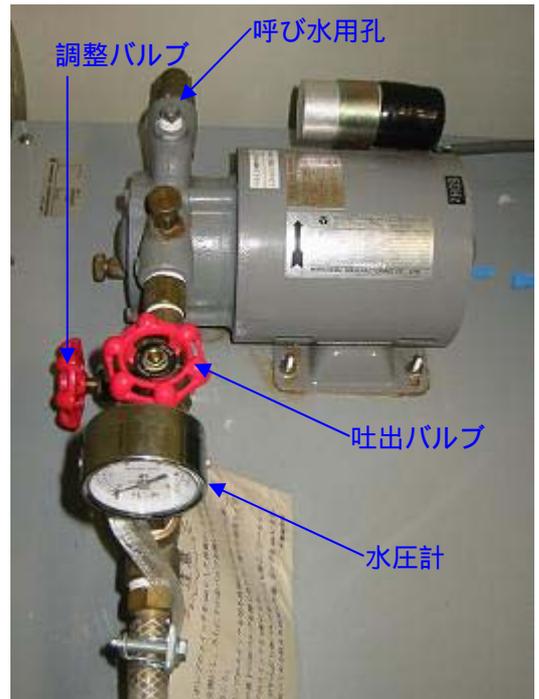


粉末X線回折装置XD - D 1 使用法ノート

露本研究室

本体の立ち上げ

1. 壁の 200V のブレーカーON
2. 水を流す (水平に対して 20 ~ 30 ° 上へレバーを上げる)
3. 送水用ポンプのコンセントを差す
4. 送水装置にある赤バルブ 2 つの内、上の方 (吐出バルブ) を全開にする
5. 赤バルブ 2 つの内、横の方 (調整バルブ) を調整して、送水圧を 3.4 kgf/cm² 前後にする (2.8 kgf/cm² 以下でエラーとなる。3.0 kgf/cm² を上回るとエラーが消える)
6. 正面パネル左下を開け、左下の MAIN 200V と AC 100V を 2 つ ON
7. 左上の Power Control ON
(赤ランプがどれも点灯しないことを確認。点灯する場合は対処してから RESET)
8. kV、mA のダイヤルがゼロで、すぐ右のスイッチ (+5mA) が下になっていることを確認して、X-RAYS ON (白ボタン)
9. まず kV のダイヤルを 20kV に合わせる。ハンチング (針の振れ) がおさまったら、mA のダイヤルを 10 mA にする。
10. kV、mA のダイヤルを交互に上げて、30 kV、30 mA にあわせる。



ここから PC 側からの操作

11. 本体パネル右の COMPUTER CONTROL が ON を確認 (PC 制御を確認。ローカル制御だと ×)
12. PC 本体電源を入れる
13. PC 画面より 測定 F2 (ファンクションキーの 2) でキャリブレーション
(本体パネル右の GONIOMETER、SCALER の赤色の数値表示が正確にゼロになっていることを確認。ゼロでない場合はキャリブレーションを再実行)
14. 一範囲測定を選ぶ
15. 高角から低角へと測定するので、それぞれの 2 を入力。試料を入れる。
16. 1 ~ 200 までの格納場所を示す数字が表示される。緑はデータが入っていて、白があいている場所を表す。データファイル番号を 0 にするとデータが保存されないカラ測定となってしまう。
17. ハードディスクに保存するか、フロッピーに保存するかなどの指定、設定値を入力した後、F9 で測定開始。

PC の電源を切るときの手順 (注意)

18. フロッピーを出す
19. MENU 画面を終了して MS-DOS 画面に戻る (黒画面に > のプロンプトとカーソル)
20. STOP キーを 2 回押す (ハードディスク保護のため)
21. PC 本体スイッチ OFF

X線回折装置本体の電源OFFの手順

- 2 2 . kV と mA をゼロまで下げる。X-RAYS を OFF
- 2 3 . 本体パネル左下 200V と 100V の電源を OFF
- 2 4 . 20 分後、送水装置の吐出バルブ（上の方の赤バルブ）を閉める。送水装置のコンセントを抜く。壁の配管の水を止める（レバーを水平に）。
- 2 5 . 壁の 200V のブレーカーOFF

新しいフロッピーディスクを使うとき

2DD のフロッピーディスクを使用する(または昔、市販されていた PC-9801 用 1.2MByte のもの)。通常の 2HD フロッピーは使用不可。

- 2 6 . ファイルメンテナンス データディスクの初期化 フォーマットされていませんと出るので、フロッピーディスク（B ドライブ or C ドライブ）を初期化する
ハードディスクはAドライブ、フロッピーがBドライブとCドライブ(注意)。今の PC と異なるので注意。
ハードディスクからフロッピーへのデータの移動もファイルメンテナンスのメニュー中で行う。
A B のファイルコピーを選んだ後、F8（ディスク）を押して、ディスク内容表示。
でファイル名にチェック*を付けて（ で解除） F9（カーソル）でカーソル右に飛ばして、コピー後のファイル番号にも*を付ける。カーソルでカーソルを左に戻してから、ファイル番号を枠内にも入力し、Enter。指示に従って、さらに Enter。（コピー後のファイル番号の指定は 2 箇所で行うことになる）

その他のメモ

- ・ 2007 年 6 月 19 ~ 21 日にかけて 2-104 にあったものを、3-121 に移設。
- 移設、調整担当は京都島津計測サービス（株）平尾裕信氏
- ・ 発散スリット 1°、散乱スリット 1°、受光スリット 0.1mm
(発散スリットと散乱スリットは刻印を向かい合わせ。受光スリットは刻印を検出器側へ向ける)
 - ・ オレンジ色でシャッター閉、赤でシャッター開き。(左側がオプションなので右側を見る)
 - ・ 5 ~ 14 日あくど、Short Aging が必要。20 kV, 10 mA から、(10 mA のまま) 30 kV, 40 kV, 50 kV と上げていき、それぞれで 1 分保持する。14 日以上あいた場合、Long Aging が必要。Short Aging と同じ電圧でそれぞれ 3 分保持する。
 - ・ 測定できるのは $2\theta = 163 \sim 2^\circ$ の範囲。
 - ・ データベースとの一致は $R=0.8$ 以上でよい。標準シリコンで 0.86 だった。
 - ・ 高価な無反射板も備品としてあり。
 - ・ リガクのセルを使うと高さが合わないので調整が必要。
 - ・ 2007 年 6 月現在、シンチレータ、X 線管球がかなり劣化している。
 - ・ 循環冷却水のポンプが空気をかんだ場合、呼び水用の孔（写真）をレンチで開けて、呼び水を入れる。
 - ・ PC 本体と XD-D1 本体の接続は PIO 仕様のケーブル（島津独自？）で行う。
 - ・ No.128 に標準シリコンのデータが入っている。