

2012年1月19日~21日

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 井田 隆

名古屋大学 野崎 彰子

2012年1月19日(木) 晴

シャットダウン(正月休み)後の実験期間1日目
光軸確認

の制御用PC. Windowsアップデートの実施
+解析用

のNo.1検出器. プラッタへの対応

2011年~~11~~11月16日. 検出器落下(p.56)

「検出器の止まらずに1本折れていた」との
記載もある。(p.56~57)

この際折れたはずのプラッタを取り外して
付け直したらしい。

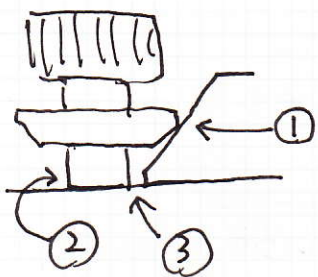
「~~こう~~こうある」との記載(p.63)

針金を固定した。

2個の固定ネジのどちらにも検出器の足を
針金をはさし. 固定できていることを
確認した。

ネジの付いた側は追加部品を付けない
 固定できるような取り付け可能性はあるが、
 取り付けは困難。

取り付けたいネジの位置を少し前移せると対応可能



本来の接触点
 ①+② とネジの位置を前移
 コアは足が長くなる
 ②+③ が接触している

コアの足を伸ばす

「検査器と強く握って力を加えると
 (他の検査器と同様に) がたがたする
 親指と人差し指でつまんで揺らさず
 がたがない」程度に揺らす

○ ベーム位置確認

スリット架台位置

-8.6mm



○ スリット架台・Z-スキャン

-8.6mm

変更しない

○ コマンド実行台. Z-スキャン

Z-位置: $-11.01 \mu\text{m}$

⇒ M0520120119-1.pxp

○ アナログ出力 "自動セトリ" = " "

12:37'49" 開始
13:54'55" 終了 } 1hr 17min 6s

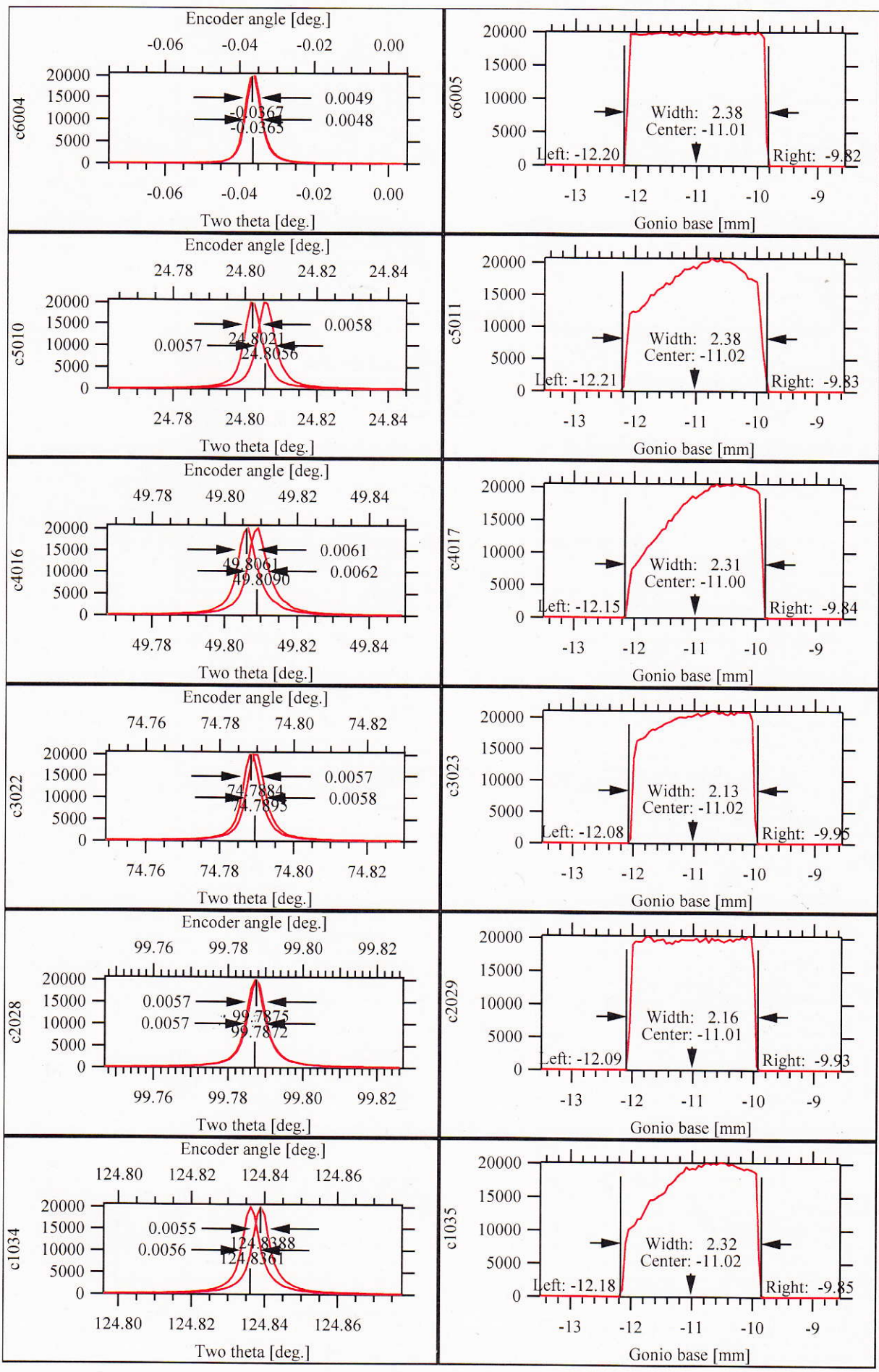
| No. | $\Theta_A(^{\circ})$ | $\Delta Z_{\Theta G} (^{\circ})$ | $\Delta Z_{\Theta E} (^{\circ})$ |
|-----|----------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 6 | 10.563 | -0.0365 | -0.0367 |
| 5 | 10.566 | 24.8056 | 24.8021 |
| 4 | 10.642 | 49.8070 49.8090 | 49.8061 |
| 3 | 10.495 | 74.7895 | 74.7884 |
| 2 | 10.577 | 99.7872 | 99.7875 |
| 1 | 10.609 | 124.8361 | 124.8388 |

⇒ M0520120119-2.pxp

Igor Macro, "MakeAutoCenteringLayout()"

を作成した. スキャン番号の番号に自動セトリ" = " "

を開始した場合に実行した (右側図)



○ 平板回転試料台調整設置

・ 平板回転試料台設置

・ 3+3+4" エッジの $\approx 2.5\text{mm}$ 位置に変更

○ 自動補正角測定 (c.f.p. 45)

14:53'15" 開始

15:10'27" 終了 \downarrow 17min 12s

W2.5 x H0.05, 減衰板 (cut 2)

| No. | $\Delta 2\theta_a (^\circ)$ | $\Delta 2\theta_e (^\circ)$ |
|-----|-----------------------------|-----------------------------|
| 1 | 124.8463 | 124.8490 |
| 2 | 99.7875 | 99.7881 |
| 3 | 74.7924 | 74.7916 |
| 4 | 49.8081 | 49.8056 |
| 5 | 24.8051 | 24.8017 |
| 6 | -0.0368 | -0.0369 |

\Rightarrow [MDS20120119-3.pxp]

○ 平板回転試料台調整

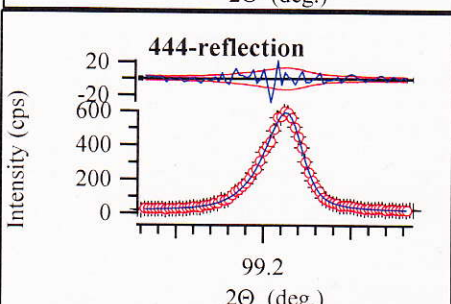
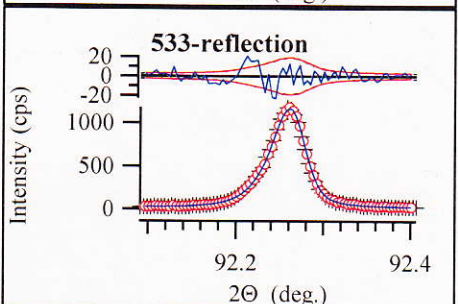
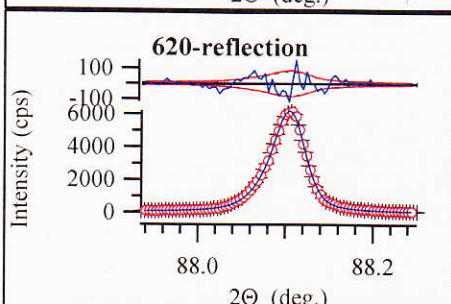
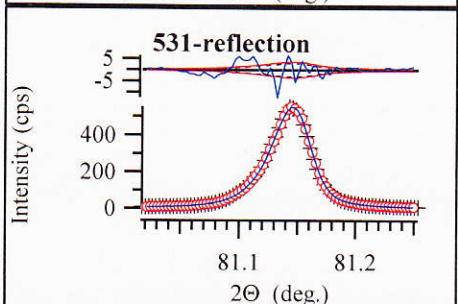
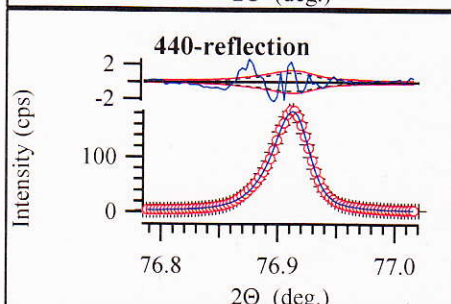
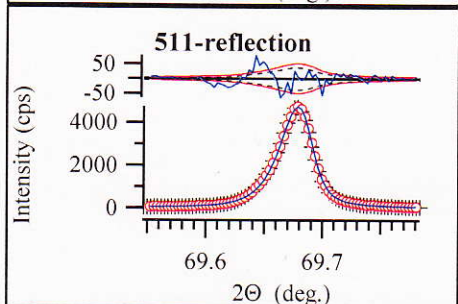
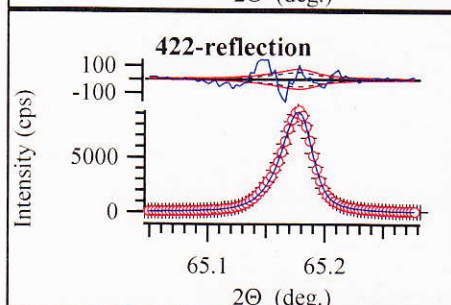
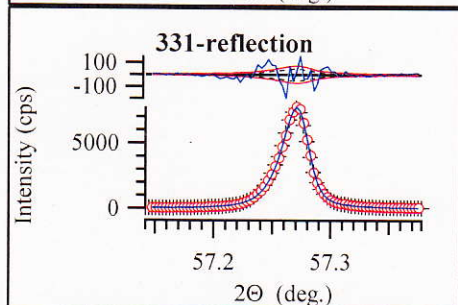
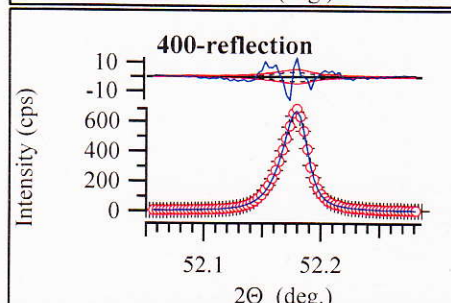
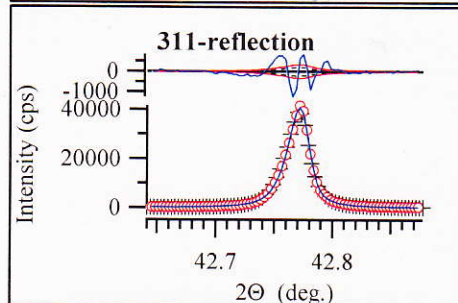
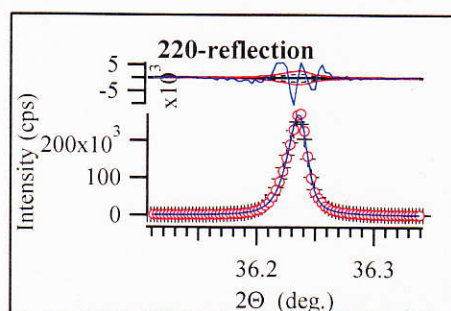
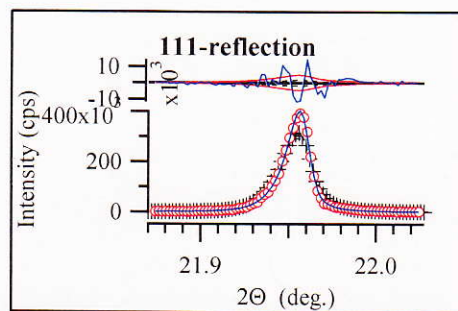
② 補正角: -0.149°

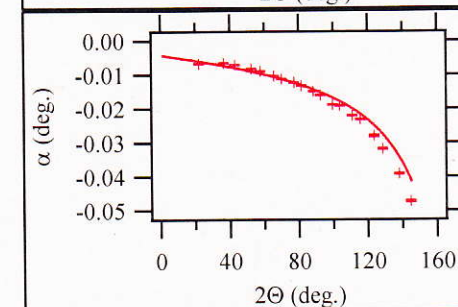
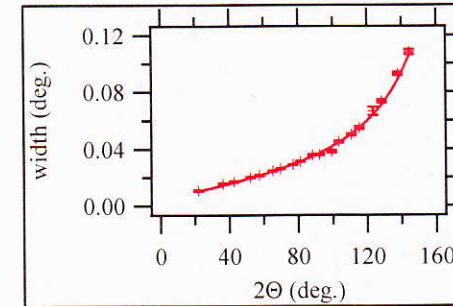
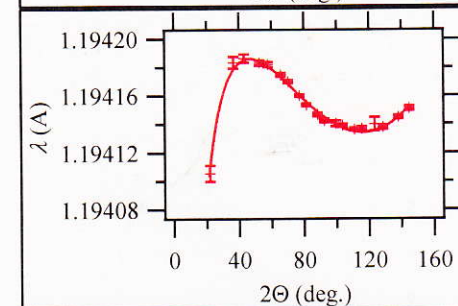
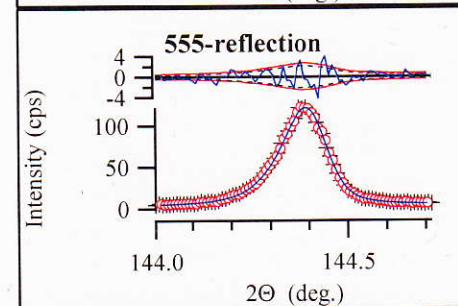
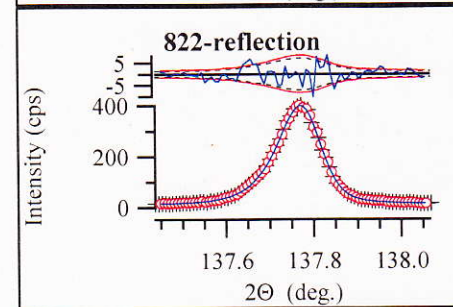
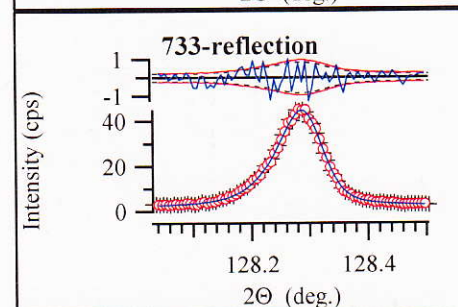
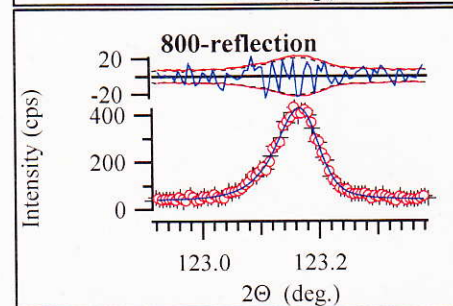
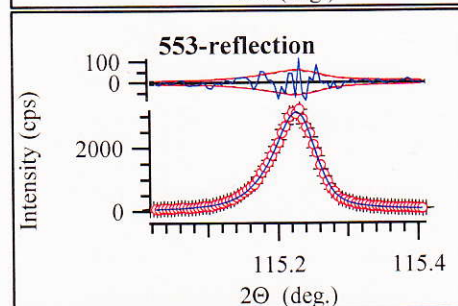
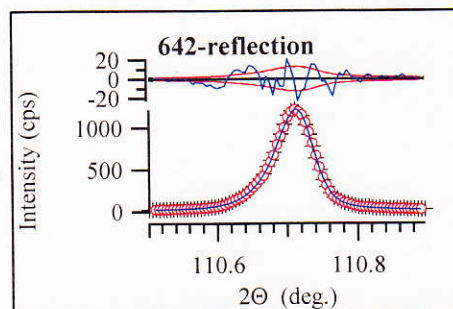
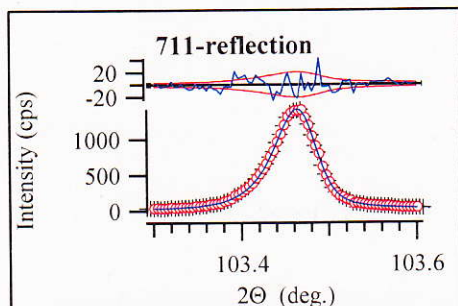
\Rightarrow [MDS20120119-4.pxp]

○ 波長 (装置) の λ (Cu) 較正測定

λ の幅 10mm x 高 $\pm 0.75\text{mm}$

固定入射角, $\theta = 7^\circ$, 非対称反射測定





$$\lambda = 1.194227(4) \text{ \AA}$$

$$\Delta 2\theta_0 = -0.0175(7)^\circ$$

$$\Delta 2\theta_E = 0.0160(5)^\circ$$

$$\Phi_E = 38.0(7)^\circ$$