

XRD (Miniflex) ユーザールール & 簡易マニュアル

2022 Aug 31

管理者： 和田（谷池研） toruwada@jaist.ac.jp

代表ユーザー（各研究室に数名）：西村先生（西村研）、Chammingkwan 先生（Chammingkwan 研）、高田先生（金子研）、和田（谷池研）

ユーザー：その他

一般

- ・ライセンス制： 代表ユーザーが各研究室の学生などにインストラクションを実施する。インストラクションを受けていない人物は利用できない。インストラクションを受けた人物を管理者がメーリングリスト(xrd-mi@ml.jaist.ac.jp)に登録する。
- ・サンプルチェンジャーはしばらくオプションとして運用。使いたい場合は管理者に相談すること。
- ・メンテナンス（冷却水の交換など）、Rigaku への連絡は管理者が行う。

ユーザー向け

- ・毎回ログノートに必要情報を記載する（日時、研究室、氏名、連絡先、その他（サンプルチェンジャー利用の有無など））。
- ・予約の必要は無し。
- ・データは各研究室ごとに定められたフォルダに保存する。DB への保存はしない。
- ・PC はスタンドアロンで運用。データの取り出しへは原則 CD-RW を用いる。
- ・原則としてスリット類は交換しない。交換したい場合は代表ユーザーの指示を仰ぐこと。
- ・測定後の試料を含め、ゴミは各ユーザーが毎回持ち帰ること。装置の汚れは毎回清掃すること。Dust tray も汚れていたら清掃すること。
- ・一般的な試料セルは貸し出し可能。管理者に相談すること。
- ・データベース（COD）を用いて結晶相の同定・定量を実施した場合、学会発表資料や論文の謝辞に必要事項を記載すること（COD 利用規約を参照）。
- ・ルールの逸脱（ログノートへの記入漏れ、試料の放置など）が複数回認められた場合、利用を制限する可能性が有る。

Administrator: Wada (Taniike lab) toruwada@jaist.ac.jp

Representative users: (a few people in each lab): Chammingkwan (Chammingkwan Lab), Nishimura (Nishimura lab), Takada (Kaneko lab), Wada (Taniike lab).

Users: other than above

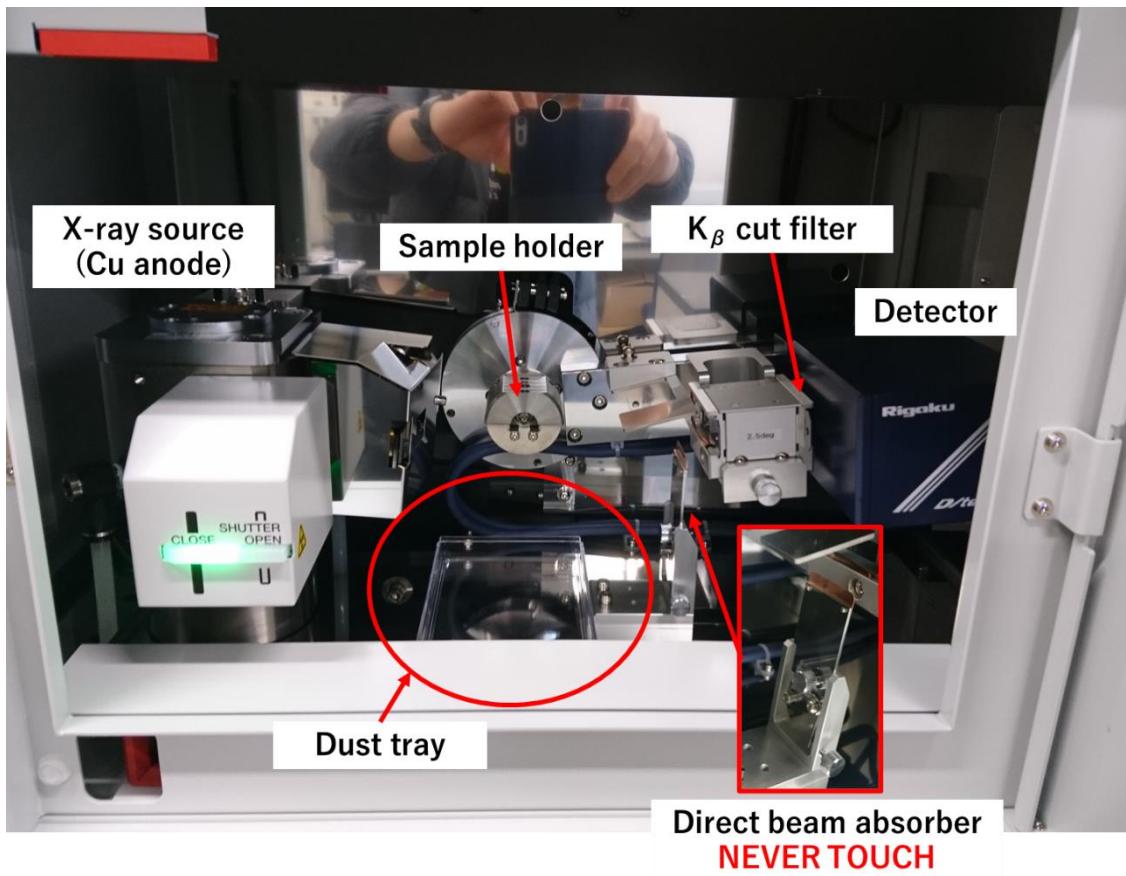
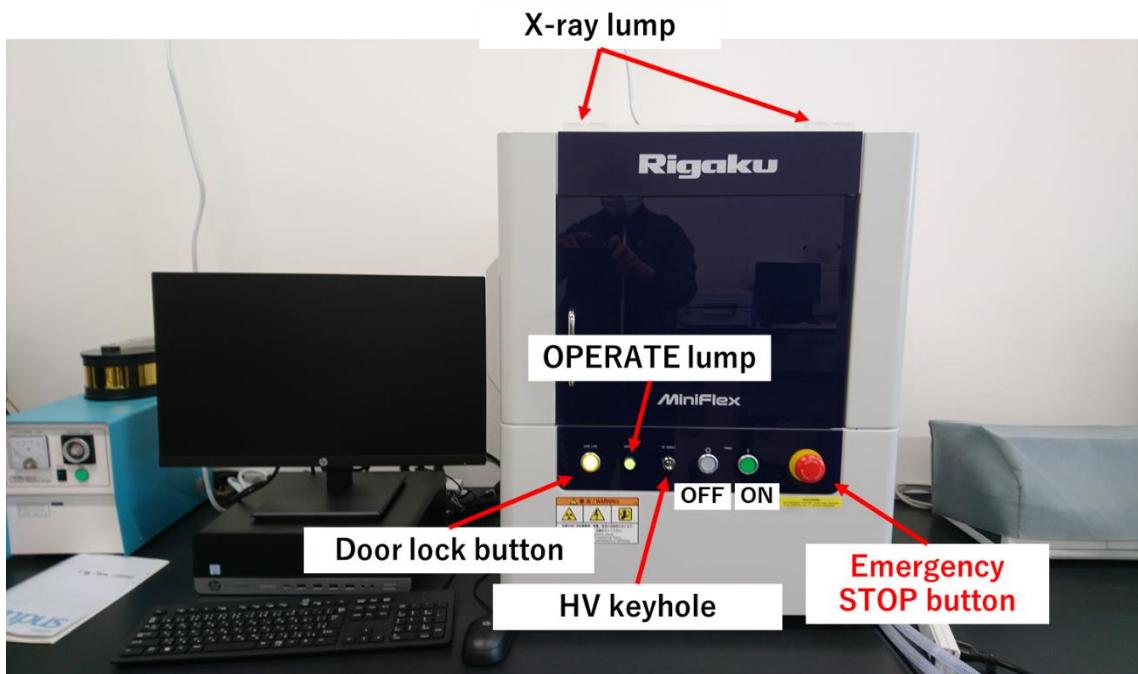
General

- License system: A representative user provides instruction to users in each laboratory. Anyone who has not received the instruction must not use the machine. The person who received the instruction is registered in the mailing list (xrd-mi@ml.jaist.ac.jp).
- When you want to use sample changer unit, consult with the administrator.
- Administrator is in charge of Maintenance (e.g. cooling water replacement) and contacting Rigaku.

For users

- Fill the log note each time (date, time, laboratory, name, contact information, and whether or not the sample changer is used).
- No reservation is required.
- Save the data in the designated folder for each laboratory, and will not be saved in the database (software specific place).
- The PC is stand-alone. The data should be transported only with CD-RW or DVD-RW.
- If you want to change the slits, consult with a Representative user.
- Each user should bring back all garbage including samples every time. Clean the equipment every time. The dust tray should also be cleaned when it is dirty.
- The usual sample plates can be borrowed. Ask Administrator.
- When you use the database (COD), the necessary information should be written in the presentation materials of the conference or in the acknowledgments of the paper (COD terms of use).
- If there are any deviations from the rules (e.g., omission of entries in the logbook, leaving samples after measurement), the use of the machine may be restricted.

Names of each part



簡易マニュアル

1. 装置前面の ON ボタンを押し、装置を起動する。
2. 点滅している Door lock button を押して消灯させる（ドアがロックされる）。前面の OPERATE ランプが点灯する。
3. PC を起動し、制御ソフトウェア SmartLab Studio II を起動する。
4. Door lock ボタンを押してドアのロックを解除し、Sample holder に試料板をセットする。**試料板が傾く仕様状、試料のパッキングが悪いと測定中にこぼれる場合があるため、Dust tray が所定の位置にあることを確認する。また、Direct beam absorber に触れないこと。Detector が壊れる可能性があるので、触れてしまった場合は管理者まで申し出ること。**試料をセットしたら扉を閉じ、Door lock ボタンを押してドアをロックする。
5. HV キーを差し、45°回転させる。
6. 冷水循環器の電源を ON にし、RunStop ボタンを押して冷水循環を開始する。**管球の電源を入れる直前に冷水循環を開始すること。**
7. Startup/Shutdown ウィンドウの Startup の RUN をクリックし、X 線管球の電源を入れる（10~20 程度かかる）。装置上部の X-ray lump が点灯する。
8. クイックガイドの【3】 - 【5-4】に従って測定を実施する。データはデスクトップ上に設けた各研究室のフォルダに保存すること。C:¥Users¥Administrator¥Data¥
9. 測定終了後、Door lock ボタンを押してドアを開け、試料を取り出す。**Dust tray も含め、試料が飛散している場合は清掃する。エアダスター等は使用しないこと。**扉を閉めて、Door lock button を押して鍵をかける。
10. Startup/Shutdown ウィンドウの XG Off をクリック→実行を選択して X 線を停止する。装置上部の X-ray lump が消灯する。
11. SmartLab Studio II を終了する。
12. **X 線の停止後、3 分以上経過してから装置前面の OFF ボタンを押して装置を終了する。**
13. PC を終了する。
14. 冷却水装置の RunStop ボタンを押して冷水循環を停止し、電源を切る。

スリット類に関する注意点：

- ✓ 入射/受光ソーラー：X 線の長手方向の発散を抑えるスリット。標準で入っているスリットは 5°。2.5°に交換するとアンブレラ効果による低角側へのテーリングを抑制できるが、X 線の強度は落ちる。入射/受光ソーラーのスリット幅は合わせること。
- ✓ DS (Divergence Slit)：管球から照射される X 線の縦の幅を制限するスリット。標準で入っているスリットはやや広め (1.25°)。小角側での照射幅が試料板の幅を超えてしまうため、2θ=10°付近～以下に主要なピークを持つ試料を測定する場合は狭めのスリット (0.625°) への交換が推奨される。強度比を気にしないのであれば 1.25°のままで問題無い。

Brief Manual

1. Press the ON button on the front to start up.
2. Press the flashing Door lock button to turn it off (the door will be locked). The OPERATE lamp on the front panel will light up.
3. Start the PC and run the SmartLab Studio II control software.
4. Press the Door lock button to unlock the door, and place the sample plate. **Make sure that the dust tray is in place, as the sample plate is designed to tilt, the sample may fall during measurement. Also, do not touch the direct beam absorber; if you do touch it, notify the administrator because it may break the detector.** After setting the sample, close the door and press the door lock button to lock the door.
5. Insert an HV key and turn it 45°
6. Turn on the cold-water circulator and press the RunStop button to start cold water circulation. **The chilled water circulation should be started just before turning on the power of the X-ray source.**
7. Click RUN in Startup in the Startup/Shutdown window to turn on the X-ray source (it will take about 10-20 minutes). The X-ray lamp at the top of the device will light up.
8. Proceed with the measurement according to [3] - [5-4] of the Quick Guide. The data should be saved in a desktop folder for each laboratory. C:\Users\Administrator\Documents
9. After the measurement is completed, open the door (pressing the door lock button to unlock) and remove the sample plate. **Clean up any scattered samples, including the dust tray. Never use dust-blowers.** Close the door and press the door lock button to lock the door.
10. Click XG Off in the Startup/Shutdown window, and then select Execute to stop the X-rays. The X-ray lamp at the top of the instrument will be turned off.
11. Exit SmartLab Studio II.
12. **Wait for over 3 minutes after the X-rays are stopped**, and then click the OFF button on the front of the device to stop the machine.
13. Turn off the PC.
14. Press the RunStop button on the cooling water system to stop the circulation, and turn off the power.

Notes regarding slits:

- ✓ Incident/receiving solar: Slits that suppress the longitudinal divergence of X-rays. The standard slit is 5°. Replacing the slit with a 2.5° slit suppresses tailing to the low-angle side due to the umbrella effect, but reduces the intensity of incident X-rays. The slit widths of the incident and receiving solar cells should be matched.
- ✓ DS (Divergence Slit): A slit that limits the vertical width of X-rays emitted from the X-ray source. The standard slit is slightly wider (1.25°). Since the irradiation width at the small-angle side exceeds the width of the sample plate, it is recommended to replace the slit with a narrower one (0.625°) when measuring samples with major peaks from around $2\theta = 10^\circ$ to below. If you do not care about the intensity ratio, there is no problem leaving the slit at 1.25.