

2012年12月5日(水)

○ S: 標準試料. 20, 4, ω, ω' 走査開始時刻 (17°)

09:00 7p27 11.90-2°

scan #57 の途中.

22° 2° の 7°-9° を保存

⇒ MAS20121204-2.pxp

peak #14 (15 本日の t²-s)

= scan #56 p' s 測点を再南あり.

peak #~~14~~¹⁵ (15 本日) の測点終了予報時刻 19:54

(scan #63)

scan #65 p' 南極 LT p'. 測点終了

あり = 12 あり.

⇒ MAS20121205-1.pxp

○ 波長変更 0.7 Å → 1.2 Å

試料台 @ 20°

γ = 120° = 150° に移動. λ 射 2 つ 1 射 - 2° 2

2° 11.9° - 1° 7° 2. 5° = 11° 前

波長 指 p' あり = 12 確認 3 3

C: ¥BL-4B-STARS p' s scriptorient (22)

起動.

> getpara ↻

2nd und y → 1st 正常に表示された = エレメントが3つ

> setwvl 1.2 ↻

2nd 波長変更. 警告が出た. 7th 2nd の 5th 2nd 1E08V/A → 1E07V/A に変更

> meas ↻

2nd 強度測定. 一回目 2993 カウント. 二回目 2970 カウント

> dthscan ↻

2nd 17日 = 結晶微細角スキャン開始. そのための設定を使用

C: 7 BL-4B-STARS の "plot_for_scriptclient" を
起動して強度図形を記録する

ATH2: 0.241 ~ 0.242 1st 最大に設定した

0.241 2nd 19658 カウント
ATH2 =

波長を 1.2 Å → 0.7 Å に変更するのは

28.883 カウント t_1 , t_2 . 2nd のとを t_1 top-up をして

4th 電流 450 mA t_1 , t_2 . (p. 14)

現在は t_1 + 2 運転 減速を t_1 (storage を t_1 ?)

300 mA 2nd と. ほとんど変更. 2nd 5th t_1

2nd (3) 減速 2nd の子?
少した

21:00 λ 4th の t_2 4th の t_1 の t_1 →

21:11 4th の t_1 の t_1 → t_1 . 4th 電流 450 mA

scriptclient p's

> setvalue ↻

2" Mono. DTH2 を 0.269 から 0.241 に移動する。

> meas ↻

2" 強度は 28.998 カウント (42" 電流 445 mA)

DTH2 = 0.241 と 中心に 0.01 ステップで 30 分の
測り出しを 12 分。

→ やほし DTH2 走査の中心位置は 0.241

電流 1.2 A → 0.7 A 変更前の DTH2 値は 0.235

12, 15 (c.f. p. 15)。

ためしに スリット架台位置を -7.05 mm から

変更前の -5.95 mm 位置に移動。

シャッターを用いて

> dth scan ↻

DTH = 0.240 付近で 2" 極大 (42" 電流 440 mA)

30.877 カウント

最大強度値は スリット架台位置にのみ保存された。

モリワカ = 結晶微細相の最適値はよほし

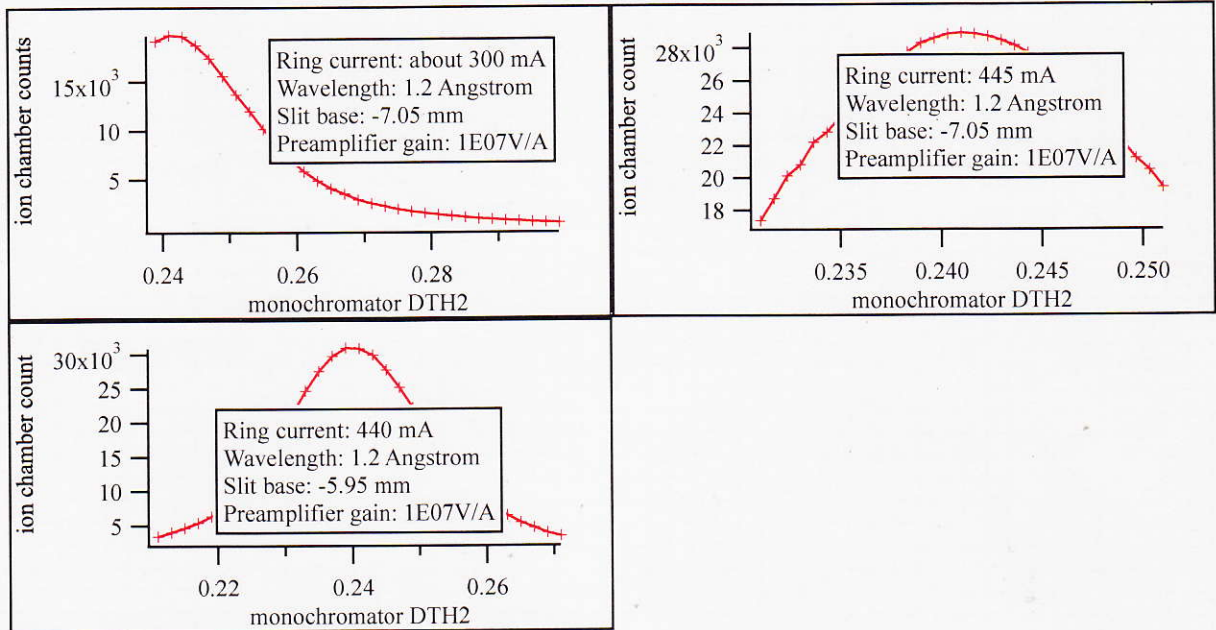
スリット架台位置にはおしやうに保存。

DTH2 走査曲線を保存

⇒ MAS20121205-2.pxp

> setvalue

2" Mono. DTH2 を 0.240 に変更する。



○ HV 走査 (波長 1.2 Å 設定)

減衰板 Cu 5(2) 挿入

スリット幅 2.5 mm, 高 ± 0.05 mm

カウンタ検出器の 2④A 角を 2.3 位置に変更

了りし 4" E → 2" 位置を 15 mm 位置に移した

Batch preparation... 此の HV 走査用 11" 4" を

作成し, No. 6 ~ No. 1 検出器の HV 2 軸を

Io 軸として用いた HV 調整のため

減衰板とスリットを挿入。HV/PHA 2 軸の

出力を「走査」にすると、前の INT 軸の

DIFF に「走査」が入ったまま戻すのを止めた

ことは既に述べた (p. 17)

HV 曲線調整後は、今後は「走査」に INT 軸

の出力が入る。

HV 値が此値を 変換 する こと である

No.	前の 1.2Å 設定	→ 0.7Å	→ 現在の 1.2Å
6	870 V	835 V	895 V
5	700	660	700
4	755	700	755
3	675	625	670
2	675	630	670
1	780	715	770
平均	750	760	815

HV 2 本の 結果 保存

⇒ MAS 20121205-3.pxp

70% 2 / 3 ウィット と 写真 に 貼付

○ 散乱 落とし 特性 評価

減衰板 Cu 5 (2) 挿入

靴型 スリット 設置

可動 スリット への Al 箔 は 0.7 Å 設定 の とき
12 μm × 16 枚 の 2 倍 に 増やした。

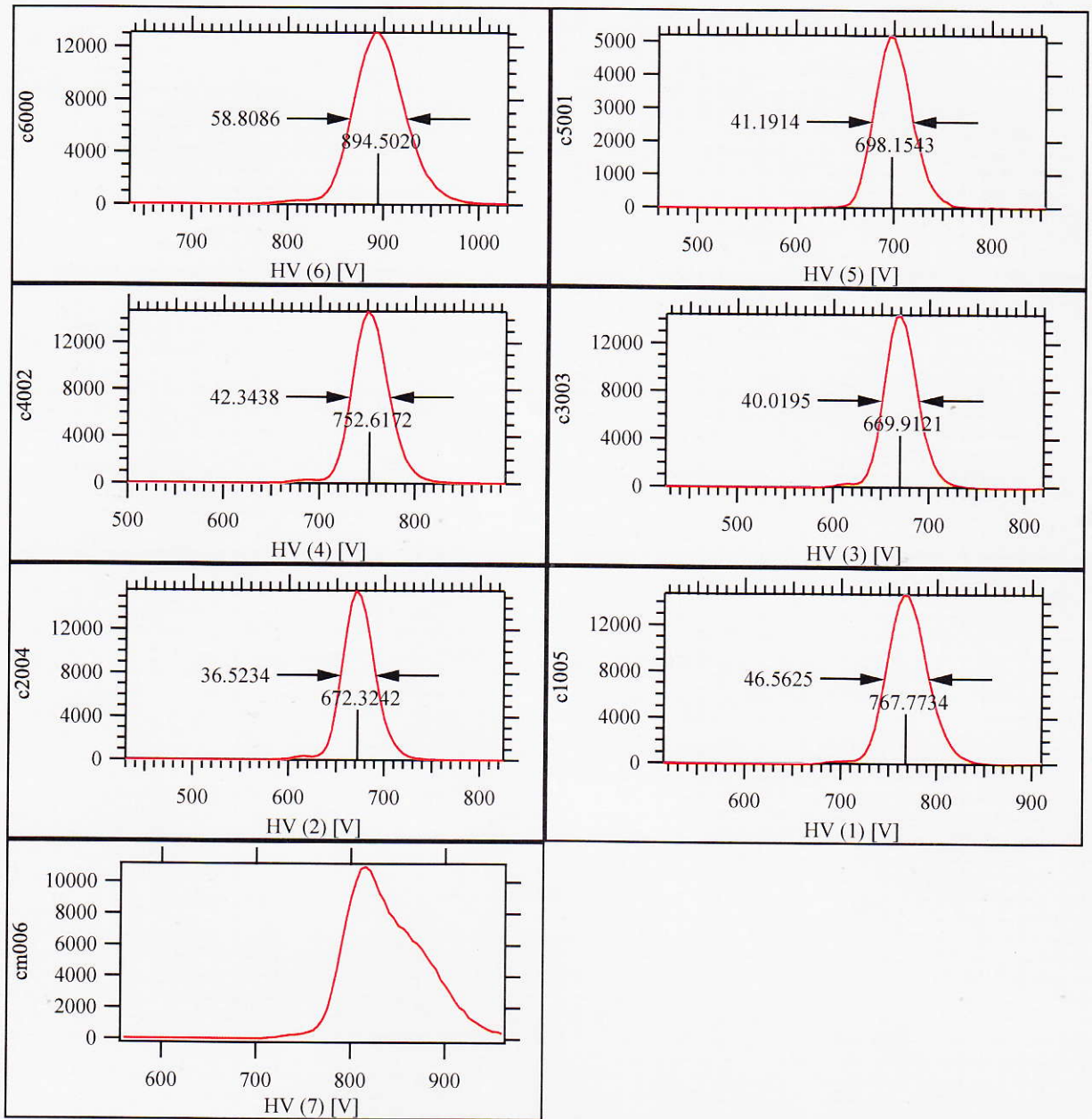
今回 の 測定 結果 を 示す。

"Chipman" の D3-2 の AutoChipman ()

の 仕様 を 変更 し、スリット への 2 本の

範囲 を 指定 (今回 12 mm ~ 7.5 mm)

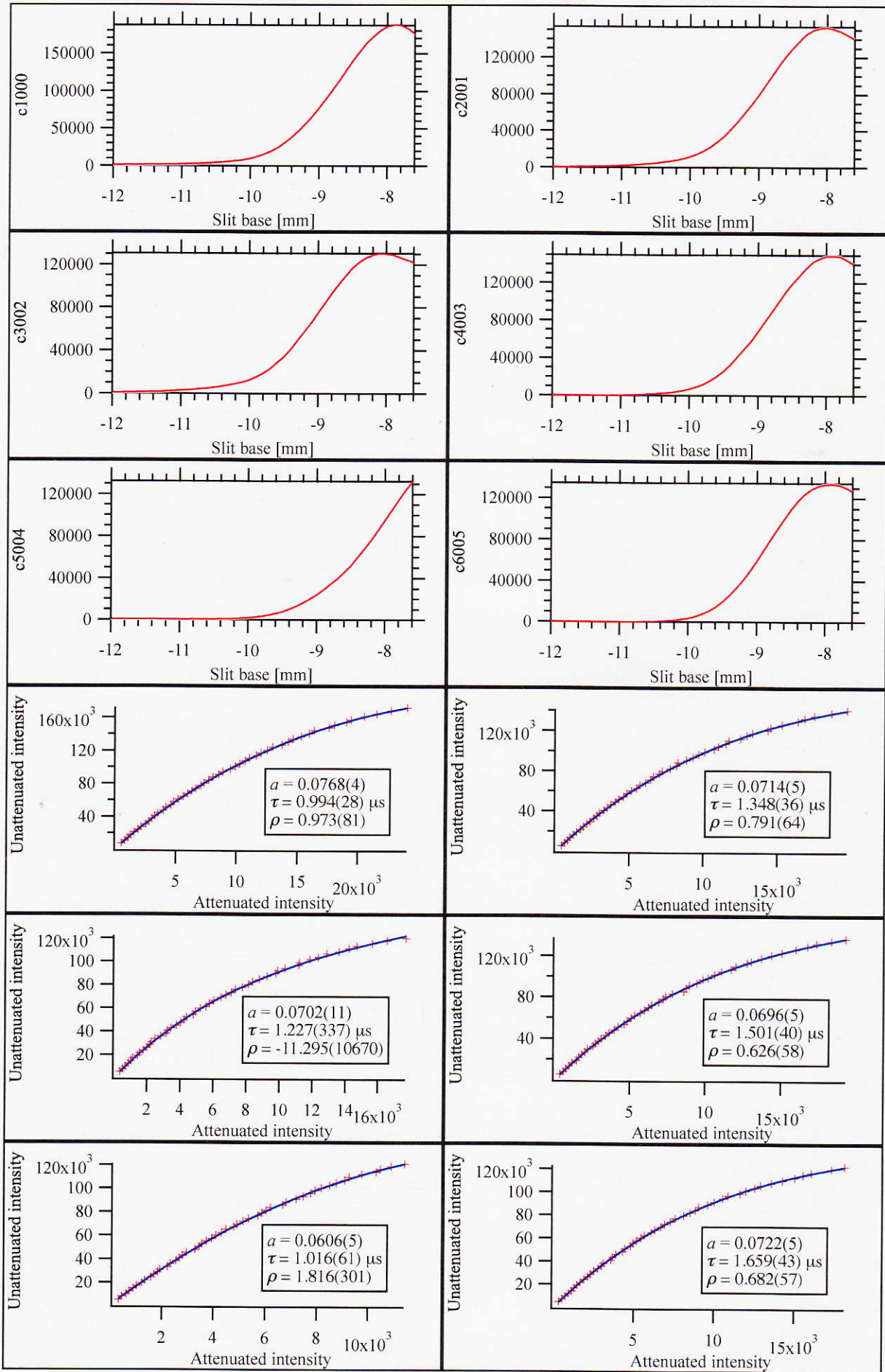
すなわち 5 と 7 の 自動測定 2 本の 結果 に した。



00:01'21" 自動 Chipman 測4是圓的
 00:35'46" 終了

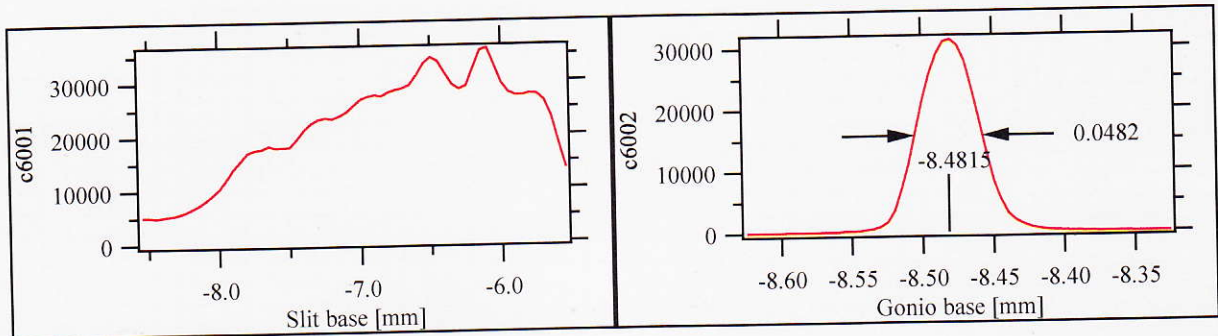
34min 25s

⇒ MDS 2012 1205-4.pnp



○ スリット架台, コーナ架台の調整

通常の操作とは異なる。



スリット架台 - 2. θ 架台位置 : -6.15 mm
 コーナ架台 - 2. θ 架台位置 : -8.420 mm
 に変更する。

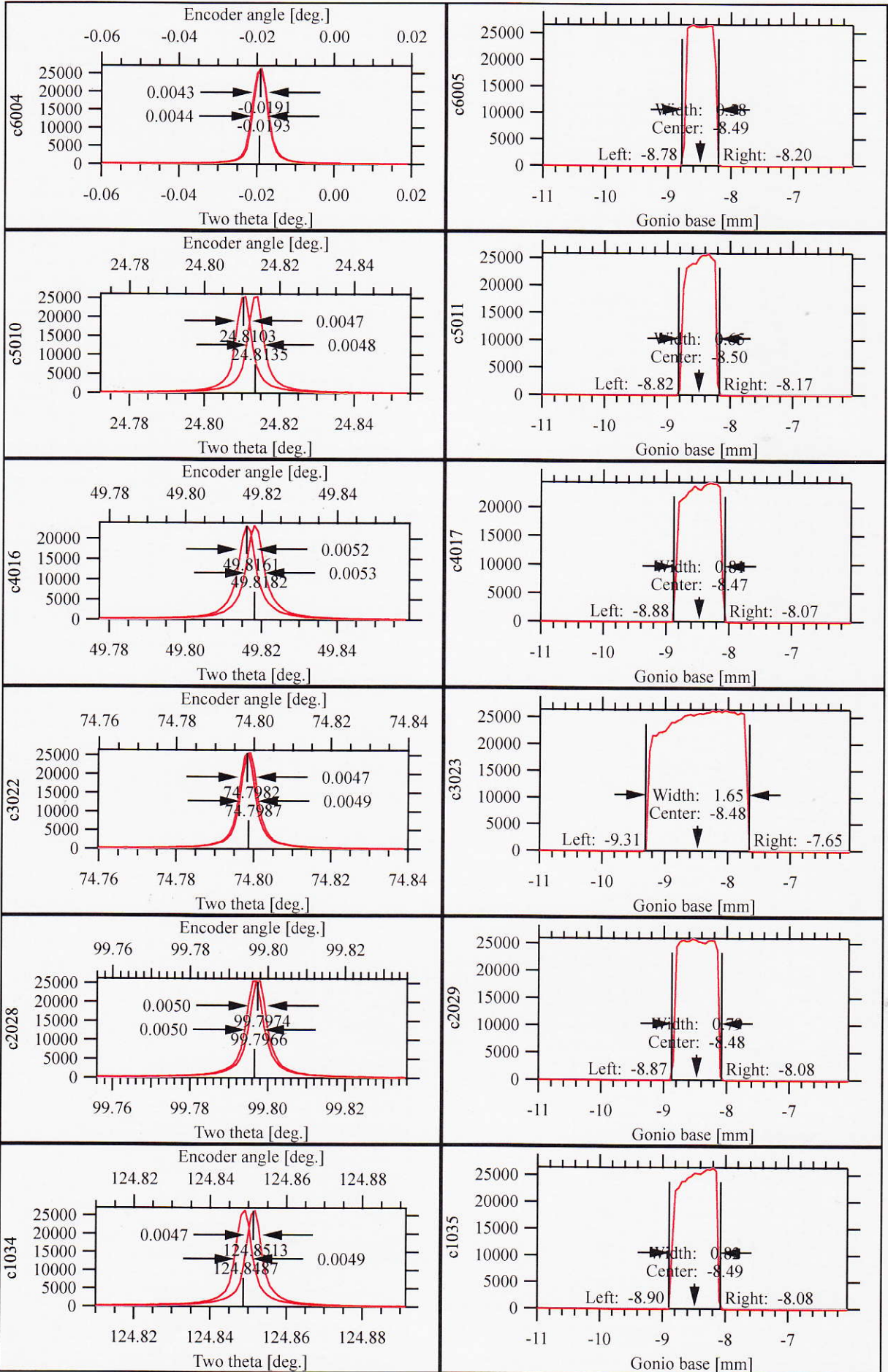
⇒ MDS20121205-5.pxp

○ 3つと4つ目調整の様子

3つと4つ目. エッジ目一杯端々。

No.	θ A(deg.)	$\Delta 2\theta$ G($^{\circ}$)	$\Delta 2\theta$ E($^{\circ}$)
6	10.586	-0.0193	-0.0191
5	10.577	24.8135	24.8103
4	10.656	49.8182	49.8161
3	10.501	74.7987	74.89 74.7982
2	10.590	99.7966	99.7974
1	10.624	124.8487	124.8513

⇒ MDS20121205-6.pxp



○ 平板回転試料台調整

No. 1 検出器. 2θ 補正付 2' @ 付近 fine 設定で

2θ スキャン → τ の位置 0.0013°

τ の位置に移動し, 半割, ④ スキャンを降り過ぎ

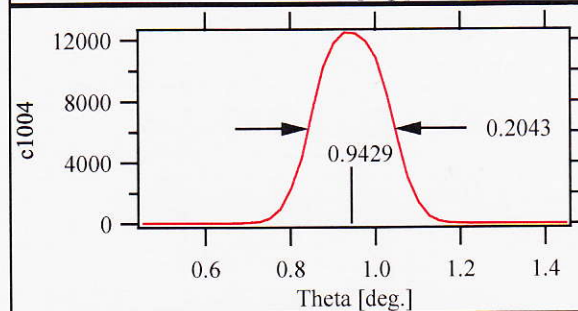
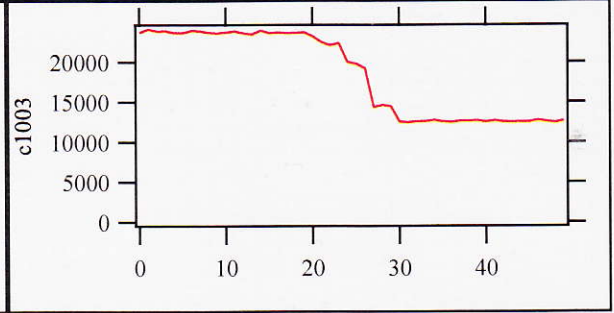
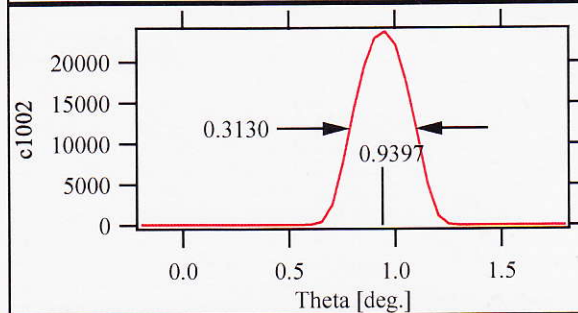
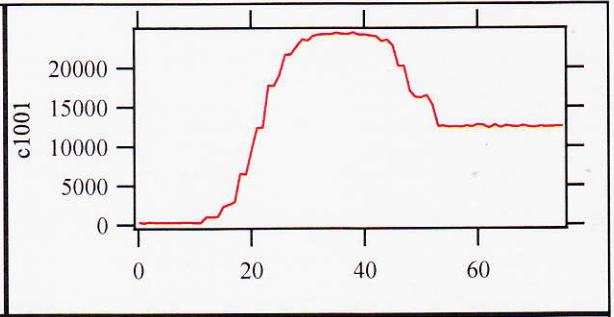
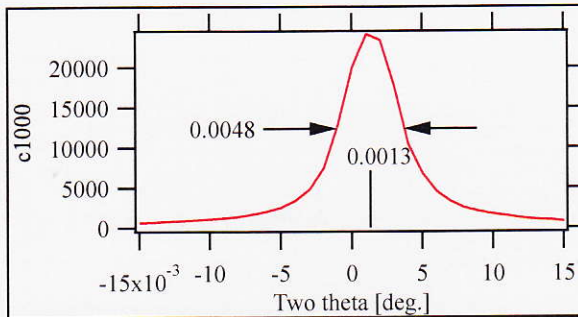
④ 補正値: ~~0.0193~~ 0.943°

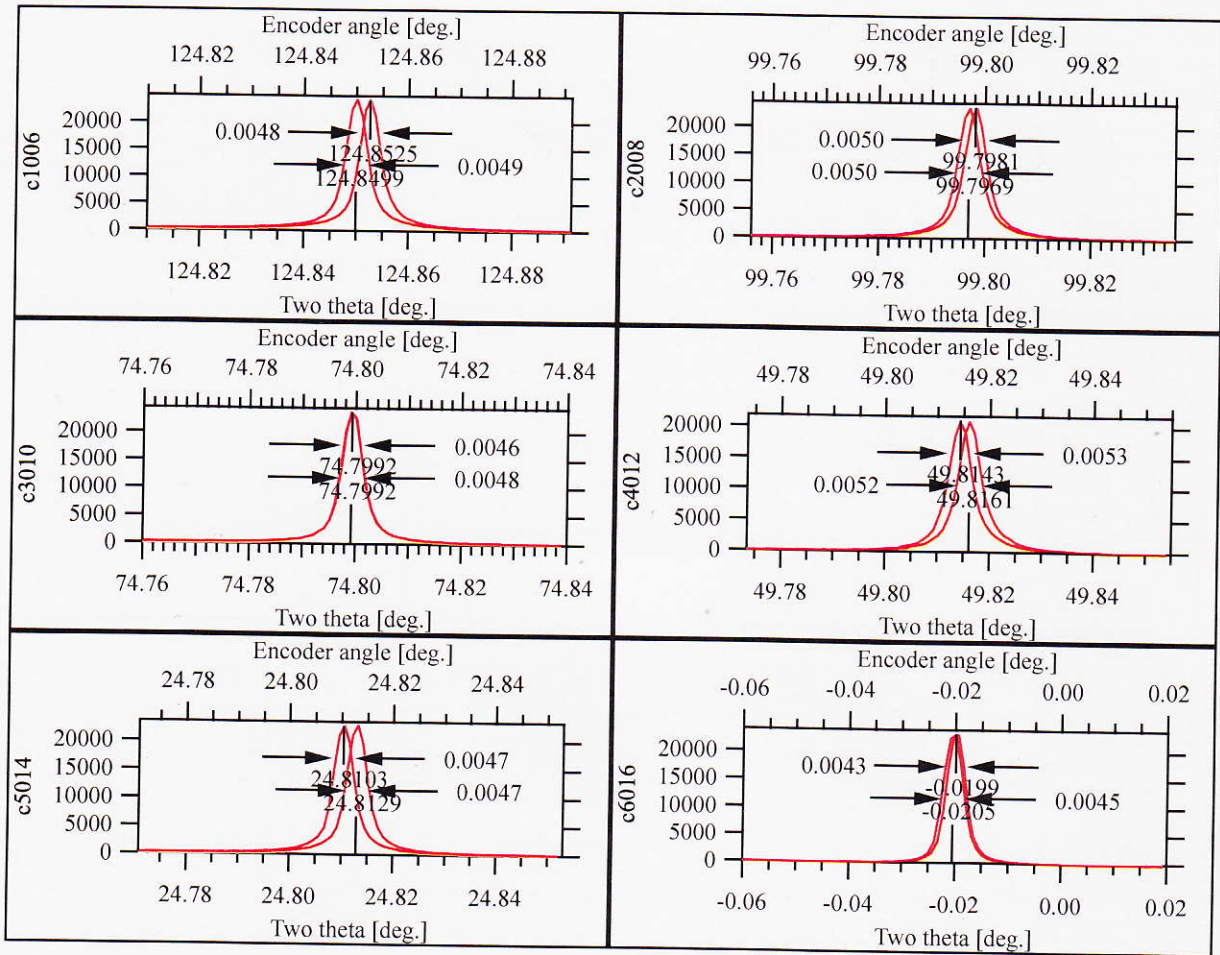
○ 自動 2θ 補正角度設定

減衰板: Cu5(2)

スリット幅 2.5 mm 高さ ± 0.105 mm

のみ。





No.	$\Delta 2\theta_G (^\circ)$	$\Delta 2\theta_E (^\circ)$
1	124.8499	124.8525
2	99.7969	99.7981
3	74.7992	74.7992
4	49.8161	49.8143
5	24.8129	24.8103
6	-0.0205	-0.0199

⇒ MAS 20121206 5-7. p x p

○ S: 標準粉末 (NIST SPM 640c) 2θ (度)

対称反射モード

スリット幅 5 mm × 高さ ± 0.5 mm

ステップサイズ 0.02° 2θ 2.5 mm 位置

⇒ MDS20121205-8.pxp

非対称性のエラーに注意 今のところ - 1/度

2θ の波長: 1.196188(8) Å

2θ のオフセット誤差: -0.0194(15)°

2θ の偏心誤差振幅: 0.0167(12)°

2θ の偏心誤差位相: 30.0(1.1)°

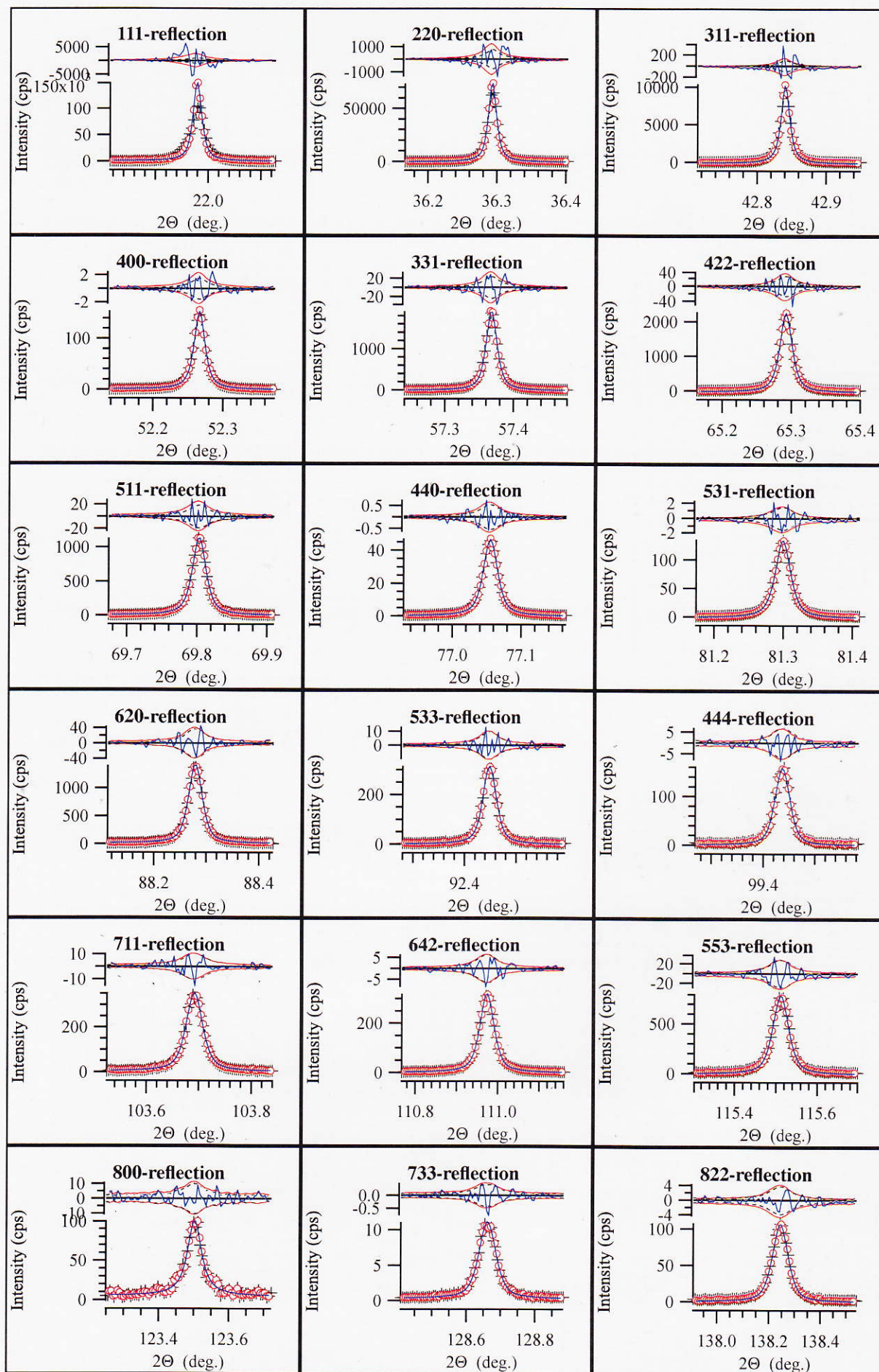
と見れば 4-5.

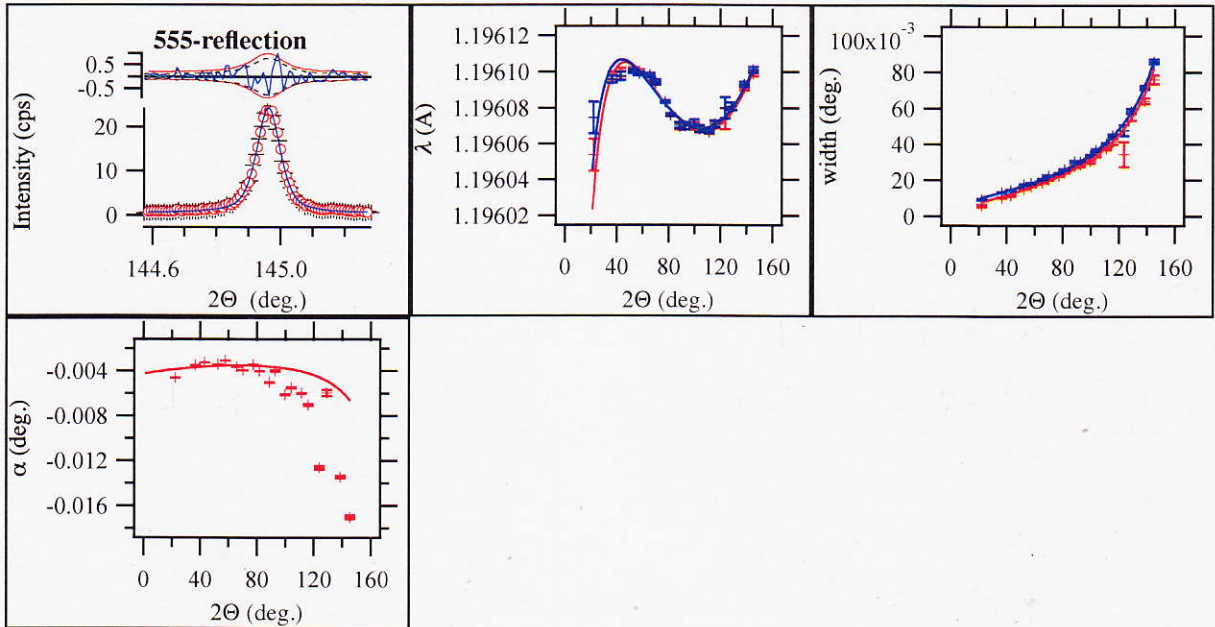
申し送り事項 (1/4)

• 波長設定 1.2 Å

分光集光光学系はこうです

軸名称	標準値	軸番号	PM16002.10の位置
TEM	10.9062	0	39624 -392624
ZZ	12.7299	1	280607
PTH2	0.2400	2	8640
MPV	30.4600	4	152300
MPV	32.5800	5	-162900
MPH	6.6290	6	13258
MRH	10.1600	7	20320
BNT	0.0000	8	0





Point	tTitle	tValue	tError
0	Standard :	SRM640c	
1	Peak wavelength (Å) :	1.196188	0.000008
2	Two theta offset (deg.) :	-0.0194	0.0015
3	Amplitude of eccentricity (deg.) :	0.0167	0.0012

Phase of eccentricity($^{\circ}$): 30.0 ± 1.1

申し送り事項 (2/4)

・分光特性 (スリット幅 $5\text{mm} \times$ 高さ 0.5mm 対応) 及び

ピーク波長: $1.196188(\text{Å})$

(c.f. p. 43)

・スリット架台垂直位置デフォルト値: -6.15mm

・ゴースト架台垂直位置デフォルト値: -8.420mm

(c.f. p. 39)

・平板回転試料台のトラブルは(多少)解決しました。

(c.f. pp. 5~7)

・アタラシサ: 5Å Ge(LIII) のまま. 開口幅 5mm 設定

・シキラー-ニコソカウンタ用印可電圧(HV)のデフォルト値を変更しました。

(c.f. pp. 35~36)

申し送り事項 (3/4)

- HV ティンフォイル 値変更口 と 等しい. No.12 No.6 検出器の散乱器とし特性評価を実施しました.

(c.f. pp. ~~38~~ 36~38)

* 原子変位による X- γ や電子密度推定. 詳細な結晶構造に関する議論をする場合. 検出器の散乱器としが補正できるといふといふとほとんど無意味にはならず. 2 枚の活弁していただく.

* ティンフォイル接続の X- γ には散乱器とし補正の機能が備わっており. 一般的にはまた使われていない. 「中間拡張死時間モード」が採用できている. この機能を利用する場合には X- γ 以下の文献を参照してください.

• Ida, T. & Iwata, Y. (2005). *J. Appl. Cryst.* 38, 426-432.

• Ida, T. (2008). *J. Appl. Cryst.* 41, ~~1017~~¹⁰¹⁹-1023.

• その他参考文献の PDF コピーをインターネット上で "MDS-literatures" に保存しました.

* 波長 (分光特性) 較正のためには骨組みのみ X- γ 形状モードが使用できます. 較正した波長の値を用いる場合には以下の文献を参照してください.

• Ida, T., Hibino, H. & Toraya, H. (2001). *J. Appl. Cryst.* 34, 144-151.

申し送りの事項 (4/4)

* No.6 検出器 α (3+3 $\sqrt{3}$) の装置関数 (幅が狭い) は No.1 ~ No.5 検出器と明瞭に異なります。フーリエ変換により

フーリエ変換 / フーリエ変換処理によりピーク形状を揃えた後に接続する機能と利用する場合には、以下の文献を参照して下さい。

[Ida, T. (2005). J. Appl. Cryst. 38, 795-803.]

* 軸発散収差関数のフーリエ変換処理と適用する場合には以下の文献を参照して下さい。

[Ida, T., Hibino, H. & Toraya, H. (2003).
J. Appl. Cryst. 36, 181-187.]