

2012年4月12日(木) ~ 4月16日(月) ~~晴~~

共同利用実験 2011 G015

「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 先進セウミクス研究センター

井田 隆

2012年4月12日(木) 晴

○ 17日のトラブル

PF山崎氏より「昨日17日冷却水の水漏れが原因と思われ真空トラブルが発生した」と電子メールで連絡が来た。

水漏れ箇所はスウェージロックで、配管にはシンクレスチューブを使用していたらしい。

念のためメタル(Hard-seal)配管に変更する事になった。

○ 制御用PC. Microsoft 3コア・サーバ

高速インターネットで更新プログラム12個

HP Compaq dx7500

なお、拡張スロットは「1200MHz PCI Express」

16x ~~1~~ スロット. 1x ~~1~~ スロット空いてるらしい

21:38 PF山崎氏より録う二ノ事打. BL4B/11mm
 うしこの帯先板でビーム確認.
 モ170のビームの位置, 位置調整の事との事.

○ビーム位置確認

スリット架台位置: -8.3 mm

4+7mmの撮影



○モ170/3mm - の11mmの位置確認

Ch	Name	Pulse	getpara	5PMON-02
0	TEM	-392624	10.9062°	
1	ZZ	280607	12.7299 mm	
2	DTH2	6564	0.1823°	
3				
4	MFV	149539	29.9078 mm	-29.07
5	MRV	-159868	31.9736 mm	-31.92
6	MFH	-2442	-1.2210 mm	5.75
7	MRH	17027	8.5135 mm	8.57
8	BNT	0	0 mm	1.05

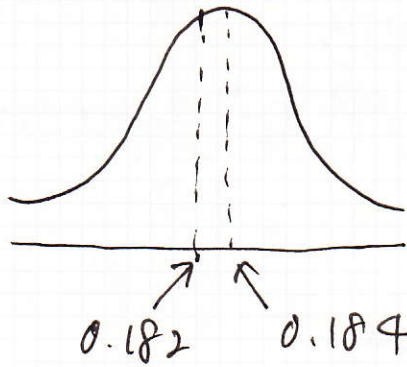
○3mmの位置確認

アスロの位置調整の事

12mm厚AL箔16枚挿入

~71.700 mm/s

○ DTH2 スキャン



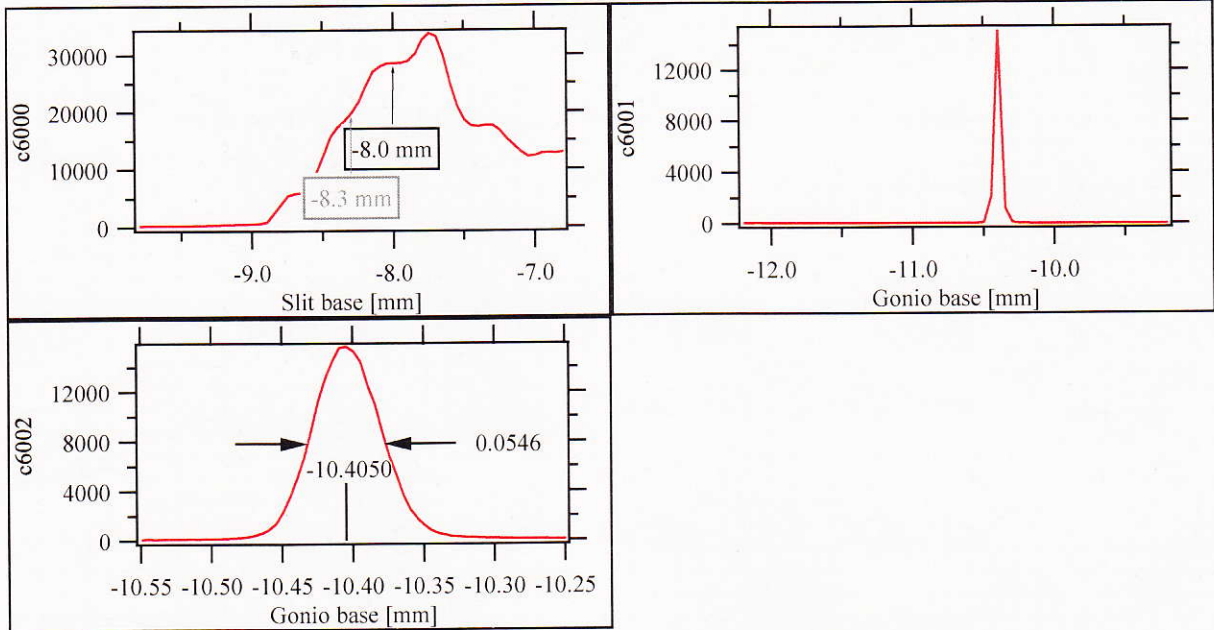
0.184° に 7/2π

⇒ 11° に λ/2 (Ch2)

6564 → 6624

○ スリット 架台. ゴニオ 架台 スキャン

スリット 幅 2.5 mm, 高 0.05 mm, 減衰板 Cu 5(2)



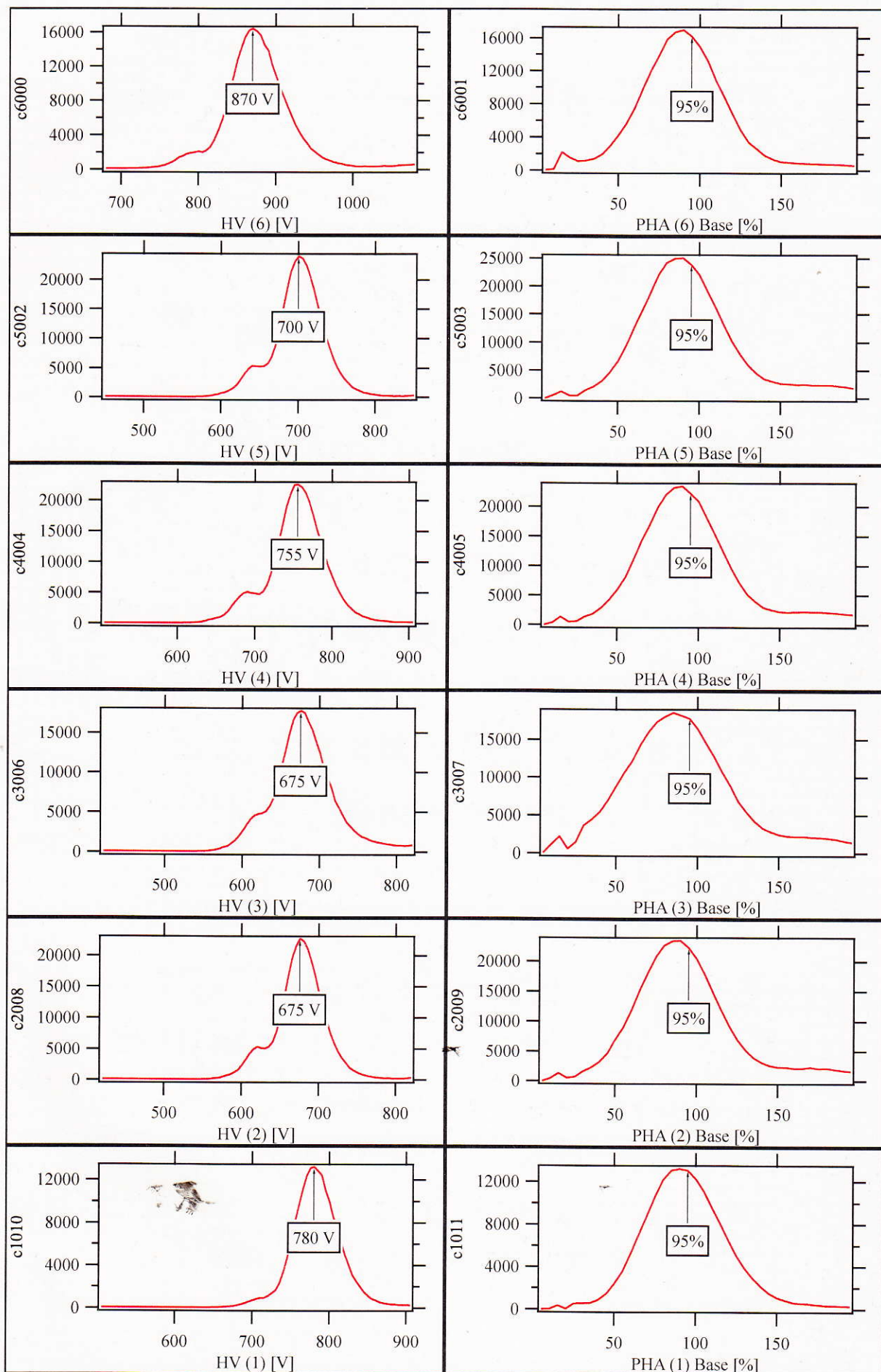
スリット 架台 位置 -8.0 mm

ゴニオ 架台 位置 -10.405 mm

に 設定

⇒ MAS2@120412-1.pxp

○ HV 調整. PHA 調整曲線測定



指定の操作は？

⇒ MAS20120412-2.pxp

○ 散り落とした特性評価

- ・ 櫛型スリット挿入
- ・ 減音板 Cu5(2)
- ・ 可動減音器トウシ11の電源 On
- ・ 可動減音器挿入位置に半2移動
- ・ コマンドトウシ2から InitMoAtten() の入力,
シフトキーで初期化。
- ・ コマンドトウシ2から ccw(50) の入力, 可動減音器が
90°回転するのを確認する。
- ・ コマンドトウシ2から cw(50) の入力, 可動減音器が
元の位置に戻るのを確認する。
- ・ トウシ4の遮断位置にありの事を確認
- ・ コマンドトウシ2から ccw(50) の入力,
もう一度可動減音器を抜く
- ・ スリット架台スキャンで適当な範囲
(充分に強い強度 ~ 飽和する強度) をとる。
- ・ 適当なスキャン範囲が得られた wave を
~~sb006 T1, T2 とし, cl005 T1, T2 とし,~~
コマンドトウシ2から
OptimizeChipman(cl005, "sb006", 0.01, 100) の
入力し, 非等間隔の測定値をとる。

・コマンドが完了

Chipman Method (4, sb0006, 0, "c", 6, 1) へ

と入力する。7"程度で終了し測定値が出力開始する。

01:36'11" 開始 } 8min 28s
01:44'39" 終了

・検出器 No. 2 の設定位置に移る

・コマンドが完了

Chipman Method (4, sb0006, 0, "c", 7, 2) へ

と入力し、No. 2 検出器 に 2 4" 程度で

01:48'12" 開始 } 8min 01s
01:56'13" 終了

・検出器 No. 3 の設定位置に移る

・コマンドが完了

Chipman Method (4, sb0006, 0, "c", 8, 3) へ

と入力し、No. 3 検出器 に 2 4" 程度で

01:57'26" 開始 } 8min 02s
02:05'28" 終了

・コマンドが完了

Axis Move (2, 1.7+25); gNoQuery = 1;

Chipman Method (4, sb0006, 0, "c", 10, 5);

Axis Move (2, 1.7); gNoQuery = 1;

Chipman Method (4, sb0006, 0, "c", 11, 6);

と入力して連続測定が完了する。

スキャナ範囲をうまく調整できていない。

はいのテスト結果をスキャナのとき、可動域センサーが

はい、たまには、2...T...³ ⇒ MAS20120412-3.pxp

⇒ MAS20120412-4.pxp

自動測定終了を TestBatch() として保存。

No.1 数値落し評価:

06:53'18" 開始 (テスト開始)

06:56'06" スキャナ終了

06:56'07" Chipman測定開始

07:04'03" Chipman測定終了

10min45s

No.2 ~ No.6 数値落し評価:

07:17'10" 開始

08:08'53" 終了

51min43s

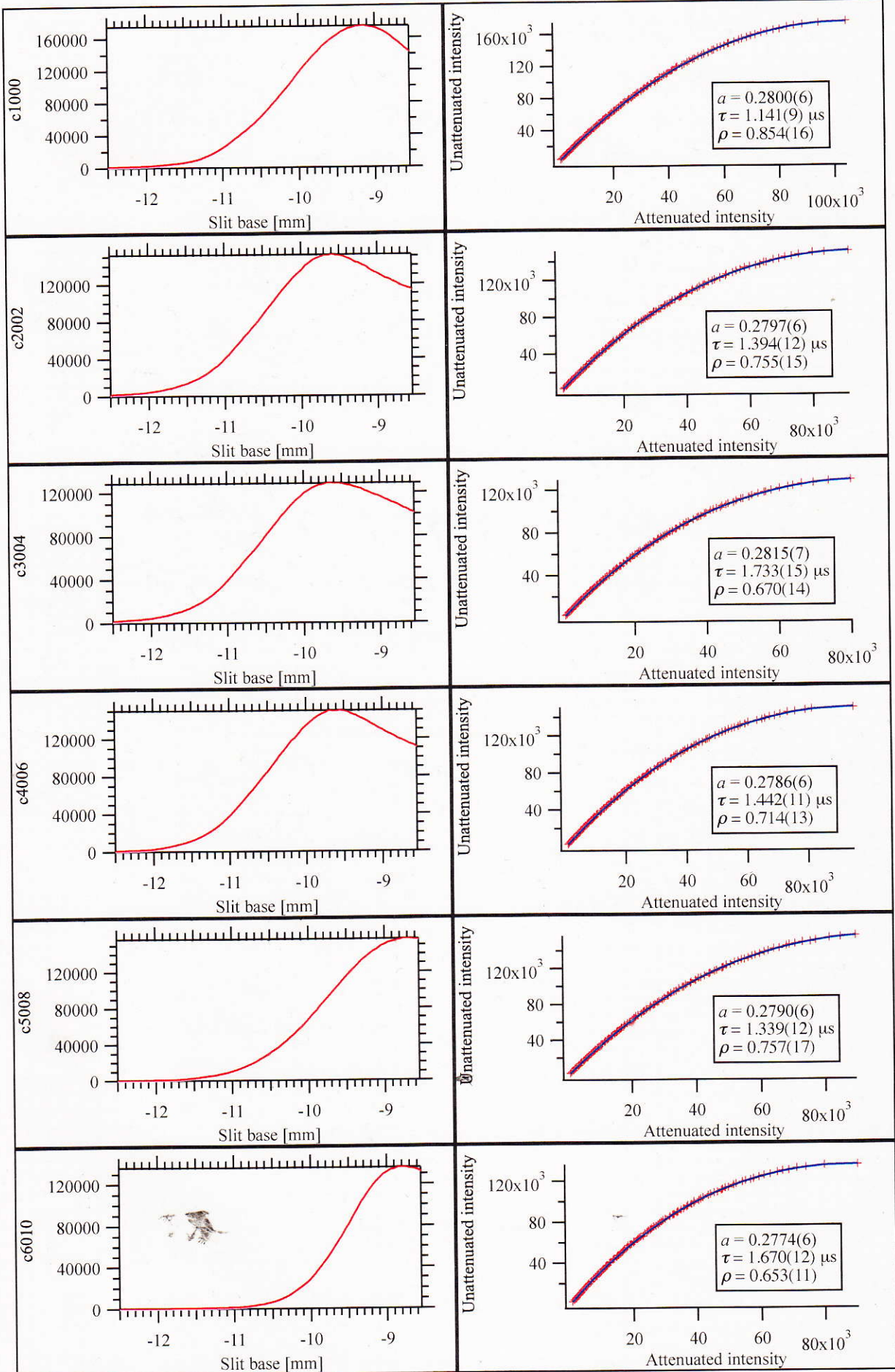
なお、はいのテスト結果をスキャナは

-12.5mm → -8.5mm, 0.05mm → 7.5°

として。

結果を右図に示す。

⇒ MAS20120412-5.pxp



○了+うす廿自動せ2/425-

2/1叶中2.5mm高0.05mm

減音板 Cu5(2)

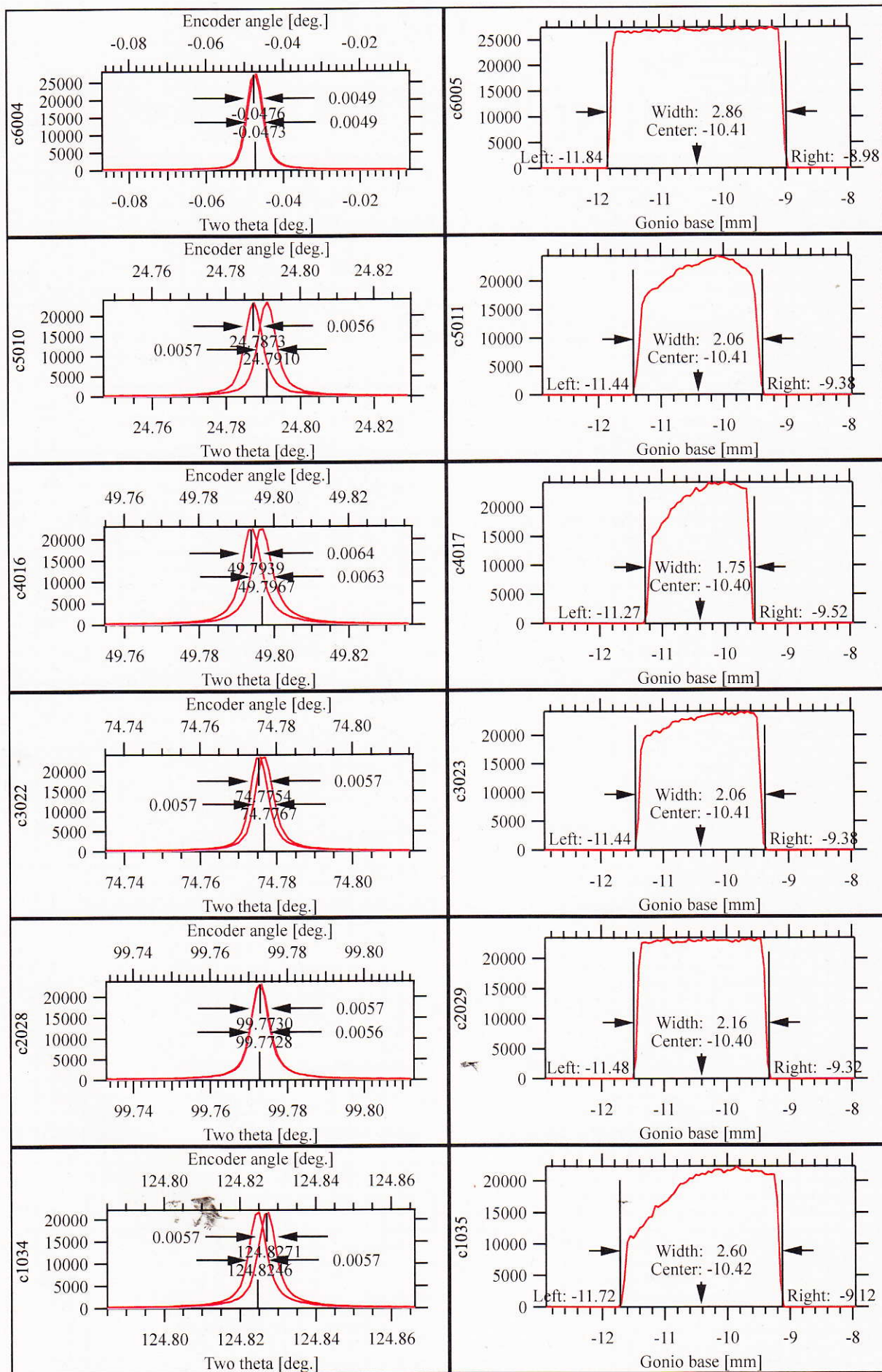
08:22'53" 開始
09:40'45" 終了

↓ 1hr17min52s

No.	$\Theta_A(^{\circ})$	$\Delta\Theta_G(^{\circ})$	$\Delta\Theta_B(^{\circ})$
1	10.617	124.8246	124.8271
2	10.526	99.7728	99.7730
3	10.503	74.7767	74.7754
4	10.644	49.7967	49.7939
5	10.563	24.7910	24.7873
6	10.565	-0.0473	-0.0476

右図に図示。了了。

⇒ MAS20120412-5.pxp



2012年4月13日(金)

① 平板試料台設置. ② 補正角測定
 回転

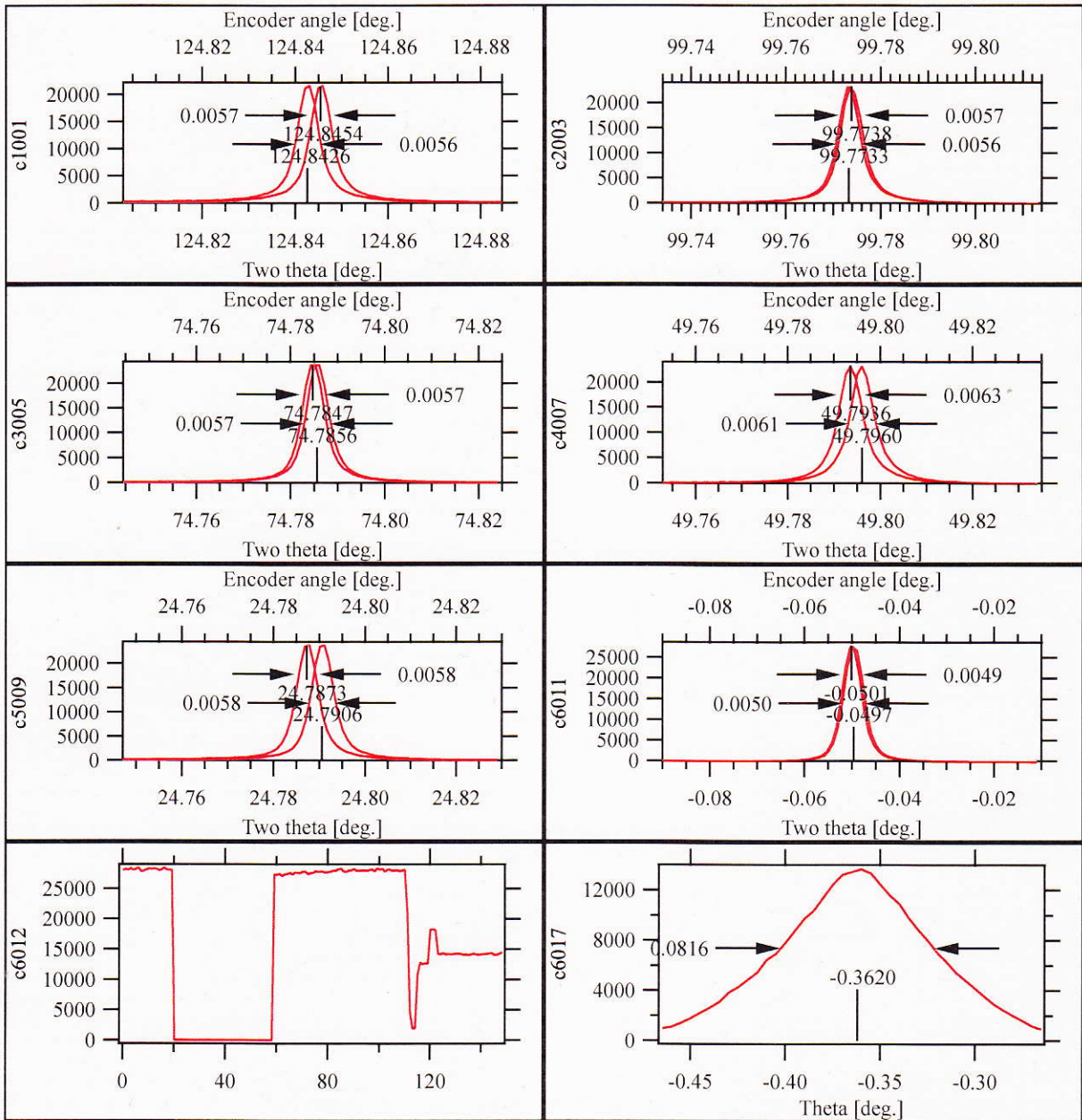
3+354"エッジを $\sim 25\text{mm}$ 位置にする.

10:34'55" 測定開始
 10:52'22" 測定終了 \downarrow 17min27s

① ② 補正角測定

$$\Delta\theta = -0.362^\circ$$

\Rightarrow MHS20120413-1.pxp

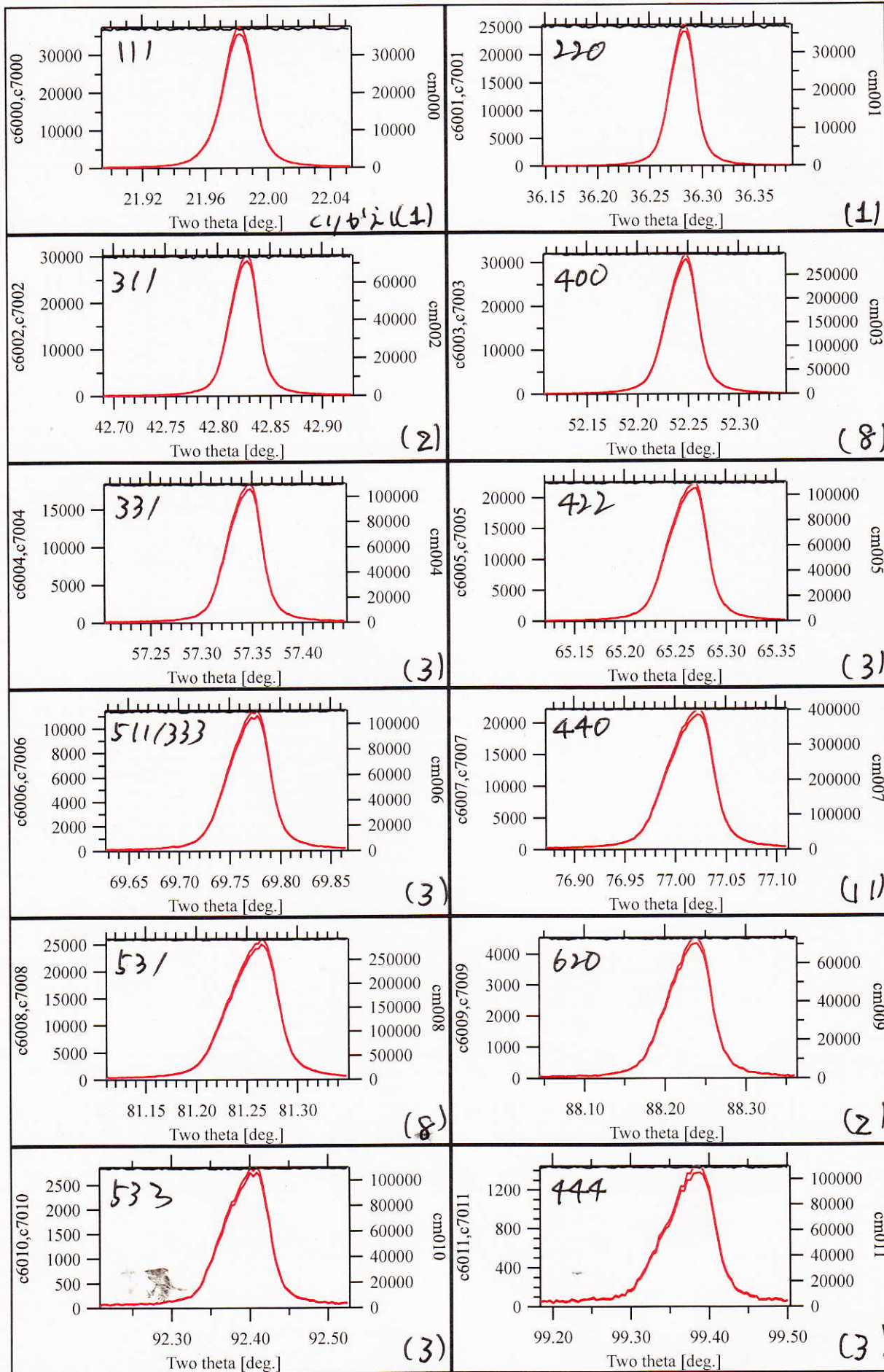


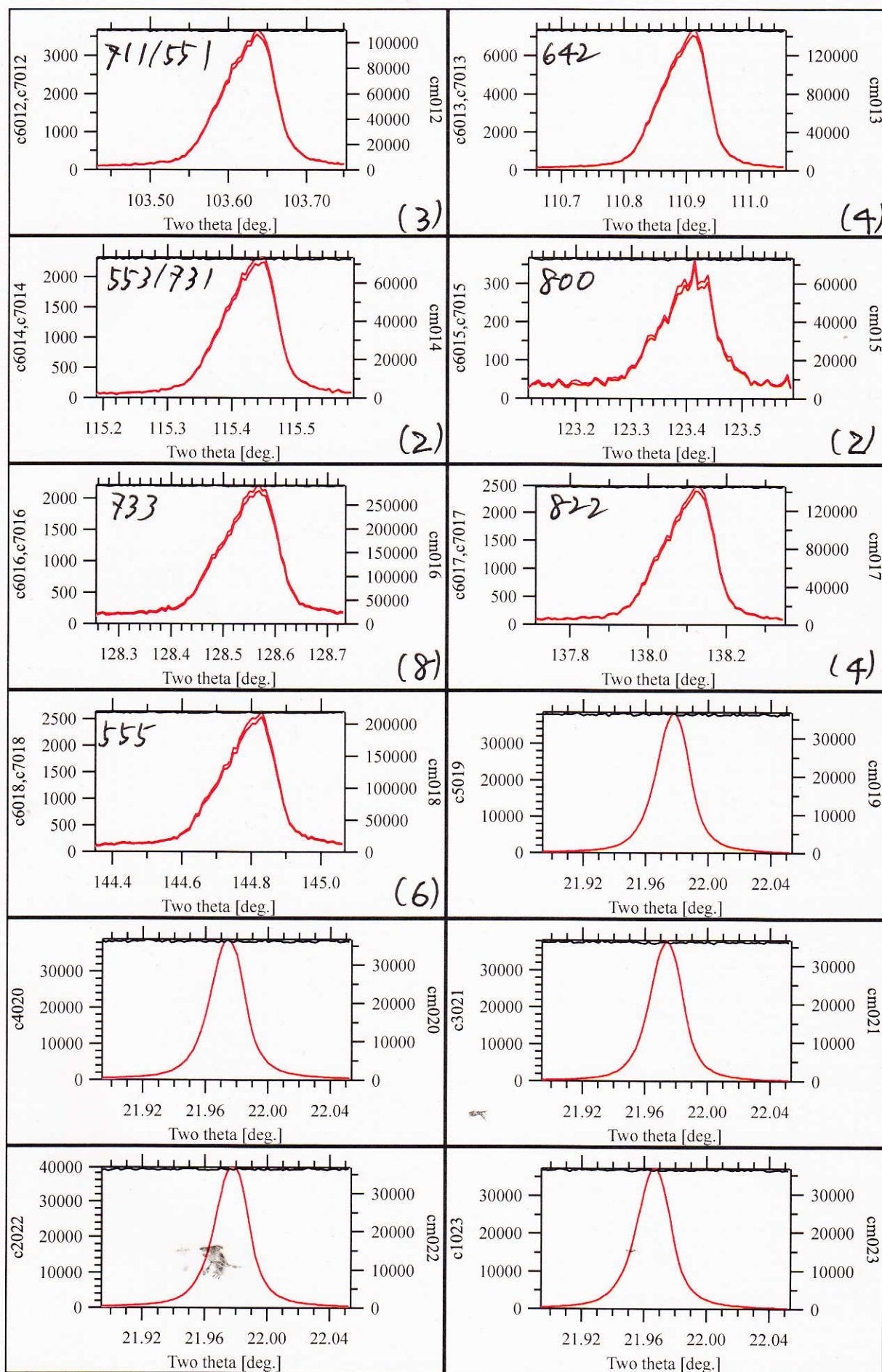
○ S. 標準試料測定 (NIST SPM640c)

“シ” 表面が凸凹に付、2.0t=α2” 詰め是にて
 入射視斜角は 7° 固定の非対称反射法。

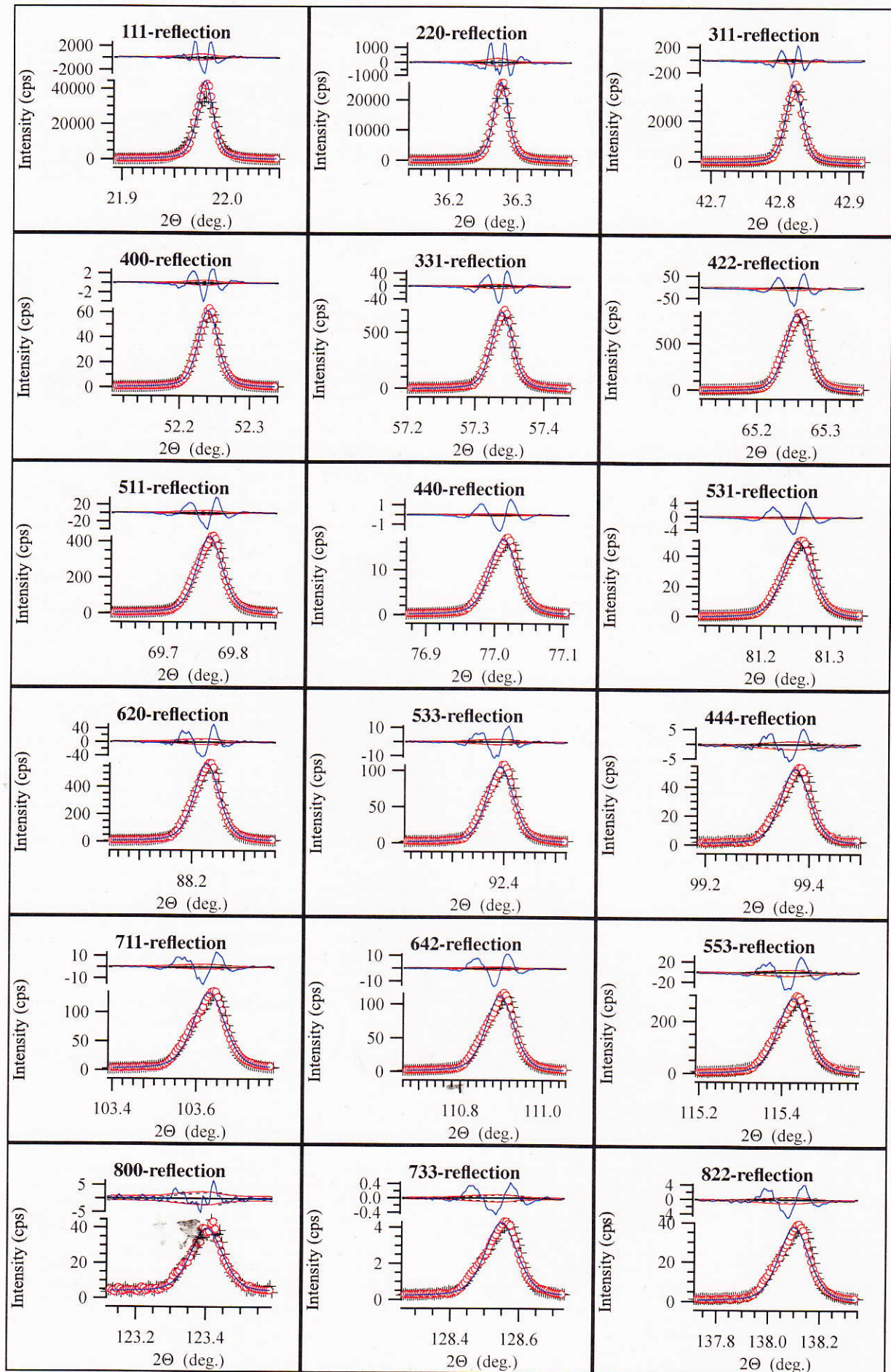
スリット幅 5mm、高さ 0.5mm とした
 単位計測時間 1s

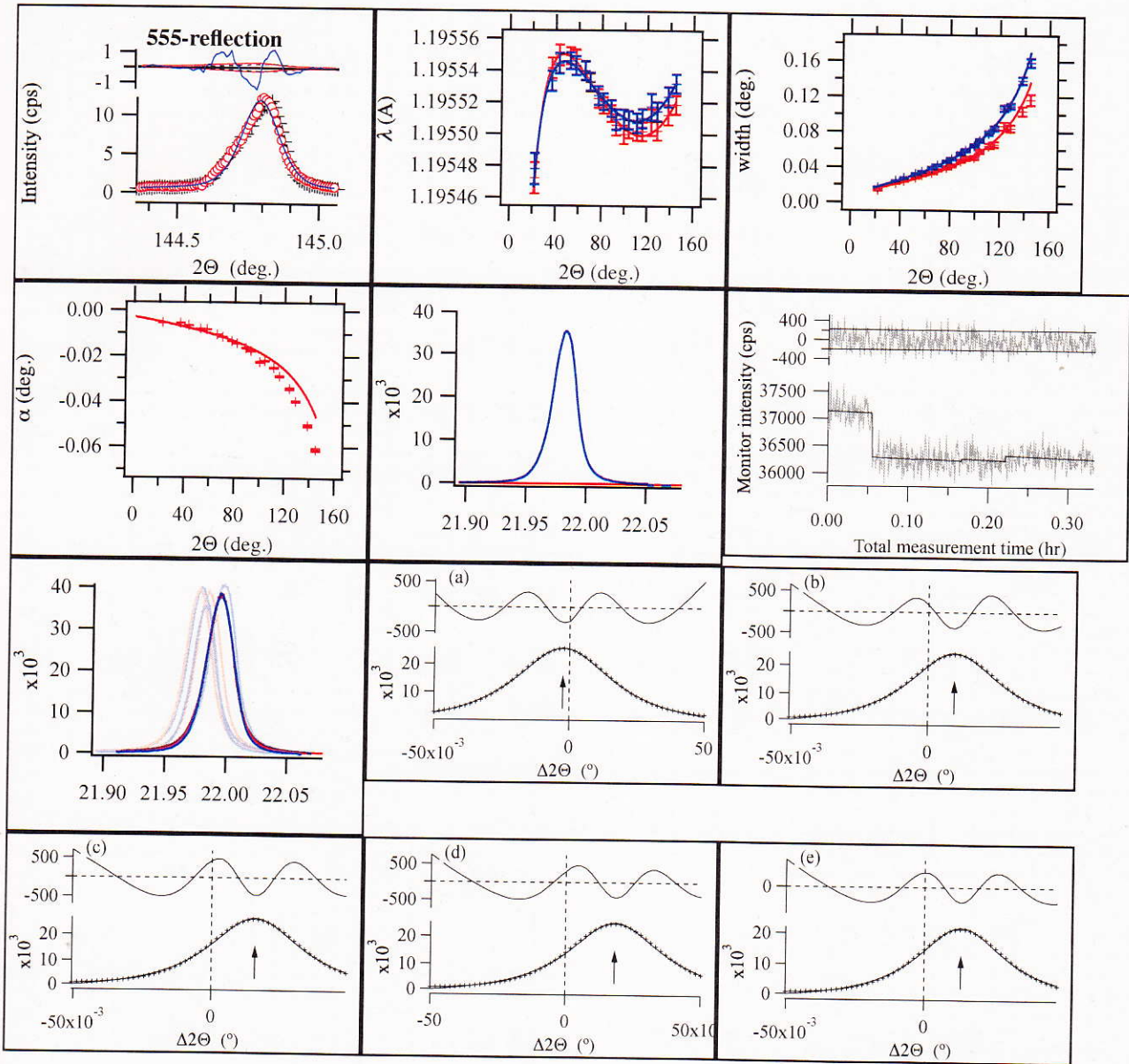
11:31'20" 開始
 14:28'31" 終了 → 2hr 57min 11s





⇒ [MDS20120413-2.pxp]





波長校正値: $1.195607(5) \text{ \AA}$

$\Delta 2\theta_0$: $-0.0169(8)^\circ$

$\Delta 2\theta_{ecc}$: $0.0148(6)^\circ$

Φ_{ecc} : $33.6(9)^\circ$

○ S: SPM640c, φ 2φ 測定

hkl	2θ (°)	θ (°)	計測時間 (s)
111	21.982	10.991	0.5
220	36.285	18.1425	0.5
311	42.828	21.414	0.5
400	52.248	26.124	0.5
331	57.348	28.674	0.5
422	65.268	32.634	0.5
511/333	69.774	34.887	0.5
440	77.022	38.511	1
531	81.254	40.627	0.5
620	88.240	44.120	0.5
533	92.404	46.202	1

スリット幅 5mm, 高 ±0.5mm

φ: 0° ~ 360°, 1° ずつ ... °

⇒ MDS 20120413-3.pxp

○ S: (SPM640c), 回転/停止 計 74 α
Ω-2φ 測定

スリット W5 × H0.5 α 7φ

以下条件で測定 1T₂

回転速度 2回転/s

hkl	Ω 開始角 ($^{\circ}$)	Ω 終了角 ($^{\circ}$)	Ω 2 τ_1 ($^{\circ}$)	$\langle 110 \rangle_L$
111	2.145	8.846	0.017	1
220	3.391	14.752	0.028	1
311	3.895	17.519	0.034	1
400	4.531	21.593	0.043	1
331	4.825	23.849	0.048	1
422	5.205	27.429	0.056	1
511/333	5.377	29.510	0.060	1
440	5.584	32.927	0.068	2
531	5.663	34.964	0.073	1
620	5.727	38.393	0.082	1
533	5.725	40.477	0.087	2

\Rightarrow MAS20120413-4.pxp

右にL, 走査範囲が不安定と見-44d.

OS: (SPM640c). 回転/静止時の才-11p-L
固定

スリット: W 5 x H 0.5 mm

$\Omega = 7^{\circ}$ 固定

2 θ (No.1) : $-5^{\circ} \sim 29.96^{\circ}$ (0.005 $^{\circ}$ 2 τ_1)

\Rightarrow MAS20120413-5.pxp