

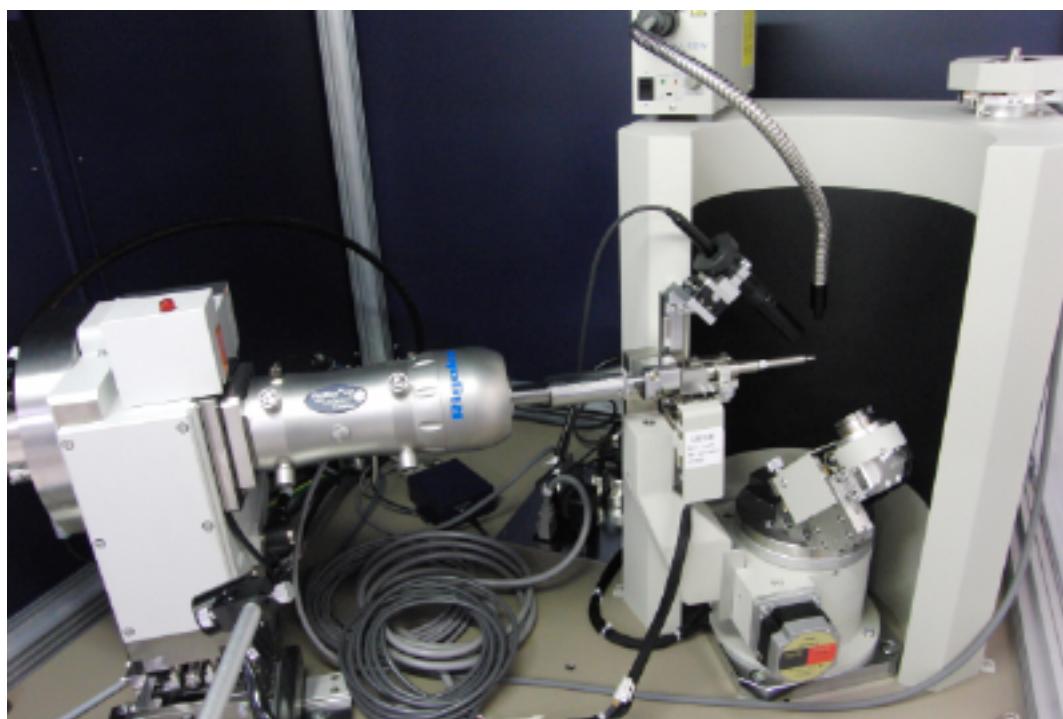
# RINT RAPID II簡易マニュアル

RINT RAPID IIの簡易マニュアルです。詳細については正式マニュアルをご覧ください。光学系の調整、精密な測定や応用測定等についてもマニュアルを参照してください。ただこの装置についている集光ミラーが新しいものだった関係で、これらのマニュアルには出ておらず、読むときに注意する必要があります。不明な場合は神崎に尋ねてください。以下の記載は、Cuターゲット、手動XY軸ステージの標準構成で、反射法での測定を想定しています。ターゲットの交換、調整、試料ステージ等については神崎に尋ねてください。

装置管理者：神崎正美

(TEL 3971; mkanzaki@okayama-u.ac.jp)

2010/04/16 (last revise: 2017/01/03)



RINT RAPID II CMF-DW

## RINT RAPID IIの概要

Cu/Mo回転対陰極 (1.2 kW)

集光ミラー(VariMax DW)

ゴニオメーター( $\omega$ ,  $\phi$ 軸回転・揺動可)

コリメータ直径：10, 30, 50, 100, 300, 800  $\mu\text{m}$

湾曲イメージングプレート検出器 (カメラ半径: 127.30 mm)

## 警告：

**1.部屋の利用マナーが悪すぎる。装置や部屋を汚した場合  
には掃除すること。部屋でサンドペーパーを使うなどの汚  
染するような作業は行わないこと。今後も改善されない  
場合には、利用制限（神崎管理下での使用）を課す予定  
である (2016/06/18)**

2. 使用前にフィルムバッジを装着すること（この装置は遮蔽窓内が管理区域となりますが、念のため）。
3. ズームレンズの操作はやさしく行なう。カメラに余分な力を加えるとクロスヘヤー位置がずれ、測定位置が不正確になる。

（以下で””で囲っているのは本体のスイッチなど、「」で囲っているのはPC上のオブジェクト等）

## 使用方法

以下の5ステップは通常不要だが、起動しない時はこれらをチェックする（停電後など）。

1. RINT RAPID II装置本体背面のブレーカーをON位置にする。
2. 本体前面下側の電源スイッチをON。
3. X線発生装置背面のブレーカーをON位置に回転する。
4. X線発生装置(以下XG)の前面の扉を開けて、“MAIN POWER”をONする。
5. 冷却水循環装置前面のブレーカーをONにする。

## 通常はここからスタート

6. 普通Cuターゲットになっているはずであるが、本体防X線扉内に置いているターゲット切り替え器の表示がどっちになっているかを確認する。もし希望するターゲットではない場合は神崎まで連絡。
7. Heガスを流す。SmartLab裏のHeボンベのバルブを開き、右側の流量計を25 mL/minに調整する。XG上面においている操作盤のバルブがDirect位置ではガスは停止するようになっている。またHe-path側は現在つながっていない。もしガスが流れない時は流量計のバルブをチェックする。
8. 制御用PCを起動。デスクトップの[RAPID\_XRD]アイコンをダブルクリックして、データ収集ソフトを立ち上げる。前回の条件を反映させるかどうかのメッセージが出る。通常は[はい]をクリックする。
9. データフォルダーの設定画面が出てくる。ここでは新しいフォルダーを作れないようなので、予めデータをセーブする自分用のホルダーを作っておく。そしてそれを選択する。

- 10.測定メイン画面が立ち上がる。もし英語表示が必要なら、ここでプロジェクトメニューから、言語で英語を選ぶ(またはALT-P-L-Eのキー操作)。
- 11.X線発生装置前面の操作パネルの左端の”VACUUM“で、”START”スイッチを押す(既にONのままになっていることもある)。真空度は操作パネルの”STATE”で確認できる。”MODE”スイッチを何度か押して、IGを表示させる。**200 mV(0.4 mPa)以下になるまで待つ。**
- 12.操作パネルの”X-RAYS”の READYランプが点灯し、かつ真空度が200 mV以下になったら、”X-RAYS”の”ON”スイッチを押す。冷却水が流れ始め、最小負荷の20 kV, 10 mAで立ち上がる。その過程で真空度が悪化すると止まることがある。その場合は真空度が200 mVよりも十分低くなってから、再度”ON”スイッチを押す。READYランプが点灯しない時は、防X線扉が開いていないかチェックする。
- 13.最初に電圧をCuターゲットの場合40 kV (Moの場合、50 kV)まで真空度にも注意しながら、ゆっくり上げる、その後で電流をCuの場合30 mA(Moの場合は24 mA)まで上げる。安定しない時は、負荷を下げて様子を見る。Cuターゲットの場合、最終的に40 kV, 30 mAにする (Moターゲットの場合は50 kV, 24 mA)。焦点位置が安定するには1.5時間くらいかかる。そのため**立ち上げ直後に測定すると強度が非常に低いことがある。**

### サンプル設置と位置調整

- 14.試料設置等のために防X線扉を開けるには、“Safety Release”の”DOOR”ボタンを押す。最初連続ビープ音とボタンが黄色に点灯するが、その後ビープ音は断続音に、ボタンは点滅する。この状態になってから、防X線カバー扉を開ける。作業が終了したら、全ての開けた扉を閉めるとビープ音は止まり、ボタンのランプも消える。もし”DOOR”を押さずに防X線カバー扉を開けると、X線発生は自動的に止められてしまう(再度電圧電流を上げる必要がある)。
- 15.蛍光灯の照明が上部にあるので、必要に応じて使う。本体正面下部の照明ボタンは使えない。
- 16.試料や特殊な試料ホルダー等が載っていると、初期化で軸が回転した時にコリメーターとぶつかるかもしれない。試料台に手動XYステージ以外が乗っている時は外す。また手動XYステージについている試料ホルダーおよび試料は外す。
- 17.ステージを外す場合にはネジ位置等の関係で、軸を回転させる必要がある。そのために「マニュアル」メニューから、「ゴニオメータ制御」を選択する。「Gonio control」ウィンドウで回転させる軸を選び、「移動」を選び、回転角を指定して「OK」ボタンをクリックするか、ジョグボタンで少しずつ回転させる。ステージとコリメーターがぶつからないように慎重に行う。
- 18.「デバイスチェック」ボタンをクリックして、各軸の初期化等始める。
- 19.初期化が終了したら、手動XYステージがついていないなら取り付ける。その場合、 $\omega$ を45°、 $\phi$ を0°にする。ピンがあるので、それを合わせる。2つのネジで止めるが、 $\phi$ を回転させてネジを止めやすい位置にする。
- 20.現在付いているコリメーターが使いたい径のものをチェックする(コリメーターにラベルが貼ってある)。違う場合は必要なものと交換する。交換はコリメーター取り付けネジを緩めて行う。コリメーターは丁寧に扱う。

- 21.メインウィンドウのアタッチメントステージ部分の表示を確認し、現在ついているステージと異なる場合は、「変更」ボタンをクリックし、正しいものに変更する。試料ホルダーについても同様。これらの設定でソフトリミッターを設定しており、間違えていると試料ホルダーとコリメーターをぶつける可能性がある。回転のリミッタ値は、「Gonio control」ウィンドウ画面に表示されている。コリメーターの長さは全て同じではなく、特に**300  $\mu\text{m}$ 径コリメーターは長め**であるため、交換時にぶつけないように注意する必要がある。
- 22.適切な高さの試料ホルダーに試料を両面テープや粘土で固定し、ステージに取り付け、試料ホルダー固定ネジで固定する。 $\omega$ を90°にすると、試料ホルダー面がカメラ軸と垂直になり、試料を最も観察しやすいので、位置合わせはこの角度で行う。高さの関係で試料がカメラで観察できない場合はホルダーを変更する。
- 23.「CCDカメラ」ボタンをクリック。CCDキャプチャー画面が現れる。ファイバー光源を点灯し、試料に当てる。カメラのズームを最小にして、手動XYステージの2軸、試料前後軸を使って、試料の見たい部分をキャプチャー画像のクロスヘアに持ってくる。ズームを最大倍率にする。フォーカスを合わせる。ここで $\phi$ 軸を「Gonio control」ウィンドウを使って回転させてみて、クロスヘアからずれないことを確認。**回転でクロスヘア位置からかなりずれるときはクロスヘアの調整が必要となる**。この文書後ろの”クロスヘアの調整”を参照するか、または神崎に調整を依頼してください。なお画面上のスケールは、**最大ズーム時に最小目盛りが20  $\mu\text{m}$ となる**。
- 24.CCDカメラウィンドウのメニューから試料画像のキャプチャーが可能である。測定位置を記録に残したい場合はクロスヘアも同時に撮影する方を選ぶ。
- 25.反射法で測定を行う場合（通常の測定）、 $\omega$ 軸を30-20°付近にコリメーターとぶつからないように注意深く回転させる。特に低角で取りたい場合は試料を小さくし、「小型反射」を選択する必要がある。 $\omega$ 軸回転時に試料がクロスヘアから少し移動したら、試料前後軸を微調整してクロスヘアに戻す。もし回転時にフォーカスが大きくずれる、大きく移動するならば、CCDカメラのフォーカス位置が $\omega$ 軸と $\phi$ 軸の交点からずれており、CCDカメラのフォーカス調整が必要であり、この文書最後の”カメラのフォーカス調整”を参照するか、または神崎に調整を依頼してください。
- 26.透過法（X線ビームが試料を透過する）の場合は**ビームストッパーをコリメーターにセットする**。反射法の場合は、試料自体でX線が吸収されるならば、ビームストッパーを使う必要は普通はない。しかし試料が薄い、または試料のごく先端を狙うような場合にはX線が直接イメージプレートに当たる可能性がある。もしテスト測定の**イメージにダイレクトビームが見られたなら、反射法でもビームストッパーを設置すること**。
- 27.位置合わせと $\omega$ 軸回転が終了したら、ファイバー光源、照明など消し、防X線カバー扉を閉める。ビーブ音が止まる。

## 測定



- 28.測定メインウィンドウで、「標準測定」タブにファイル名やメモ、X線条件、測定時間を設定する。なおX線条件はCuの場合、40 kV, 30 mAになっていることを確認。
29. $\omega$ 軸、 $\phi$ 軸のところで「条件」ボタンをクリックし、設定する。 $\omega$ 軸は現在の角度に設定する（この設定が現在の値よりも低角であると、測定開始時にその角度に移動するため、コリメーターとぶつかる可能性がある）。
- 30.軸を回転・揺動する場合も、 $\omega$ 軸、 $\phi$ 軸のところで「条件」ボタンをクリックし、設定する。反射法の場合は一般に $\omega$ 軸はあまり揺動する余裕がないので固定にして、試料とコリメーターとの干渉がなければ $\phi$ 軸を回転又は揺動させる。軸の動作については「動作テスト」ボタンをクリックして確認できる。ボタンが「STOP」に変わるので、確認が終わったらボタンをクリックする。
- 31.測定条件を確認して、「測定/実行」をクリックする。IPの消去、露光、イメージファイルの保存、変換と保存が行われる。測定が終わるまで、露光時間+数分余分にかかる。現在の処理状況は、メインウィンドウ左の「装置の状態」に表示されている。
- 32.測定終了すると、2次元データが画像タブ内に表示される。データ処理の専用ソフトウェア「2DP」が別に用意されている。デスクトップに2DPアイコンがあるので、ダブルクリックする。2DPの操作は基本的には左側のフローバー中のボタンを上からクリックしていくだけである。1次元化したら、データをセーブする。相の同定などにはPDXLソフトウェアを利用でき、SmartLabの時と同様に処理できる。現在、QualX2というフリーの定性分析ソフトもインストールしている。その利用のためには回折データを.asc形式でセーブして、それを制御用PCにあるasc2datというアイコンにドラッグ&ドロップする。できた.datファイルをQualX2で読み込む。QualX2については別途マニュアルを用意している。なお、PDXLはライセンスの関係で自分のPCで動かすことはできないが、QualX2は個人のPCでも利用出来る（登録は必要）。
- 33.非常時には前面左下の非常停止ボタン”EMO”を押す。復帰させるにはボタンを時計回りに回転し、安全を確認した後に、ステップ1から始める。「RAPID\_XRD」も再起動させる。
- 34.部屋の温度が高い場合はエアコンの設定温度を下げる。冷却水循環装置は室内空気を利用してため、室温が高いと水が十分冷却されない。
- 35.起動しない、回折線強度が異常に弱い等の問題があったら、神崎まで連絡する。

## 停止

- 36.安定した状態における、真空度 (IG)、フィラメントカレント値をログノートを記録しておく。フィラメントカレントは、X線発生装置の前面扉を開けて、内部に表示されているものを読む。
- 37.本体のシャッター赤ランプが消えていること、操作パネルの”SHUTTER2”の”OPEN”ランプが消灯していることを確認する。
- 38.先に電流を10 mAまで落とす。次に電圧を20 kVまで落とす。この操作はPC側からもできる。
- 39.”X-RAYS”の”OFF”スイッチを押す。電圧、電流がゼロになる。
- 40.数分待つて”POWER”を”OFF”にする。しばらくすると自動的に冷却水が止まる。
- 41.必要ならPCを停止する。

42. **Heガスボンベのバルブを止める。** 残りHeガスが少ない時は山陰酸素等に注文するか、神崎に連絡する。
43. **真空引きはX線停止後も1時間以上続けてから停止（次項）。**
44. 真空引きの停止。操作パネルの”VACUUM”の”STOP”を押す。自動的に停止動作をする。なお、**ごく近いうちに再度使用する予定がある場合は真空引きは停止せずにそのままでもよい。**
45. ログノートに使用者、使用日時、**使用時間**、真空度、フィラメントカレント値、Heガス圧、水温、その他気づいたこと等を判読できるように記録する。**毎年、装置の稼働状況を文部科学省に報告する必要があり、その時に使用者の所属、使用時間等の情報が必要となる。**また修理や更新時の予算要求の根拠にもなるので、かならず記入すること。なお、**共同利用等の学外の利用者の方は、所属もはっきり書いてください。**
46. **サンプルは回収したか？USBメモリーを忘れていないか？**

## メモ

1. 操作パネルの”SHUTTER1”は現在関係ないので、使用していない。
2. Heガスは集光ミラーの保護とX線吸収の低減のために流す。リガク技術者によると、X線によるミラーの損傷はあまりないが、Cu波長での吸収低減の効果は大きいとのこと。
3. 反射法において、低角側の反射が試料自体の影となって測定が難しい。なるべく小さい試料ホルダーで、ぶつからない範囲で $\omega$ 軸角度を小さく設定する。なお、傾けることで実際のX線照射領域がコリメーター径よりも横方向に広がっていることに注意。
4. PC側からX線発生装置が制御ができない場合は、X線発生装置の前面扉を開けて、左端の”SHT MODE”の2つのスイッチのうち、2番が”REMOTE”側になっているか確認する。
5. 冷却水循環装置で温度異常がでる場合があります。その場合はブレーカーを一度切ってください。
6. 冷却水循環装置裏側の水位が基準線より下がっている場合は蒸留水を補充するか、神崎に連絡してください（神崎が定期的にチェックしている）。
7. ミラーによりビームは150  $\mu\text{m}$ 程度まで絞られているので、300  $\mu\text{m}$ と800  $\mu\text{m}$ のコリメータを使ってもその径のビームになる訳ではない。
8. 10  $\mu\text{m}$ コリメーターで測定することは可能だが、回折線はかなり弱くなる。
9. 停電からの復帰時にピープ音がするが、これは真空が落ちたことによる、ターゲット切り替え部分でのエラー発生による。真空をONにするとピープ音は止まる。
10. トラブルがある場合は、電源を全て落として、最初から立ち上げ直す。それでも、トラブルが続く場合は、トラブル内容（エラーの出るところ、メッセージ、エラー番号など）を神崎まで連絡してください。
11. 2DPで処理する際に、回折線強度が弱い場合にIPイメージでのバックグラウンド処理を行うと $K\alpha_2$ の強度が本来よりも弱くなることがある。この場合はイメージでのバックグラウンド処理は行わず、1次元化してからのバックグラウンド処理を行う。

- 12) QualX2を使った同定の場合、出てくる相の番号（7桁の数字）は、回折パターンを計算した時に使ったCODのデータベース番号と一致している。その構造についての情報は簡単に得ることができる。ウェブブラウザで、[http://www.crystallography.net/\\*\\*\\*\\*\\*.cif](http://www.crystallography.net/*****.cif)でアクセスすれば(\*\*\*\*\*はその7桁の数字)、構造データ(cifファイル形式)をダウンロードできる。そのcifファイルを結晶構造3D表示ソフトVestaでオープンすれば、構造を眺めることができる。
- 13) Macユーザーの場合は、神崎のwikiページで、結晶構造の検索、ダウンロード、Vestaでの表示を自動的に行うPythonプログラムを公開しているので、それを利用できる。

## ビーム位置の確認 (2017/01/03追加)

1. 余震などでビーム位置がずれている場合がある。ここではビーム位置がずれてないかどうかをユーザーが自分でチェックする方法を述べる。次項のクロスヘアの調整を実施しておく。
2. 蛍光ディスクがついた試料ホルダー（柵下のデシケータ内に保管）を試料台に取り付ける。ピントを蛍光ディスク表面に合わせる。カメラで観察している状態で、試料用ファイバー照明の電源を落とし、内部の蛍光灯を消す。防X線扉を全て閉じる。
3. X線発生装置の前面扉を開けて、左端の”SHT MODE”の2つのスイッチのうち、2番を”XG”側にする。パネル面のSHUTTER2のOPENスイッチを押す。シャッターの赤いランプが点灯する。この状態でX線ビームが蛍光ディスクに当たっている。
4. カメラ画像を見て、X線像（非常に弱い）がクロスヘアの中心にあることを確認。なお、X線像は上下に伸びた楕円形になっている（45度傾いているので）。もしクロスヘアの中心から大きくずれている（1目盛より大）の場合は、神崎に調整を依頼すること。
5. 終了したら、SHUTTER2のCLOSEスイッチを押して、シャッターを閉じる。X線発生装置の前面扉を開けて、左端の”SHT MODE”の2番を”REMOTE”側に戻す。

現在、以下の調整で使う「垂直ピンホール治具」が行方不明である。行方を知っている場合は戻すこと。これらの調整ができない場合は神崎に依頼すること。

## クロスヘアの調整（よくズレています）

1. クロスヘアはよくずれていることがあるので、毎回使用時最初にチェックすること。また、ずらさないためにはCCDカメラの倍率変更はやさしく行う。
2. CCDカメラで最大倍率で観察している状態で、 $\phi$ 軸回転をした時に回転中心（普通の状態では試料の測定したい部分）がクロスヘア位置からずれる場合に以下の調整を行う。
3. デシケータに保存している垂直ピンホール治具（試料ホルダーのような形状で中央に30  $\mu$ m径の穴があるもの）を手動XYステージの取り付ける。自分の測定用試料でもよい。
4.  $\omega$ 軸を90°にする。CCDカメラで最大倍率にて観察し、手動XYステージを操作して、30  $\mu$ m穴をクロスヘア位置に移動させ、表面にフォーカスを合わせる。最大倍率で観察しながら、 $\phi$ 軸を大きく回転させて、穴の中心がクロスヘア位置からずれないかを確認する。

5. ずれる場合は、まず $\phi$ 軸を回転させても移動しない、回転中心を見つける。これには穴よりは、平面の部分を見た方が分かりやすいかもしれない。
6. 回転中心が見つかったら、CCDキャプチャーのウィンドウの「Cross」メニューから、「Move Cross (Mouse)」を選択し、回転中心位置でマウスをクリックする。これでクロスヘア位置と $\phi$ 軸の回転中心が一致するはずである。もし回転中心が視野外に出る場合やクロスヘア位置が極端に視野の縁近くになる場合はカメラの取り付け位置の調整が必要であり、神崎まで連絡してください。
7. 穴を新しいクロスヘア位置に移動させる。そこで $\omega$ 軸を $90^\circ$ から $30^\circ$ に移動させる。このとき穴の位置がクロスヘアから少しずれる場合は、試料前後軸で戻す。これで $\omega$ 軸と $\phi$ 軸の交点、クロスヘア位置とフォーカス位置で記録されたことになる。 $\omega$ 軸の回転により、穴のピントが大きくぼけ、移動する場合には、CCDカメラ側の焦点調整が必要となります。次の”カメラ側フォーカスの調整”を行なうか、神崎まで調整を依頼してください。

### カメラ側フォーカスの調整

1. この調整は $\omega$ 軸を $90^\circ$ から $30^\circ$ に移動させた時に試料位置がクロスヘア位置からずれる時に行かない、カメラ取り付け部にあるフォーカス調整用の1軸ステージを動かす。
2. 最初にクロスヘアの調整をする（前項を参照）。
3. デシケーターに保存している、垂直ピンホール治具（試料ホルダーのような形状で中央に $30\ \mu\text{m}$ 径の穴があるもの）を手動XYステージに取り付けて、最大倍率で観察する。XYステージ移動で、治具の穴の中心とクロスヘア位置を一致させ、穴に焦点を合わせる。もし回転中心
4. カメラ側フォーカス調整用の1軸ステージにはロックネジがあるので、調整前に緩めておく。
5. この状態で $\omega$ 軸を $90^\circ$ から $30^\circ$ に移動させる。穴のフォーカスがずれ、穴がクロスヘアから移動するので、カメラの取り付け部分にある1軸ステージのマイクロメーターを使って、穴の中心をクロスヘア側に少し戻す。
6.  $\omega$ 軸を $30^\circ$ から $90^\circ$ に戻す。試料前後軸でフォーカスを合わせる。XYステージで穴のセンターをクロスヘアに移動させる。
7. 5と6を数回繰り返すと、穴が回転でクロスヘアから移動せず、かつ焦点が穴に合った状態になる。
8. フォーカス調整用1軸ステージをロックし、終了。