

2011年11月11日(金)~11月13日(日)

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」

名古屋工業大学ロジックス基盤工学研究センター

井田 隆

2011年11月11日(金) 雨

8:47 「千原先生に挨拶」の予定

9:00 「実験モジュールに参りました」の予定

○ 分光集光光学系制御用PCの交換

古いLENOVO PCが不調で新しいPCを
準備したと山崎氏がご連絡あり。
実験が始まる前に交換。

予定通りLenovoの手

新しいPCはEPSON Endeavour

「BL4B光学系設定マニュアル」の記載に

従い、「PM16C02 Control Panel」が

MFH軸が正常に動作する事を確認した。

○ 2011年11月2日 ...

2011年11月4日~11月9日にてPC
更新工中にて "MAS yyyymmdd.pxp"
にて "201111dd.pxp" とあり、また
"20111dd.pxp" とあり、2...子...

○ Microsoft アップデート 実施

制御系PCの自動アップデートは
なし、2...2. 数時間内での更新は
なしにて、 $t=痛$ にて、 $t=2$
自動アップデートは off にして
定期的に手動アップデートを
実施する。

○ UPS (無停電電源装置) 設置

古いUPSが死ぬこと (c.f. #17-165)
のため、山崎氏にお話しして
届いた2台の2...~~更新~~ 制御系PCと
LCの2台を取り付けた。

制御系PCに "PowerChute Personal Edition"
ソフトウェアをインストールした。

Program files / ~~APC~~ APC に入れた
アクセスする。

現状の充電は「 $う$ はらう残り量 28分」

「バッテリーは3年に一度交換する」と
お薦めしますとのこと。

○HV/PHAユニット動作確認(1)

HVスキャンパルス発生機との記録 (cf. p.12, p.26)

HV/PHAアダプターを正常動作確認。2.5E
確認。1E.

電源を14直に制御パルス出力の
HV/PHAユニットの

Initialize 11°にパルス出力設定をすれば。
正常に反応する。制御パルス出力の11°、17°、

11:37 「軌道調整 - のため 12:00 に一旦

スキャンパルス停止。作業時間は15分程度予定」と
とのアウプ

12:07 「実験モードに切り替え」のアウプ

やはり制御パルス出力に11°パルス発生。修正し。

No.1 ~~PHA~~ HVスキャンパルス正常に動作する
ことを確認する。

アダプター $2.5 \times 110.25 \text{ mm}^2$, Cu(2)減衰板。

LAL. モニター不安定なカウンタ値を示す
(cf. p.29)

○HV/PHAユニット動作確認(モニ)

モニター用カウンタパルス発生機を14直に
と正常に不安定なカウンタ値を示した。

HV/PHAユニットの電源を14直すと
おさまった。

○ HV / PHA スキャン

所定の条件に従って No. 1 ~ No. 6

HV スキャン と PHA スキャン をおこなう。

スリット $W 2.5 \times H 0.25 \text{ mm}^2$

減衰板 Cu 5 (2)

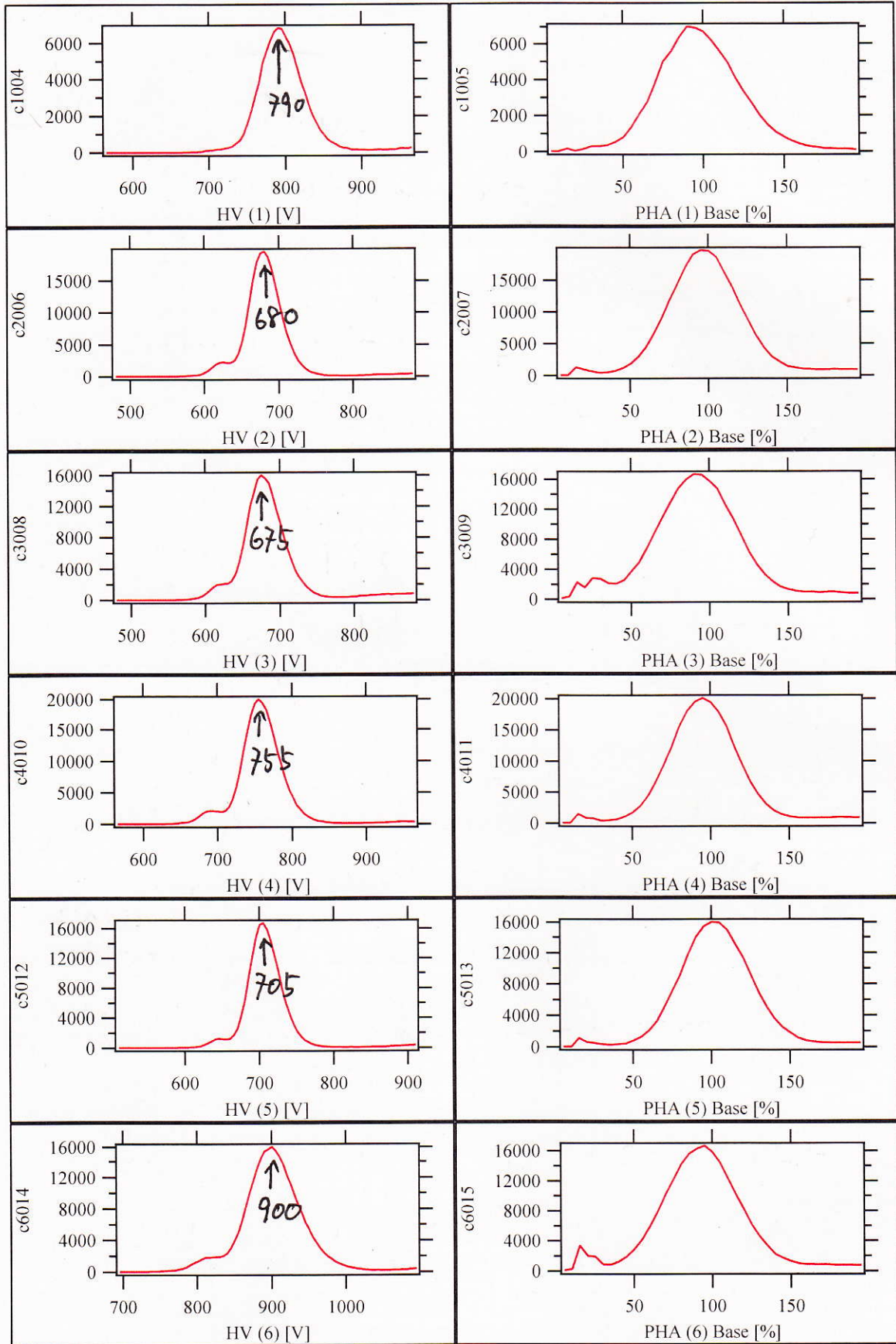
Unit No.	HV 初期値	HV 終了位置
1	764	790
2	680	680
3	678	675
4	765	755
5	710	705
6	893	900

下記の条件に示す。

No. 1 ユニットの条件が代表的。

⇒ MASS20111111-2.pxp

数え落とし評価測定を必ずおこなう。



使い方

・初期化

コマンドを入力

* InitMoAtten() ↻

を入力する。

・時計回りの回転

コマンドを入力して F のコマンドを入力

* cw(m)

5011° 又は 2790° 回転

↻ 11° 又は 27°

・反時計回りの回転

コマンドを入力して F のコマンドを入力

* ccw(m)

↻ 11° 又は 27°

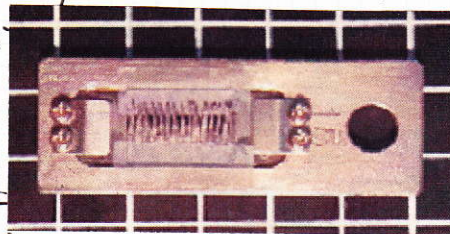
数値と評価値、準備値。

PHA BL = 50%, WIN = 100%

スロット →

を挿入して

減速板: Cn ± (1)



スロットの幅は 2mm から 13mm まで、1mm 単位で

カウントレートは 200 cps から 250,000 cps まで

選択可能 (No. 6 出力器)

2011年11月12日(土)

○ 教卓落しし評価測定 (仕様は変更あり)

- ・ 櫛型スリットを挿入
- ・ 減音器 CW5(2)
- ・ 可動コンデンサ -> トリミング電源を挿入
- ・ 可動減音器を ~~固定~~ 挿入位置に手で移動
- ・ コマンドラインに ~~cw(50)~~ と入力,
 InitMoAtten() の
 入力 -> エスケープ記号
- ・ コマンドラインに cw(50) と入力,
 90°回転する = とを確認
- ・ 3つさす" 回避操作をおこなう
- ・ スリット架台を挿入, -13.0 ~ -10.5 mm,
 0.05 mm 入る程度
- ・ ビーム強度が弱すぎる = と確認
- ・ スリットハーススプレッド 2° 左右に 6000,
 検出器 No.6 とし. コマンドライン

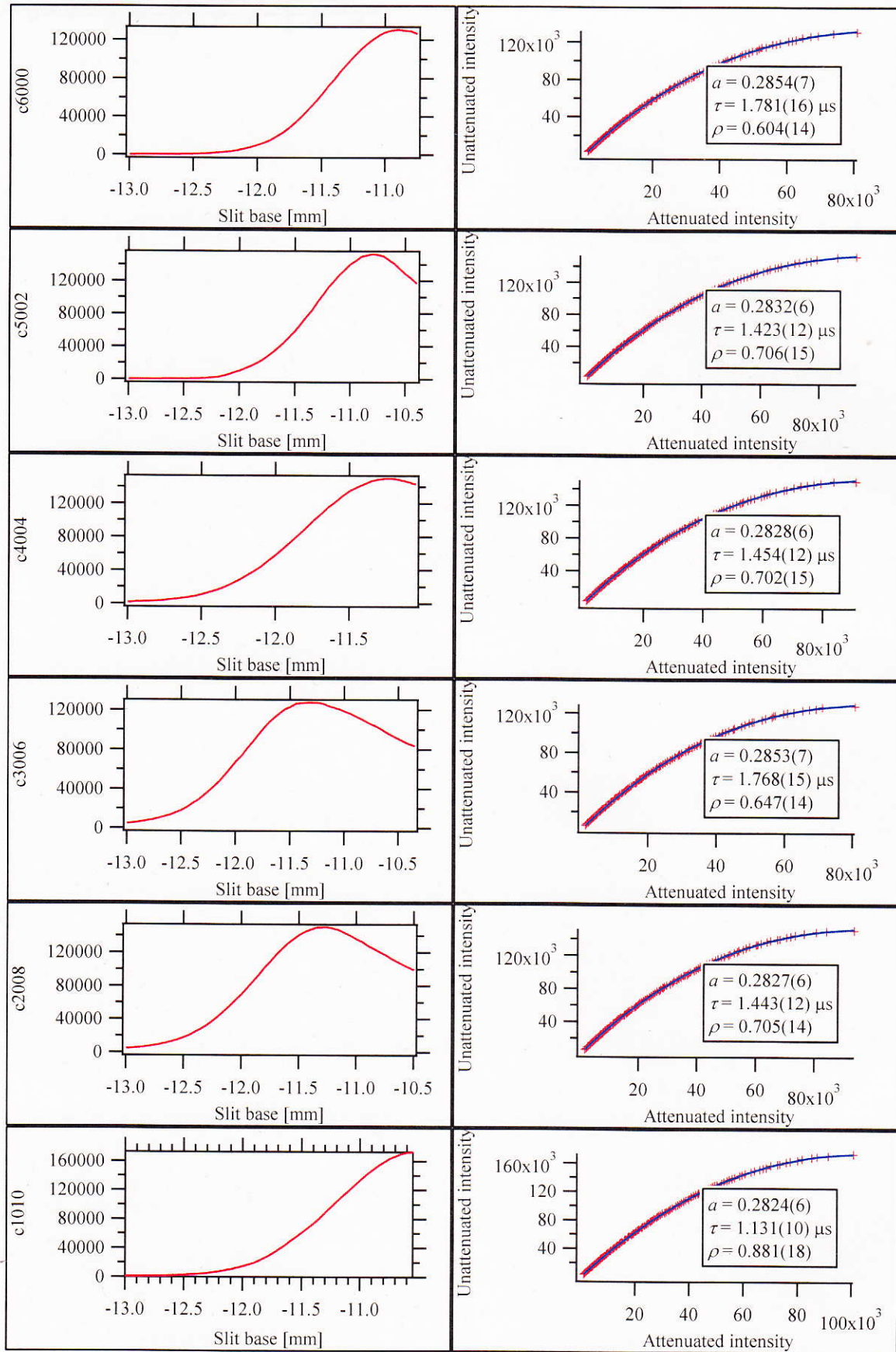
OptimizeChipman(c6000, "sb001", 0.01, 100)

↑ ↑ ↑ ↑
 検出器 No.6 波長 2つさす 評価定数
 軸電圧 wave No.

- ・ コマンドライン

ChipmanMethod(4, sb001, 0, "c", #1, 6)

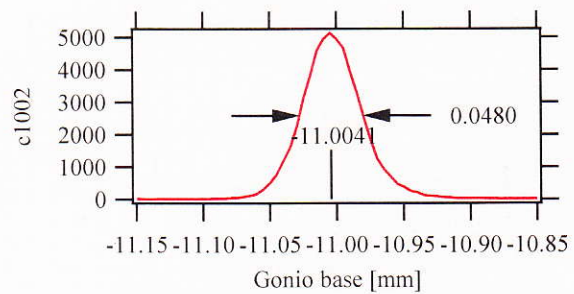
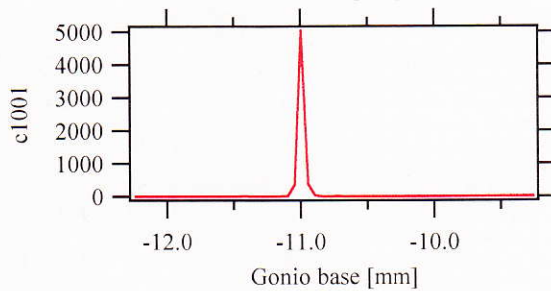
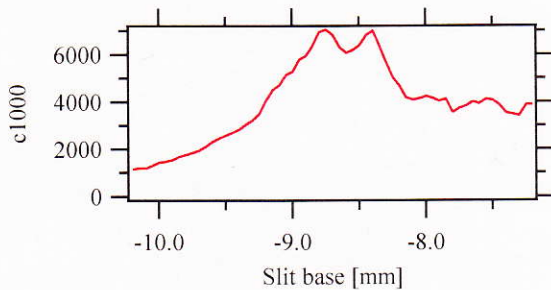
↑ ↑ ↑ ↑
 検出器 No.6 波長 挿入 文字 (固定) 軸電圧



⇒ MDS 20111112-3.pxp

○ スリット架台スキャン, ゴニオ架台スキャン

⇒ MAS20111112-4.pxp



○ No.1 のための機械原點調整.

機械原點をすらすらと、左の2°.

ターゲットと近接リミットの位置を調整

~~する~~ したがって用遮光板の角度を

調整するのと2°所定の位置に

復帰させる。

⇒ MAS20111112-5.pxp

○ 了 + 了 5 4 " 自 动 正 向 也 27'42.7"

20:22'49" 开始

21:40'35" 終了

↓ 1 hr 17 min 46 s

⇒ MDS20111112-6.pxp

No.	$\Theta_A(^{\circ})$	$\Delta Z \Theta_G(^{\circ})$	$\Delta Z \Theta_E(^{\circ})$
1	10.549	124.8185	124.8211
2	10.573	99.7758	99.7761
3	10.488	74.7772	74.7764
4	10.639	49.7994	49.7969
5	10.562	24.7953	24.7918
6	10.562	-0.0441	-0.0435

○ 自动修正后测定

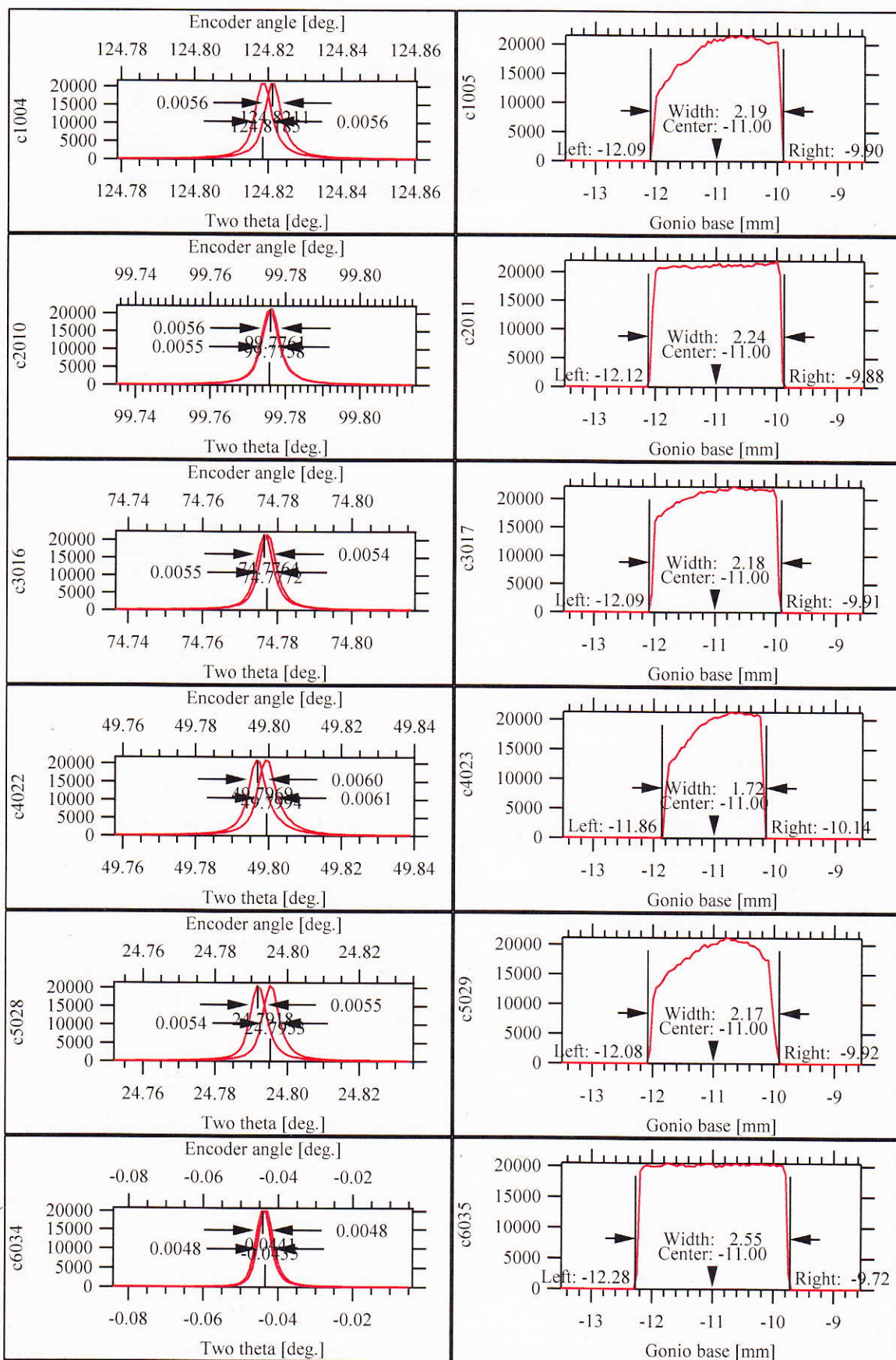
22:05'54" 开始

22:23'00" 終了

↓ 17 min 06 s

W2.5 × H0.05, 测角器 (u5(2))

No.	$\Theta_G(^{\circ})$ $\Delta Z \Theta_G$	$\Delta Z \Theta_E$
1	124.8190	124.8217
2	99.7770	99.7774
3	74.7776	74.7769
4	49.7986	49.7961
5	24.7955	24.7920
6	-0.0440	-0.0446



3+3/4° 自 29 429°

○ 平指回転試料台 ⊕ 半角調整.

$$\textcircled{a} \text{ 補正角: } -0.279^\circ$$

$$\Rightarrow \boxed{\text{MAS20111112-7.pxp}}$$

○ 5: 標準 NIST SRM 640c 測定.

平指飛行器.

$$24 \rightarrow W10 \times H0.5$$

23:14'11" 開始

25:29'14" 終了 } 2h15min3s

$$\Rightarrow \boxed{\text{MAS20111112-8.pxp}}$$

測定較正 0.73μ 数2 塔 $\approx 11.3 \mu$
 $+ 7.7 \mu$ 補正

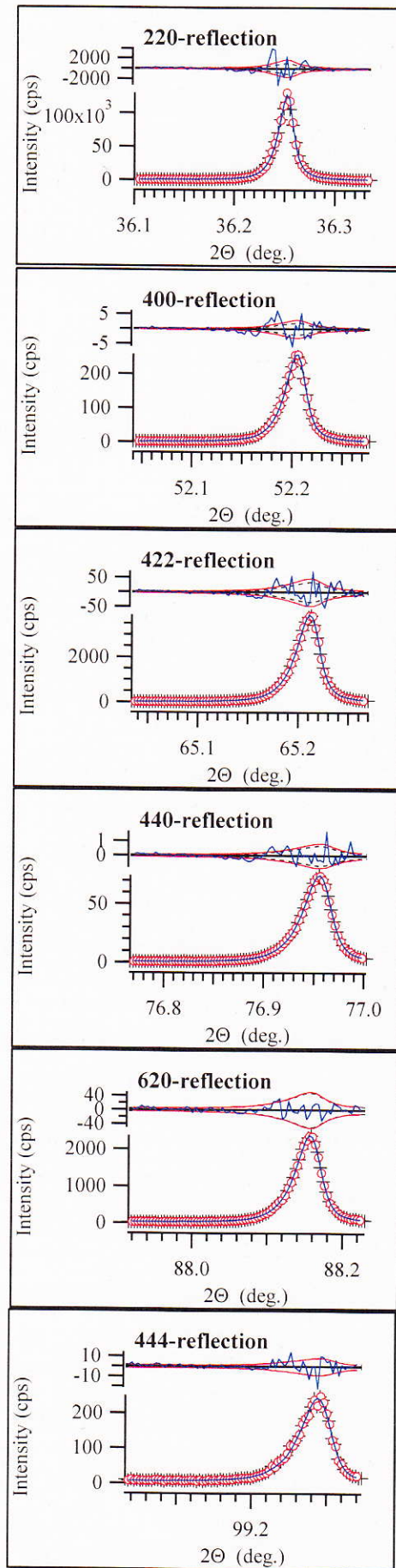
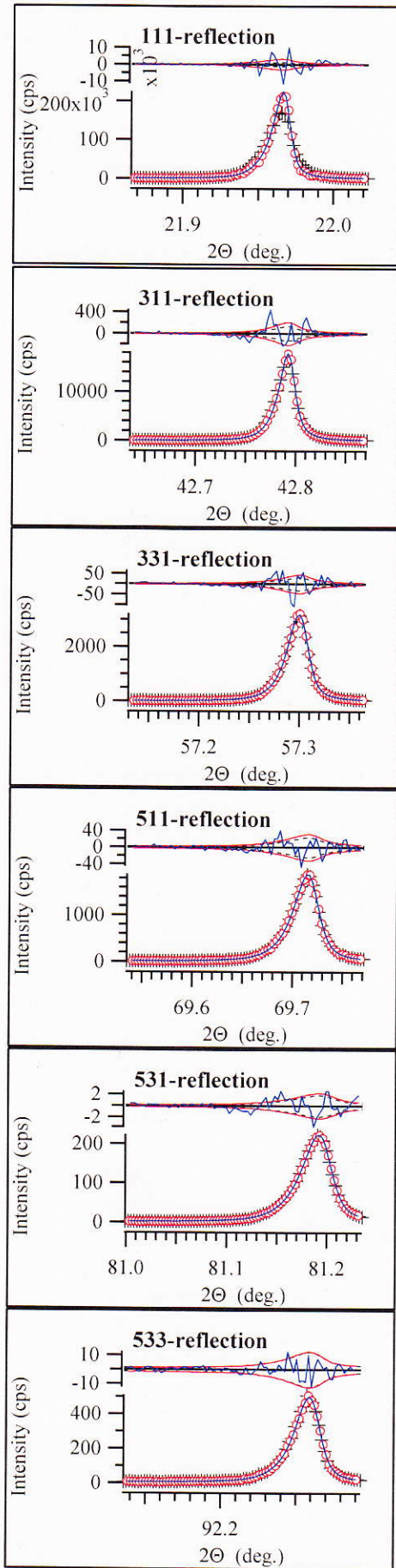
更新.

$$\lambda = 1.194785(11) \text{ \AA}$$

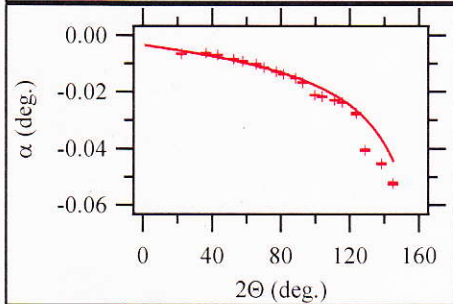
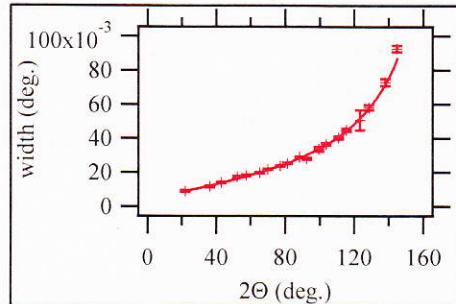
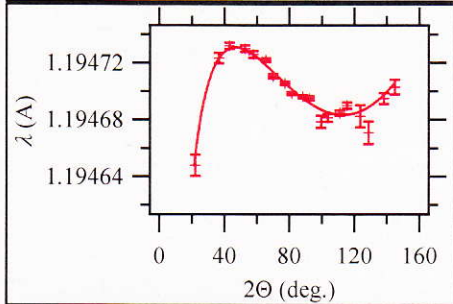
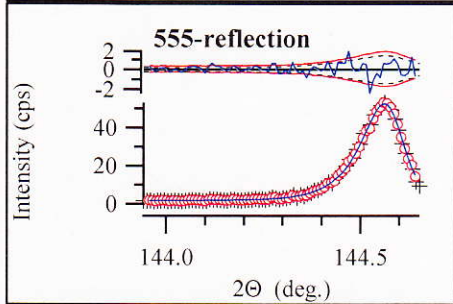
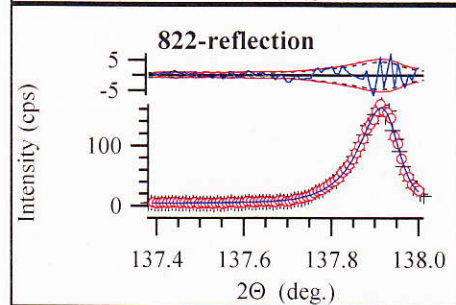
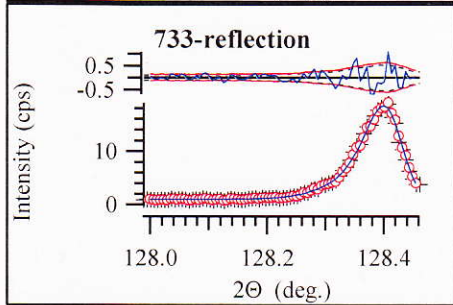
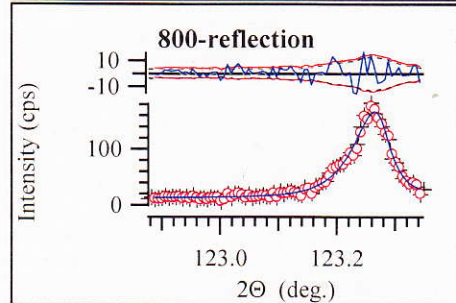
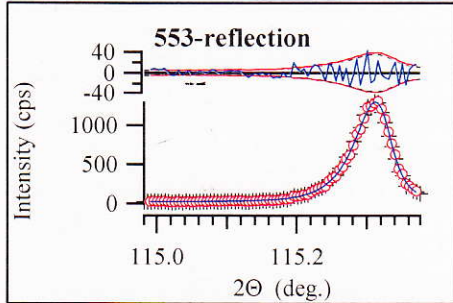
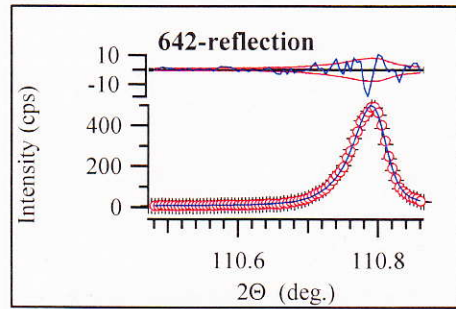
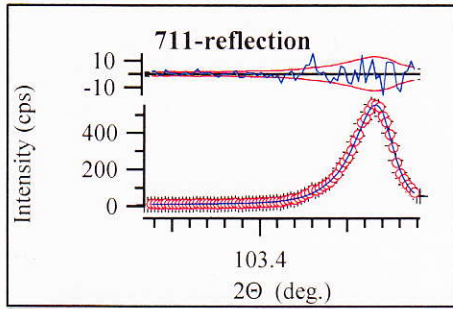
$$\Delta 2\theta_0 = -0.0183(14)^\circ$$

$$\Delta 2\theta_{\text{eccen.}} = 0.0164(11)^\circ$$

$$\Phi_{\text{eccen.}} = 35.4(1.7)^\circ$$



峰号校正 (1/2)



波長校正 (2/2)

○ NIST SRM 640c 電子顕微鏡評価用
平均粒径材料

サイズ $W 10 \times H 0.5 \text{ mm}^2$

⇒ MDS20111112-9.pxp

申し送り事項.

- 分光線分光学系制御用PCを更新しました。
インストールはキーボードに貼付してあります。
粒径 1.2 \AA 設定。
サイズ $W 10 \text{ mm} \times H 0.5 \text{ mm}$ での校正は
 $\lambda = 1.194785(1) \text{ \AA}$
- 散乱器として評価測定のためには使う可動減衰器
制御系を更新しました。(c.f. p.40)
- 制御プログラムを修正しました。HV/PHA2キー
をGUI操作で2キーにするようにしました。
- No.1 プログラムは折れ込みに^直 T_2 本足の足を除去し。
新しく本足の足を付きました。(c.f. p.33)
- No.1 プログラムの機械原典を修正しました
(c.f. p.44)
- プログラムは $Ge(111)$ のままです。

2011年11月13日(日)

○ NIST SPM640C 粒子統計評価. LB or 2945
平均打込材料

この月の LB 打込 2-LB or

⇒ MAS20111112-9.pxp
~~MAS20111113-1.pxp~~

○ 粉砕 5: 粒子統計評価 495. 202702

⇒ MAS20111113-1.pxp

この月の LB 打込 2-2945

○ 粉砕 5: 粒子統計評価 2945.

0.9° 270° 0° 180° 90° 270°

1.8° 270° 120°, 240° 270° 180° 0°

平均回轉材料 60 rpm 270°

1 rev./s 設定 120 rpm 0.9° 270°

120 rpm 1 rev./s 設定 120 rpm 0.9° 270°

1 rev./s 120 rpm 2945.

120 rpm 1 rev./s 設定 120 rpm 0.9° 270°

120 rpm 1 rev./s 設定 120 rpm 0.9° 270°

一回転は 1 rev./s

⇒ MAS20111113-2.pxp

○ NIST SPM640C 粒子流計評価. 再測定

平均粒径測定法

W 10 mm x H 0.5 mm

径間幅 14 径付

前測定より 2-17 測定より 2-7 の 2 径付, T₂ T₂*

⇒ MAS20111113-3.pxp

○ 真空ロス結果の確認

試料上流側の 455 mm 径真空ロスと

下流側の 85 mm 径真空ロスと

両方の外 T₂ と T₂* と Y-1 T₂ と T₂* と

比較して T₂* 対上流側真空ロスと

少し試料側には近い T₂ と T₂* の結果と

~~比較~~ 調へた. 概ね以下のようになる.

・ 下流側の真空ロスと外側と径付は変らずに

少し内側が若干だけ少くなる

・ 上流側の真空ロスと外側と径付は 82% に

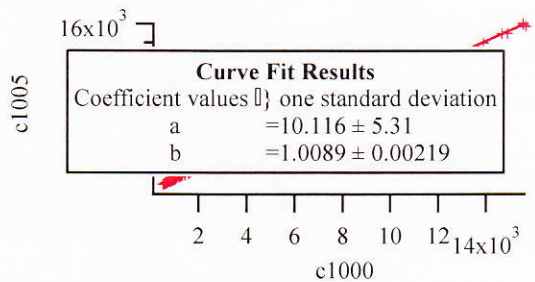
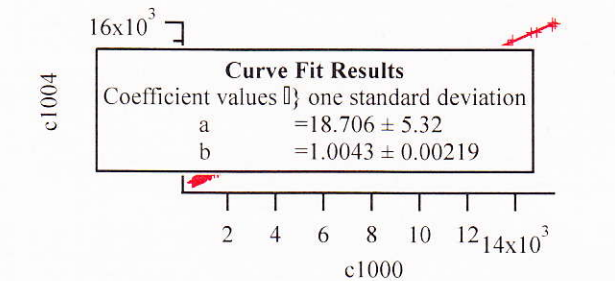
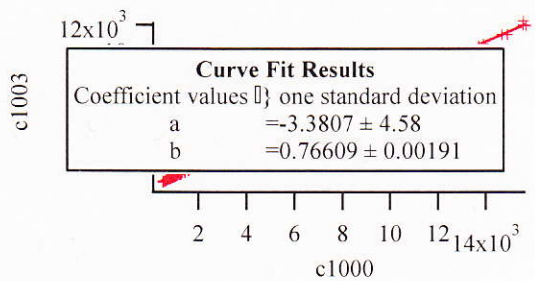
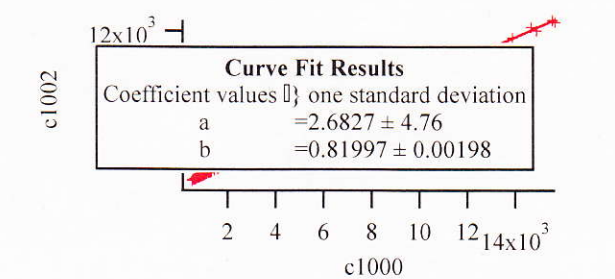
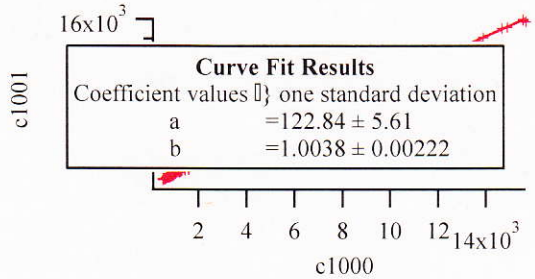
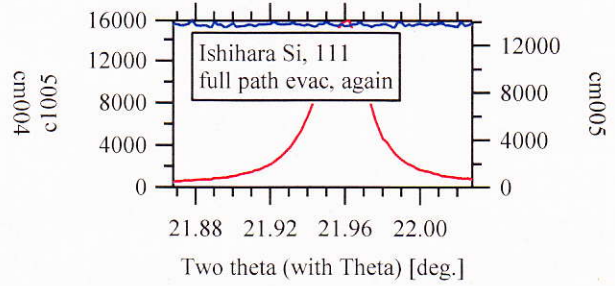
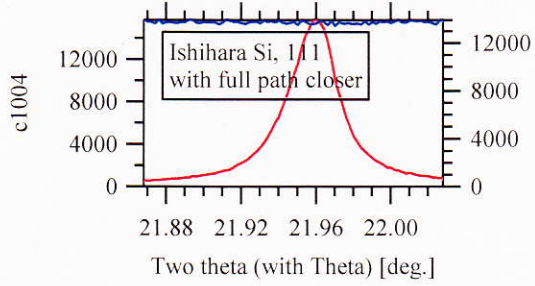
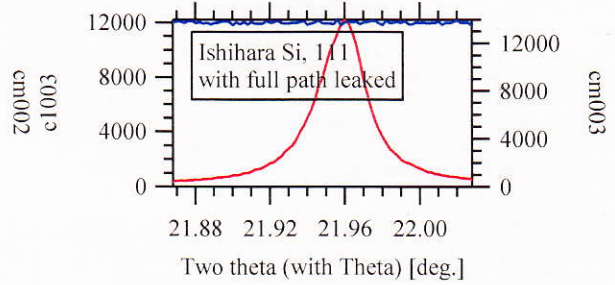
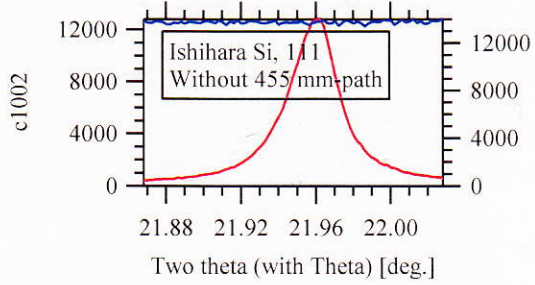
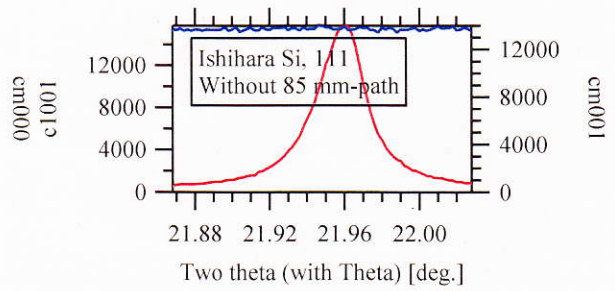
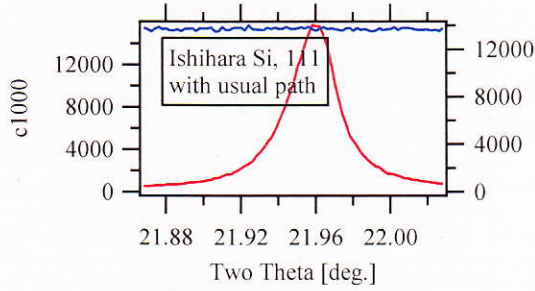
低下. 内側が若干だけ少くなる

・ 真空ロスと Y-1 と径付は 77% に低下

・ 上流側真空ロスと試料側 Y-1 と径付は ~~少し~~ 2%

内側が若干だけ少くなる

⇒ MAS20111113-4.pxp



真空に入りの効果の
調査

○ NIST SPM640c . 粒子設計評価用
 270t W5mm x H1mm 2
 号車.

⇒ MAS20111113-5.ppt

申し送り事項 (2)

P.50を参照して下さい。

カタログの図表資料を2210-3に

実体顕微鏡の近C277操作277子少

一部のケージと近C777.