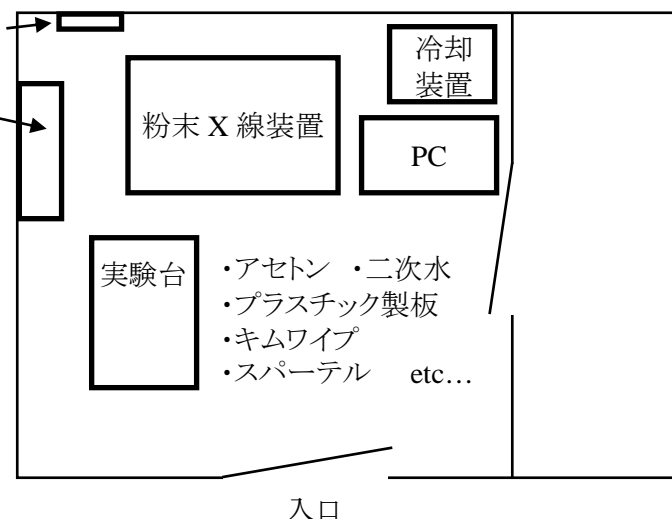


# 粉末 X 線回折

機器分析センター 105 (配置図)

備品 ・発散縦制限スリット  
・ガラス板 etc...

## 粉末 X 線回折装置内部



- ① 発散縦制限スリット
- ② サンプルホルダー

## 使用方法

### □ 前準備

1. 粉末 X 線装置の後ろにあるブレーカー 2 つを ON にする
2. 冷却装置の電源を ON
3. 粉末 X 線装置の本体のつまみを ON にする

本体左のオペレートランプが緑色に点滅後、点灯すると使用可能  
**赤色に点滅 → 異常**

その点滅間隔で異常な場所が判明。  
確認をし、**連絡をする!!**

4. パソコンの電源を入れる

ログイン画面でパスワードを記入せずに Enter

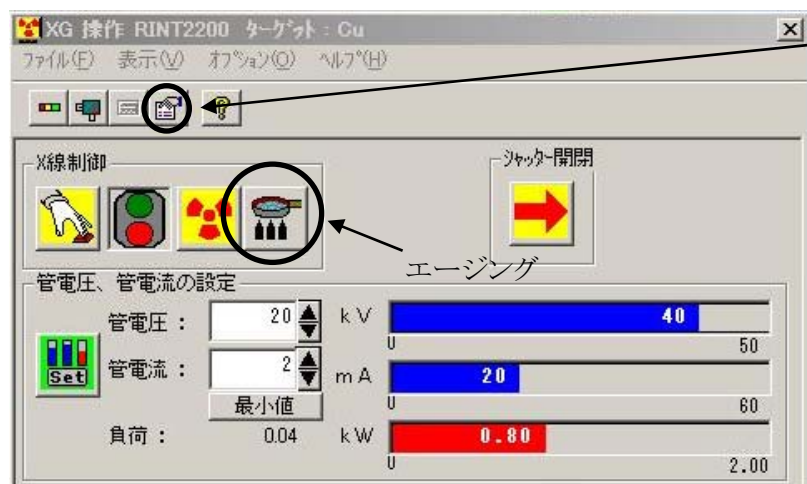
デスクトップの右下のアイコン と が赤から青になれば使用準備完了

パソコンと粉末 X 線装置の接続の確認。  
これができていないとパソコン上で装置を操作できない。

<<参照>>



5. デスクトップの Rigaku フォルダを開く
6. 制御装置フォルダを開く
7. XG 操作アイコンをダブルクリック
8. エージングを実行



### XG 操作のプロパティ

エージングの設定ができる  
現在は・・・  
5 分ごとに管電圧、管電流を徐々に上げる設定 (一般的)  
そのため、エージングにかかる時間は約 25 分。

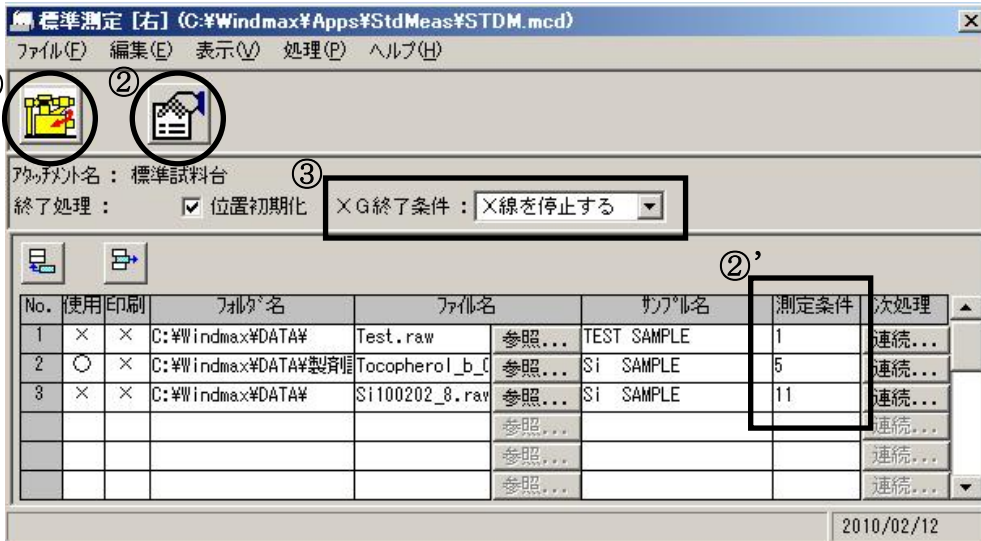
□ 測定

1. Rigaku フォルダ

2. 右測定フォルダ

3. 標準測定アイコンをダブルクリック

- 使用するフォルダ名の左を○にする (ファイルが保存される場所)
- ファイル名、必要ならばサンプル名をつける
- ②'の測定条件の数字をクリック (②のクリックでも可)
- 下記の表を参考に測定条件を設定 (1~100 までの設定が保存可能)
- 位置初期化へチェック
- ③XG 終了条件 続けて測定するサンプルがある場合; X 線を維持する  
最後のサンプルを測定する場合; X 線を停止する に設定

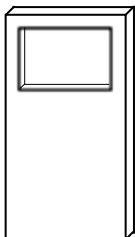


- ① 測定
- ② 測定条件
- ②' ダブルクリックで測定条件設定画面へ

• 走査軸	2θ or θ	• 測定方法	連続(これのみ)
• 計数単位	cps or count	• 開始角度, 終了角度	5 ~ 350 Max; 900
• サンプリング幅	0.02 (一般的)*1	• スキャンスピード	5 θ/min Max; 100 θ/min *2
• 電圧	40 kV	• 電流	20 mA
• 発散スリット	1/2° (通常)	• 発散縦制限スリット	10 mm (通常) *3
• 散乱スリット	開放	• 受光スリット	開放

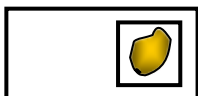
- \*1 ピークがシャープな場合は小さく、ブロードの場合は大きくする
- \*2 10 θ/min までは解析に問題なし
- \*3 2 mm、5 mm、10 mm がある。これは自分で機械にセットする (設置場所は p1 参照)

4. サンプルをガラス板へセット後、サンプルホルダーに手前がサンプルとなるように設置  
粉末 X 線回折装置の扉を開閉する時は DOOR ボタンを押す (閉めてもう一度押すと音が止む)

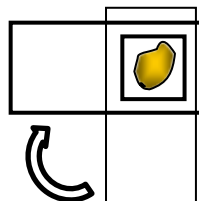


**ガラス板**  
深さが 0.2 mm と 0.5 mm がある。サンプルの量に適したガラス板を用いる。

サンプルのセット法  
① サンプルを適量入れる (100~200 mg 程度) 粒子径は 10 μm 程が望ましい



② プラスチック製板を用いて押しつぶす



③ 完成 平らになっているかチェック!!



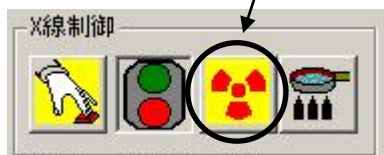
注) プラスチック製板にはアセトンを使わない!!

5. 測定開始をクリック

最初の測定のみ発散縦、散乱スリット、受光スリットについて確認があるがすべて OK

## □ 測定終了後操作

- 1.最後のサンプルの測定前に、XG 終了条件を [X 線を停止する] とし、測定する  
ここで、停止し忘れた場合は、XG 操作アイコン中の **X 線停止タブ** をクリック



- 2.X 線が完全に停止後、しばらくすると冷却装置のポンプが止まるので、電源を OFF
- 3.粉末 X 線装置の本体のつまみを OFF にする
- 4.本体後ろの 2 つのブレーカーを OFF
- 5.パソコンの電源を OFF (データ処理終了後)

## □ データ処理

- 1.デスクトップ上の PPXL を起動  
パスワードを記入せずに Enter
- 2.ファイルから測定データを読み込むをクリック  
このソフトでは・・・  
自動検索にてサンプルの特定のピークから化合物を同定など様々な機能が付与されている  
必要に応じて解析等を行う
- 3.レポートを作成するをクリックし、必要なデータを Word ファイルにて保存  
ファイルを USB フラッシュメモリなどに保存し持ち帰ることができる

## 他にも・・・

デスクトップ上の Rigaku → 基本データ処理 → 多重記録

以前の粉末 X 線装置と同様の解析も行うことができる。データは印刷して持ち帰る