

## 18. IP方式X線測定

### X線装置の立ち上げ

ターボ分子ポンプは切ってはいけない。

20kV, 10mA (電流値は、50kVにならないと、上げられない) を

20kV, 10mA→30kV, 10mA→5分後, 40kV, 10mA→5分後, 50kV, 25mAへ上げる。

1時間30分後、電流、電圧が安定するまで待つ。

立ち上げには、時間がかかるため、X線測定の場合は、朝早く測定を行うべし。

その後、IGの電圧を必ずチェック、110mVぐらい。130mV~140mVは高すぎるので注意。

### 常圧のX線測定

メンディングテープによる測定。メンディングテープ自体もバックグラウンドがある。

サンプル量が少ない場合には、カプトンチューブ等を使って測定を行う。

### DACスキャン

DACスキャンは慎重に行う必要がある。失敗すると、ガスケットのピークが出てしまうおそれがあります。MgSの長さが、DAC内サンプル-IP間の距離にだいたい等しい。誤差は、1mm以内と考えて良いだろう。より詳細なDAC内サンプル-IP間の距離は、doubleカセットで毎回求める。この1mmがどの程度聞いてくるかというと

### プログラムの使用方法

[Initialize]→

この後、専用のAl版(1mm)をセット。カメラ位置から、穴をチェックする。

[Measure]→[direct beam] 通常 0.1sで、OKボタン

その後、ダイレクトビームストッパーをセットする。

[Measure]→[Measure]

この場合、必ずmeasure listsを確認して、ファイル名、時間を確認してから[measure]ボタンを押す。

目視でかならず確認する事。通常30分程度で良い。

## マニュアル消去方法

IPをErase Positionにセット後、20秒でOK.

## 各チャンネルとビームの位置

ビームに対して垂直方向:X (CH1) 20.17°

ビームに対して平行方向:Y(CH2) 20.17°

高さ方向:Z(CH3) 0

## DACでの測定

DACでは、位置が問題。サンプル位置は、以下のダブルカセットでセット。

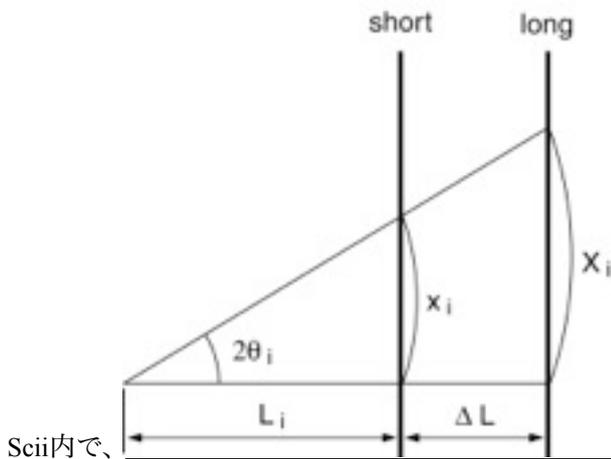
## Double Cathode方法

MgS(Magne Scaleを記録する)

double Cathodeの場合は、250mmと300mmで行うのがよい。これで、各ピーク位置を決定して、角度補正を行う。

Double Cathode Long: 300.0 mm

Double Cathode Short: 250.0 mm (本測定ではこれを使用)



$$\underline{L_i = (p_x \times x_i) / \tan 2\theta = (p_x \times x_i) / \tan 2(\sin^{-1}(\lambda/2d_i))}$$

## 実験ノートの取り方

LabNoteには必ず、以下の情報を記入し実験を行う。

### [最初]

日付、ターゲットの圧力、実験サンプル。

### [各測定]

時間、温度、圧力、IP番号, MgS, DB(ダイレクトビーム)の時間/厚さ、本測定の時間を記録。

## 解析方法

一次元粉末x線回折パターン（デバイシユラー光学系）の解析を行うソフト。

[winpip] 現在の最新版：2009.12.04版使用

### WINPIPの簡易使用版

$L_0$ はダブルカセットにより決定。通常は、250mmと300mmの二つを使用して計算。250mmが本測定

Wave LengthはMo( $K\alpha$ )=0.71073 Å

pixel Size X(mm/pixel), pixel Size Y(mm/pixel), Beta, Phi はCeO<sub>2</sub>で決定した以下のものを使用する。

解析には、[Angle Intensity (fine)]を使用して、一次元化する。最新版は、ホームページにて。

## Ceria 2011/02から

Wave length (0.1nm)	0.71073 (K $\alpha$ )	0.709300 (K $\alpha$ 1)
Ceria (CeO <sub>2</sub> )	5.411102	5.411102
Film distance (mm)	100	100
Camera Length (mm)	300.53(2)	300.52(2)
Pixel Size X (mm/pix)	0.10065(7)	0.10042(5)
Pixel Size Y (mm/pix)	0.10034(8)	0.10010(6)
Film tilt azimuth Beta (deg)	345.10	345.90
Film tilt Phi (deg)	0.10935	0.10778

\* 2011/02/07の以下のデータを使用。IP1 (解像度100)

CeO\_2001.stl (MgS=300mm/15min)

CeO\_2003.stl (MgS=200mm/15min)

## Ceria 2010/08-2011/02

Wave length (0.1nm)	0.7067(2)	0.71073 (K $\alpha$ )	0.71073 (K $\alpha$ )	0.709300 (K $\alpha$ 1)
Ceria (CeO <sub>2</sub> )	5.411102	5.411102	5.411102	5.411102
Film distance (mm)	100	100	100.1	100
Camera Length (mm)	300.45(1)	300.57(2)	300.87(1)	300.57(2)
Pixel Size X (mm/pix)	0.09982(1)	0.10056(7)	0.10066(7)	0.10033(6)
Pixel Size Y (mm/pix)	0.0995(4)	0.10027(7)	0.10037(7)	0.10005(6)
Film tilt azimuth Beta (deg)		304.57		309.11
Film tilt Phi (deg)		0.081095		0.084045