

# リガク X線回折装置 MiniFlex600 簡易マニュアル

2014年9月29日

管理：2K 佐々木研究室

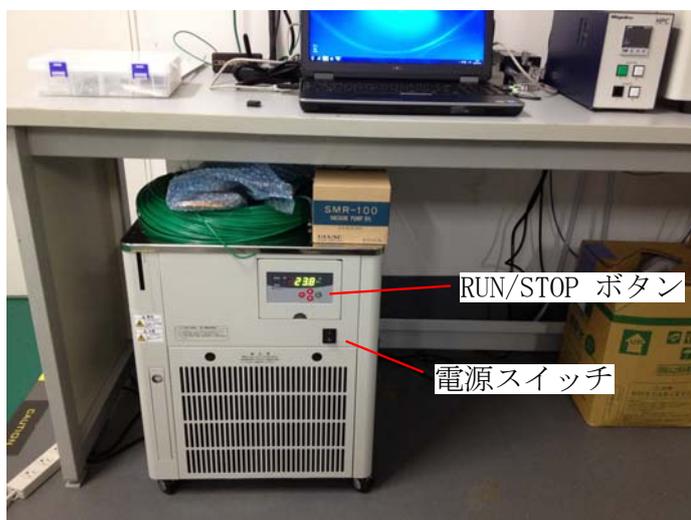
内線 5 7 6 6

## 装置の起動

(1) PC の電源を入れる

(2) 送水装置 (右図) の電源を入れる。  
(ブレーカーは側面)

(3) RUN/STOP ボタンを一回押し循環を始める。循環水は毎回 3.5 L 以上必要なので確認する。温度は約 23 °C に設定する。



(4) XRD 本体のパワー (電源) ON ボタンを押し、電源を入れる。(ブレーカーは本体背面)

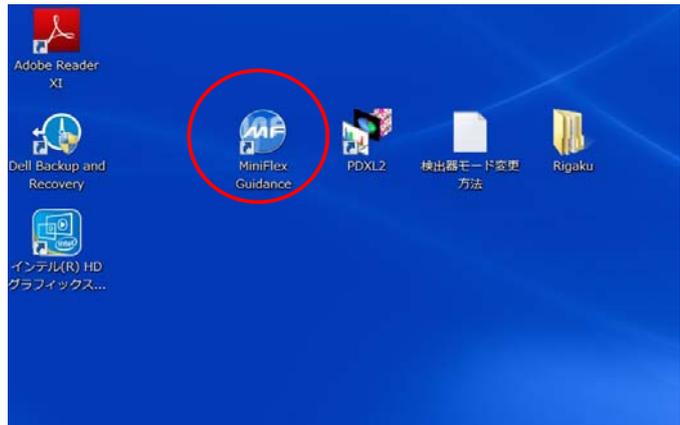
(5) Door Lock ボタンが点滅しながらピーピーと音が鳴る。Door Lock ボタンを押し、ドアロック状態にする。



**※非常時に装置を緊急停止させたい場**

**合は、本体右下の赤い緊急遮断スイッチを押す。再開する場合はスイッチを時計回りに回転させて緊急状態を解除しパワーボタンを押す。**

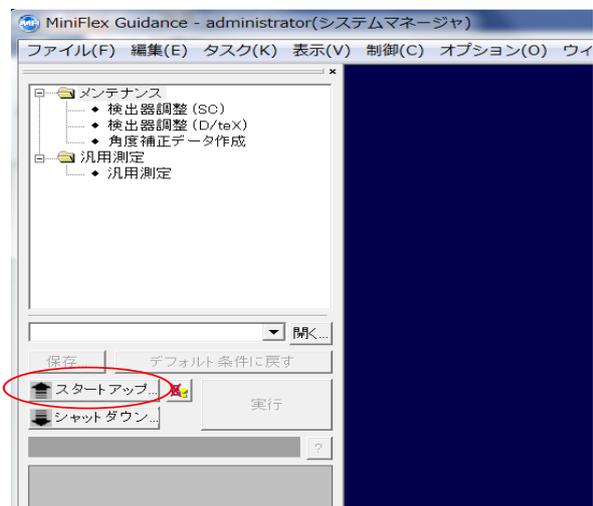
(6) PC のデスクトップで右図の赤い丸で囲った Miniflex Guidance をダブルクリックし起動する。



(7) ログイン名 : administrator パスワードは入力せずに OK をクリックするとログインできる。

※一日の中ではじめて測定する場合(そうでない場合は 3 ページに進む)

(8) スタートアップをクリックする。



(9) XG 使用頻度 : 毎日使用 (毎日使っていない場合でもこの設定)

XG 設定 : 現状維持

右下の写真のように設定し、実行をクリックする。すると、エージングが始まる。(約 7 分間)

(10) エージングが終了したらキャンセルをクリックし、スタートアップウィンドウを閉じる。

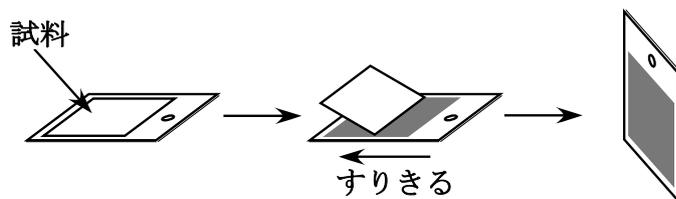


※エージングは一日の初めに一回行えばその日は再度エージングを行わなくても測定可能。

## サンプルセット手順

(1) サンプルホルダーは右の写真の物である。

下の図のように、試料をサンプルホルダーのくぼみに入れ、ガラス板等ですりきってホルダーの面からはみ出さないようにする。ホルダーを立ててみて、試料の崩れが無く、枠からはみ出さず均一なことを確認する。



(2) 本体の Door Lock ボタンを押しロックを解除する。

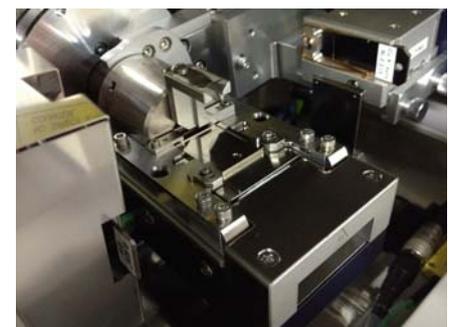
※この時、ピーと長い音が鳴っている最中はロック解除中なので無理に開けない！ピーピーと断続的になり始めてから開ける。

(3) サンプルホルダーを右の写真の位置にセットし、カチッと音が鳴るまで奥に刺し込む。この時、上から少し力を加えホットプレートを押し込むとうまくサンプルセットできる。また、上についているナイフエッジ（下の写真）は取り外し可能なので、外してからの方がサンプルをセットしやすい。

※ナイフエッジを外した場合、必ず元のように戻すこと！外したまま測定すると故障の原因になる。

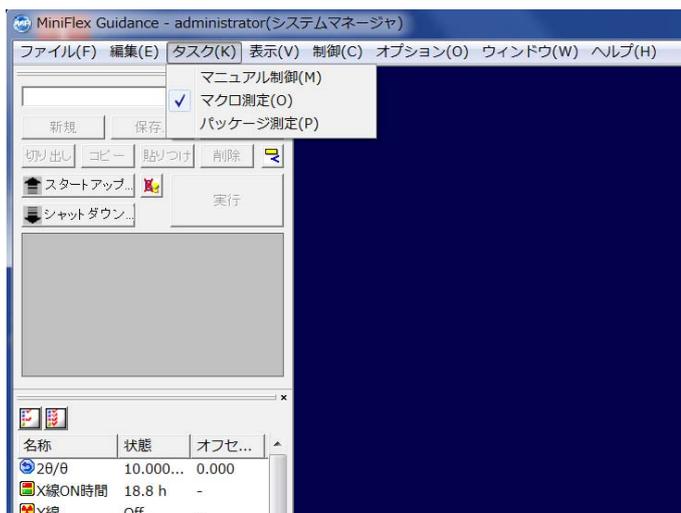


(4) 右の写真のようにカバーを被せて本体扉を閉め、Door Lock ボタンを押ししっかりとロックする。

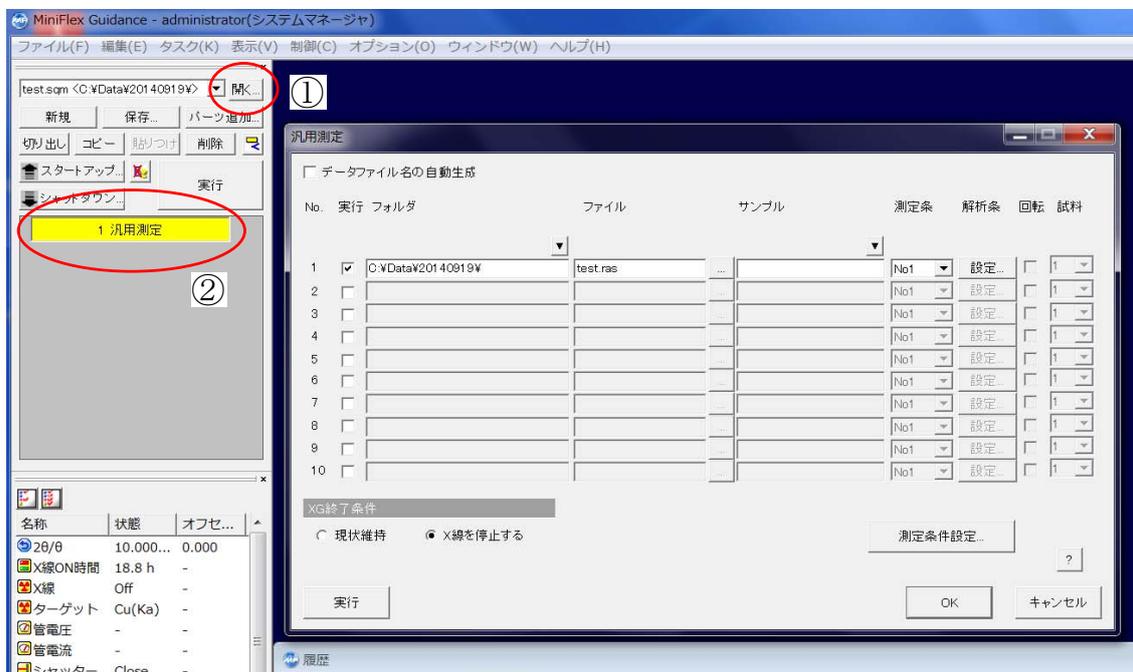


## 測定手順

(1) 右の写真のように、マクロ測定を選択する。



(2) 下の写真の赤丸①をクリックし、CドライブのDataフォルダからSQMファイルを選択する。次に②をクリックすると汎用測定ウインドウが現れる。ファイル名を好きに変更し、サンプル名を入力する。XG終了条件をX線を停止するにチェックを入れる。測定条件は汎用測定ウインドウ内の測定条件設定から設定することができる。測定条件設定の説明は5ページを参照する。測定条件が決まっていって常温で測定を開始する場合は実行ボタン (OKボタンではない!) をクリックする。温度を変えながら測定する場合は6ページの手順で行う。

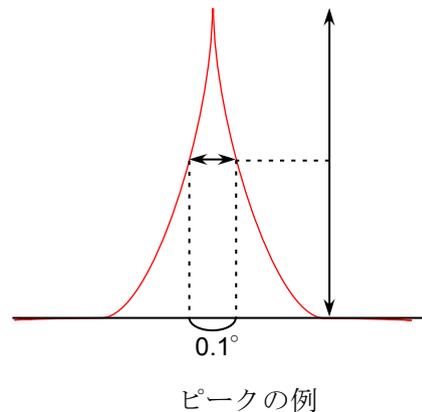


※

CドライブのDataフォルダ内に各自研究室のフォルダを作り、そこからSQMファイルを読み込むようにしてください。

(3) スリット条件と光学素子の項目は下の写真の状態にする。ただし、Ni フィルターが 30 $\mu$ m の時は単色化の項を×2、15 $\mu$ m の時は単色化の項を×1 に設定する。通常は 15 $\mu$ m の Ni フィルターがセットしてあるので×1 に設定してある。もし 30 $\mu$ m のフィルターに変えた場合、×2 に設定し直し、測定が終わったら 15 $\mu$ m のフィルターに戻しておくこと。

測定角度に関して、ステップは最も強いピーク強度の半分の角度範囲の 1/10 の値を入力すると良い。なので、適当な数値で一度測定してから、最も良い数値を見つけ出すとより良い結果が得られる（右の図の例の場合、角度範囲は 0.1° なのでステップは 0.01 deg に設定するのが良い）



走査スピードは 10~20 deg/min に設定するのが良いが、試料が結晶性に乏しければ 10 deg/min、結晶性に富んでおり、ピーク強度が十分に高い場合は 20 deg/min で良い。それでもいいスペクトルが検出できなければ、5 deg/min、1 deg/min と下げていく。

最後に、管電圧の項は 40、管電流の項は 15 に設定し、OK をクリックする。

測定条件

スリット条件  
 可変スリットシステム     可変+固定スリットシステム     バックグラウンド測定  
 バックグラウンド測定を行う

光学素子  
 Soller(inc.) IHS DS  
 2.5 deg 10.0 mm 0.625 deg  
 SS Soller(rec.) RS 単色化  
 8.0 mm 2.5 deg 13.0 mm(Oper) K $\beta$  フィルター(×1)

測定条件    測定条件編集    ファイル生成  
 おまかせ条件...    コピー...    リセット     ファイルの個別設定

No1 | No2 | No3 | No4 | No5 | No6 | No7 | No8 | No9 | No10 |

スキャン 2 $\theta$  /  $\theta$     モード 連続

実行	開始 (deg)	終了 (deg)	ステップ (deg)	スピード (deg/min)	コメント	管電圧 (V)	管電流 (mA)	バックグラウンド条件
1	<input checked="" type="checkbox"/>	2.000	90.0000	0.01	20.0			設定...
2	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
3	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
4	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
5	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
6	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
7	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
8	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
9	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...
10	<input type="checkbox"/>	3.0000	90.0000	0.02	10.0			設定...

測定所要時間 : 00:04:58

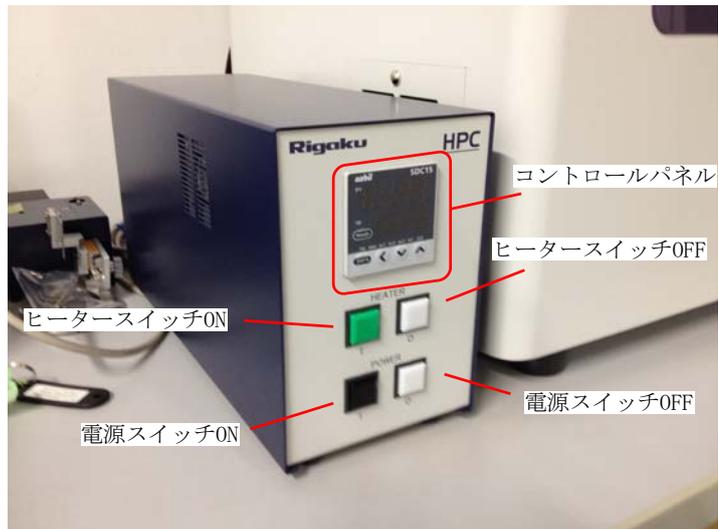
OK    キャンセル

## 温度を変えて測定する場合

(4) 右の写真のホットプレートコントローラーの電源を入れる。コントロールパネル内の上に現在の温度、下に設定温度が表示されるので、 $\wedge$ 、 $\vee$ のボタンで目的温度に設定する。

$\wedge$ 、 $\vee$ ボタンは数字の大小、 $\leftarrow$ ボタンは桁を変更することができる。

温度を設定したら緑色のヒータースイッチを長押しすると試料の温度を目的温度まで上昇する。



(5) 目的温度に達したら、温度が安定するまで待ち、汎用測定ウインドウの実行ボタンをクリックする。そこから測定が開始する。

(6) 測定データは C ドライブの Data フォルダに保存される。

## 測定条件を保存したい場合

(1) 保存した測定条件は次回以降の測定でも用いることができる。左上の保存ボタンをクリックすると保存することができる。

## 測定が終了したら

(1) スタートアップボタンの下にあるシャットダウンボタンをクリックする。

(2) XG 設定 : X 線オフ

※X 線がオフになっていますというエラーが出たらもう本体電源を切ることができる。

(3) X 線がオフになってから 5 分間は循環水を止めないで放置する。その後、本体の電源を切り、送水装置の電源を切る。

(4) ホットプレートが常温になったらサンプルを取り出す。サンプルがこぼれてしまっている場合は溶媒を使ってしっかりとふき取る。

## データ解析

(1) デスクトップ上の PDXL2 をダブルクリックし起動する。

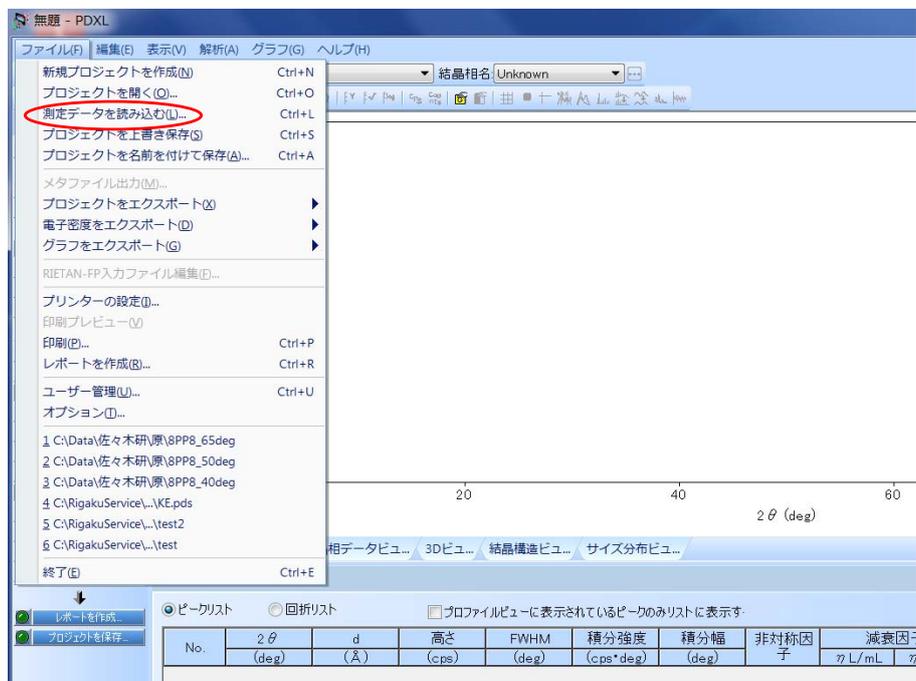
(2) ログイン名 : administrator

パスワードの欄は空白のまま OK をクリックするとログインできる。



(3) ファイル→測定データを読み込む

読み込む測定データはどれでも大丈夫だが RAS ファイルの物が良い。また、複数のデータを同時に読み込むことも可能。



(4) 解析は自動で行ってくれるが、欲しいピークが出ない場合がある。その時は付近を拡大し、ピークを追加ボタンから解析することができる。また、必要のないピークは、ピークの削除ボタンで削除することができる。そうした場合、最適化を行うことで元データに反映できる。

(5) 複数の測定データを同時に開いて、見づらくなってしまった場合、プロファイルプロパティからオフセットで各グラフをずらすことができる。

※PDXL2 ソフト内には、電子マニュアルがあるので、わからなければそちらで対応してください。