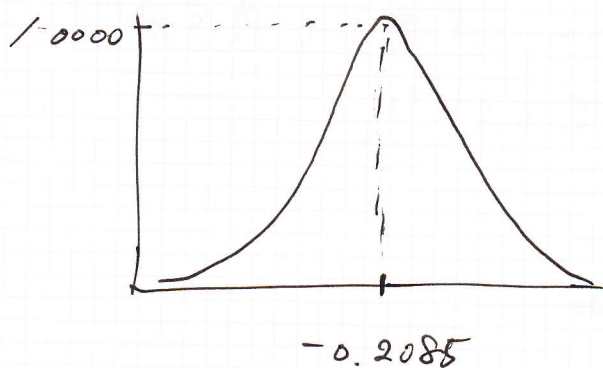
(注)

→ MDS 20111003 - 5. PXP

No.	$\theta_A (^\circ)$	$\Delta 2\theta_G (^\circ)$	$\Delta 2\theta_E (^\circ)$
1	10.476	124.8318	124.8339
2	10.573	99.7820	99.7817
3	10.488	74.7860	74.7844
4	10.639	49.8051	49.8021
5	10.560	24.7994	24.7956
6	10.559	-0.0402	-0.0411

- ° 平板回転試料台の調整 \Rightarrow (MDS 20111003 - 6. pxp)
- ° Delete All ^{Scan} Data を部分修正 (完全にデータを消去)
- ° 操作手順を間違え(為)やり直し

↓
 (MDS 20111003 - 7. pxp)



- ° 標準試料 SRM 640C の測定

111 反射の測定を行って波長を計算. $\lambda = 1.1939$

22:32 測定開始.

10/74 2001年10月4日(火)

標準試料測定の様子

終了: 8:41

⇒ MDS 20111003-8.pxp

↓
「フルアム測定が
ちゃんとできていた」

◎ 特大粗測定の後修正の為

スリット幅を ~~0.5 mm~~ から ~~1 mm~~ に変更して
1 mm から 0.5 mm に変更して再度測定

を行う。測定は対称測定を行う。

・ 実験条件

スリット $W=10$ $H=0.5$
 ~~$W=0.5$ $H=10$~~

・ アライヤ 2 mm

・ 試料 NIST SRM 640c

・ 対称測定

9:16 測定開始

11:24 - 一時中断

11:25 再開

⇒ MDS 20111004-1.pxp

○ NIST SRM 640c のフルアム測定

スリット $W=10 \times H=0.5$

2 θ : $-5^\circ \sim 29.968^\circ$ (0.004° ステップ)

単位計数時間 0.5 s (C/P 2 L/F)

11:55'57" 測定開始

予想終了時刻 15:39'35" (3hr 43min 19s)

15:38:32 測定終了 ⇒ MDS 20111004-2.pxp

○ 粒子統計評価測定

2θ 位置 $2\theta(^{\circ})$	ミラ - (hkl)	batch
24		
21.949 21.951	111	0
36.231 36.234	220	1
42.965	311	2
52.172	400	3
57.262	331	4
65.171	422	5
69.669	511	6
76.902	440	7
81.135	531	8
88.092	620	9
92.248	533	10
99.212	444	11
103.45	711	12
110.69	642	13
115.21	553	14
123.14	800	15
128.27	733	16
137.74	822	17
144.36	555	18

試料は 111 反射に測定

繰り返し 1 回

スリット $W10 \times H0.5$

単位計数時間 0.5s

測定時間 10 min

⇒ MDS 2011004-3.pdf

回転試料台の不具合を修正(たまに回転が止まる)
 回転試料台の通信がうまくいっていかず、
 ことが原因。

batch No. 1 の測定を再度行う。

⇒ INPS20111004-4.pxp

回転試料台がキレて停止してしまうことが
 あるため、再度不具合の修正を行う。

回転試料台の動作設定が違うために起こったと思われる。
 また、マクロにも記述がおかしくなっていたので
 修正した。

AR 入射が弱く、ビームが弱くなったときに測定
 のカウントが落ちると、自動的に測定を中断して、
 カウント数がもっともどると測定を再開するマクロを作成。

このマクロを使用して測定を行ってみた。

あまり実用的では行いかもしくない。

回転試料台が問題なく回るようにして、
 粒子統計評価測定を行う。

batch No. 3 - 10

測定開始 = 20:43:00

測定終了 = 23:47:18

有効粒子数の簡易計算

batch No.	微分出力 [トライア] (No.6)	積分出力 [インテグ]
0	65 ± 6	63 ± 6
1	49 ± 5	48 ± 4
2	97 ± 12	98 ± 11
3	12 ± 5	11 ± 5 ← 小エ
4	70 ± 8	69 ± 8
5	77 ± 6	77 ± 6
6	74 ± 9	74 ± 9
7	30 ± 4	29 ± 4
8	124 ± 11	123 ± 11
9	43 ± 5	42 ± 5
10	68 ± 5	68 ± 5

⇒ MDS 20111004 - 5. p x p

○ 石原くんの作成した Si の粉末試料 (粉碎して
すりつぶしたものを) を使って測定

測定開始 00:38:09

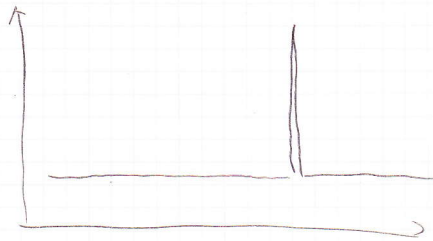
測定終了 8:09:26

⇒ MDS 20111004 - 6. p x p

2011年 10月5日(水)

- 標準試料の400反射セーク位置での
粒子統計評価測定をもう一度行う。

MDS 20111005-4-5-PxP での400反射の~~粒子~~
粒子統計評価測定では



↑
このようなグラフに付いてはため。

測定開始 08:55:46

測定終了予定 09:34:27

- 繰り返し回数を8回にするため一時中断

測定開始 09:02:00

測定終了予定 ~~09~~ 10:19:05

(条件)

単位計数時間 1s

繰り返し回数 8

測定終了 10:21:06

⇒ MDS 20111005-1-PxP

○ NIST SPM 640c.

12本月から19本月までの反材の粒子統計評価
測定

測定開始 10:37:04

測定終了 13:41:56

→ MDS 20111005-2.pxp

19IX, 18IX

107ch (17)

○ 石原くん作成のSiの有効粒子^数算の概算

多重度	位置	ミウ	c600n 微分出力	c700n 積分出力
5/2	21.951	111	25 ± 3	24 ± 3
22/24	36.234	220	28 ± 3	28 29 ± 3
24/6	42.765	311	23 22 ± 4	23 ± 4
6/24	52.172	400	47 ± 7	47 ± 8
24/24	57.262	331	38 ± 4	37 ± 4
24/32	65.171	422	11 ± 2	11 ± 2
32/2	69.669	511	17 ± 3	16 ± 3
12/48	76.902	440	47 ± 5	48 ± 5
48/24	81.135	531	11 ± 1	11 ± 1
24/24	88.092	620	10 ± 2	10 ± 2
24/8	92.248	533	2.0 ± 0.5	2.2 ± 0.6
8/48	99.212	444	1.9 ± 1.0	1.8 ± 0.9
48/48	103.45	711	19 ± 1	18 ± 1
48/72	110.69	642	44 ± 4	42 ± 4
72/6	115.21	553	14 ± 1	14 ± 1

続き

1 → 下"水子" ↑

多重度	θ-γ位置	ε → -	微分出力	積分出力
6	124 123 : 14	800	17 ± 3	18 ± 3
24	128. 27	733	5 ± 2	6 ± 2
36	137. 74	822	27 ± 5	26 ± 5
56	144. 36	555		

・ 粒子統計評価測定

ステップ回転を $0.9^\circ \rightarrow 0.3^\circ$ に変更して 111 反射での測定をしてみる。

測定開始 14:11:52

測定終了 15:14:04

⇒ MDS 20111005-3.pxp

有効粒子数の概算

0.9° ステップ \rightarrow 0.3° ステップ

~~57 ± 8~~
65 ± 6

68 ± 4

続いて 220 と 311 反射での測定を行う

0.9° ステップ \rightarrow

⇒ MDS 20111005-4.pxp

49 ± 5

0.3° ステップ

97 ± 12

43 ± 3

92 ± 5

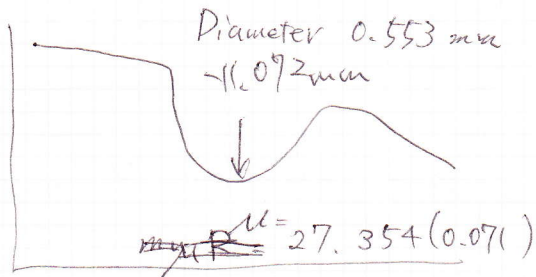
キャピラリ、回転試料台の調整

スリット $W = \overset{2.5\text{mm}}{\cancel{10\text{mm}}} H = 0.05\text{mm}$

アテナータ挿入 Cu5(2)

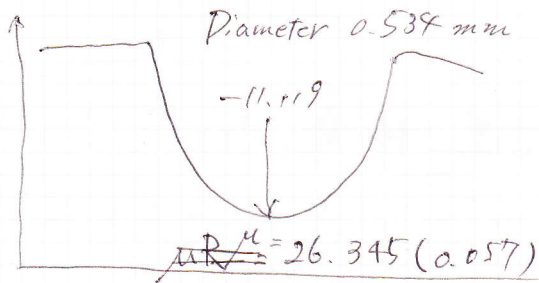
~~アテナータ~~ No.1 で測定
検出器

- $\Gamma \rightarrow \Gamma$ (T) = 15mm
- $2\theta = 1.7$
- No.1 = 10.476



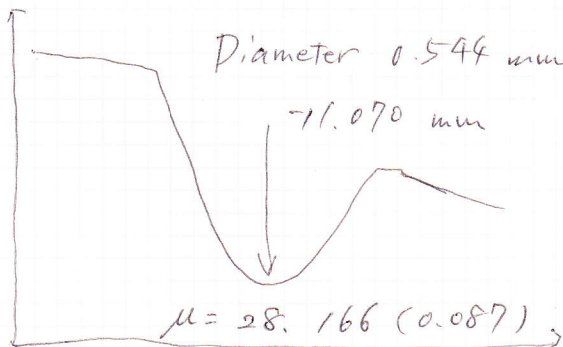
検出器 = 2.4mm \uparrow まろがえり T =

検出器 No.6 で測定



- $2\theta = 1.7$
- No.6 = 1.7
- $\Gamma \rightarrow \Gamma$ (T) = 15mm
- 検出器 = 2.4mm

まろがえり T ので 検出器 No.1 で再測定



⇒ MDS20111005-5.pxp

。キャピラリイ回転試料台分割

スリット $W = 10 \text{ mm}$, $H = 1 \text{ mm}$, $\text{PTライナー} = 2 \text{ mm}$

測定開始 17:58:22

測定終了 20:01:44

→ MDS 2011005-6 . p x p

。粒子統計評価測定

→ MDS 2011005-7 . p x p

途中で止まってしまった。

2011年 10月 6日 (木)

本日、マシンスタディの為測定終了。

キャピラリイ試料台~~回転~~回転台の粒子統計評価測定がバグの存在によりスキャンが停止した。~~昨日~~(厳密にはキャピラリイ試料回転台の現在位置が正しくなく、そのせいで測定が進まずの状態であった。)このバグ~~を~~を行う。

デバッグ完了。

2011 10月7日(金)

・粒子統計評価測定

前回(⇒ MDS 20111005-7. pxp)の続きから測定
batch No.2 で止まっていたため、batch No.2,3の測定を行う。
回転が進んで戻るとを繰り返していた(=為一時中断。
デバッグ完了後測定再開

10:18:40 = 測定開始

~~10:25:07~~ = 測定終了予定

16:30:59

16:36:59 = 測定終了

⇒ MDS 20111007_2.exp