

2009年6月16日(火)~19日(金)

名古屋工業大学セラミックス基礎工学研究センター

井田 隆 後藤 大士

共同利用実験 2009G131

「軌道放射線粉末回折による多結晶体の組織解析」

2009年6月16日(火)曇りのち雨

PFシステムの運転記録確認

本日8:00より29.11.24ポータス運転開始の

記載あり。システム電流51.0mA, トリガパルスモーター

○分先集先光学系11.3.1.5の確認 (c.f. 日誌) #12-115)

・モーター冷却水温度

下流側: 24.4°C 上流側: 24.2°C

・11.11.7モーターコントローラ PM16C-02N

CH	11.11.7値	CH	11.11.7値
1	0254598	8	0000000
2	0009756	9	-0000870
3	0000000	A	0000000
4	0147018	b	0002000
5	-0157667	C	0000000
6	0014718	d	0000000
7	0020310	E	0000244
0	-0392624	F	0000571 (CW, CCW リセット完了)

≡3-5値をセリヤ5P MON-02

A POT :-28.82 (MFV)

A :10.29 (MRH)

B : -31.48 (MPV)

E : 00.10 (~~MRH~~)

C : 07.37 (MFH)

BNT

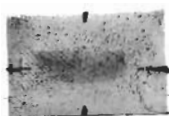
P7707 #12-115 に記載の通り、
PM16C-02N の CHD 以外は同じ値が与えられて
確認した。

・ 回転計の状態

平枓回転試験台の制御ケーブルの入射側/真空ハス
の下に結束バンドを吊り下げた。
従来見たことのある配置ではない。しかしこの様子
の様子をみることができた。

・ 位置確認

リタコ (360°露光) (325mm径の円)
スリット位置: -9.05mm



たいてい中央に与えられた確認

○ スリット架台位置確認、再調整

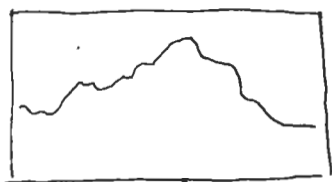
No.1 $\Theta_A = 3.5^\circ$ (325mm径の円通常位置 $+1^\circ$)

$\Theta_A = 1.7^\circ$ $\Theta =$

スリット幅 2.5mm, 高さ 0.05mm

Cu 5(2) 減衰板

スリット位置: -9.05mm



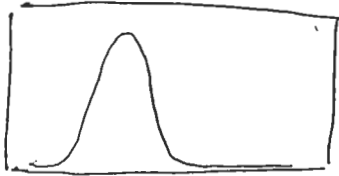
↑
-8.75mm
2820mm径
↑
-9.05mm
2821mm径

スリット架台位置
-9.05mm 高さ
-8.75mm 位置
(+0.30mm)
12変更

○ ゴニオメータ調整

セリフスリット設置

ゴニオメータスケコン. 左下. ④はコレクタニコ=オコ71-0°位置



↑
-11.063°
④2300カウント

ゴニオメータ位置

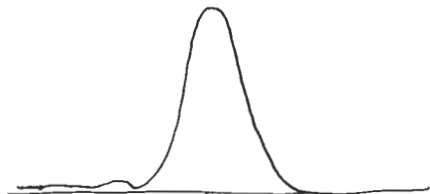
-11.391 mm p/s

-11.063 mm 位置に

変更 (+0.328 mm)

○ No. 1 HV スケコン

高±利階スリットを 0.25 mm に変更, セリフスリットは変わらず
BL=95%, WIN=10% に一時的に変更

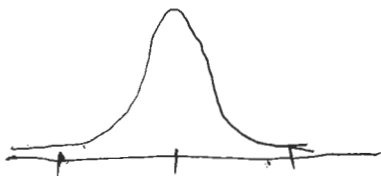


↑
785 V
4402 カウント

初期値 790 V p/s
変更して

○ No. 1 PHA スケコン

HV = 790 V, WIN = 10% に設定



10% 100% 150%

ピーク位置は ~98% 付近
このまま変更して

○ 補正角確認

高±利階スリット 0.05 mm

No. 1 補正値 (ゴニオ148.8420°, F=ゴニオ124.8449°)

計42. ④A = 10.639° (初期値) とし

2④スケコン → 3順序からして

No. 2 検出器の同様の測定

$$\textcircled{2} \text{ 補正 } (J=J) = 99.8201 + 0.0000 = 99.8201^\circ$$

$$\textcircled{2} \text{ 補正 } (I=J-\gamma) = \cancel{99.8307} 99.8207^\circ$$

No. 1 検出器の $\textcircled{2}A$ の~~測定~~ 23° 以上の角度に
操作する

す、2.4. 本来 21.4° 付近の値に付いて

\rightarrow \rightarrow 不測のため 22.4° 付近に設定
再測定.

$$\textcircled{2} \text{ 補正 } (J=J) = 124.8420 + 0.0276 = 124.8696^\circ$$

$$\textcircled{2} \text{ 補正 } (\cancel{I=J-\gamma}) = 124.8724^\circ$$

No. 3 ~ No. 6 補正角確認 (11... + #9 ~ 12)

現在の補正角位置を $\pm 0.015^\circ$ の
範囲をスキャン

No. 3 \rightarrow 位置 (補正角 74.8131°) は
 $+0.015^\circ$ 以上をスキャン

No. 4 補正角 $49.8143 - 0.0025 = 49.8118^\circ (J=J)$

$49.8096^\circ (I=J-\gamma)$

(元の補正角 49.8119° から -0.0027° をスキャン)

No. 5 補正角:

$$24.8350 + 0.0000 = 24.8350^\circ (J=J)$$

$$24.8321^\circ (I=J-\gamma) \text{ (元の補正角 } 24.8316^\circ \text{ から } +0.0005^\circ \text{ をスキャン)}$$

No. 6 補正角:

$$-0.0346 - 0.0030 = -0.0376^\circ (J=J)$$

$$-0.0374^\circ (I=J-\gamma) \text{ (元の補正角 } -0.0346^\circ \text{ から } -0.0028^\circ \text{ をスキャン)}$$

No. 3 補正角再測定 (11... + #13)

補正角 $74.8131^\circ (J=J)$ を付いて $+0.005^\circ \sim +0.035^\circ$
の範囲をスキャン

No. 3 補正角:

$$74.8131 + 0.0208 = 74.8339^\circ (\alpha = \alpha')$$

$$74.8331^\circ (\alpha = \alpha' - \delta; \alpha \text{ の値は } 74.8123^\circ)$$

手とぬ.

$\alpha = \alpha' - \delta$ 補正角

No.	α の値 ($^\circ$)	変更後 ($^\circ$)	変化量 ($^\circ$)
1	124.8420	124.8696	+0.0276
2	99.8201	99.8201	± 0.0000
3	74.8131	74.8339	+0.0208
4	49.8143	49.8118	-0.0025
5	24.8350	24.8350	± 0.0000
6	-0.0346	-0.0376	-0.0030

$\alpha = \alpha' - \delta$ 補正角

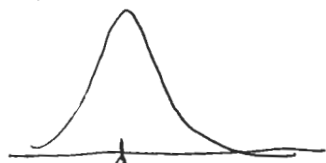
No.	α の値 ($^\circ$)	変更後の値 ($^\circ$)	変化量
1	124.8449	124.8724	+0.0275
2	99.8205	99.8207	+0.0002
3	74.8123	74.8331	+0.0208
4	49.8119	49.8096	-0.0023
5	24.8316	24.8321	+0.0005
6	-0.0346	-0.0374	-0.0028

$\alpha = \alpha' - \delta$ の補正角と $\alpha = \alpha' - \delta$ の補正角の変化は
 α の値に 2 対し、 δ と α の関係の再現性
 問題があると思ふ。

○ 平均回転試験の調整

予備測定: 変更後の 20 補正値を α とす。

No. 1 $\alpha = -0.015^\circ \sim 0.015^\circ$ の範囲を α とす

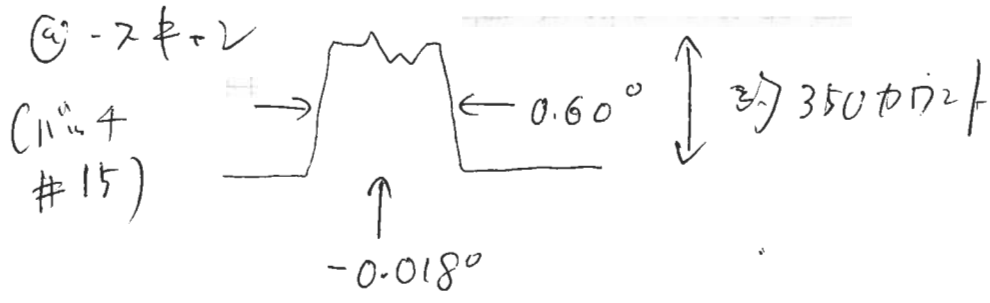


-0.005°, 1993 の値

回転試料台用半角台車に設置。

No. 1, 20 = -0.005° 位置に印付。

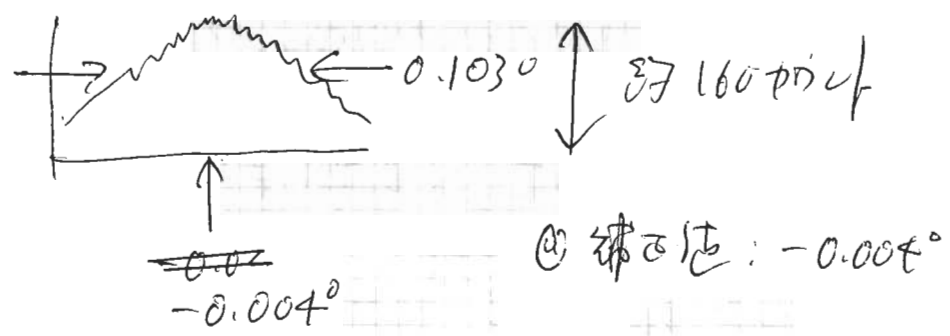
又20°/s2回転開始



④ = -0.018° 位置に印付。を調整。

粗スキール (バッチ #16)

精スキール (バッチ #17)



⇒ マシログ: MAS20090616-1.pxp

スリット径 中 10mm, 高 ±0.75mm

減速機構なし。

入射角 8° 固定

○ 標準 S: (SRM640c) 分割計測

単位計測時間 1s と (他の条件は通常と同じ)

13:00'55" バッチ #10 開始
 16:02'47" バッチ #23 終了

↓ (3hr @ 1min 52s)

マシログ: MAS20090616-2.pxp

○ $\text{Ba}_2\text{ScNbO}_6$ (神奈川県工科大学 井川氏より)

塊状体 disc 半片を γ -LiCl 乳鉢 / 乳棒で
粉砕した。粉砕時にセキを用いた。
20mmφ 試料ホウリル瓦壺。

モリブデンを用いた。四穴 ϕ 3 (3穴は空)

・ 最強 τ (220 度材) 予備測定 (セキ + τ)

南産物下の測定結果から最強線が出ると

予想した $20 \sim 24^\circ$ 付近で 2ϕ (Batch #0)

(No. 1 検入器使用) 235° まで 600.5

τ の位置 $20 \sim 23.730^\circ$

・ 最強 τ の強度. 試料 τ の回転 τ の γ ($\text{Ba}_2\text{ScNbO}_6$)

FT=1s. 1deg τ の τ 試料 τ の

τ の τ を測定 (Batch #1)

平均 $3230(30)$ カウント

標準偏差 505 カウント

計数統計誤差 $\sqrt{3225} \sim 57$

・ τ (NIST 640c) 参照測定 (Batch #2, 3)

111 度材と同じ τ に 134 度材

平均 $7378(35)$ カウント

標準偏差 673 カウント

計数統計誤差 $\sqrt{7378} \sim 86$

○ $\text{Ba}_2\text{ScNbO}_6$ の μ - P - μ 測定

予備測定の結果. 空走時間 1.56s

(セーフストップ) あり.

バックストップ. μ - P - μ セーフストップ予備設定

2θ : $23.65^\circ \sim 23.81^\circ$ (0.005° ステップ)

全測定点 32点. FT=15

75 μ ステップから. 1点あたり40PT番号内 1.969s

\Rightarrow 空走時間 0.969s.

データ保存 MAS20090616-3.pxp

μ - P - μ 測定

2θ : $-5^\circ \sim 29.98^\circ$, 0.004° ステップ. FT=55

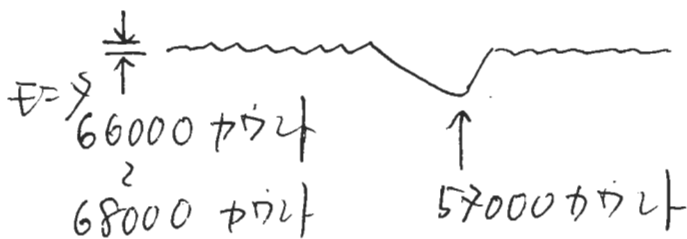
空走時間 0.969s と設定 (2)

PT番号内概算 14.5 hr

測定開始時刻: 17:57'11"

終了時刻: 33:09'30" \downarrow 15hr 12min 19s

22:00 (6月16日) PF-AP入射の女性 連続入射時に
中断した。3点検 ~~は~~ 下の図の通り程度に



No. 1 検出器 の 2θ : $4^\circ \sim 5^\circ$ の範囲

\Rightarrow MAS20090616-4.pxp

2009年6月17日(水) Cキツ

○ 遊星校正子への解析.

測定条件: スリット幅 10mm, 高 $\pm 0.75\text{mm}$ (ref. p.20)

単位計数時間: 1s

$\lambda = 25^\circ \text{C}$ のときの

111 反射の t^2 の強度 10.000 のうち c_s ...

非対称性 $1.03 \times$ への

$$\alpha_x = -0.0026 (11)^\circ \quad \text{正割項}$$

$$\alpha_y = -0.0092 (24)^\circ \quad \text{正接項}$$

対称スリット $11.5 \times$ への

$$\lambda = 1.197567 (5) \text{ \AA} \quad t^2 \text{ の波長}$$

$$\Delta 2\theta_0 = -0.0138 (8)^\circ \quad \text{対称スリット角}$$

$$\Delta 2\theta_1 = 0.0104 (6)^\circ \quad \text{偏心誤差振幅}$$

$$\Phi_1 = 34.8 (1.0)^\circ \quad \text{偏心誤差位相}$$

○ Ba₂ScNbO₆ の θ - 2θ 測定. 補充測定.

6月16日午後の測定では No.1 検出器 位置: $4 \sim 5^\circ$ の

範囲で PF-AR 入射の t^2 の強度が変動したため

2 の部分のみ再測定.

測定開始時刻: 10:16'34"

終了時刻: 10:42'01" \downarrow 25min 27s

スリット θ と 2θ の所要時間: 6.11 s.

走行時間 1.11 s.

\Rightarrow MAS20090617-1.pxp

○ Ba₂ScNbO₆ (220反射) 予備測定 (後藤)

p21で測定した焼結体をメノウ乳鉢/乳棒でさらに粉砕した。
粉砕時には前回と同様にアセトンを用いた。20mmφ 試料ホルダに
充填。

測定条件は p21での条件と同じ。F_t=1 ~~1/10~~, step 0.005 度, 23°付近でのC-7位置特定のF_tのため 23° ~ 26°の範囲で測定を行なった。(batch #0) (検出器 No.1)

C-7位置 23.730°

○ Ba₂ScNbO₆ 試料 ステップ ~~10deg~~ 回転プロフィール

F_t=1s 1deg ステップ回転で測定 (batch #1)

検出器 No.1 ε 2θ = 23.730°

平均 3104.17 (22) カウント

標準偏差 409.42 カウント

計数統計誤差 $\sqrt{3014} \approx 55$ カウント

⇒ MDS 20090617-2.pxp

○ 数ミ落とした特性評価

シグナル11242°特性の変化の可能性があり
可変減音器駆動用E-7のCW例には回転方向
CCW 184°は回転しなかった。

11°コン11°の出力 (D-sub 25P) と
中肉コネクタ (D-sub 9P x 7) との接続ケーブルで
断線を確認した。

11°のケーブル修理。正常動作可能であると確認した。

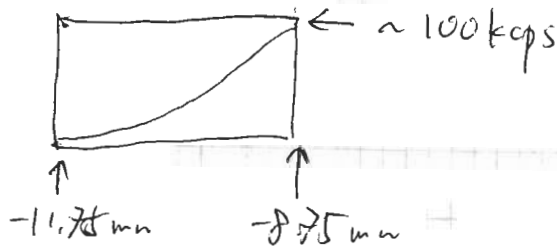
スリットホックは鋸刃 ~~で~~ スリットのみ設置

CU5(2) 減衰板設置.

スリット架台スキャン $-11.75 \sim -8.75 \text{ mm}$. (0.05mmスリット)

No.1 検出器, 可動減衰器板を付く

450 cps \sim 100k cps まで連続的に強度が
変化することを確認した. (アトラス4"エッジ 5mm 径)



予備測定結果 \Rightarrow MAS20090617-~~1~~.pxp

散乱塔と特性測定 (No.1 検出器)

手順 可動減衰器を挿入位置に移動した.

駆動トランスの電源を入れた. 手順2

Igor Pro のコマンドラインで *CW(n) の

(廊下から見た時計回りの n 回転)

*CCW(n) の (反時計回りの n 回転)

命令を入力し, 挿入位置と合致した.

スリットへのスキャン結果を保存して

"sb001" とした. 2つの場合.

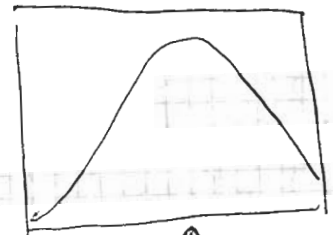
コマンドラインで

* ChipmanMethod 4 (4, sb001, 0, "c1", "cm", 1, 7, 1.1)

\Rightarrow

を入力する.

スリット幅: $-11.75\text{mm} \sim -5.75\text{mm}$
範囲をスキャン (鋸刃型スリット使用)



↑
 -8mm 付近

鋸刃スリットの効果は不明瞭。
鋸刃スリットの幅を 2mm 高土スリット挿入 (#4)
 -11.75mm , -5.75mm (位置を確保)
 $2000 \sim 3000$ 程度の残りを
 2mm 高土スリットに変更 (#5) — 6
予備測定 \Rightarrow MAS2009 17-5 pap

• No. 1 検出器数の落ちを評価
 2mm 高土スリット, Cu5(2) 減衰係を
挿入し、スリット幅: $-11.75 \sim -8.75\text{mm}$.
(スリット 0.05mm) 2枚
可動減衰器透過率: $a = 0.2789$ (等)
死時間: $\tau = 1.28(4)\mu\text{s}$
拡張率: $\rho = 0.91(12)$ — 6
 \Rightarrow MAS2009 17-6 pap

• No. 2 検出器数の落ちを評価
同様の操作を評価
No. 1 と

* Chipman Method (4) ⁴ sb001, 0, "c2", "cm", 2, 7, 1, 1) \Rightarrow

検出率 $a = 0.2787(9)$

検出時間 $\tau = 1.45(3) \mu s$

検出率 $\rho = 0.95(5)$

\Rightarrow MDS2009017-7.pxp

• No. 3 検出器数と検出率の評価測定

20 dB 検出率 12 検出 (可動減衰板挿入状態で)

検出率と同一)

* Chipman Method 4 (4, sb001, 0, "c3", "cm", 3, 7, 1, 1) \Rightarrow

$a = 0.2748(4)$ $\rho = 0.59(18)$

$\tau = 2.02(18) \mu s$

\Rightarrow MDS20090617-8.pxp

• No. 4 検出器数と検出率の評価測定

$20 = 0.0010^0$

* Chipman Method 4 (4, sb001, 0, "c4", "cm", 4, 7, 1, 1) \Rightarrow

$a = 0.2797(9)$

$\tau = 1.80(4) \mu s$

$\rho = 0.61(4)$

\Rightarrow MDS20090617-9.pxp

• No. 5 検出器数と検出率の評価 (IP:30 検出)

$20 = 0.0010^0$

* Chipman Method 4 (4, sb001, 0, "c5", "cm", 5, 7, 1, 1) \Rightarrow

$a = 0.2804(9)$

$\tau = 1.52(3) \mu s$

$\rho = 0.87(6)$

\Rightarrow MDS20090617-a.pxp

No. 6 検出器物上落し評価 (18:46開始)

$$\tau_0 = 0.0010^{\circ}$$

* ChipmanMethod4(4, sbool, 0, "c6", "cm", 6, 7, 1, 1) \Rightarrow

* duplicate/0 wHmean6 err-wHmean6 \Rightarrow

* err-wHmean6 = sqrt(wHmean6) \Rightarrow

* duplicate/0 coef-wHmean5 coef-wHmean6, sigma-wHmean6 \Rightarrow

* funcfit/h = "0011" fFitUnAttenuated coef-wHmean6
wHmean6 / x = wLmean6 / w = err-wHmean6 (i=1
/d/v

* err-wHmean6 = sqrt(wHmean6 + (fFitUnAttenuated
(coef-wHmean6, wLmean6 + sqrt(wLmean6))

- fFitUnAttenuated(coef-wHmean6, wLmean6))^2) \Rightarrow

* funcfit/h = "0001" fFitUnAttenuated coef-wHmean6
wHmean6 / x = wLmean6 / w = err-wHmean6 (i=1
/d/v

* sigma-wHmean6 = w - sigma \Rightarrow

結果: $a = 0.2781(10)$

$\tau = 2.06(3) \mu s$

$\rho = 0.52(3)$

No. 1 ~ No. 6 検出器物上落し評価とL特性. 表と図 (25/11/24)

No.	透過率 a	死時間 τ (μs)	拡張係数 ρ
1	0.2789(11)	1.27(5)	0.91(14)
2	0.2787(9)	1.45(3)	0.95(5)
3	0.2760(9)	1.97(3)	0.64(3)
4	0.2797(9)	1.80(4)	0.61(4)
5	0.2803(9)	1.52(3)	0.87(6)
6	0.2780(10)	2.06(3)	0.51(3)

また、 $\theta = 2\theta$ のピークを最適化して見た。

⇒ MAS20090617-b.pxp

○ $\text{Ba}_2\text{ScNbO}_6$, 再粉砕後、オールプ-ル測定の前準備測定
最終 220 度付近

2 θ : 23.65° ~ 23.81°, 0.005° ステップ, FT=15

可動減速器 入下まき (Batch #0)

“ 遷移時 (Batch #1)

~~220~~ 2θ のカウント数が、約 2700 と前回の測定値 (ref. p.24) ~~より~~ 約 3000 カウントから下がった。理由は、遷移時に、右。

また、 2θ 数の落ち特性評価測定のこと？

⇒ MAS20090617-c.pxp

空走時間 1.03 s ?

前回のオールプ-ル測定では、約 1.3 s の空走時間がある。自動更新を無効にした。

○ $\text{Ba}_2\text{ScNbO}_6$, 再粉砕後、オールプ-ル測定

スリット幅 10 mm, 高さ 0.75 mm

2 θ : -5° ~ 29.8° (0.004° ステップ)

計数時間 4 s / step

測定開始時刻: 19:51'51"

波長 1.19766(1) Å

2009年6月18日(木) C#

○ Ba₂ScNbO₇ . 再測定結果確認

モリフ 32序 12

① AR 入射: 連続運転停止時の待機のみ (~14分間)

② 1時間おきに 7~8% の低下
(10~11分間)

片方 5分間.

① の 範囲 を 再測定 (batch #1 と 12 追加)

⇒ MAS20090618-1.pxp

○ 高温測定 4 x 2 設定 確認

測定 温度 700-700 °C の 調整 . 常時測定 2270 の 条件 .

高温測定 時の 使用 工数 2 x 1 / 幅 5mm .

高土 1mm の 条件 2-5 : 標準材料 の 測定 と 実施 終了 .

2270 の 24 時間 停止 時の $FT = 1s$ (通常 0.5s)
単位

他は 通常 の 条件 , 入射 斜角 $\theta = 70^\circ$

10:40'36" Batch #0 の 開始 (safe scan 終了)

10:44'15" " 終了

111 反射 の 測定 範囲 中央 に 位置 終了 と 確認 済

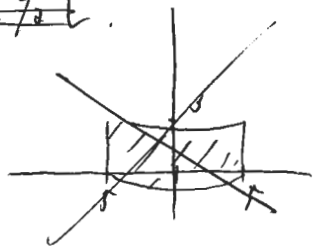
10:46'02" Batch #1 開始

13:44'51" Batch #2 終了

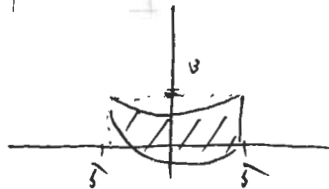
MAS20090618-2.pxp と 12 保存 .

高温炉準備.

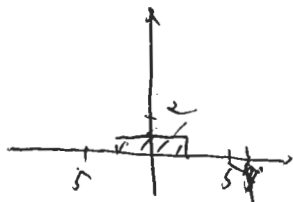
~~スリット~~



スリット 70%



高さ 5mm 幅 5mm 高さ 1mm

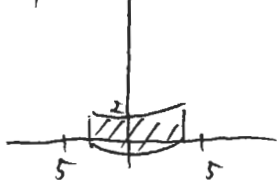


器具設置. (スリット 50%)

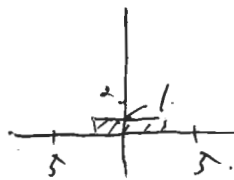


高温炉設置後のビーム位置確認,

スリット 70%

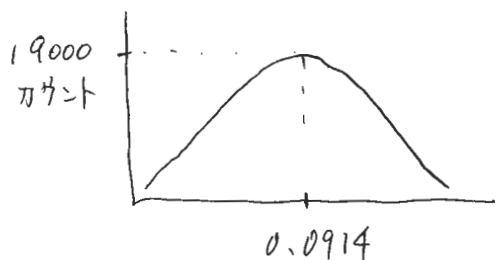


スリット 50%

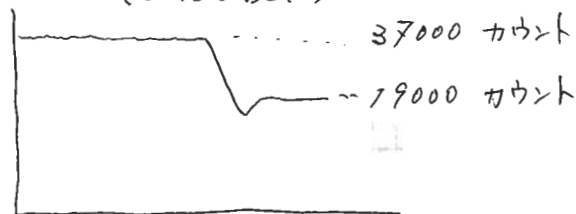


半割調整 (記入: 後藤) [スリット width 5mm High 1mm, Mo]

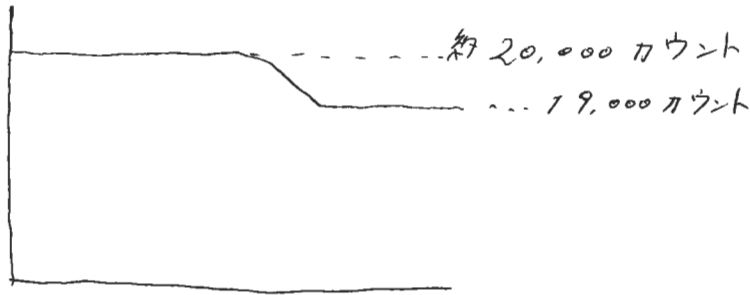
No. 1 $2^{\circ} - 3^{\circ}$ の範囲で 2θ ステップ 0.005 の測定
Fit = 1.05



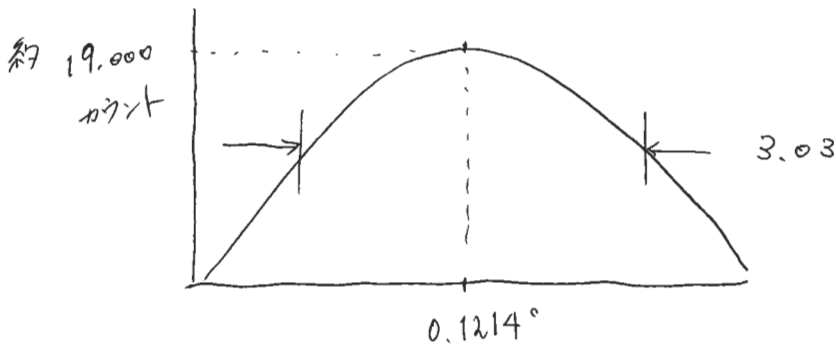
Dummy スキャンで測定して半割調整 (safe scan)



念のためもう一度半割調整 Dummy Scan



2θ 範囲 safescan



θ 補正值は 0.1214° に決定 ⇒ MPS20090618-3.pxp

オールアーム測定 [スリット width 5mm, height 1mm, Γ 4 → 10×10sq]

Positioning の θ の correct & ON. θ = 7.000° に設定。
↑
Panel

Scan Control Panel

~~Two-theta~~ Scan Axis → Two-theta

Corrections → (Two-theta → No.1
 Theta → ON

All-Arm mode の check Box をチェック!!

測定範囲 -1.8 ~ 29.8

ステップ 0.01

Unit FIT 1.05

Repeat 1

試料回転速度?

24 kHz - 30回転 32s

~~10s~~ ~~10回転~~ ~~10 × 0.55~~

NIST の CeO₂ を様子見てオールアーム測定している。

Batch scan 0 → 0 で測定開始。

19:28 Batch scan 測定開始

20:46 ARの入射のために PF 連続入射中断
20°付近から強度の落ち込みあり。

21:21 測定終了

最大 σ - γ カウント 2000カウント

⇒ MDS20090618-4.pxp

20° ~ 26°付近で連続入射中断による

影響が見られる。

○ オール γ - μ 測定の再測定

測定範囲: -1.3 ~ 29.8

Step : 0.005

Unit Fit : 5.5s → 5.5s

Repeat : 1

試料の回転速度
について考慮する

回転速度

23.127 Hz ⇒ 5.5s で 5回転

温度 : 25.9°C

以上の条件に変更

22:04 測定開始 (Batch Scan #0)

~~9:00頃~~ 終了予定

6/19 : 9:40 測定終了 ⇒ MDS20090618-5.pxp

Predict Measurement Time での予測時間より

約37分の遅れ。

旧制御システム. 20 軸初期起動時 通信内容の
確認

RS-232C 通信アダプタ

Analyze232C (福福電子工房) を LAN-RS232C
変換器 No.1- HP USB アダプタ

RS232C 端子と RS232C コネクタの内挿入.

7-527-222 HP 712/60 からのコマンドを受け
取り送信を続受する.

20 軸初期起動 (高速度モード) の際の通信内容:

X₅ IT2/30000/1500000/5000/1540335/0/1%

C#IT# (mcu → ws)

(ws → mcu)

X₅ DM2/0/0/5%

C#DM# (mcu → ws)

X₅ RD2# (ws → mcu)

M#1540335# (mcu → ws)

X₅ RY3/1/0# (ws → mcu)

C#RY# (mcu → ws)

X₅ RY3/0/0# (ws → mcu)

C#RY# (mcu → ws)

注1. "ws" は 727 (27-7) = 712 からの通信

Hewlett Packard Model 712/60 7-527-222

"mcu" は MDS の制御ユニット

を表す。

旧システムでは、高温モードの場合

2 θ 軸のゼロ位置を 154.0335° に
移動し、エンコーダ (Heidenhain RON-806) に

ゼロセットトリガをかき、ゼロセット値

29.0367

にセットする。

○ CeO_2 (NIST) の分割測定 (後藤)

セリアの粒子統計評価を行うため 111 反射の
 ψ - χ 位置を特定する測定を行う。

22 - 22.2 $^\circ$ 付近で測定 (#0)

$F_{111} = 1.0$, step 0.004 $^\circ$

ψ - χ が検出された。

↓
21 ~ 23 $^\circ$ で測定 (#1)

↓
やはり、検出された

アライザ等の Initialize のし忘れがあるため

Initialize する。 → Two-theta の ~~FF~~ Initialize していない方が
目的: 111 検出済。

↓
~~22 - 22.2 $^\circ$ で一度測定 (#2)~~

エンコーダのリセット

~~0.02 $^\circ$ で ψ - χ~~

-0.15 ~ 0.15 $^\circ$ で No.1 検出器で測定し、 ψ - χ 位置で

エンコーダをリセットする。

0.02 $^\circ$ で ψ - χ

0.02 $^\circ$ に No.1 検出器を Positioning してエンコーダリセット

再び $22 \sim 22.2^\circ$ の 2θ 測定 (~~#4~~ #3)

$F_x = 1.0$, step 0.004

2θ の位置 (111 反射) 22.112°

○ CeO_2 の粒子統計評価測定

高温用の測定モードでの 2θ Dummy Scan ~~モード~~ の

粒子統計評価測定を行う。

1回転 365 の回転速度での Dummy Scan

0 - 200, step 1. $F_x = 35$, 周波数 717 Hz (#4)

↓

もっと回転速度を落として、例えば 1 回転 720s.

モードが低周波数のためか不穏な音と異常発熱
冷却機をセリつける。モードの仕様等の確認も必要かも

(水研い.)

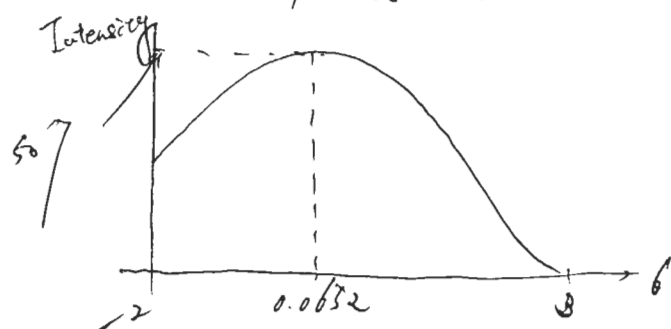
1 回転 ^約 120s の回転速度 (200 Hz)

カメラの設置忘れと液漏れがあり、時間の
関係で中断。 ⇒ MPS20090619-0.pxp

MST - Ceria @ 1000°C 測定準備

半割り 1 回目 ≈ 3948

$-2 \sim 3^\circ$. step ~~0.05~~ 0.05 の 2θ scan

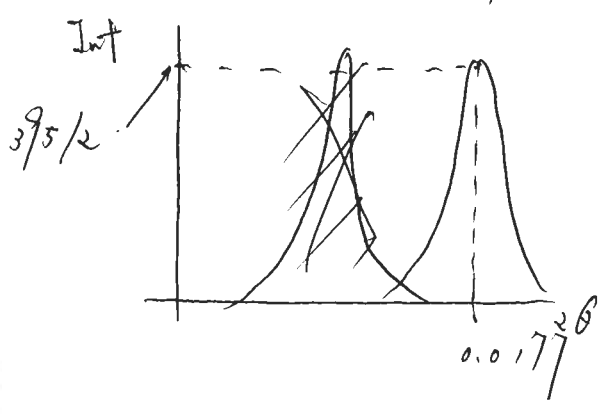


修正値 0.0652°

強度が弱い (20000 count 程度) のため低く成ったので

2-theta scan を $\theta = 0.177^\circ$ の中心に $\theta = 0.177^\circ$ をあわせ

2-theta scan step 0.02°

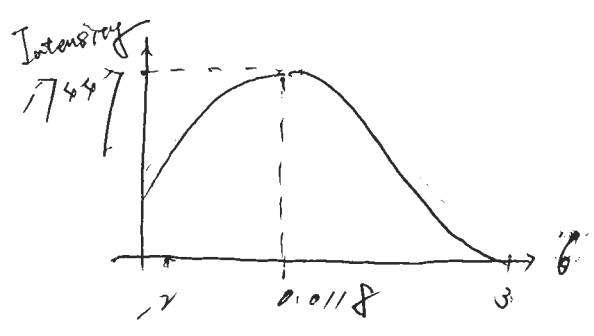


$\theta = 0.0177^\circ$ を中心として半値) を使用

半値) $I_{max} = 39330$

$$\frac{1}{2} I_{max} = \frac{19665}{18890} \quad (\bar{x} = 3971)$$

theta scan $\theta = -2 \text{ to } 3$, step 0.05°



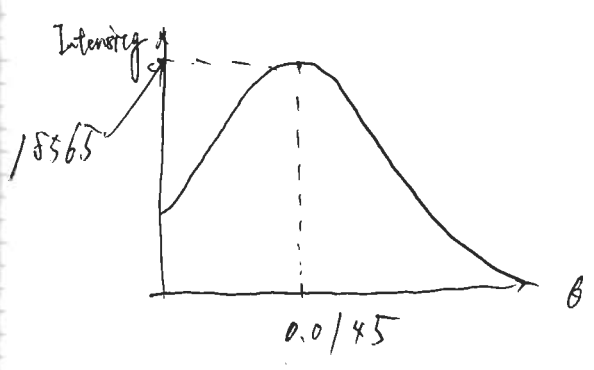
theta = 0.0118° を補正值として使用

再び半値) (theta = 0.0118° の状態で実行)

$I_{max} = 17410$

$$\frac{1}{2} I_{max} = 18730 \quad (\bar{x} = 3968)$$

theta scan



半値) の theta 補正值として 0.0145° を用いる

39

MLST-Ceria 本測定

(測定時間 1/h 3min)

MDS2009.0619-2. pxd

測定範囲: $-1.0 \sim 29.8^\circ$ step 0.005°

FT 5.5 μ Report 1 室温 27°C

回転速度 22, 127 rpm

1:08 測定開始. (~~44~~ 12:30 頃終了)

Time	ρ_0	ρ_{20}	A	T	ϕ	θ	ϕ	冷却水 ($^\circ\text{C}$)
1:08	1000	1000	62	12	21	32	29	22.5
2:34	1000	1000	62	12	31	32	28	22.0
3:38	1000	1000	62	12	30	31	29	22.9