

2012年11月23日 ~ 26日

共同利用実験

課題番号: 2011G015

課題名: 「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 先進セウミクス研究センター

井田 隆

2012年11月23日(金) 勤労感謝の日

○ 制御用PC. 「Microsoft Update」
更新プログラムを2回再起動せよ。

○ シリアルポート番号確認

27-1 → [マシコン2-7] 右クリック

→ [プロパティ] → ハードウェア → デバイス管理者

→ 追加ポート (COM & LPT)

○ 操作2. 拡張ポート (USB-RS422) へ
COM1, COM2, COM3 に割り当てられている
ことを確認する。

○ エンジン全軌初期化

HV / PHA は初期化に成功した。④軌の初期化が
完了している。Initialize 110% の STOP
ボタンで中断。もう一度 Initialize 操作。
今後は正常に動作した。

○ 入射ビーム位置確認

スリット架台 垂直位置: -5.55 mm



位置. 断面形状と概ね良好

○ スリット架台スキャン

Cu K α (2) 減衰板設置

λ 4T スリット $W 2.5 \times H 0.05$

No. 6 2 θ A 2.3° へ移動. $3 + 3$ スリット 開口 15 mm

カウンタ 757 0.5 s 設定

Slit-base: $-7.05 \sim -7.05 \text{ mm}$ (0.05 mm ステップ)

○ ゴニオ架台スキャン

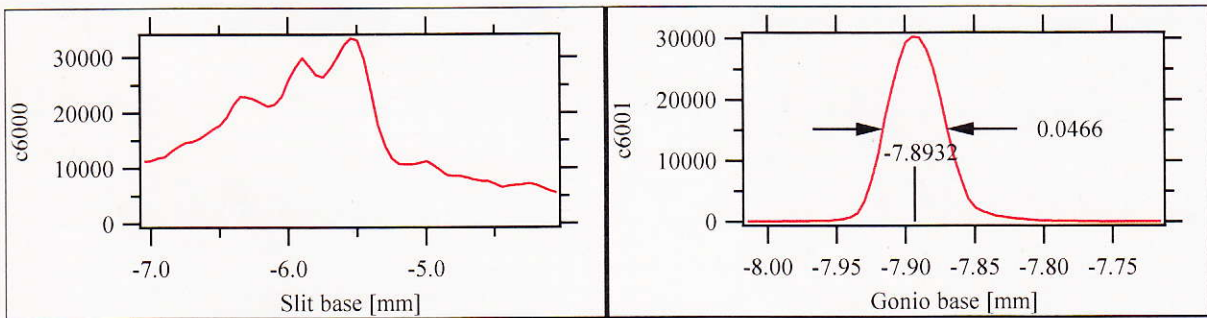
標準試料台設置. センター-スリット 設置

スリット架台位置 -5.55 mm (変更せず) に移動

2 θ 軸 0° 設定

ターゲット値 -7.865 mm 設定時に 2 θ 軸

ビーム位置は -7.895 mm に近しい.



ゴニオ架台 垂直位置をターゲット値 -7.895 mm に変更 \Rightarrow MPS20121123-1.pxp

○3+3+3+3 自動セリヤ

セリヤ-スリット撤去

3+3+3+3 開口 (No.6~1) 1mmに移動

No.6 - 2 \odot w 21.3°位置に移動

10:34'03" 自動調整開始 (No.6 → No.1)

11:49'02" 終了 (1h14min59s ←)

| 腕番号 | $\odot_A (^\circ)$ | $\Delta 2\odot_G (^\circ)$ | $\Delta 2\odot_E (^\circ)$ |
|-----|--------------------|----------------------------|----------------------------|
| 1 | 10.641 | 124.8510 | 124.8539 |
| 2 | 10.594 | 99.7990 | 99.7995 |
| 3 | 10.509 | 74.8017 | 74.8008 |
| 4 | 10.658 | 49.8173 | 49.8149 |
| 5 | 10.576 | 24.8115 | 24.8084 |
| 6 | 10.589 | -0.0216 | -0.0214 |

⇒ MDS20121123-2.pxp

○平板回転試料台調整準備

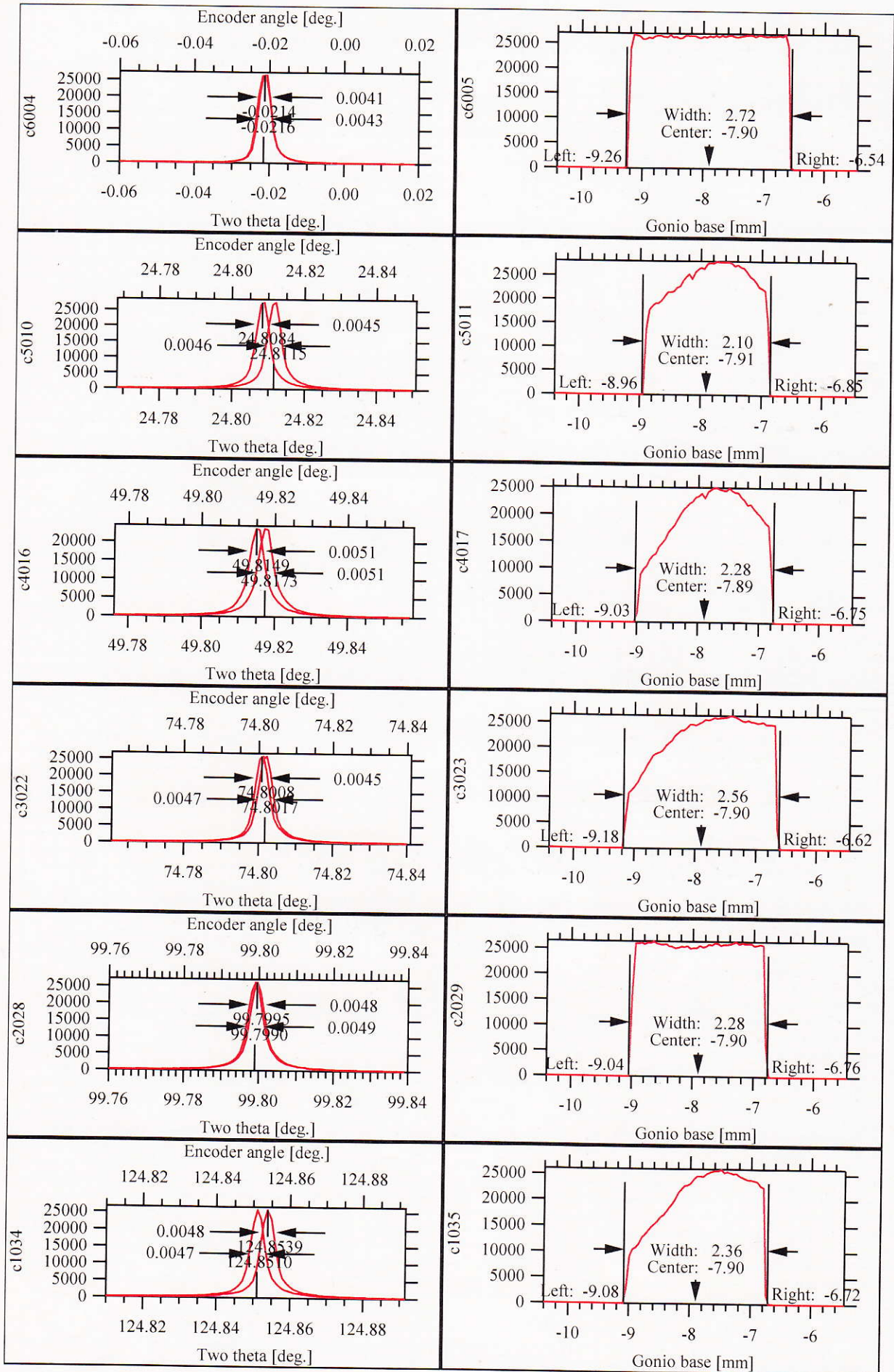
標準試料台撤去. 平板回転試料台設置

3+3+3+3 開口. \odot \wedge 25mm位置に変更

No.1 2 \odot -スキャン

補正係数 \odot の位置 0.01° (?)

自動補正内訳はと実験するにとり.



○ 自動補正角測定

12:13'49" 自動測定開始 (No.1 → 6)

12:30'58" 終了 (17minの9s ↓)

| 腕番号 | $\Delta 2\Theta_G (^\circ)$ | $\Delta 2\Theta_E (^\circ)$ |
|-----|-----------------------------|-----------------------------|
| 1 | 124.8610 | 124.8636 |
| 2 | 99.7987 | 99.7996 |
| 3 | 74.8039 | 74.8035 |
| 4 | 49.8157 | 49.8137 |
| 5 | 24.8105 | 24.8078 |
| 6 | -0.0215 | -0.0212 |

やはり No.1 腕の補正角が 0.01° がちた...

他の腕はとちがとどがちたない。

○ 平板回転試料台調整

No.6 検出器 Θ -スキャン (補正つき)ピーク位置 0.0005°

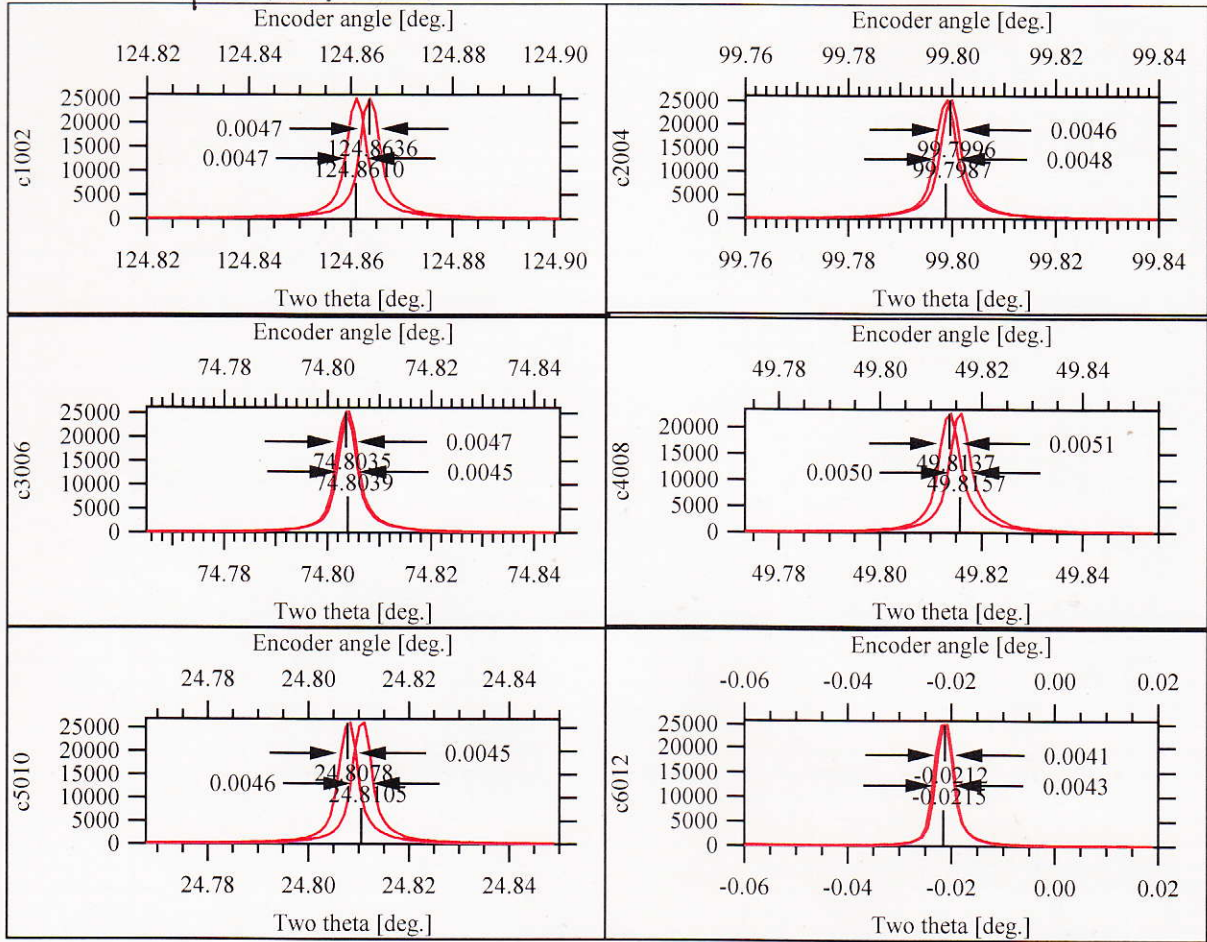
ピーク強度 約 25,000 から 10.5s

半割治具設置 (c.f.p.189)
新しい

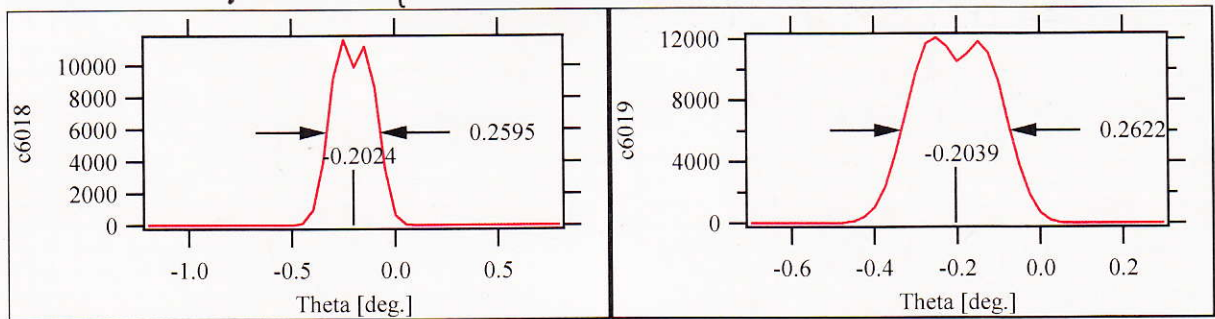
強度測定 → いまより 12,500 から 10.5s

いまだう少し動かし正常に動けるまで
確認する。 Θ -スキャン、ピーク位置は移動、
半割調整

(自動校正角測定)



(半実測具 @ -2θ = 2)



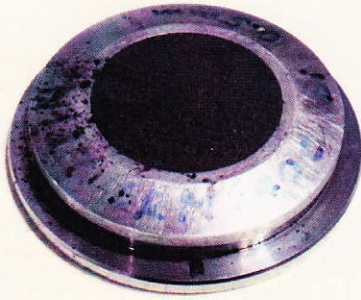
新しい“ク”2も頭が割れた形になら、ら...

ヨコモレ2は字が、たまたま... 謎...

⇒ [MAS 20121125-23-4₃ PXP]

201

○ Si 標準試料 (NIST SRM640c) の測定



(補修前)



(補修後)

NIST SRM640c 標準試料の表面が「ボコボコ」
周囲に汚れてしまった。

詰め直すことにする。目かま 10杯くらいは確保した。

測定条件

入射スリット巾 10mm 高さ 1mm

対称反射法, 単位計数時間 0.5s

他の条件は通常とおり。

14:23'48" 測定開始

16:40'00" 終了 (2h 16min 12s)

⇒ MAS20121123-4.pxp

○ KNN06 (母相のみ) 対称反射測定

入射スリット巾 10mm. 高さ 1mm

単位計数時間 1s / スリット

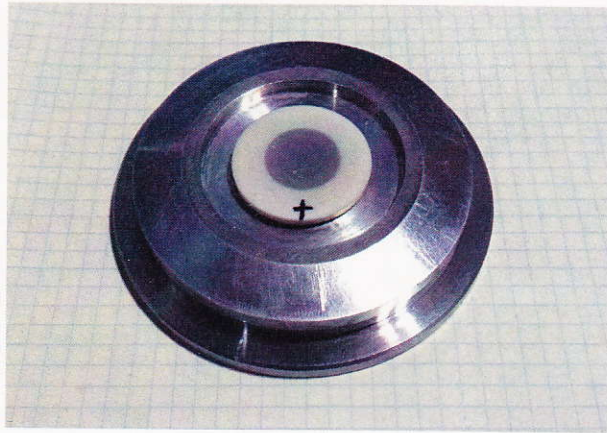
2θ: 1° から 0.01° スリット

17:40'59" 測定開始

03:24' 2④ = 148.4° 2" 測定中止

⇒ MASS20121123-5.pxp

KNN06 試料は白色に、 Γ ピーク、X線照射
位置(範囲)に依存して、 Γ ピークは変色した。



○ KNN08 針付及針測定

測定条件は KNN06 と同じ。試料のみは目：茶色

03:29'12" 測定開始

10:07' 2④ = 102.3° 2" 測定中止 (6h56min)

⇒ MASS20121123-6.pxp

2012年11月24日(土)

○ KNN09 針付及針測定 (+ Γ - γ)

~~10:11'05"~~ 測定開始

16:53' 2④ = 102.7° 2" 中止 (6h42min)

⇒ MASS20121124-1.pxp

203

○ KNN 10 打撃及特選定

17:02'08" 走直開始

03:11'02 終了

⇒ MAS20121124-2.pxp

○ KNN 09 打撃及特選定 (-P-) (94)

03:54'39" 走直開始

2012年11月25日 (日)

10:15 "PF-AR 入射の右々連続入射中絶(すあ)の
了+ウ2ス

選定終了 38 = 123?, 20 = 98.015°

⇒ MAS20121124-3.pxp

○ KNN 01 打撃及特選定.

2012年10月17日 (p.128) 選定(右面)の選定

10:19 走直開始

10:28 "連続入射再開" の了+ウ2ス

17:07 走直停止, 20 = 103.9°

⇒ MAS20121125-1.pxp

○ KNN 02 打撃及特選定

17:10'04" 走直開始

20:30 "...連続入射中絶..." の了+ウ2ス

20:46 "連続入射再開..." の了+ウ2ス