

X線回折カメラシステムの使い方

装置の立ち上げ

登録 X線発生装置2台（Cu 管球と Mo 管球）

①冷却水の水道の栓を開けて、水槽に冷却水を注入する。本冷却装置は水道からの新しい冷水を水槽に入れ、常にオーバーフローさせながら用いるので、1分間に1～2リットル程度、新しい水が常に水槽に入ることが必要である。X線発生装置のPOWERをONにして冷却水送水装置のポンプを稼働させ、管球に送水する。

②X-rayをONにしてエージング（20 kV 2 mA） 20～30分程度待つ。

③電圧を先にあげてから電流をあげる。以下のスピードでゆっくりあげること。

電圧 1 kV/5 sec 30 kV

電流 1 mA/5 sec 15 mA まで徐々に上げていく。

※現在の電圧、電流が、設定してあるLOAD（負荷）を超えるとブザーが鳴ってしまうのでそのようなことがおこらないように注意（Cu 管球）。万一なった時はRESETを押してブザーを止める。また、電流を上げる際、電圧が30 kVを超えてしまうので30 kVに保ちながら電流を上げること。電圧、電流の限界は40 kV, 20 mAとする。

⑦装置の落とし方

X線発生装置の電流を最小にし、電圧を下げる。これを1分程度でおこなう。冷却水を5分程度さらに送水する。POWERを落とす。水道を止める。

オプション

ガンドルフィカメラ

登録 ガンドルフィカメラ2台

・ガンドルフィカメラ

ガンドルフィカメラはデバイ・シェラーカメラの試料部に改良を施し、試料を二軸で回転させながらデバイ・シェラー環をフィルムに記録するもので、単結晶や選択配向性のある試料からも粉末回折パターンを得ることができる。この利点を活かして50～100 μmの

微小試料の粉末回折パターンを得ることができる点が特徴である。

- ①試料を専用のピンのガラス棒の先端に接着材でつけ、ホルダーにセットし、専用の望遠鏡を使ってセンタリングしておく。望遠鏡を絶対に床に落とさないこと。
- ②入射コリメータ側にジョイントを入れて、ガンドルフィカメラを取り付ける。ガンドルフィカメラはCu管球のポイントフォーカス側を用いる。このとき台を動かさないようにする。
- ③SHUTTERをOPENにしてX線がコリメータを通っていることを蛍光板で確認する。
- ④ガンドルフィカメラにイメージングプレート(IP)またはX線フィルムを暗室内で装着する。
- ⑤モーター、真空ポンプのチューブを取り付けてスイッチを入れ、ガンドルフィーカメラを台に載せる。
- ⑥SHUTTERをOPENにし、測定を開始する。
- ⑦測定後、IPは専用の読取装置で、またX線フィルムは現像し、回折角を読み取る。

プリセッションカメラ

登録 プリセッションカメラ2台

- ①X線が試料の回転中心を通るようにカメラをセットする。
- ②ゴニオヘッドに試料をセットし、センタリングする。できるだけ試料の結晶軸がX線に対し平行にセットするのがよい。後で補正しやすいようにFHの目盛は上側、BHは管球側、ダイヤルは0などのきりのいい数字になるようにする。
- ③X線フィルムをカセットにセットし、 $\mu=10^\circ$ に設定してカメラのスイッチをONにする。そして約3時間露光させる。
- ④フィルムを現像し、ストリークの円の中心がビームストッパーの影の中心に合うようにFH, BH, ダイヤルなどで補正する。
- ⑤補正が完了したら $\mu=30^\circ$ に設定し、適するスクリーンを入れて一晩露光する。
- ⑥それぞれの斑点に指数をつけて、結晶学的な知見を得る。

ワイセンベルグカメラ

登録 ワイセンベルグカメラ1台

- ①X線がカメラの回転中心通るようにカメラをセットする。
- ②ゴニオヘッドに試料をセットし、センタリングする。できるだけ試料の結晶軸が回転軸と一致するようにセットするのがよい。後で補正しやすいようにFHの目盛は上側、BHは管球側、ダイヤルは0などのきりのいい数字になるようにする。

- ③ X線フィルムを黒い紙に入れ、円筒カセットに装着し、カメラにセットする。コリメータ (Ni フィルターはつけない) をつけた後、レールを滑らせながらダイレクトビームをフィルムに入射させて基準線を引く (このときビームストッパーはつけない)。
- ④ ビームストッパーを取り付け、 $\pm 10^\circ$ 程度振動させて写真を撮る (振動写真) 露光時間は約一時間。
- ⑤ フィルムを現像し、基準線の垂線が現れた層線 (回折反転のストリーク) と何度ずれているかを測り、その分だけ FH, BH を動かして調節する。
- ⑥ 層線が基準線の垂線に一致したら、スクリーンを入れて振動写真を撮る。
- ⑦ うまく斑点が写っていたら、円筒が動くようにし、 $\pm 100^\circ$ 程度振動させて写真を撮る。
- ⑧ 高次層の層線についてのワイセンベルグ写真を撮るには、カメラを傾ける必要がある。撮りたい層と赤道層の距離 (mm) を測り、別表から傾角を求める。それと同時にスクリーン、ビームストッパーの動かす量も別表から求める。
- ⑨ スクリーンを入れ、③、④の操作を行う。
- ⑩ ⑦と同様の操作を行えば、第 n 層についてのワイセンベルグ写真が得られる。