2009年4月28日(火)〜30日(木)

名古屋工業大学セラミックス基盤工学研究センター

井田 隆

共同利用実験 2009G131

「軌道放射光粉末回折による多結晶体の組織解析」

2009年4月28日(火) 晴れ

○ 制御用PCのWindows Update

現在「通知はするが自動インストールしない」
設定になっているのでWindows Update Webサイトから
"優先度の高い更新プログラム"を実行する。
10分以上 ~~たった~~ 経過してもプログレスバーが半分以下
…結局20分くらいかかった。マシンタイムのときに
やるようにした方が良さそう。

09:33

○ ゴニオ全軸初期化

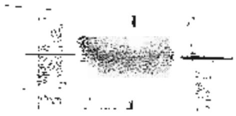
前ユーザ(名工大柿本グループ)が
平板回転試料台を設置したままだった ~~ので~~ が、
そのまま全軸初期化動作を監視した。
ゴニオ動作には異常がなかったが、
平板試料台用のケーブルの位置が悪くて
No.1アナライザと接触する可能性があった。

※標準試料が出したまま
スリット、アッテネータなども出したまま
になっていた。

また、No.1〜No.6 アナライザの迷光除けエッジの
位置が すべて 1mm位置になっていた
おそらく 自動アナライザセンタリングの際 1mmに
設定し、そのまま測定をしてしまったのではないかと
推測される。

○ビーム位置確認

スリットベース初期位置：-8.80mm



○アナライザメカ調整。

波長 1.1975Å、$d_{111}(Ge) = 3.25979$ Å
ブラッグ角計算値 10.584° に対して、
アナライザ角

No.	1	2	3	4	5	6
Θ_A(°)	10.574	10.474	10.434	10.854	10.669	10.471

となっており、No.1以外ずれが目立つ。
位置決めフォトセンサ用スリット入りディスク
の固定角を ~~ろう~~ 調整することで
値をそろえることを試みる。

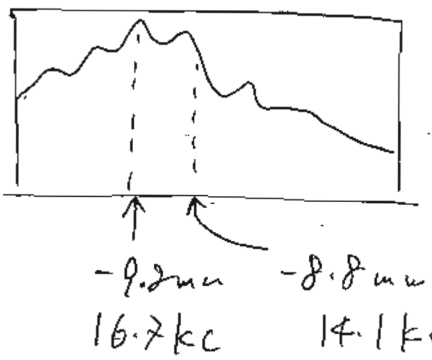
Θ_A = 10.625°位置でスリットがリング方向を向く
はずなので、円板固定ネジをゆるめて
調整後のΘ_A値を参照し、本来のΘ_A=10.625°
位置 移動、スリットをリング方向に向かせて
~~固定ネジ~~セットネジをしめなおす。

ただし、円板を回すときに、モータ軸も回ってしまった可能性がある。

とりあえず

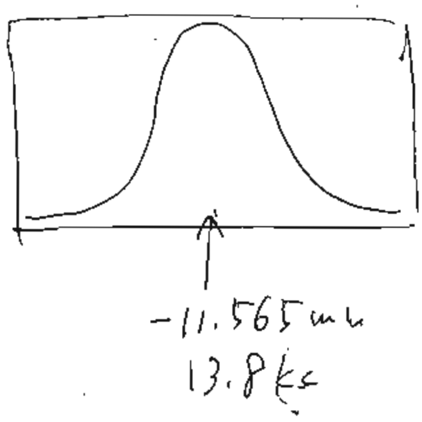
スリット巾2.5mm×高さ0.05mm
減衰板：Cu5(2)

No.6 2θ=1.7° θ_A=1.7° 2θ_A=2.4°
アナライザまで 14mm
でスリットベーススキャン



マニュアルでは -10〜-7mm を確保とあるので
スリットベース昇降位置：-9.2mm に変更（← -8.8mm）

センタースリットを設置
ゴニオベーススキャン
ゴニオベース位置：



⇒ MDS20090428-1.pxp

○アナライザ自動センタリング

12:07'57" 開始
13:33'03" 終了 ↓1hr25min06s

各アーム角の最終ゴニオ2θセンター位置は
-11.57〜-11.55 mm となった

No.	1	2	3	4	5	6
θA(°)	10.630	10.469	10.433	10.850	10.665	10.626

⇒ MDS20090428-2.pxp

目視でNo.2,3,4アナライザの円板上スリット位置がずれていることを確認した。フォトインタラプタ用スリット付円板セットネジが各2ヶ所あるので、各アナライザ駆動系ごとに

(i) θA=9.375°位置でセットネジ~~をゆるめ~~(1)をゆるめ
(ii) θA=10.00°位置でセットネジ(2)をゆるめて
　　フォトインタラプタモニタLED点灯位置に調整
　　セットネジ(2)を締める。
(iii) θA=9.375°位置でセットネジ(1)を締めなおす。

という操作が必要。
ここまでにしておき、もう一回アナライザ自動センタリングを試みる。

○アナライザ自動センタリング(2回目)

14:17'30" 自動調整開始
15:42'51" 終了 ↓1hr25min21s

No.	1	2	3	4	5	6
Θ_A (°)	10.632	10.524	10.459	10.824	10.665	10.625

測定の途中で、初期化をしていなかったかもしれないことに気がついたが、そのまま続行した。

⇒ MDS20090428-3.pxp

アナライザ初期位置すべて 10.584°として初期化する。

○アナライザ自動センタリング(3回目)

15:50'36" 自動調整開始
17:16'26" 終了
) 1hr25min50s

No.	Θ_A (°)	$2\Theta_{gonio}$ (°)	$2\Theta_{enc}$ (°)	Z_{gonio} (mm)	ΔZ_{gonio} (mm)
1	10.634	124.8409	124.8432	−11.57	2.78
2	10.649	99.8201	99.8202	−11.56	2.38
3	10.632	74.8133	74.8122	−11.57	2.48
4	10.560	49.8148	49.8121	−11.56	2.42
5	10.654	24.8389	24.8351	−11.57	2.27
6	10.629	−0.0212	−0.0215	−11.57	2.35

⇒ MDS20090428-4.pxp

○ 平板回転試料を調整前、第2回補正値確認

アナライザーステージ すべて 5mm 位置に変更

平板回転試料を設置.

もう一度 2θ スキャン

No.	Δ2θ@gonio(°)	2θ@enc(°)	Δ2θ@enc(°)
1	+0.0049	124.8484	+0.0053
2	-0.0006	99.8201	-0.0001
3	-0.0011	74.8115	-0.0007
4	-0.0028	49.8095	-0.0026
5	-0.0005	24.8351	±0.0000
6	-0.0026	-0.0239	-0.0024

補正値からのずれは、ゴニオとエンコーダで良く対応している。

⇒ MAS20090428-5.pxp

○ 再測定

No.	Δ2θ@gonio(°)	2θ@enc(°)	Δ2θ@enc(°)
1	+0.0034	124.8470	+0.0038
2	0.0000	99.8208	+0.0006
3	-0.0009	74.8118	-0.0004
4	-0.0018	49.8107	-0.0014
5	-0.0005	24.8351	0.0000
6	-0.0019	-0.0232	-0.0017

→ MAS20090428-6 pxp

アナライザーイニシャライズしてみる

○ No.6 → No.1, No.1 → No.6 の順に測定

（所要時間～11min）

No.	Δ2θ@gonio (°)	ピークカウント
6	−0.0013	10.299
5	−0.0003	9.414
4	+0.0002	9.768
3	+0.0004	9.911
2	−0.0003	9.505
1	+0.0025	9.761
1	+0.0026	9.868
2	−0.0008	9.646
3	−0.0010	9.971
4	−0.0017	9.885
5	−0.0010	9.595
6	−0.0019	10.426

⇒ [MAS20090428-7.ppf]

ここで、真空パス排気ポンプが稼動していないことに気づいた。
排気ポンプスイッチオン。もう一度同じ測定を実行する

No.	Δ2θ@gonio (°)	ピークカウント
6	−0.0012	13.142
5	−0.0004	12.394
4	+0.0005	12.971
3	+0.0008	13.342
2	+0.0004	12.490
1	+0.0023	13.044
1	+0.0023	13.182
2	−0.0005	13.011
3	−0.0007	13.241
4	−0.0016	12.811
5	−0.0010	12.938
6	−0.0017	13.506

⇒ [MAS20090428-8.ppf]

○ No.1 アナライザ付け直し 自動センタリング

19:52'41" 自動調整開始
21:15'30" 終了 } 1hr22min49s

No.	θ_A(°)	$2\theta_{gonio}$(°)	$2\theta_{enc}$(°)	Z_{gonio}(mm)	ΔZ_{gonio}(mm)
1	10.236	124.8340	124.8364	-11.52	2.44
2	10.651	99.8212	99.8212	-11.58	2.13
3	10.633	74.8127	74.8114	-11.57	2.35
4	10.558	49.8137	49.8110	-11.55	2.27
5	10.655	24.8389	24.8350	-11.57	2.18
6	10.630	-0.0214	-0.0218	-11.57	2.96

なお、アナライザ設置部山型ステージの固定ネジを締め付け直しなどした。 ⟹ MAS20090428-9.prp

~~No.36~~ バッチ #36~41に No.1アーム自動調整、再調整結果追加

No	θ_A(°)	$2\theta_{gonio}$	$2\theta_{enc}$(°)	Z_{gonio}(mm)	ΔZ_{gonio}(mm)
1	10.281	124.8430	124.8453	-11.56	2.45

No.1 アナライザ基準位置用円板の角度をずらし、
バッチ #42~47 に No.1 アーム自動調整
21:51'33" No.1 自動センタリング開始

θ_A(°)	$2\theta_{gonio}$	$2\theta_{enc}$(°)	Z_{gonio}(mm)	ΔZ_{gonio}(mm)
10.637	124.8424	124.8448	-11.55	2.60

⟹ MAS20090428-a.prp

○ 2θスキャン測定 (No.1〜No.6)
ダイレクトビーム

⇒ MDS20090428-d.pxp

No.	Δ2θgonio(°)	2θenc(°)
1	0.0004	124.8459
2	-0.0012	99.8206
3	-0.0020	74.8099
4	-0.0024	49.8090
5	-0.0005	24.8350
6	-0.0021	-0.0236

○ ~~θ~~ 平板回転試料台 ω調整

ω = 0.12° (前回の値 0.0054°. c.f. p.143)

○ Si (NIST SRM640c) 測定 (全回折ピーク)

すべての測定可能なピークの測定をこころみる。
ただし、ω補正値の設定が不適切で、
0.12°くらいωがずれている ~~可能性~~ らしい
W10×H1、積算スキャン

No.6 ゾーン : バンチ #0〜#18
22:49'59" 開始
24:55'14" 終了 ↓ 2hr05min15s

No.5 ゾーン : バンチ #19〜#35
0:55'14" 開始
2:43'21" 終了 ↓ 1hr48min07s

No.4 ゾーン : バンチ #36〜~~#49~~ #48
02:43'21" 開始
~~4:08'56"~~ 終了 ↓ ~~1hr25min35s~~
04:05'49" 1hr22min28s

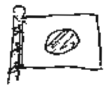
No.3 ターム：バンチ #49 ~~#50~~ ～#56
04:05'49"
~~04:08'56"~~ 開始
04:57'30" 終了 ↓ ~~48min34s~~ 51min41s

No.2 ターム：バンチ #57～#60
04:57'30" 開始
05:18'19" 終了 ↓ 20min49s

No.1 ターム：バンチ #61のみ
05:18'19" 開始
05:20'58" 終了 ↓ 2min39s

4月29日 01:28 ビームダンプ RFダウン
06:39 チャンネルパーミット ↓ 5hr11min
測定を続行する.

⇒ MDS20090428-c.pxp

2009年4月29日(水)  昭和の日

○ Si (NIS SRM640c) ω00測定、
ビームダンプのためデータがとれなかった
#25～#41 バンチ を測定する. (データ上書き)
08:19'37" #25バンチ測定開始

08:45「15分後にBL-9 ギャップ変更のためビームがうごきます」
とのアナウンス

09:00
#30 スキャン中. ギャップ変更? のために
[illegible]が急に目立つ強度変化が観測される
測定を中断

⇒ MDS20090428-d.pxp

9:10頃 モニタ強度がほぼ一定になる.

~~#~~

09:13「挿入光源の??? 変更が終了しました」のアナウンス
もう一回測定中止

⇒ ~~MAS20090428~~
[MAS20090429-1.pxp]

○ Si (NIST SRM640c) 追加測定 再測定
#29から上書き測定をはじめる
09:15'45" 測定開始

09:45「15分後にAR入射、終了後PF連続入射再開」
とのアナウンス

10:06「10:00からAR入射の予定だったが20分程度
延長される予定」とのアナウンス

12:35'45" 測定終了

⇒ [MDS20090429-2.pxp]

Si 111 ピーク位置確認 (FWHM法)

No.	Δ2Θ gauss (°)	2Θ enc (°)	Δ2Θ enc (°)
6	22.0121	21.4884	22.0102
#5	22.0104	46.8459	22.0109
#4	22.0048	71.8179	22.0069
#3	22.0082	96.8217	22.0103
#2	22.0091	121.8328	22.0116
#1	22.0094	146.8576	22.0128

○ Si 111 ピークのみ測定

No.	Δ2θ@gonio (°)	2θ@enc (°)	Δ2θ@enc (°)
6	22.0093	21.9859	22.0097
5	22.0112	46.8464	22.0114
4	22.0082	71.8210	22.0100
3	22.0101	96.8231	22.0117
2	22.0097	121.8333	22.0121
1	22.9990	146.8571	22.0123

ただし、2θスキャン2回
回っていたらしい。 ⇒ MDS20090429-3.pxp

○ バックグラウンド低減のこころみ

スリット W10×H1 mm²

アナライザーエッジ 1mm のまま

2θ: 0〜2°, 0.01°ステップ

で 2θ/θスキャンしてみる。~~(No.1 検出器)~~

ビームストッパはつけたまま。

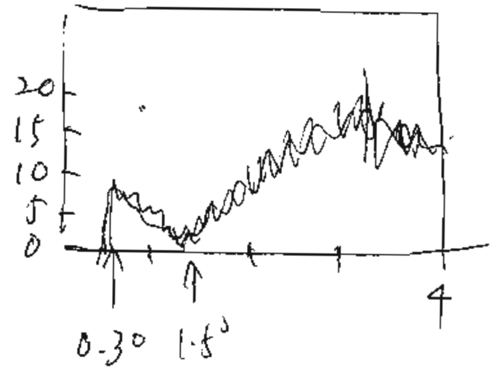
→ 0〜4カウントしか観測されなかった。(#0)

※検出器 No.6が選択されていた。

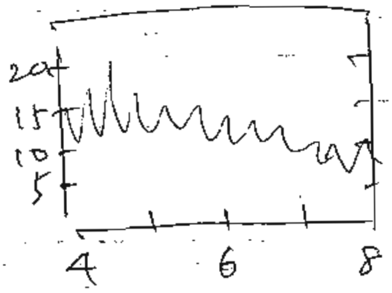
2θ: 0〜4°, 0.02°ステップで

2θ/θスキャン (No.1 検出器) (#1)

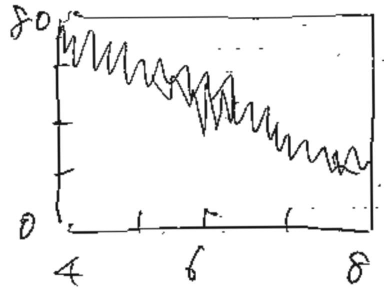
PT = 0.5 s



2θ/θ：4°～8°、0.02°ステップ (#2)

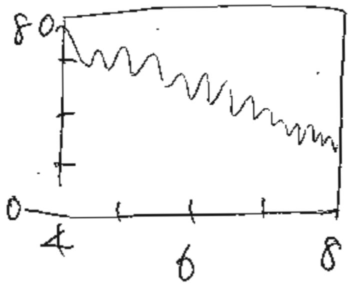


・No.1スリットを5mmまであけてみる (#3)



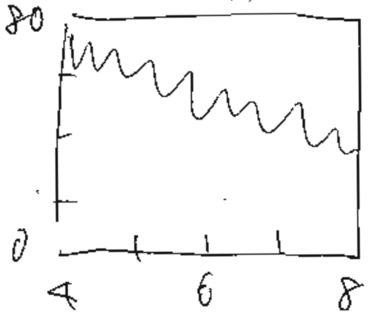
バックグラウンドがほぼ5倍になると
考えても良いらしい

・スリットボックス出射側に1.5mm高さスリット
LB0にしてみる (#4)



ほとんど効果ない
らしい

・LB0のスリット撤去、ビームストッパはずしてみる (#5)



これもほとんど
変化なし。

⇒ MAS20090429-4.pxp

○ 粒子線計評価 調査
（スリットの影響）

- W10×H1 (#0)　　0°〜1440°, 0.9°ステップ
- W5×H1 に変更 (#1)
- W10×H0.5 (#2)
  モニタ強度にかなりはっきりした変動があらわれている。
- W10×H0.5 (#3)
  もう1回測定し。

18:00「AR入射のため連続入射中断」のアナウンス

・#3スキャン、回転角〜500°付近

18:12「連続入射再開」のアナウンス

#3スキャン、回転角〜1000°付近

連続入射中断前後では、はっきりしたモニタ強度の変化は認められなかった

・W5×H1、再測定 (#4)

⟹ MAS20010421-5.pvp

○ 粒子線計 ~~測定用~~ 評価用 装置 特性 調査

スリット W5×H ~~0.5~~ 1

試料配置。

#	hkl	2θ(°)	くりかえし	開始時刻	終了時刻
0	111	22.012	1	19:59'57"	20:09'06"
1	220	36.336	1	20:09'17"	20:18'29"
2	311	42.890	2	20:18'35"	20:34'09"
3	400	53.326	3	20:34'15"	20:56'12"
4	331	57.434	5	20:56'17"	
5	422	65.370	5		
6	511/333	69.888	10		
7	440	77.150	7		
8	531	81.402	10		
9	620	88.396	10		
10	533	92.574	10		

⇒ MDS20090429-6.pxp

○ LaB_6 (NIST SRM660) 粒子統計評価

~~まず、+~~ 直径20mmφ 試料ホルダ

バッチ #0～#10 を自動測定後 メール送信

「gNoQuery = 1; BatchScan(0, 10); ButtonSendEmailProc("buttonSendEmail") ⏎」

#	hkl	2θ(°)
0	100	16.563
1	110	23.507
2	111	28.893
3	200	33.485
4	210	37.577
5	211	41.319
6	220	48.083
7	300/221	51.203
8	310	54.192
9	311	57.072
10	222	59.862

すべて FT = 0.5 s
くりかえし 1回
で測定

○ 波長校正データ解析 (MAS20090429-2.ppp)

検出器No.	6	5	4
ピーク波長(Å)	1.197415(7)	1.197386(17)	1.197520(25)
2θオフセット(°)	−0.0169(13)	0.0000(24)	−0.0218(26)
2θ偏心誤差振幅(°)	0.0121(10)	0.0070(8)	0.0098(2)
2θ偏心誤差位相(°)	29.4(1.6)	185(7)	24.3(4.7)

No.5 測定では、ビームダンプをまたいでいるので
その影響をうけている可能性がある。

申し送り事項

波長設定 1.2 Å
校正値 1.197415(7) Å
θ 補正値: 0.120°
アナライザ: すべて Ge111 (d=3.25979 Å)
エッジ位置: 1 mm
No.1 アナライザ内部の直線性に問題があったが、
改善されていると思われます。