

SmartLabの運用について

こちらの装置はオープンファシリティセンターに設置され分析部門が管理運用します。

依頼・セルフどちらも対応
土日祝を含め24時間使用可

担当者; 須田・鈴木・飯田・梶谷
連絡先; xrd@ofc.titech.ac.jp



SmartLab



【X線】

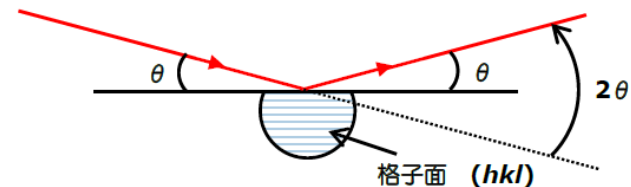
出力：9 kW (45 kV - 200 mA), ターゲット：Cu(ローター式)

【試料台】

X-Yステージ (-50 mm ~ +50 mm)、RxRyステージ (-5 deg ~ +5 deg)、
GI測定用アタッチメント、キャピラリー回転アタッチメント、
透過試料用アタッチメント、加熱ステージ (Anton paar 社製 DHS-1100)

【2θ 角度範囲】

0.1° ~ 150° (面外方向)、3° ~ 90° (面内方向)



結晶によるX線回折

SmartLab

【光学系】

入射光学系アタッチメント:

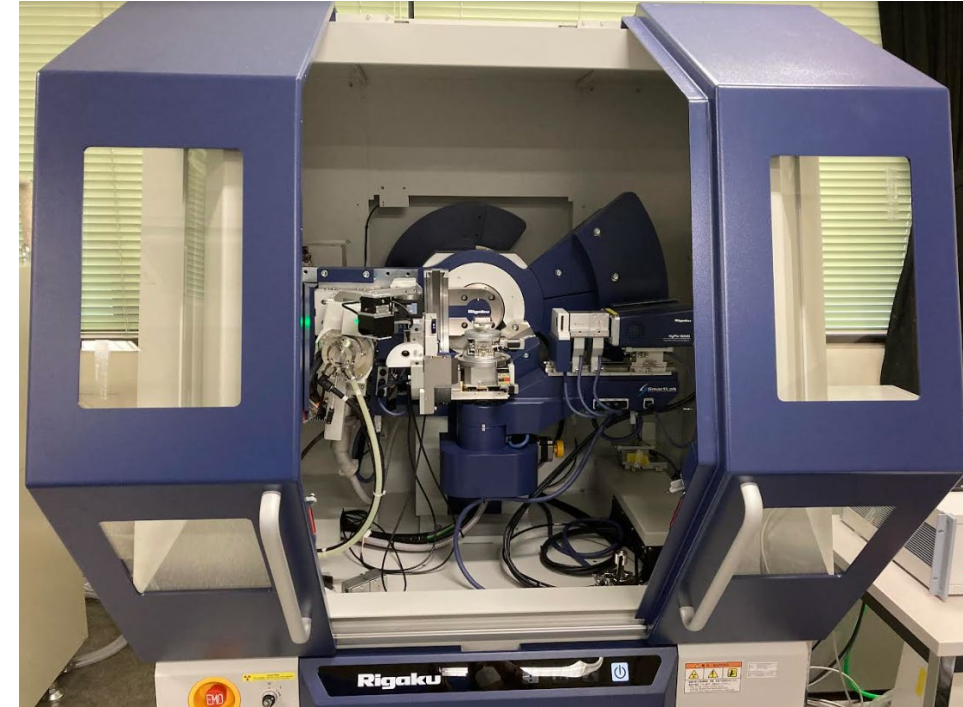
CBO (集中光学系、平行ビーム光学系)

2結晶モノクロメータ[Ge(220), Ge(400)]

4結晶モノクロメータ[Ge(220), Ge(400)]

CBO-E (集光ミラー、透過・キャピラリー測定)

CBO-f (微小部測定、2次元検出器)



受光光学系アタッチメント:

アナライザGe 2結晶 [Ge(220), Ge(400)]、USAXS用アナライザ

SmartLab



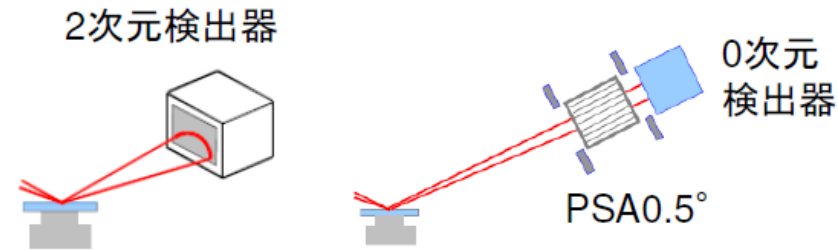
【測定温度範囲】

30 °C ~ 1100 °C

(加熱ステージ: Anton paar製; DHS-1100)

【検出器】

ハイブリッド型ピクセル多次元検出器 HyPix3000 (リガク製)



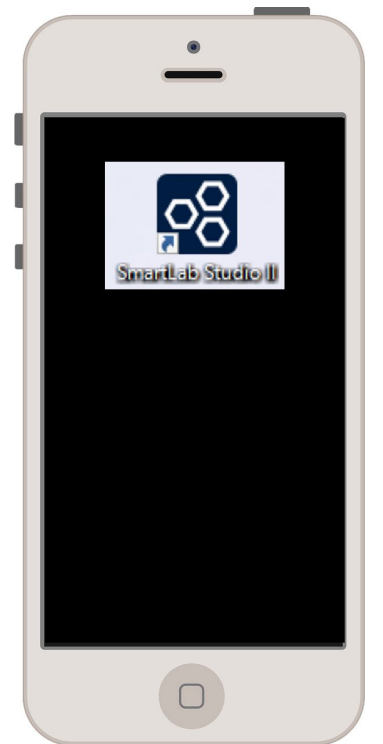
【Software】

SmartLab Studio II (外部PCにおいてPDF-5+での相同定が可能)

付属ソフト: PowderXRD、XRR、HRXRD、Texture、Stress、MRSAXS

予約のルール

- 統合設備共用システムから予約
- 利用は予約時間内に終わらせる
- 使用記録簿は丁寧にわかりやすい文字
- 使用後は速やかに実績登録
- 予約は装置占有時間
- 直前のキャンセルは極力控えて!
- 予約中のキャンセルは課金が発生!



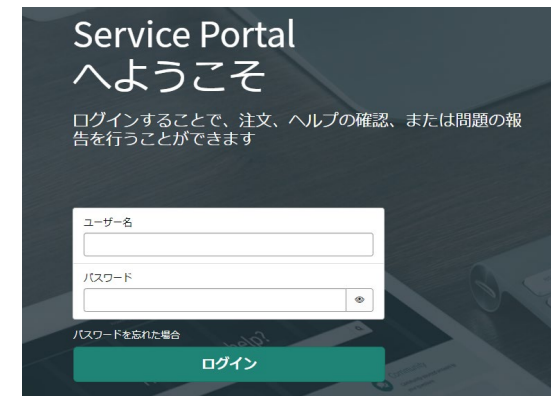
予約の方法

装置の利用は統合設備共用システム（統合システム）にて管理しています

設備表示名；Automated Multipurpose X-Ray Diffractometer (XRD)
全自動多目的X線回折装置 (XRD)
(“XRD”で検索を！)

【注意】

- ・利用の際には統合システムへのユーザー登録が必要
- ・申込時に各装置の申込書をダウンロードして記載し添付
- ・セルフ利用の場合は、ライセンス講習が必要
- ・依頼分析、ライセンス講習およびセルフ利用は有料
- ・年に1～2回程度の使用ならば依頼をお勧め



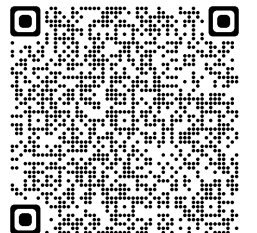
Service Portal
へようこそ

ログインすることで、注文、ヘルプの確認、または問題の報告を行うことができます

ユーザー名
パスワード

パスワードを忘れた場合

ログイン



依頼とセルフの違い

・依頼

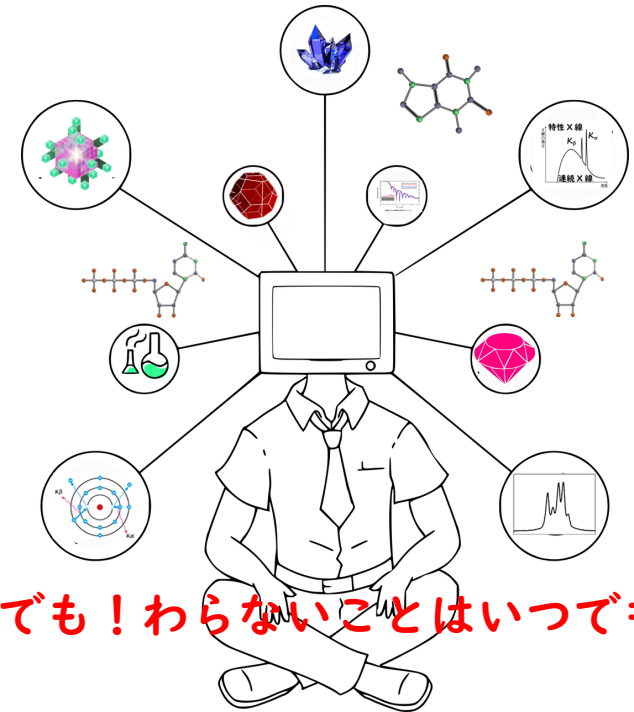
測定から解析まで担当者が行い結果を渡します。立ち会っ
ての測定、解析も可能です。

こちらでの判断が難しい場合は、立会をお願いすること
もあります。

・セルフ

自身で測定を行っていただきます。

ライセンス講習が必要です



(相談はいつでも！わからないことはいつでも聞いて！)

依頼について

- 依頼の流れ

- ①統合システムより依頼申込→依頼申込書を添付
試料情報、測定の目的等できるだけ詳しく記入
- ②依頼内容の打ち合わせ
サンプルの受け渡し等
- ③結果の送付（メールにて）

結果は試料受け取りから約2週間

ライセンス講習について

- ・ライセンス講習の流れ

①統合システムより講習の申込→講習申込書を添付

(試料情報を詳しく)

②講習日程および講習内容の打ち合わせ

(講習は、できるだけ10時からお願いします)

この装置は治具交換すべて自身で行っていただくため最初の講習は標準試料を使ってOut-of-planeとIn-planeの測定を行っていただきます。その後、コース内容に沿って講習を行います。

部屋のルール

- 飲食は決められたスペースで!
- ごみはすべて持ち帰ってください!
- 退出の際は消灯と施錠を!
- 終了時は最初の状態へ
- G棟からR3D-202室のカギを借りてください!



お願い 

使用装置に限らず異変を感じたらスタッフへ!

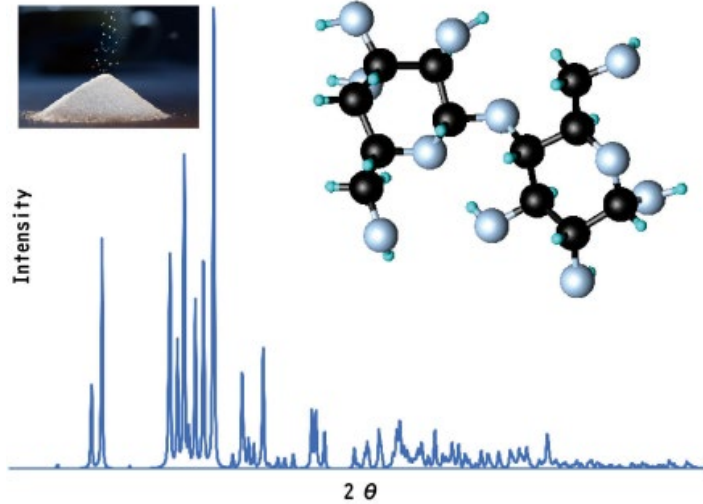
料金について

当部門のHPをご覧ください！

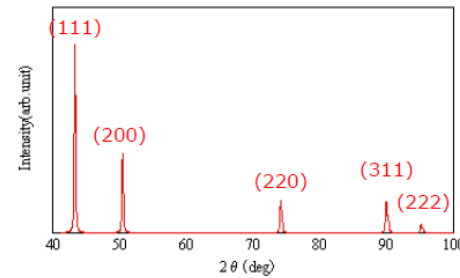
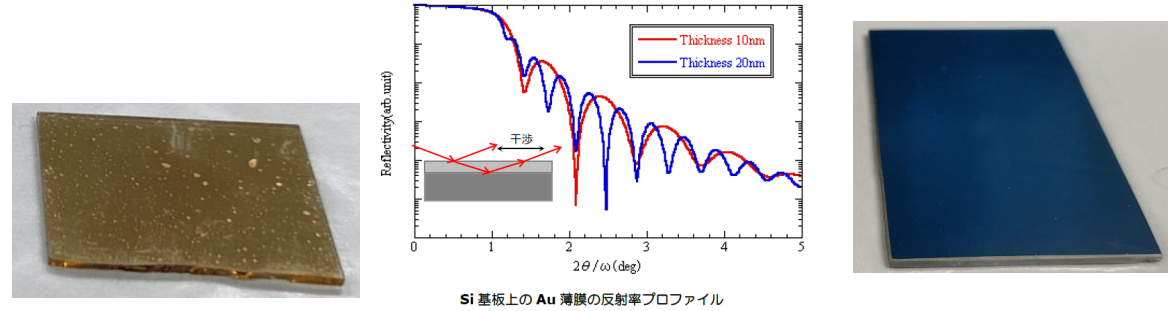
<https://www.ofc.titech.ac.jp/wp-content/uploads/cama/suzu2/gakunai/charge.pdf>

試料について

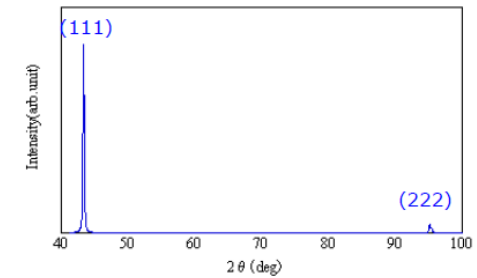
粉末



薄膜



(a) ランダムな状態



(b) 配向している状態

リガクSmartLabマニュアルより

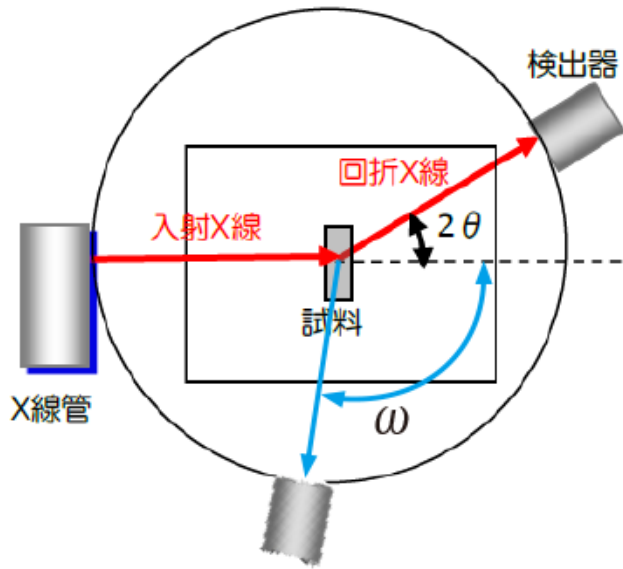
試料量は極少量～
ご相談ください

基盤の上に金属だったら数nm～
ご相談ください

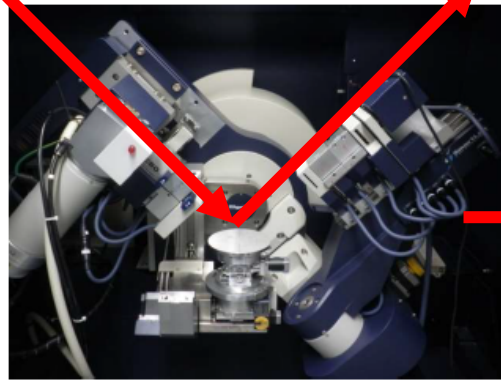
Out-of-plane と In-plane

X線回折の測定方法 各測定法のゴニオの動き

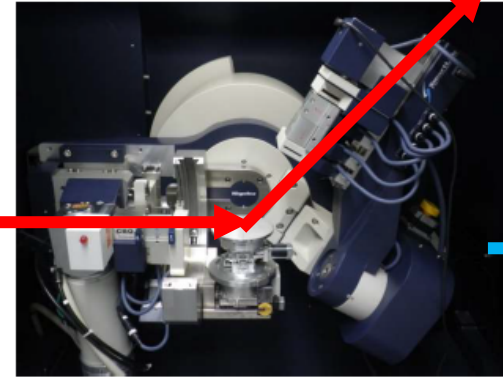
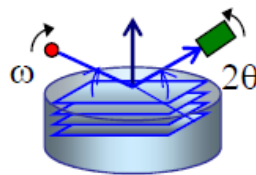
軸の走査方法によって、回折に寄与する結晶格子面の方向が異なる



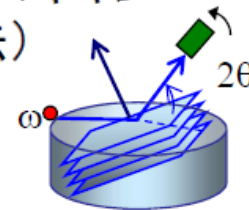
Out-of-Plane測定



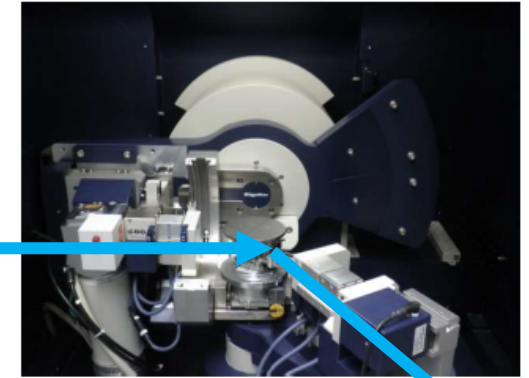
2θ/ωスキャン



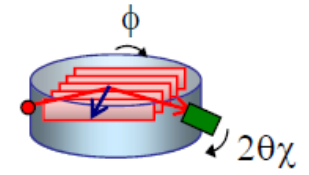
入射角度固定、
2θ単独スキャン
(薄膜法)



In-Plane測定



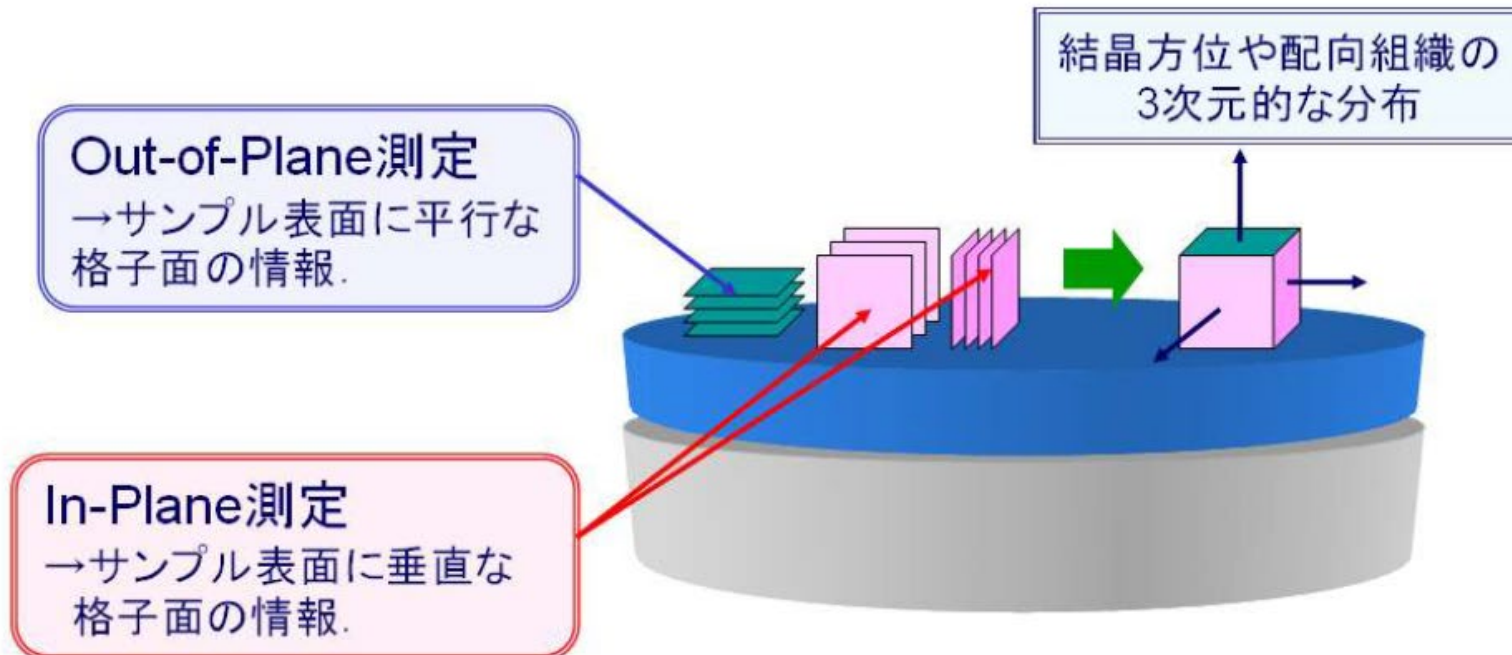
入射角度固定、
2θ/φスキャン



Out-of-plane と In-plane

2つの方向からの結晶評価

- Out-of-Plane測定とIn-Plane測定を併用すると、結晶方位・配向状態・歪み状態の評価が容易に行える



コース内容

コース	装置のセッティング	調整用試料台	測定用試料台	測定手法
1	CBO	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 標準	・粉末
2	CBO + PSA	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 平板	・ Out of plane ・ X線反射率 ・ 残留応力
3	CBO + PSA	RxRy軸 + 標準	DHS1100	・ 加熱測定
4	CBO + 結晶 CBO + 結晶 + アナライザ結晶	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 平板	・ X線反射率 ・ 高分解能測定 ・ 逆格子マップ
5	CBO + PSA (90°)	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 平板	・ In-plane
6	?	RxRy軸 + 標準	GIアタッチメント	・ GI-SAXS
7	CBO + PSA CBO-f	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 平板	・ 極点図測定
8	CBO-E?	RxRy軸 + 標準	?	・ 小角散乱
9	CBO-E	RxRy軸 + 標準	キャピラリー回転	・ キャピラリー
10	CBO-E	RxRy軸 + 標準	透過試料ステージ	・ 透過測定
11	CBO-f	XY軸 + 標準	XY軸 + 平板	・ 微小部測定
12	CBO-f	RxRy軸 + 標準	RxRy軸 + 平板	・ (残留応力)

当日の質問と回答

- 以前からSmartLabを使用していたものが研究室に複数人いるが、講習は代表者が受ければよいか
→使用希望者1人1人が受講する必要があります。
- 加熱ステージは測定雰囲気の変更は可能か
→ステージの仕様としては可能ですが、ガス導入などは、ステージの詳細がわからないため、29日、30日のメーカー説明時に確認して後日、ホームページなどなんらかの方法でご案内します。
- モノクロの変更等もユーザーが実施しますか（過去に使用の際、落としているのを見たことがあり、被害が大きい気がします）
→24時間開放の装置であるため、基本的にはユーザーに変更してもらう予定です。ただし、モノクロ交換に関しては、講習後、数回は、職員が立ち会い(平日のみ)、1人で使用できることを確認します。その後、土日祝を利用していただきます。また、不安がある場合は、事前に連絡していただければ、平日の日中のみ限定で、職員が交換しておくなどの対応もする予定です。
- キャピラリー径0.1mmでの測定も可能か(重元素を含む試料を透過で測定したいため、径をなるべく小さくしたい)
→29日、30日のメーカー説明時にキャピラリー用ユニットの対応サイズを確認して後日ご案内します。
- 粉末の加熱測定を行いたいが可能か(融点を超えて、その後冷却しての測定を行いたい)
→薄膜向けの加熱ステージなので、基板等に載せて測定できれば可能かもしれません。ただし、基板から、液状化した試料が流れ落ちないようにする必要があります。基本的に薄膜向けなので、XRD-DSCなど粉末対応向けの装置もご検討ください。
- キャピラリー測定等、消耗品は利用者が用意するのか
→規格内のものを自身で購入し使用していただくか、こちらで用意してあるものをご利用いただき後日、消耗品代として請求します。
- 無反射試料板はあるか
→用意してあるので自由に使用してもらって構いません。ただし、使用記録簿に記載の上、破損棟などがあった場合は同等のものを用意してもらいます。
- 微小部測定は可能か
→可能です。セルフの場合はコースIIとなります。
- もっと簡便な粉末用XRD装置はないか？
→分析部門（すずかけに）にあるUltimaIVは操作が簡便ですのでご利用ください。