

粉末 X 線回折装置 RINT2500 操作マニュアル

【装置概要】

・ 右側ゴニオメーター

Cu のロータの右側は CN2173C3RINT2000 シリーズゴニオメータを用いて測定を行う。この装置は X 線回折分析のために特に精密に設計・製作され、検出器にはシンチレーションカウンタを用いている。アタッチメントを交換することで 1) 標準測定、2) 高温粉末測定を行うことができる。

1) 標準測定

標準のアタッチメントを用いる。常温において X 線回折分析を行うことができる。

2) 高温粉末測定

アタッチメントは RINT 用多目的試料高温装置を用いる。このアタッチメントは試料を高温に保持し、昇降温中または一定の高温における X 線回折を行うアタッチメントである。プログラム温度コントローラは PTC-20 を使用している。測定は、真空中、空气中、または不活性ガス中で行うことができる。

・ 左側ゴニオメーター

Cu のロータの左側は PSPC/MDG 2000 ゴニオメータ部 MPMG4 を用いて測定を行う。この装置は、試料の微小領域や、微小試料の X 線回折測定を行うことができる。検出器に湾曲形の PSPC を採用することにより、 2θ 測角範囲で 150°C の測定が同時に行えるため、短時間での測定が可能である。

※左右のゴニオメータを同時に動かすことも可能であるが、右側ゴニオメータのカウンタと左側の顕微鏡が衝突する危険があるため注意すること。

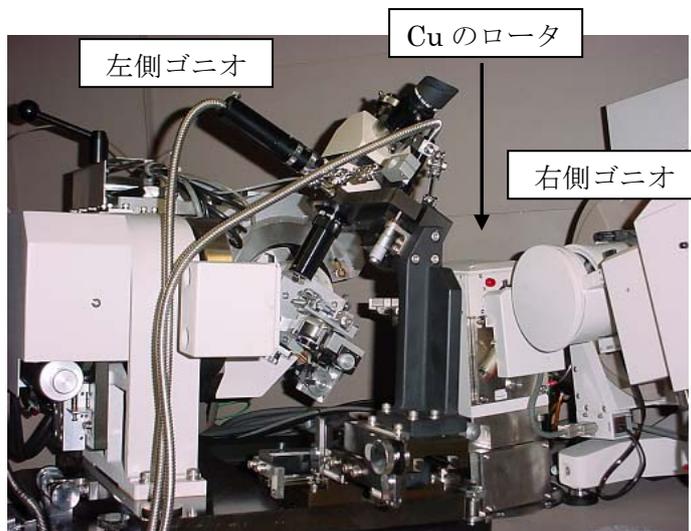


図 1 RINT2500 装置図

このマニュアルには右側ゴニオメーターの標準測定についてのみ記述する。
それ以外の測定を行う場合には中井研担当者まで連絡をすること。

【立ち上げ】

・ 構成

測定を制御するワークステーション装置は、WS 本体、HDD、CD-ROM ドライブ、プリンタ、ターミナルサーバからなっている。WS から出される命令はターミナルサーバを経由してゴニオコントローラなどに渡される。

・ 操作

- ① 装置の立ち上げの前にカウンター値を記録しておく。カウンターは本体右足元のドアを開いたところにある。
- ② 装置の電源を以下の順で ON にする。
HDD→WS 本体→ターミナルサーバ
- ③ ログイン画面が出たら、ターミナルサーバが[power]ランプのみ点灯している状態になるまで待つ。
- ④ ログインする。
login : dmax
password : (無し)
- ⑤ WS が立ち上がったら、[XG monitor]をクリックし詳細ボタンを押す。放射線管理区域マークを押し、X線を発生させる。X線がでてきたことを確認したら（本体側のランプがついている事を確認すればよい）[monitor]を押して、小サイズに切り換える。（これ以降[open-door]ボタンを押さずに装置扉を開けることはできないので注意）
- ⑥ 管電圧 20 kV、管電流 10 mA のままで 20 分ほどエージングを行う。

【操作手順】

・ 試料セット

- ① 図 2 のように標準のアタッチメントであることを確認する。
- ② XRD 正面のパネル部の[open-door]を押し緑色のランプが点滅して「ピー、ピー、ピー」と音が鳴り始めたら扉を開く（この操作を行わずに扉を開くと X線が落ちるので注意）。
- ② 標準アタッチメントのフタを外し、ホルダーにサンプルを試料面を上にしてセットする。
- ③ フタを戻して扉を閉める。
- ④ ワークステーションを操作して測定操作を行う。

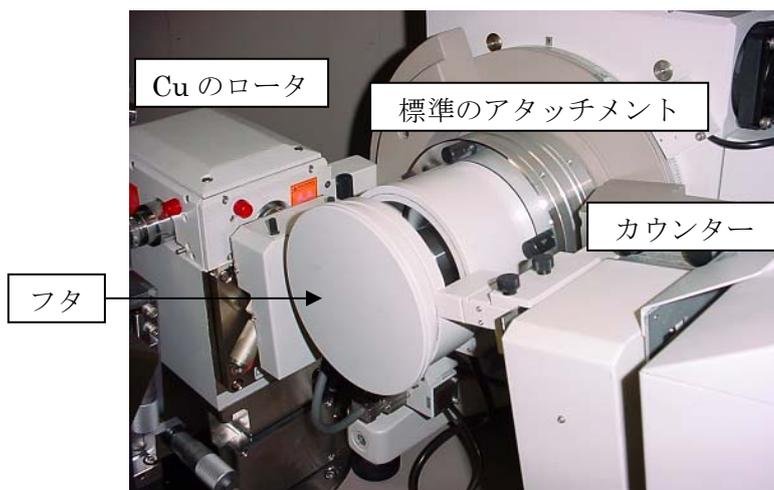


図2 右側ゴニオメータ(標準のアタッチメント)

・ 測定

- * 操作は全てシングルクリックであり、ダブルクリックは使用しない。
- ① 各研究室のフォルダを開き、[standard measurement]を起動する。
 - * 自分の研究室のフォルダが無ければ管理者まで問い合わせてください。
- ② サンプル名、ファイル名などを入力し、測定条件を選択し、[measurement]を押す。
 - * 管電圧 50 kV、管電流 100 mA を上限とする。
 - * [initialize position]には必ずチェックを入れること。
 - * **[finished conditions]については、連続で測定するときは[keep]、最後の測定るときは[X-ray off]を選択する ([power-off]は厳禁)。**
- ③ 連続で測定する場合は、[open-door]を押してから試料を交換して同様の操作を繰り返す。終了する場合には[file] → [exit]と操作する。

・ データ処理

- ① [peak search]を起動する。
- ② データを選択して[OK]。
- ③ [processing]から必要な操作を選択して順に実行。
- ④ 印刷する場合には[file] → [print]を選択。終了するときは[file] → [exit] (データは保存される)。

【終了】

* 最後の測定の際に[X-ray off]を選択しそこなったときは、[XG monitor]を開いて管電圧 20 kV、管電流 10 mA まで落として 5 分間程度エージングしてから、放射線管理区域マークを押してX線を落とす。

- ① メイン画面の右下にある[コンセントマーク] → [コンセントマーク]をクリックしてログオフする。
- ② 以下のように入力する。
login : shutdown
password : (なし)
- ③ "Halted, you may now cycle power"と表示されたら WS 本体の電源を落とす。ついでターミナルサーバーと HDD の電源を切る。
- ④ カウンター値を記録して、使用記録をファイルにとじる。

注意事項

- ① 本装置ではX線発生装置に高出力のローターターゲットを用いている。ターゲットは真空中で高速回転していることから、注意深いメンテナンスが必要である。真空の低下、異音がしたとき等は使用を中止し、担当者に連絡すること。
- ② 高精度のゴニオメーターを用いているので、試料セット時にゴニオメーター本体に絶対に力がかからないよう、本体に手が直接ふれることなく試料をセットすること。
- ③ 試料は粉体を用いるので、飛散して装置を汚染することがないように十分注意すること。特に試料ホルダーの試料固定部を清浄にたもつこと。万一こぼしたときは、ブロアーや柔らかいハケ等を使って、ゴニオメーターに力が加わらないように掃除すること。

以上