

2008年6月21日(土) ~ 23日(月)

名古屋工業大学工学部基礎工学研究センター 井田隆

共同利用実験 2007G093

「検出器が連番型高分解能軌道放射線粉末回折計の高機能化」

2008年6月21日(土)

・ 3つと4つエッジ 3ノズ (No.1 ~ No.6)

1mm 位置に設定した。21日

平板試料のため、このようにピークが4つ幅で2つ。

エッジ位置を 5mm 位置に変更。

・ 真空11°と排気用ポンプの起動

・ 計測/制御システムに電源投入

・ 全軸初期化

・ 平板回折試料として標準試料(NIST SRM640c)と $\text{Cu}$ を用いて  
計測。360°/0.5s 回折。

・ 幅制限2γ<sub>cut</sub> (10mm, 高土制限2γ<sub>cut</sub> 1mm 設定)

・ モニタリング用311°と4穴の2穴に変更

・ 計測時間1.5sから0.5sに変更。

・ 入射視斜角 8°に設定

・ 連続回折実験11°を開始, 入射視斜角8°。

計測時間単位: 0.5s, 10:06 → 10:57 "MAS20080621-1"

試料ホイル用袋 7g. 8607g

(0.7mm 厚) (30mm 中)

$\alpha$ -quartz (18-22 $\mu\text{m}$ ) 重量 0.5368g

→ 高密度 ~~1.0849 g cm<sup>-3</sup>~~ 1.11 g cm<sup>-3</sup>

(真密度容積 0.46 cm<sup>3</sup> 1=8)

## . 误差校正结果

$$\lambda = 1.208568(4) \text{ \AA}$$

$$2\theta \text{ offset } -0.0182(6)^\circ$$

$$\text{Eccentric amplitude} : 0.0121(5)^\circ$$

$$\text{Eccentric phase} : 35.0(8)^\circ$$

衍射比衍射幅 (半值全幅)

$$\frac{0.0083(3)^\circ}{\cos \theta} + 0.00389(5)^\circ \tan \theta$$

.  $\alpha$ -quartz 计算密度 (真密度)

$P3_221$

$$a = 4.9137 \text{ \AA}, c = 5.4047 \text{ \AA}$$

$Z = 3$  for  $S:O_2$

$$S: = 28.0855 \text{ g mol}^{-1}$$

$$O = 15.9994 \text{ g mol}^{-1}$$

$$\text{阿伏伽德罗常数 } 6.0221415 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1} \text{ 的 } \{$$

$$\rho_{\text{true}} = 2.6486 \text{ g cm}^{-3}$$

在管子中校正

$$S: 30.0447 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$$

$$O: 4.9407 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$$

$$1.17 \text{ g cm}^{-3}$$

$$\text{真密度 } 1.0849 \text{ g cm}^{-3} \text{ (校正管子校正)}$$

$$\text{校正 } \mu = 19.51 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{校正 } \mu = 0.51 \text{ mm}^{-1}$$

校正管子校正  $2\theta = 60^\circ$  对称反射校正

$$I/I_\infty = 1 - \exp(-2\mu t / \sin 30^\circ)$$

$$= 0.99 = 0.95$$

$$\text{校正 } 0.65 \text{ mm}$$

校正

.  $\alpha$ -quartz 子谱测定. 全子-校正. "MAS20080621-2"

$$2\theta = 0^\circ \sim 29.98^\circ, 0.01^\circ \text{ 步长}, \lambda = 8^\circ, \text{AT} = 0.55$$

开始时刻 11:28, 结束时刻 12:50

•  $\alpha$ -quartz 予備測定. 分別測定. No. 6 検出器

径角  $\theta$  の 25 本  $\sim \theta^2$  の 8 分別測定です.  $\alpha = 8^\circ$ ,  $FT = 0.55$

h k l	開始角	終了角	$\theta^2$ の値	m (多重度)
100	16.26	16.40	16.320	6
101	20.73	20.93	20.816	12
101	20.73	20.93	20.817 (A2 消 16 検出器)	
110	28.38	28.58	28.471	6
102	30.62	30.82	30.713	12
111	31.24	31.44	31.343	12
200	32.89	33.09	32.993	6
201	35.43	35.63	35.538	12
112	38.72	38.92	38.822	12
003	39.09	39.29	39.187	2
202	42.27	42.47	42.373	12
103	42.61	42.81	42.712	12
210	44.03	44.23	44.128	12
211	46.05	46.25	46.149	24
113	49.05	49.25	49.145	12
300	50.32	50.52	50.419	6
212	51.74	51.94	51.842	24
203	52.04	52.24	52.133	12
301	52.16	52.36	52.254	12
104	55.86	56.06	55.955	12
302	57.41	57.61	57.507	12
220	58.82	59.02	58.921	6
213	60.37	60.57	60.470	24
221	60.48	60.68	60.580	12
114	61.27	61.47	61.366	12
310	61.48	61.68	61.583	12

20  $\sim 70^\circ$  は "  $\theta^4$  "  $0.002^\circ$  とした.

0 $\alpha$ -quartz (18-22 $\mu$ m) 粒子統計評価. 本測法 "MAS20080621-4"

100 ~ 310 反射. 25 本 120" 2. 2 $\theta$   $\pm$  7 度.

0 度 2 $\theta$  半分  $\alpha$  位置 12 分.

平板回転計料台  $\pm$  1 $^\circ$   $\pm$  10"  $\pm$  360 $^\circ$  回転  $\alpha$  位置  $\pm$  7 $^\circ$

強度測定を実施する. FT=1s とする.

1 スキャンの所要時間 約 11 分 27 秒.

~~反射~~ の多量度  $\alpha$  位置  $\pm$  11 度 反射  $\theta$   $\pm$  4 $^\circ$   $\pm$  10"

激し  $\pm$  2 $^\circ$   $\pm$  10"

反射の多量度  $\alpha$  位置  $\pm$  11 度  $\pm$  7 $^\circ$  と  $\pm$  10 $^\circ$  と 画期的と

思われる. 指数付けの方法論. 多相混合系  $\alpha$  解打存在  
粉末回折法における

従来  $\alpha$  の概念を覆える  $\pm$  11 $^\circ$   $\pm$  10"  $\pm$  10"  $\pm$  10" (??)

11:00. SiO<sub>2</sub> 104 反射の測定中に  $\pm$  7 $^\circ$   $\pm$  10" 入射  $\alpha$

始まる.  $\pm$  7 $^\circ$  強度  $\alpha$  位置  $\pm$  10 $^\circ$   $\pm$  10"  $\pm$  10"  $\pm$  10"

継続  $\pm$  10 $^\circ$   $\pm$  10"  $\pm$  10"  $\pm$  10" 反射の測定を続ける.

11:08 入射終了  $\pm$  7 $^\circ$   $\pm$  10"

$\pm$  7 $^\circ$   $\pm$  10" 強度を記録する  $\pm$  10 $^\circ$   $\pm$  10"

標準  $\alpha$ : 粉末 (NIST SRM 640c) 再充填

試料  $\alpha$  10 $^\circ$   $\pm$  10"  $\pm$  10" : 86.5163 g

水充填時 : 87.1053 g

0.5890 g

乾燥 (TARE) : 86.5097 g

水再充填 : 87.0755 g

0.5658 g

乾燥 : 86.5139 g

試料充填部体積  $\pm$  0.57(1) cm<sup>3</sup>

平均深  $\pm$  0.81 mm

試料ポル"秤量. 79.5740g  
 水充塊 80.0836g  


---

 0.5096g

嵩密度 0.89 g cm<sup>-3</sup>

真密度 2.3288 g cm<sup>-3</sup>

吸水率係数  $\mu = 25.0 \text{ cm}^{-1}$

浸入率  $\mu^{-1} = 0.400 \text{ mm}$

α-quartz (8-22μm) 同中試料 "MAS20080621-5"

標準水充塊 (NIST SRM640c) 粒子統計測定

⇒ "MAS20080621-6" 試料スケッチ

"MAS20080621-7" 同中

"MAS20080621-8" 同中

α-quartz 測定試料ポル" 容積測定

試料ポル" + 水充塊 86.7938g  
 水充塊 87.2524g  


---

 差 0.4586g

水充塊測定

87.2485g	@ 8:24'19"
87.2477g	@ 8:24'45"
87.2472g	@ 8:25'19"
87.2468g	@ 8:25'49"
87.2464g	@ 8:26'19"
87.2461g	@ 8:26'49"
87.2458g	@ 8:27'19"
87.2454g	@ 8:27'49"
87.2452g	@ 8:28'19"
87.2449g	@ 8:28'49"
87.2444g	@ 8:29'49"

乾燥後  
 水再充塊

86.8015g
87.2759g
<hr/>
0.4744g

試料重量  $\alpha$  79.8647g

$\alpha$ -quartz (8-12 $\mu$ m) 充填量 80.2639g

0.3992g

試料容器容積 0.46(1)  $\text{cm}^3$

平均深さ

0.65  $\mu$ m

嵩密度 0.87  $\text{g cm}^{-3}$

浸入深さ 0.69  $\mu$ m

2008年6月22日(日)

9:00 定時入社. 連続測定に入社開始.

9:06 入社終了.  $\alpha$  測定終了

○  $\alpha$ -quartz (8-12 $\mu$ m) 粒子統計測定.

入社終了後, 計測時間 0.55 秒.

$\Rightarrow$  "MAS20080622-1"

○ S: 粒子統計再測定.  $\Rightarrow$  "MAS20080622-2"

11: 退社開始.

○  $\alpha$ -quartz (3-7 $\mu$ m) 試料準備

試料重量 79.8649g

$\alpha$ -quartz (3-7 $\mu$ m) 充填量 80.2565g

0.3916g

○  $\alpha$ -quartz (3-7 $\mu$ m) 粒子統計測定

$\Rightarrow$  "MAS20080622-3"

嵩密度 0.85  $\text{g cm}^{-3}$  (容積 0.46  $\text{cm}^3$ )

浸入深さ 0.71  $\mu$ m (平均深さ 0.65  $\mu$ m)

○ 測定装置と統計誤差評価

⇒ "MDS 20080624-4"

φ 2mm, 高さ 2mm, 1mm,

Cu 5 (2) 減衰板

No. 6 検出器と 2.5° の位置,

No. 6 3+3' と 2θ 軸と 1.7° の位置に移動

平板回転試料台に 半導体管を設置.

② 軸 ~~位置~~ 2θ 軸の位置: 約 1.0° (?)

③ 軸 -0.2° ~ 1.0°, 0.02° ずつ 2°

強度を 変化させるとして測定.

17:04 測定開始.

17:19 最初の検出器測定終了

21:00 定時入射. 強度の測定が 2θ 軸の測定中

21:07 入射終了の 3+3' と

21:38 測定再開 (No. 16 検出器)

21:52'44" No 16 検出器終了

2008年6月23日(月)

9:00 2θ 軸の位置 2°

測定を中断.

右左の 2θ 軸の位置は 2.0° である.

申し送り事項

台先算先学系

1.2A 設定 (変更あり)

PM16C-02N 11°ILZ 等 -> 22f0-3, 11°ILZ 数

CH	0	1	2
11°ILZ	-0395809	0254675	0010022
CH	3	4	5
11°ILZ	0000000	0147018	-0157667
CH	6	7	8
11°ILZ	0014718	0020310	0000000

202202 等 5P MON-02 表示法

MFV	MPV	MFH	MPH	BNT
-28.82	-31.48	7.40	10.34	0.10

PM3C-01 表示法

A	B	C
19.93	12.62	13.96

回折計 03 X-5

スリット 架台垂直位置 -8.10 mm (変更あり)

2° X-5 架台垂直位置 -10.4315 mm (変更あり)

了りすす前, 2回補正(2° X-5), 2回補正(173-5°)

1	10.630	124.8467	124.8492
2	10.565	99.8258	99.8259
3	10.533	74.8192	74.8183
4	10.950	49.8200	49.8173
5	10.761	24.8420	24.8384
6	10.586	-0.0098	-0.0101



④ 修正角  $1.0^\circ$

3735 4<sup>-</sup>区間 : 5A-2 G(111)

3735 4<sup>-</sup>部差防止遮板措置 : 5A-2 5mm

HV/PHA 11<sup>2</sup>37-7

1	795	50	100
2	665	50	100
3	680	50	100
4	755	50	100
5	710	50	100
6	880	50	100
7	810	50	100

波長修正値 (中程 10mm, 高エ程 1mm, λ 付斜角  $8^\circ$ )  
 $1.208568(4) \text{ \AA}$  (c.f. p. 119)