

2012年 ~~5月~~ 5月10日(木) ~ 14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 先進セラミクス研究センター
井田 隆

2012年5月10日(木) 晴れ, コールトニウス明け

○ 制御用PC, "Microsoft Update"

11項目 (高速インストール), 再起動

○ Igor Pro TCP/IPドライバに "SOCKET"

インストール

webサーバが普通の年452制御用

PCにインストールした。

○ とりあふちリテラウの2セル位置確認 -

シート架台位置 - 約 1mm

— —

← うつりが悪いみたい... 確認して...

○ リテラウ代替X線)のルシ(? 幸大西村さん提供?)

— —

← 露光時間 120s

露光時間 120s 2" は 長さまのよう。

(c.f. p. 21)

○ コマ材全軸初期に
… 正常に終了

○ スリット梁台スキャ
20 コマ材 位置調整に移動

スリット幅 2.5mm. 高 0.05mm

減衰板 (w 5(2))

標準材料ホールドに設定

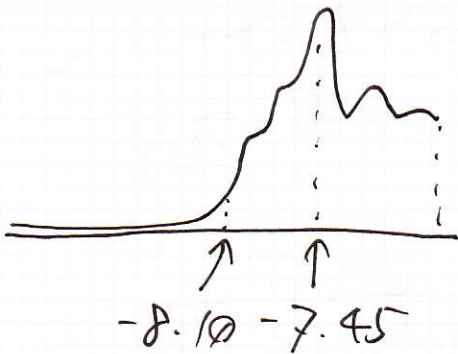
20 コマ材 1.7° 位置へ

No.6 スキャス # 1.7° 位置へ移動

スキャス # エッジ全開 (15mm)

スキャス # 20 角 2.3°

計測方向 0.5s 設定



最大強度位置 pl = 0.65mm (5mm)

垂直上方向にスキャス感 (5mm)

○ コマ材 1.7° 位置へ

Z_{Gonio} = -9.875mm

⇒ MDS 20120510 - 1.pxp

○ 3つ5つ目筋で27427-

エッ27はぬい、17°の線ぬ2み子。

○ 平相回転試験台設置

3つ5つエッ27を38°25mmに変更

○ 20線正角再測定

⇒ [MAS20120510-2.pxp]

○ 平相回転試験台で、半割調整

④ = -0.1762°

⇒ [MAS20120510-3.pxp]

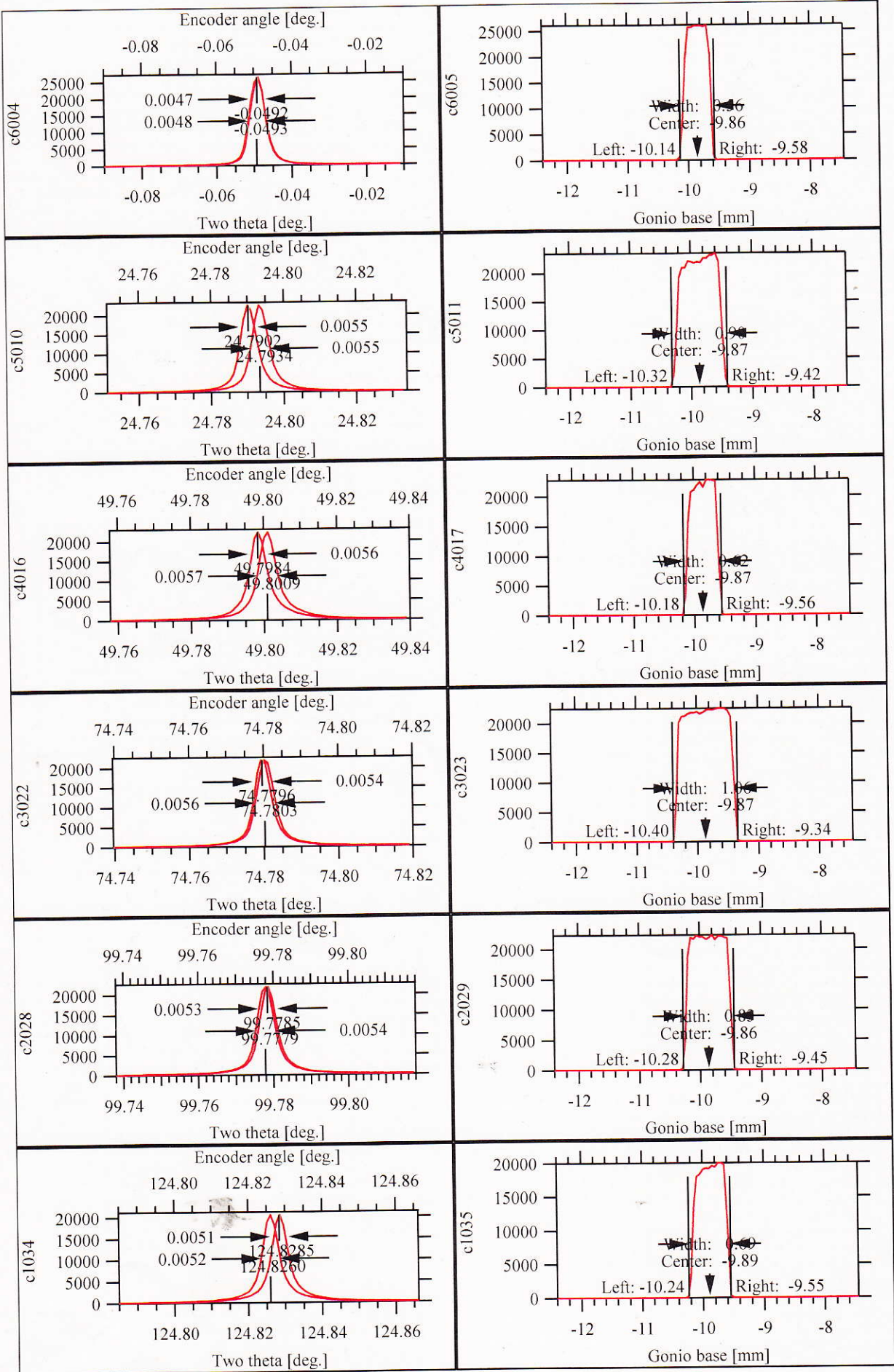
○ NIST SRM640 - 測定 (20 - ④ 分割測定)

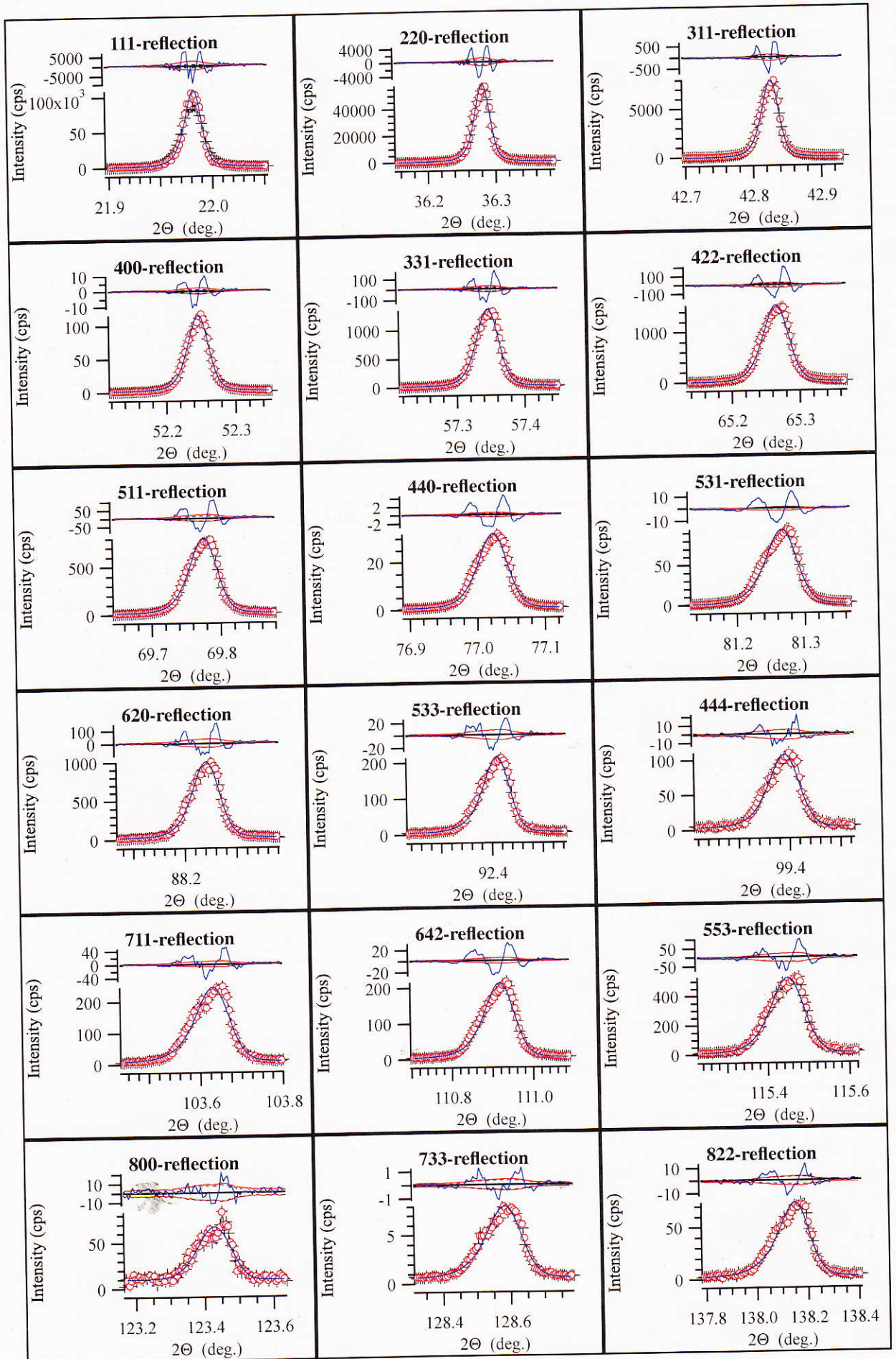
スリ - 幅 5mm. 高 ± 0.5mm

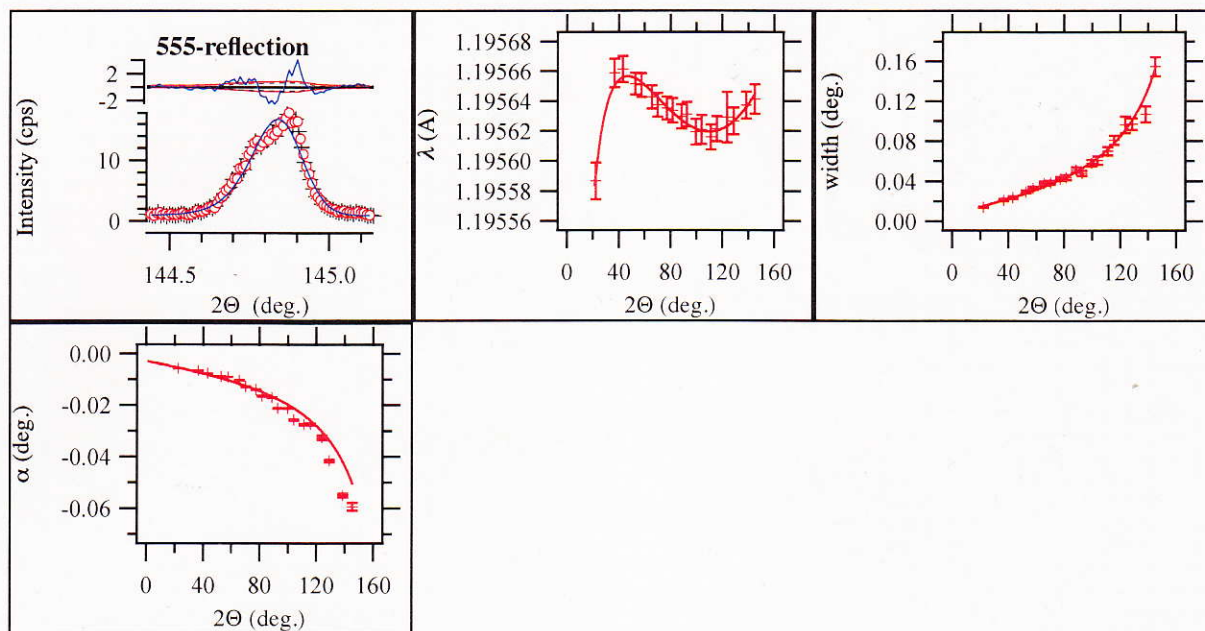
I0モリ → 11° - 7° : 11° 穴

ビーム2つ → 11° 設置

⇒ [MAS20120510-4.pxp]







波長校正値: ~~1.195718~~ 1.195718(9) Å

$$\Delta 2\theta_0 = -0.0167(13)^\circ$$

$$\Delta 2\theta_{\text{Ecc.}} = 0.0146(10)^\circ$$

$$\Phi_{\text{Ecc.}} = 32.5(1.5)^\circ$$

Merge 120510.pxp

○ NIST SRM640c ϕ - 2θ 2 θ 2 θ 2 θ

λ 5mm, α \pm 0.5mm

λ 2 θ 2 θ 2 θ 2 θ 0.5s

⇒ Merge 120510-5.pxp

16:56'31" 開始

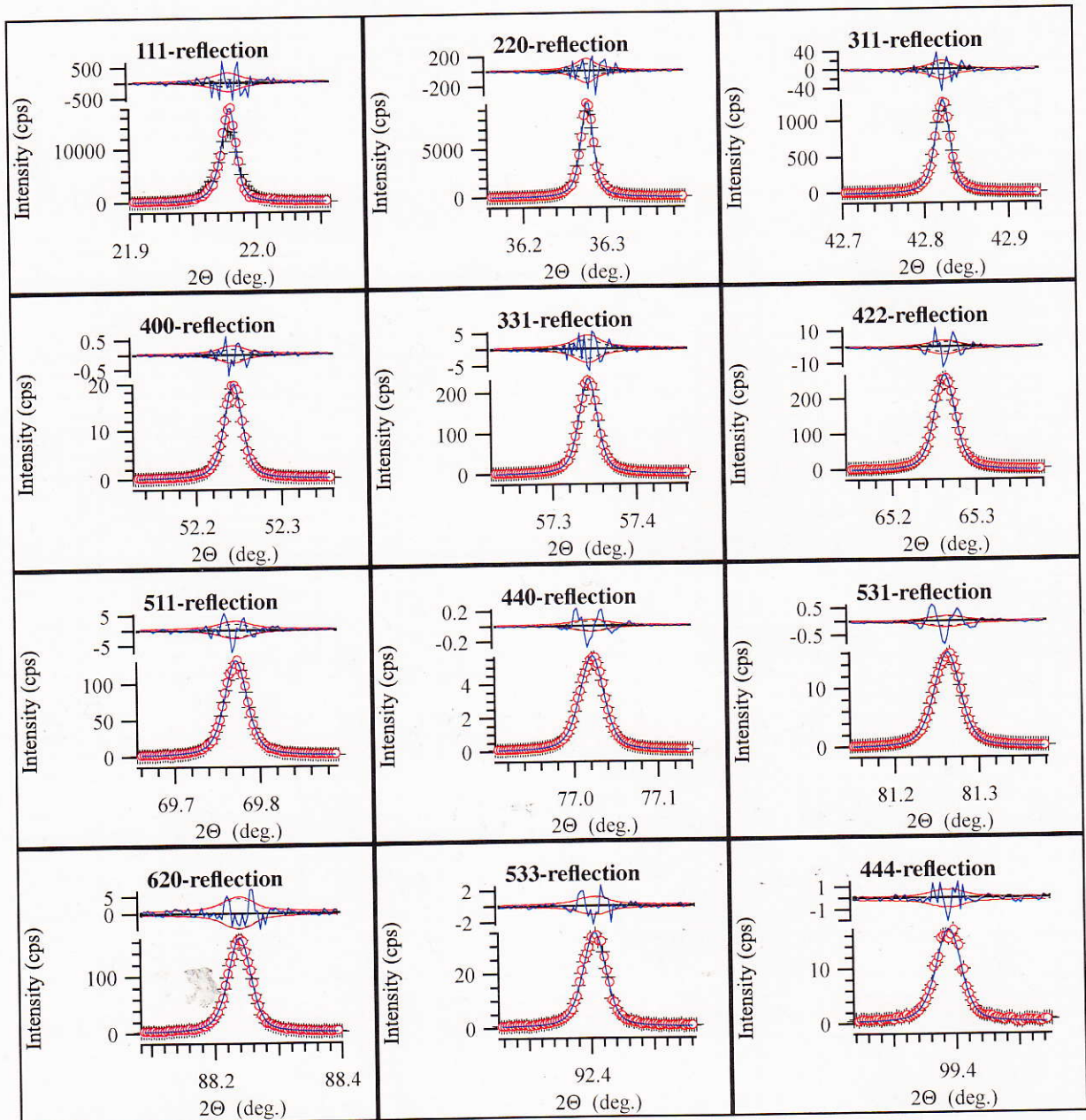
19:08'03" 終了 ↓ 2h 11min 30s

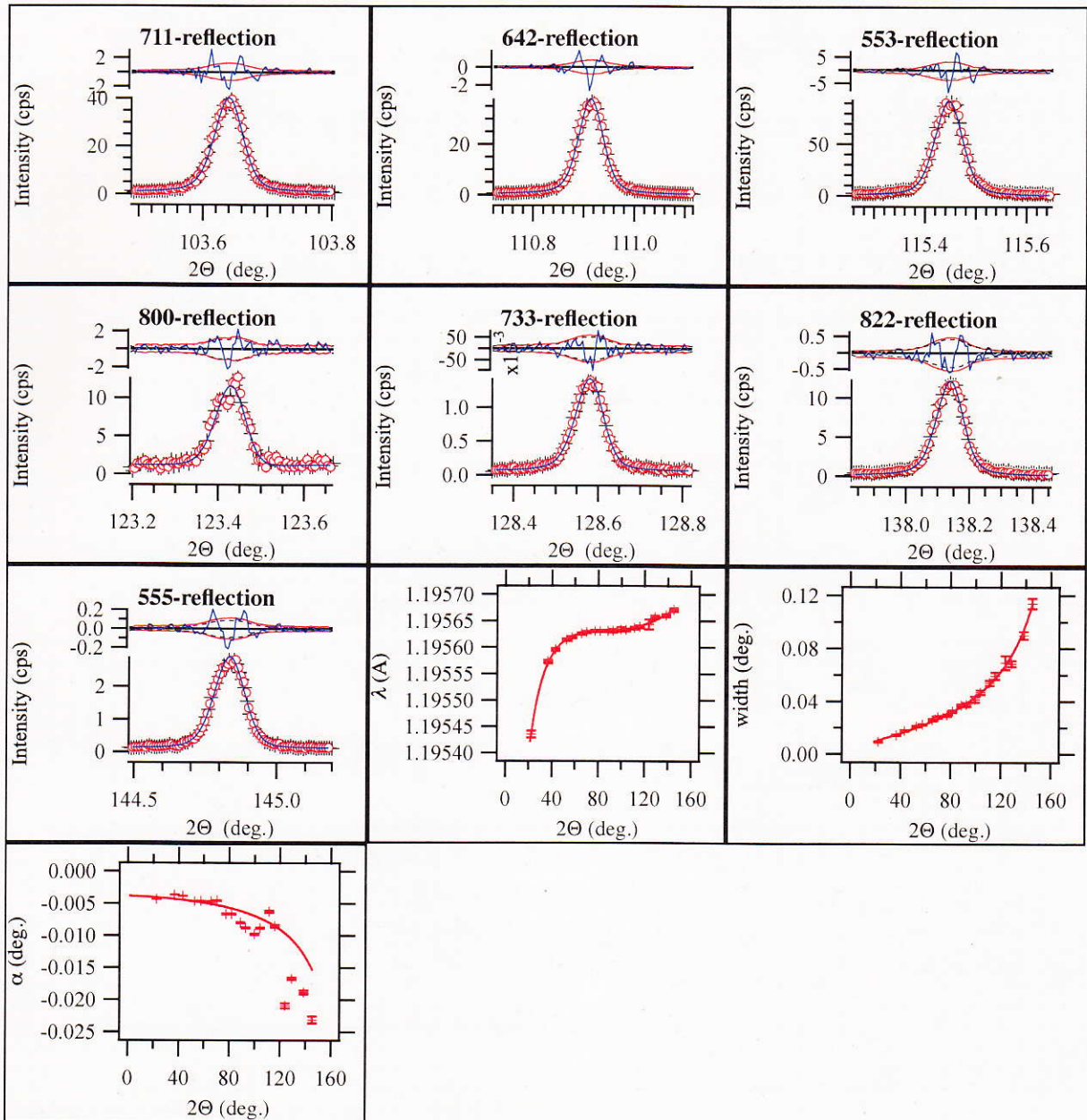
○ NIST SRM 640c . . . 20-02819

2% 1 幅 2.5mm. 高 ± 0.5mm
~~77~~ . 単位計数時間 1s

19:32'14" 開始) 3h 12m:23s
 22:44'37" 終了

⇒ MAS20120510-6.pxp





波長校正値: $1.195746(3) \text{ \AA}$

$$\Delta 2\theta_0 = -0.0177(5)^\circ$$

$$\Delta 2\theta_{ecc} = 0.0122(4)^\circ$$

$$\Phi_{ecc} = 33.5(7)^\circ$$

17
○ LaB6, NIST SRM660b, ϕ -スキャン測定

スリット幅 2.5 mm , 高 $\pm 0.5\text{ mm}$

ステップあたり単位計数時間 0.5 s

まず 20° のスキャンでピーク位置を探し、
概ね 1000 カウント以上になるよう

ステップ間隔を自動設定する。ただし、
最大で 10 ステップ。

23:05'26" 測定開始

2012年5月11日(金) 雨のち晴れ

○ LaB6, ϕ -スキャン測定 (77°E)

14:19'12" 測定終了 (所要時間 15h14min)

⇒ MDS20120510-7.pxp

○ LaB6, 全 11° ずつ、 θ - 2θ 測定

スリット幅 2.5 mm , 高 $\pm 0.5\text{ mm}$ のまま

計数時間 1 s

θ (2θ) = 8.268°

2θ : $-5^\circ \sim 29.96^\circ$, 0.004° ステップ

14:26'02" 測定開始 } 4h55min
19:21'02" 終了

⇒ MDS20120511-1.pxp

○ LaB₆, Ω-スキャン自動測定

θ = 4° ストップ 11° まで 4° ずつ

19:41'32" 測定開始

2012年5月12日(土)

○ LaB₆. 全 11° まで測定. 予備解析

ICDD-PDF4+ 2011 2"

原子座標の記載 ± 4 2 1 子 star-quality

〒-7 → PDF#04-004-8705 と

#04-001-2105

#04-001-2105 [Korsukova et al.

J. Less-Common Met 117, 73 (1986)]

$a = 4.157 \text{ \AA}$ (from powder diffraction)

	x	y	z	B(Å ²)	SOF
La	1a	0	0	0.435	1
B	6f	0.19957	1/2	0.326	0.972

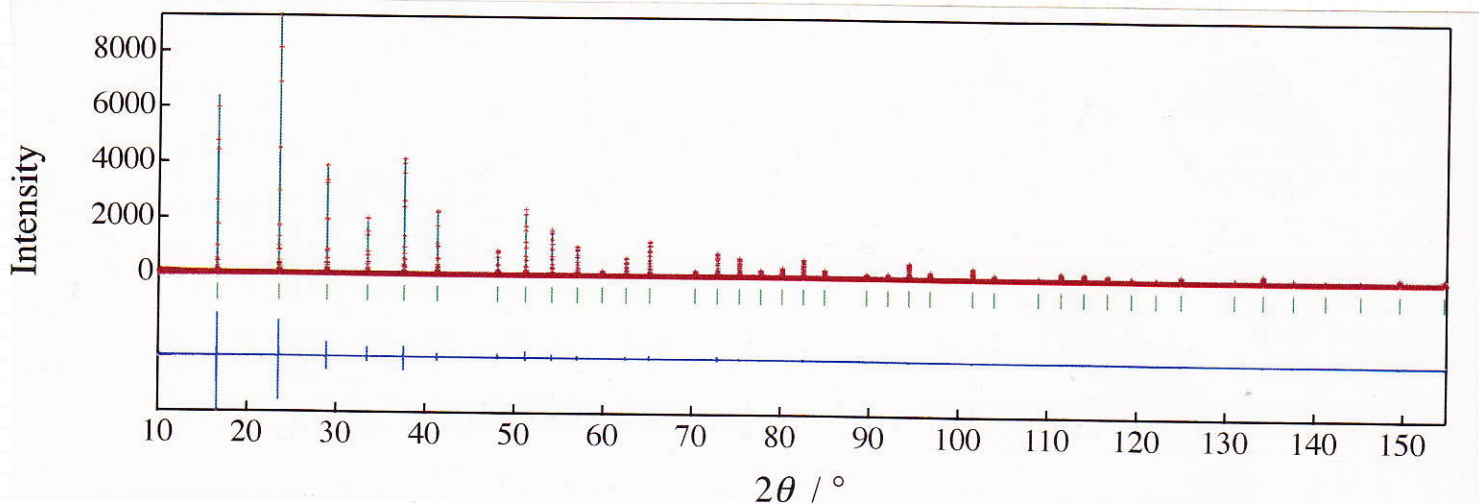
#04-004-8705 [Korsukova et al.

Z. Kristallogr. 168, 299 (1984)]

$a = 4.157 \text{ \AA}$

	x	y	z	B(Å ²)	SOF
La	1a	0	0	0.415	1
B	6f	0.19948	1/2	0.324	0.982

$\chi^2 R = 0.972$ & 12 Rietveld χ^2



$$a = 4.15678 \text{ \AA}$$

	$1/a$	x	y	z	$B(\text{\AA}^2)$
La	1/8	0	0	0	0.354(5)
B	6f	0.2009(3)	1/2	1/2	0.210(5)

計算密度 4.669 g/cm^3

hkl	m_{eff}
100	6
110	12
111	8
200	6
210	24
211	24
220	12
300/221	27.73
310	24
311	24
222	8
320	24
321	48
400	6

hkl	m_{eff}
410/322	46.39
330/411	33.66
331	24
420	24
421	48
332	24
422	24
500/430	29.58
431/510	71.24
333/511	29.41

$$L_a = 138.9055 \text{ g/mol}$$

$$\mu/\rho = 174.51 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$B = 10.811 \text{ g/mol}$$

$$\mu/\rho = \cancel{10.811 \text{ cm}^2/\text{g}} \times 0.834 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$L_a B_6 = 203.772 \text{ g/mol}$$

$$\mu(\text{bulk}) = \frac{174.51 \times 138.9055 + 10.811 \times 0.834 \times 6}{203.772}$$

$$\times 4.669 = 556.7 \text{ cm}^{-1}$$

侵入深さ ~~10/556.7~~ $\rightarrow 17.6 \mu\text{m}$
が浅い。

NIST SRM660b certificate 2'は

L-4'-同付証 (本数1本2に付5付...)

1-5' 典型的な粒径径 (体積平均) $10.09 \mu\text{m}$

付の2', 17と4' comparable

○ $L_a B_6$, Ω -2' \rightarrow 自然消滅 (2' \rightarrow 1')

14:21'18" 消滅終了 (経過時間 18h 39min 46s)

長中, 左...

\Rightarrow MAS20120511-2.pxp

○ S: NIST SRM640c, 重-, Ω-2 #02 反射測定
 77.5 μm 幅 2.5 mm, 高 ± 0.5 mm

14:57'24" 測定開始

22:04'54" Scan #36 終了

この測定は 2 #02 反射 unit FT 0.5 s 2 ~ 8 回
 繰り返して測定とやり、予備測定時間 46 min (8 s
 とやり、2 ~ 中絶. unit FT 4 s に変更.
 予備測定時間 27 min 57 s とやり、2.

23:51'54" Scan #39 終了

2θ ~ 81.26° の 531 反射を 170' / 40' 42" 2θ!

とやり、2θ ⇒ MAS20120512-1.pxp

531 反射の 2 Scan #40 ~ #43 に

追加測定.

⇒ MAS20120512-2.pxp

○ 試料位置確認.

NIST SRM640c 試料.

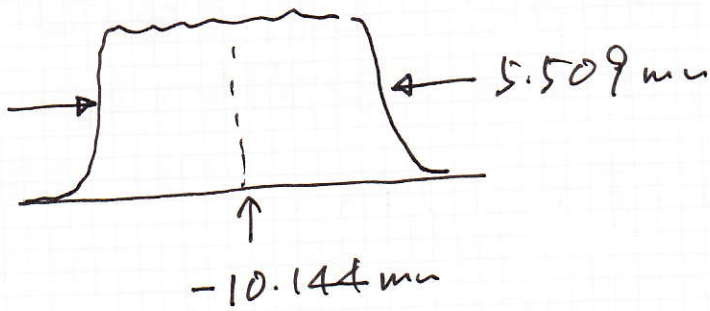
2θ = 21.980°, θ = 10.990°

と 12, 回転 ± 0.5 mm 3 ~ 4 mm 2 #02

Σ GONIO: ~~7~~ -13.85 ~ -5.85 mm
 (0.1 mm 2 #02)

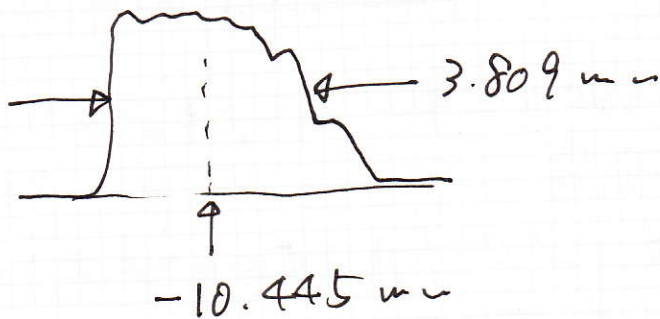
FT = 0.5 s

77.5 μm 幅 2.5 mm, 高 ± 0.5 mm の試料

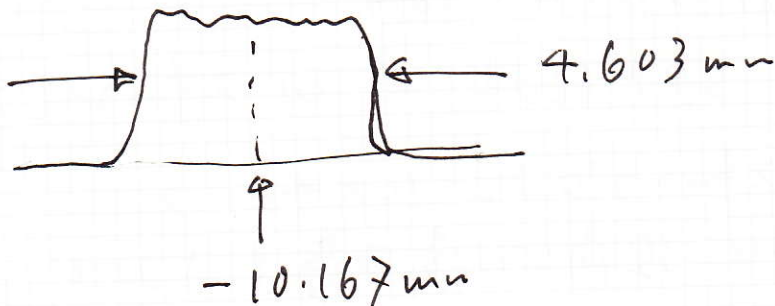


この寸法の寸法は、 -9.875 mm
 $T_{\text{p}} = 0.269 \text{ mm}$ である。

LaB6 (NIST SRM 660b) の寸法は、 1.2 E
 $2\theta = 16.536^\circ$, $\theta = 8.268^\circ$
 と同じ寸法の寸法である。



LaB6 の寸法は、 0.6 mm である。
 同じ寸法の寸法である。



この寸法の寸法は、 1.2 E
 と同じ寸法の寸法である。