

XRD 操作手順

・ 1 X線を励起する。

1-1. 主電源を ON にする。

1-2. X-rays 下の Ready のランプが点灯したら、X-ray 電源を ON にする。

1-3. TUBE VOLTAGE を 30 秒ごとに 1kV ずつ、40kV まで上げる。

1-4. TUBE CURRENT を 30 秒ごとに 1mA ずつ、40mA まで上げる。

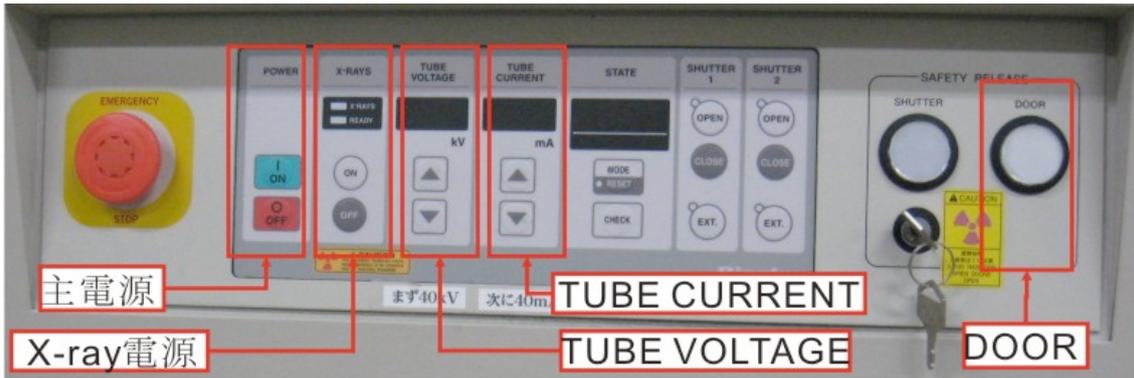


図 1:スイッチ類

・ 2 試料を台に取り付ける。

2-1. DOOR を押してアラーム音が鳴り続けている状態で、ガラス扉を開け、試料台を取り外す。**ガラス扉を開けるときは必ず DOOR スイッチを押した後で作業を行うこと。**



図 2 試料台の設置位置と取り外し時画像

図 3:試料セット方法模式図

2-2. 試料を図 3 のようにセットし、試料台に乗せ、固定ネジを締めて固定する。

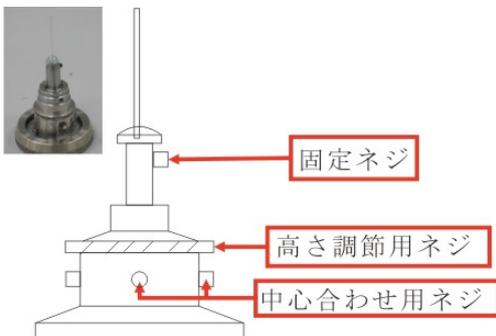


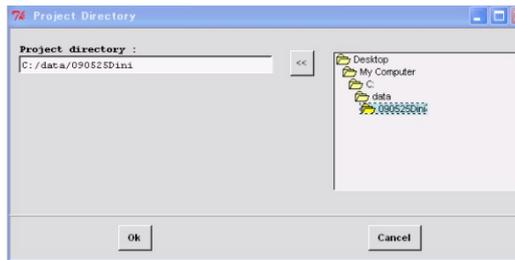
図 4:試料台各部名称

- ・ 3 パソコンから測定用プログラムを起動する。



3-1:RAPID AUTO を起動する。

3-2:データの保存フォルダを聞いてくるので、フォルダ名を入力する。

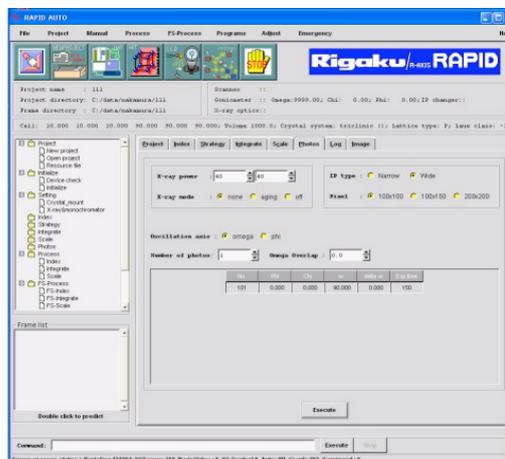
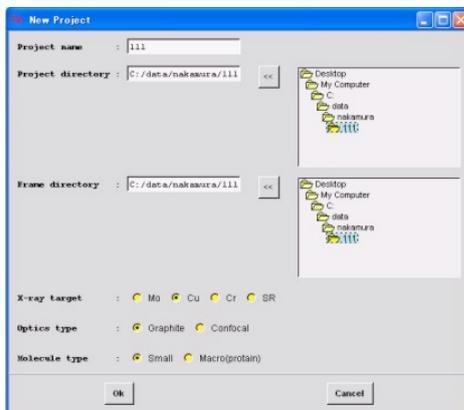


C://data/フォルダ名

3-3:英語で新しくファイルを作るかどうか聞いてくるので、 new を選択して OK を押す。

3-4:下の図のような画面が出るので、Project directory、Frame directory が 2 で入力したファイルであることを確認する。

X-ray target が Cu、Optics type が graphite、Molecule type が Small であることを確認し、OK を押して次に進む。



3-5:図のような画面が表示される。

・ 4 試料の中心合わせ。

4-1:2-2 まで終了した状態の試料台を設置位置に固定する。

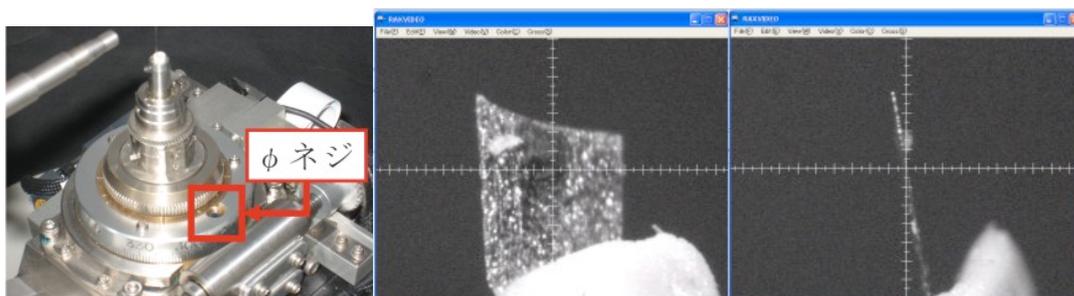
4-2: コリメーターが 0.8 か 1.2 のものであることを確認する。

4-3: 下の画像の左側の機材のスイッチをいれ、試料に光を当てる。

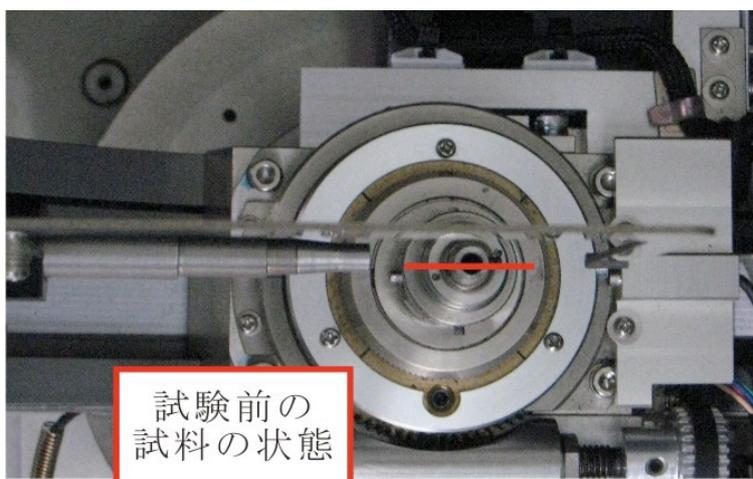


4: パソコン上で、CCD を選択すると、X-ray 照射位置が映像で出てくるので、図 4 の高さ調整ネジを使って、まず試料の高さを設定する。

ϕ ネジをゆるめて試料台が回転できるようにして、図 4 の中心合わせ用ネジを使って、試料の回転軸が CCD 画像の中心に来るよう調整する。

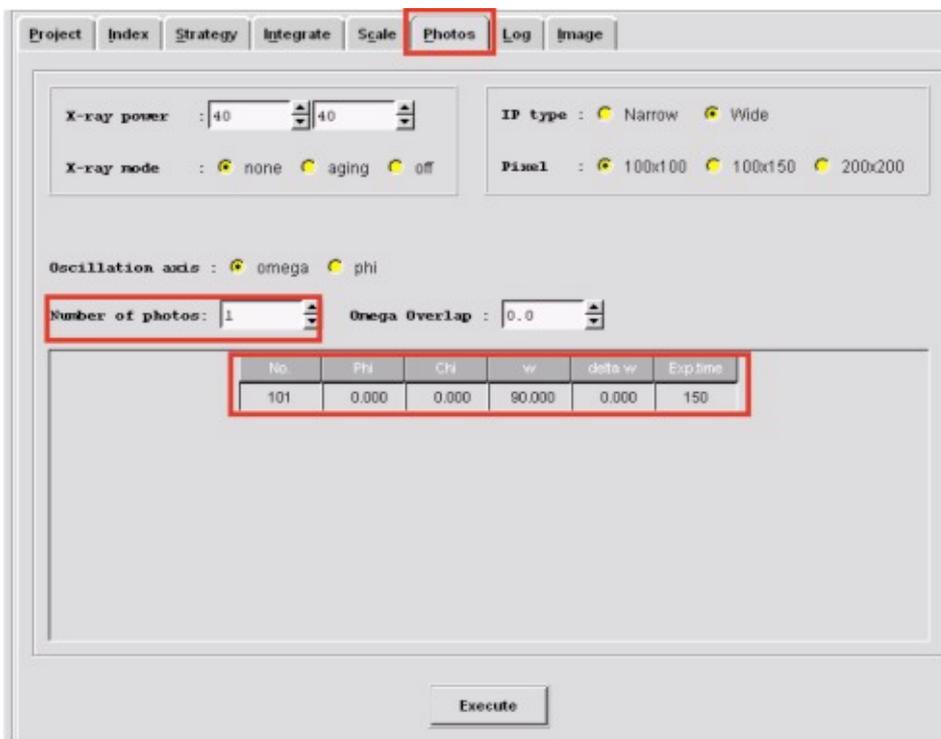


5: 最後に、上から覗き込んだとき、試料が図の線と平行にセットされているほうが、きれいな画像が取れやすい。



・ 5 試験開始方法

5-1: 3-5 で表示された画面で、いくつかあるタブから Photos を選択する。



Number of photos で一度に行う試験回数を設定できる。

(X-ray を照射する時の角度や、照射時間を変更する場合に数を増やす。)

設定数値 No 撮影した写真の番号(フォルダ名-No.jpg で保存される。毎回変更する)

W X-ray を照射する時の角度(90° が試料をセットした時の状態)

Exp time X-ray の照射時間(90 秒から 150 秒程度)

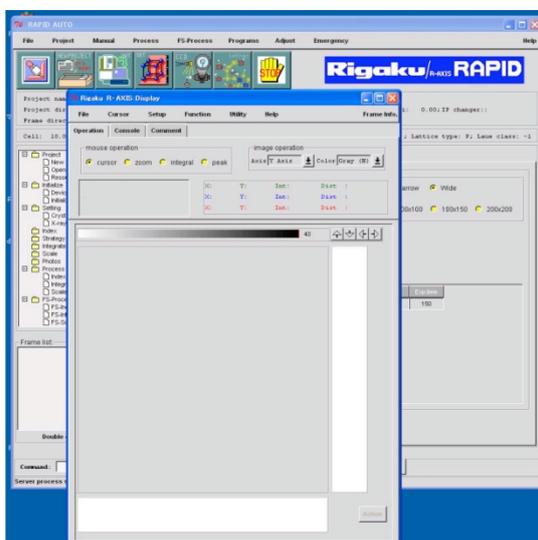
5-2: 数値設定後、INIT を押し、Ok を押す。

5-3: 5-2 の動作終了後 SET を押す。

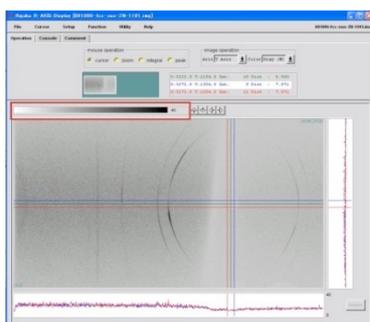
5-4: 5-3 の動作終了後、Execute を押し、実験を開始する。

・ 6 データの出力

6-1:Program-Display の順番で、選択する。



6-2:上の図のような画面が出るので、File-Load から出力したいデータを選ぶ。



6-3:上のように撮影した画像が表示される。

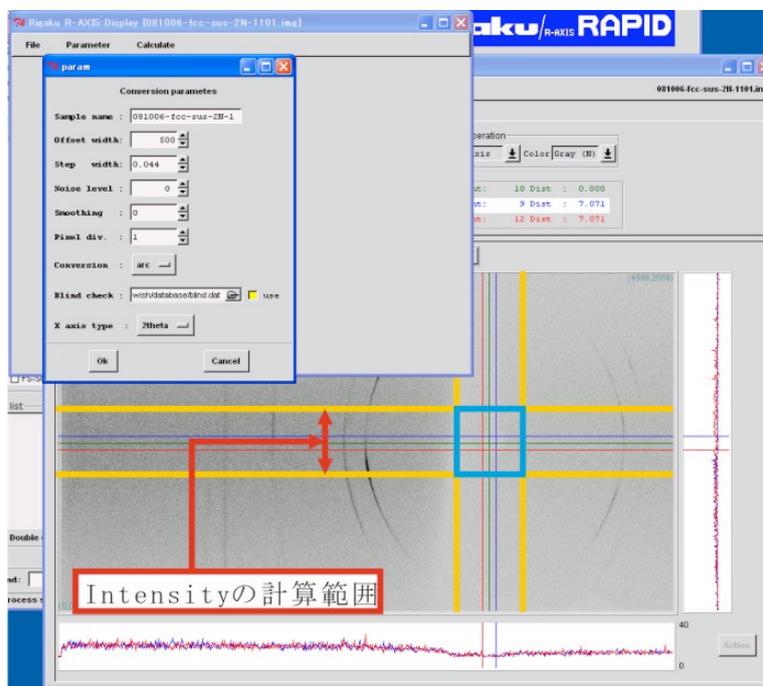
このとき、画像の赤枠線の部分をクリックし、数値を変更すると、写真のコントラストを変更できる。

6-4:Utility — 2Theta-I Conversion を選択し、下の画面を表示する。

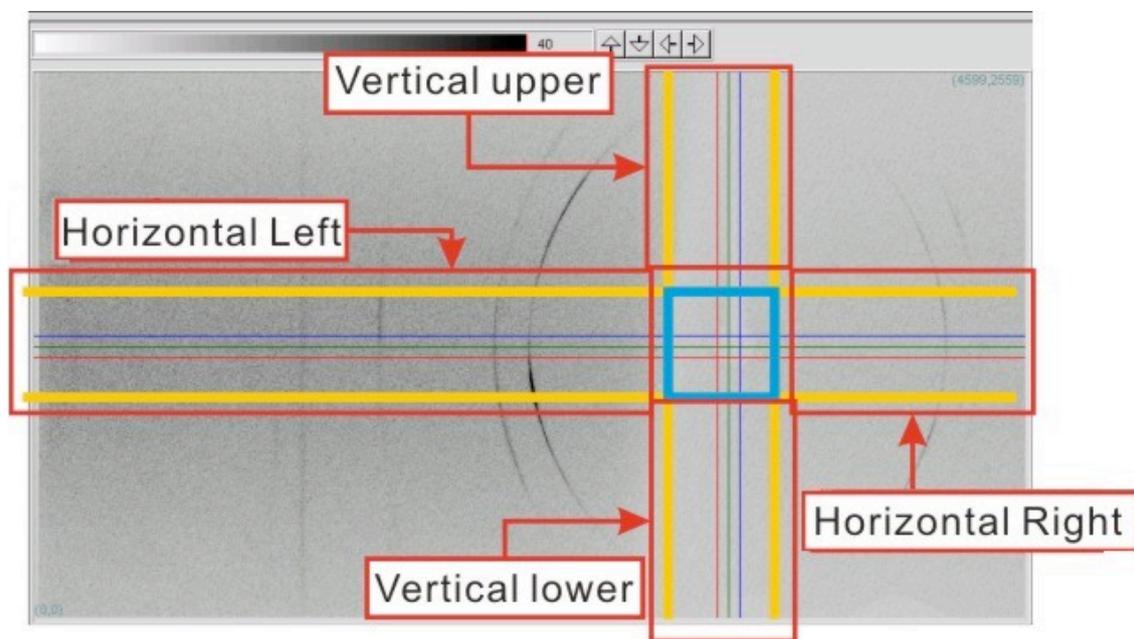


6-5:Parameter — Conversion を選択する。

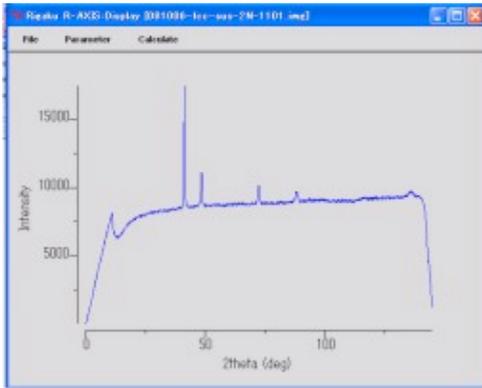
Offset width を変更することで、Intensity を計算するときの積分範囲を変更できる。
下の図の Intensity の計算範囲内の青色で囲んである範囲は計算されない。



6-6: Calculate を選択し、計算したい方向を選ぶ。

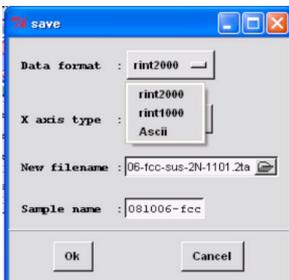


6-7: 下の図のように計算結果がグラフ化される。

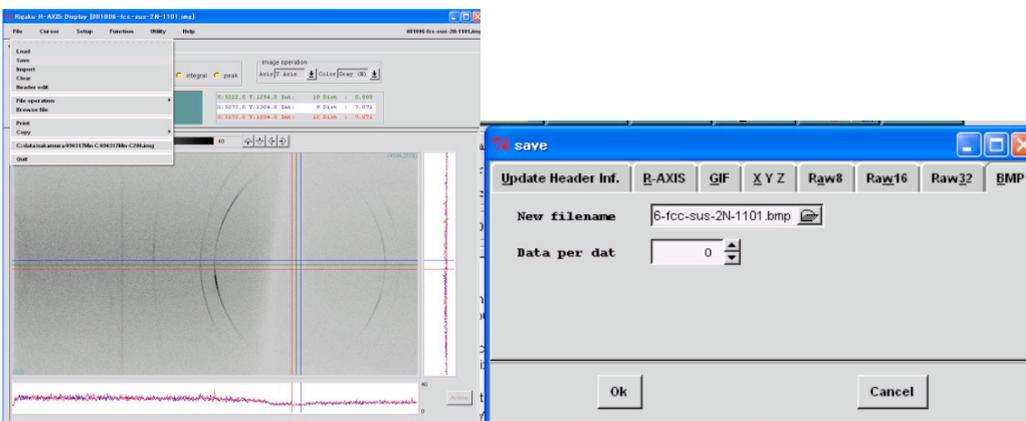


6-8:File - Save を選ぶ。

保存形式は、Ascii を選択し、Ok を押す。



6-9:画像を出力したい場合は、下の図の状態から File - save を選び、タブの BMP を選択した状態で OK を押す。



6-10:データを取り出すときは、C:/data/(最初に設定したフォルダ名)に入っている、.2ta データと、BMP データを取り出す。.jpg データは、取り出しても開くことができない。

・ 7 終了手順

- 7-1: 試料を取り外す。
- 7-2: TUBE CURRENT を 15 秒ごとに 1mA ずつ、2mA まで下げる。
- 7-3: TUBE VOLTAGE を 15 秒ごとに 1kV ずつ、20kV まで下げる。
- 7-4: X-ray 電源を OFF にする。
- 7-5: 主電源を OFF にする。
- 7-6: 使用記録を記入する。

下の画像の位置にある HOUR METER を使用記録の積算計の位置に記入する。

