



High Power XRD (HPXRD)

2018 year ver.

CONTACT

UNIST Central Research Facilities

1st Engineering Building Room B118

Tel. +82 52 217 4062 (4036)

Web. <http://ucrf.unist.ac.kr>



HPXRD 하단에 있는 Control board에서 장비 상태를 확인할 수 있다.

1) Vacuum : 항상 On 되어 있어야함.

2) Power: 장비내 전원 공급 여부

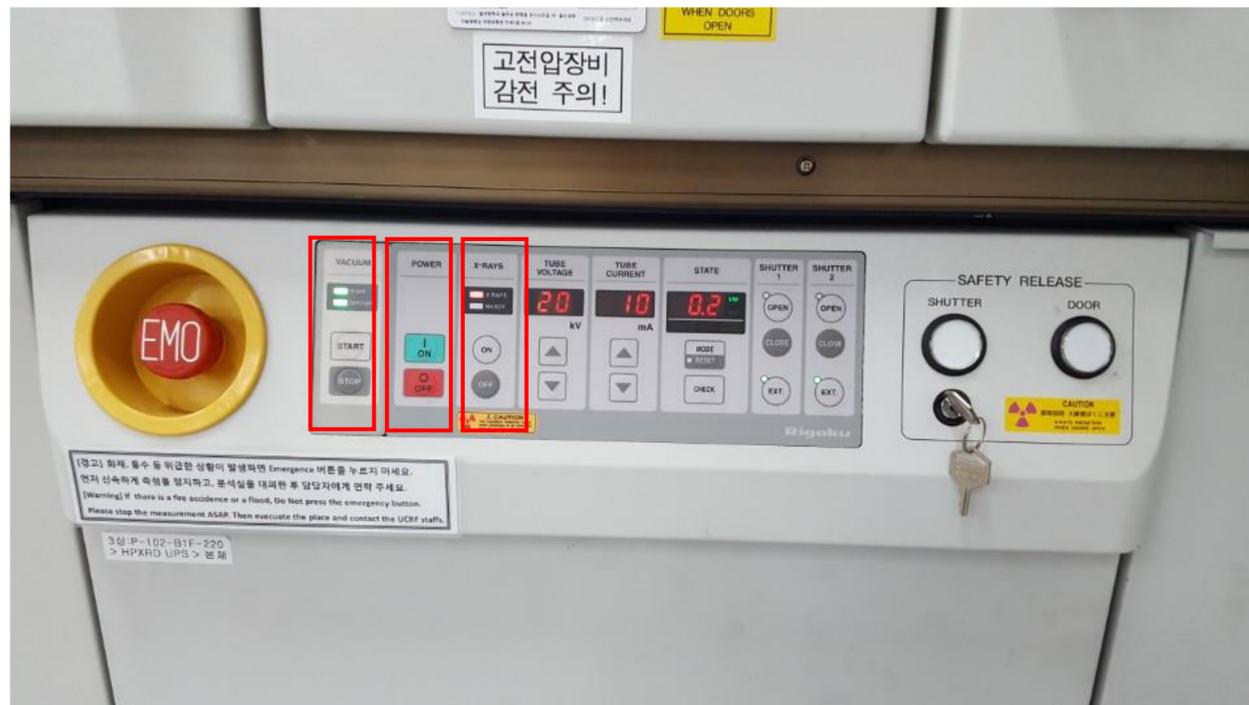
- Power on 되어야 X-ray on 할 수 있음.

3) X-ray: X-ray 버튼 옆에

- Voltage= 0, Current= 0 , X-ray Off

- Voltage = 20, Current=10 : X-ray On

- Voltage = 40, Current=200 : High power X-ray On



HPXRD PC Access: True Cafe



TrueCafe 6.1.1510.19. Logon (Bruker-AXS)

Normal XRD

Login

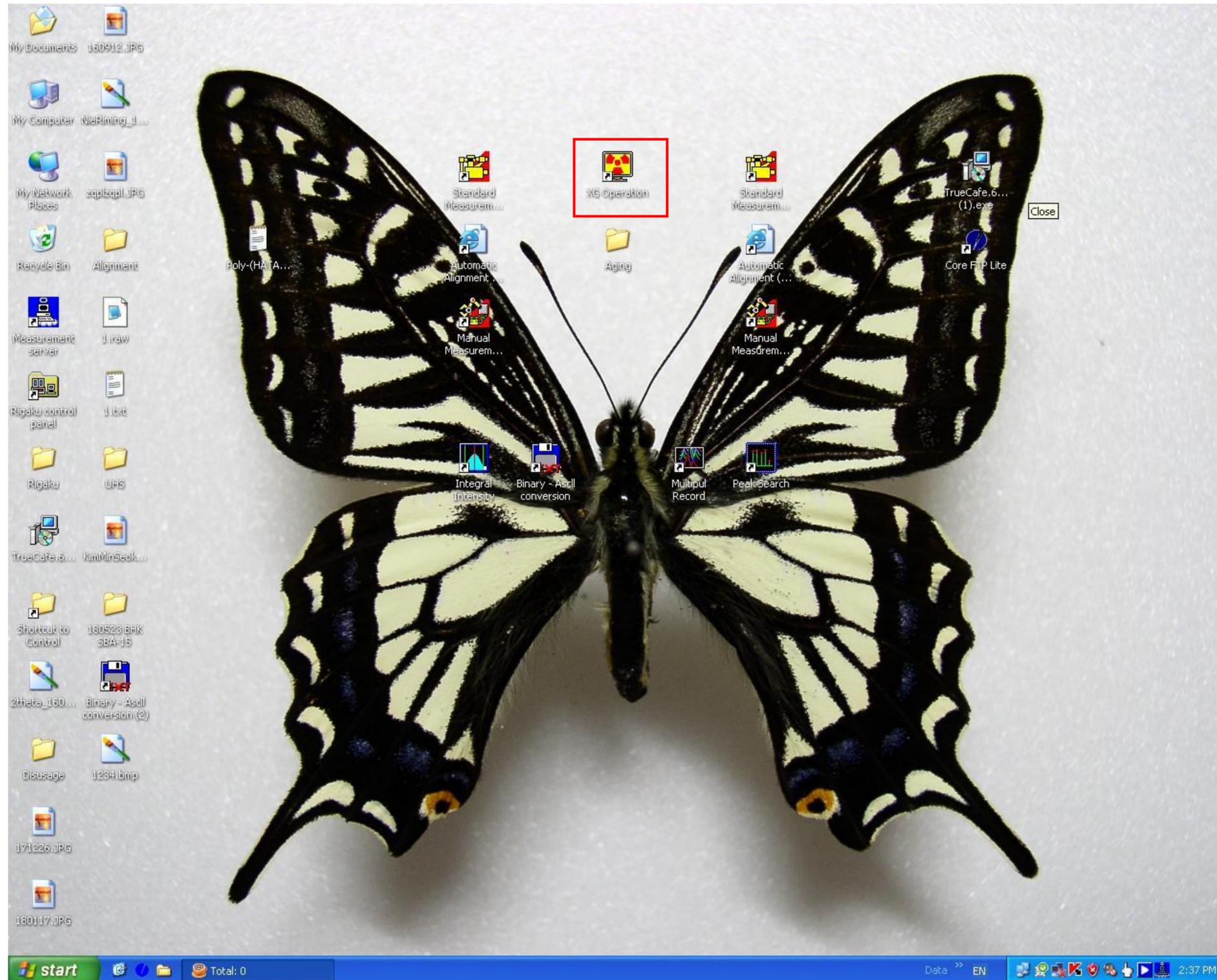
Password

Language

Options >> Enter Cancel

1. True Café에 본인 아이디와 비밀번호를 입력한다.
(1인 1개 생성을 원칙으로 한다.)
2. 개인의 아이디와 비밀번호는 타인과 공유하지 않는다.
 - 공유시 벌점 또는 90일 사용 중지
3. 장비 담당자의 경우,
 - 아이디 생성 매뉴얼 작성 요망
 - 문제 발생시 대응 매뉴얼 작성 요망

X-ray Operation



XG Operation은

X-ray 를 Automatic On 하는 프로그램이다.

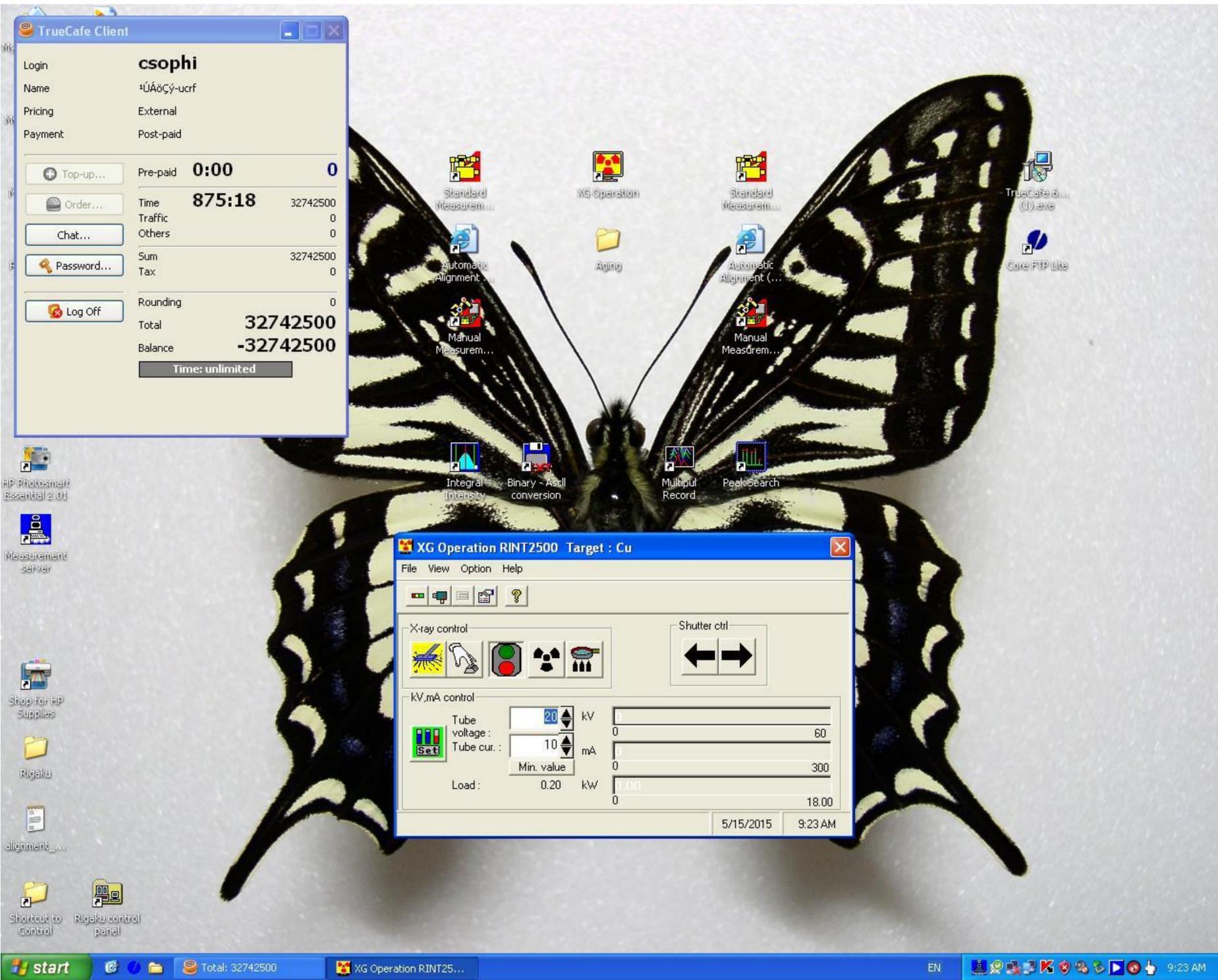
일반적으로 HPXRD는 오전9시~오후6시까지
한번 X-ray On 하고 지속적으로 사용을 한다.

하지만,

6시 이후 야간 사용, 휴일 사용의 경우에는
Aging Process를 해주어야 한다.

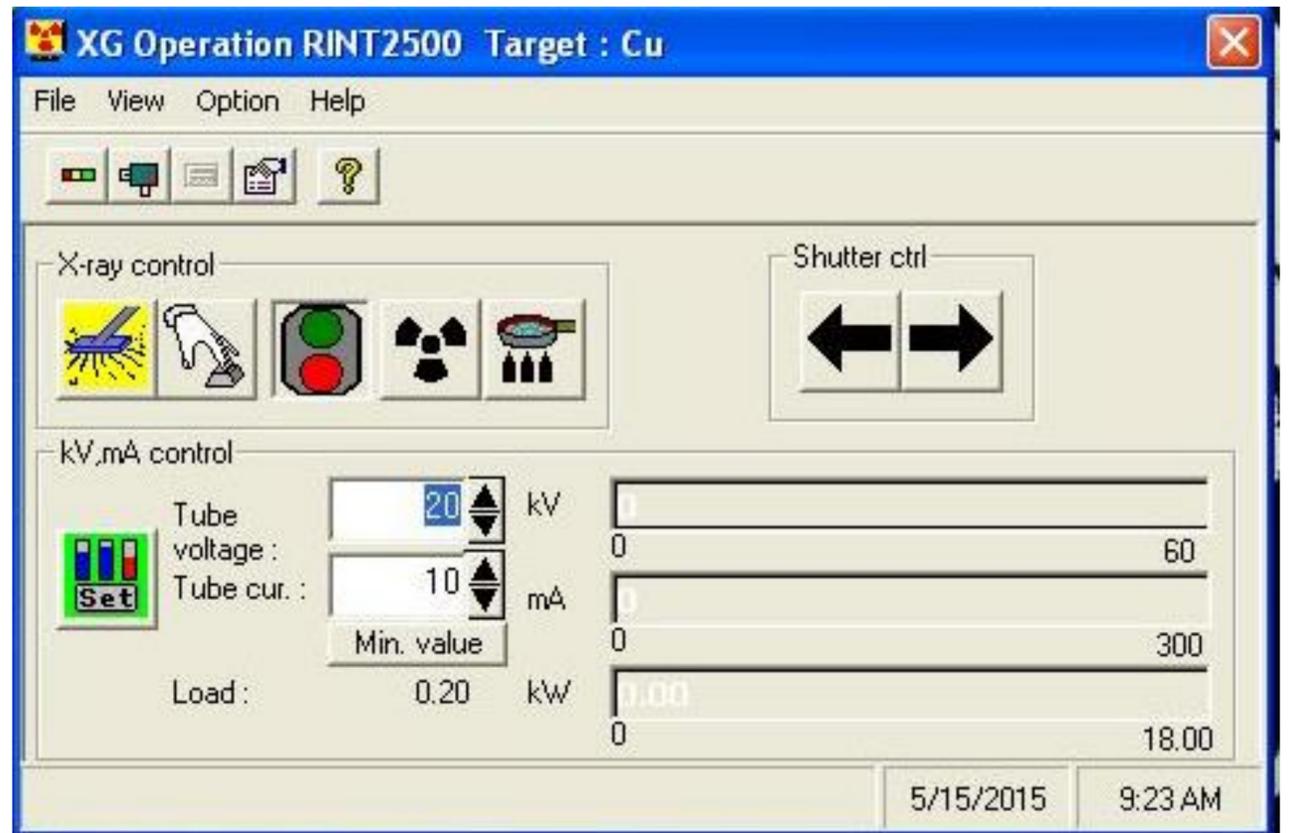
XG Operation을 더블 클릭한다.

X-ray Operation



XG Operation Window가 열린다.

첫 사용자의 경우, 아래와 같이 vacuum만 On 되어 있다.
On 상태는 유색으로 표현되고, Off 상태는 흑백으로 표시된다.

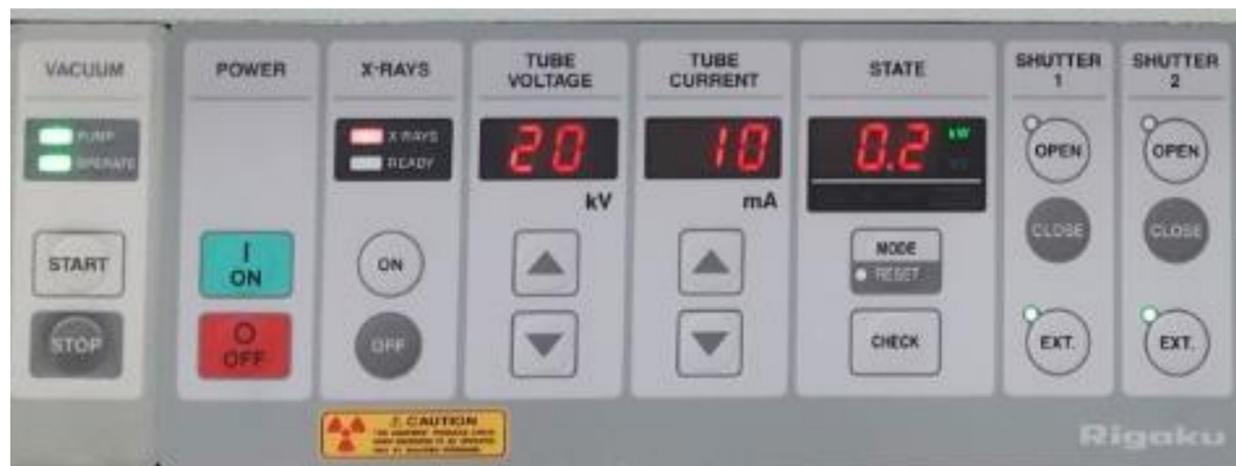
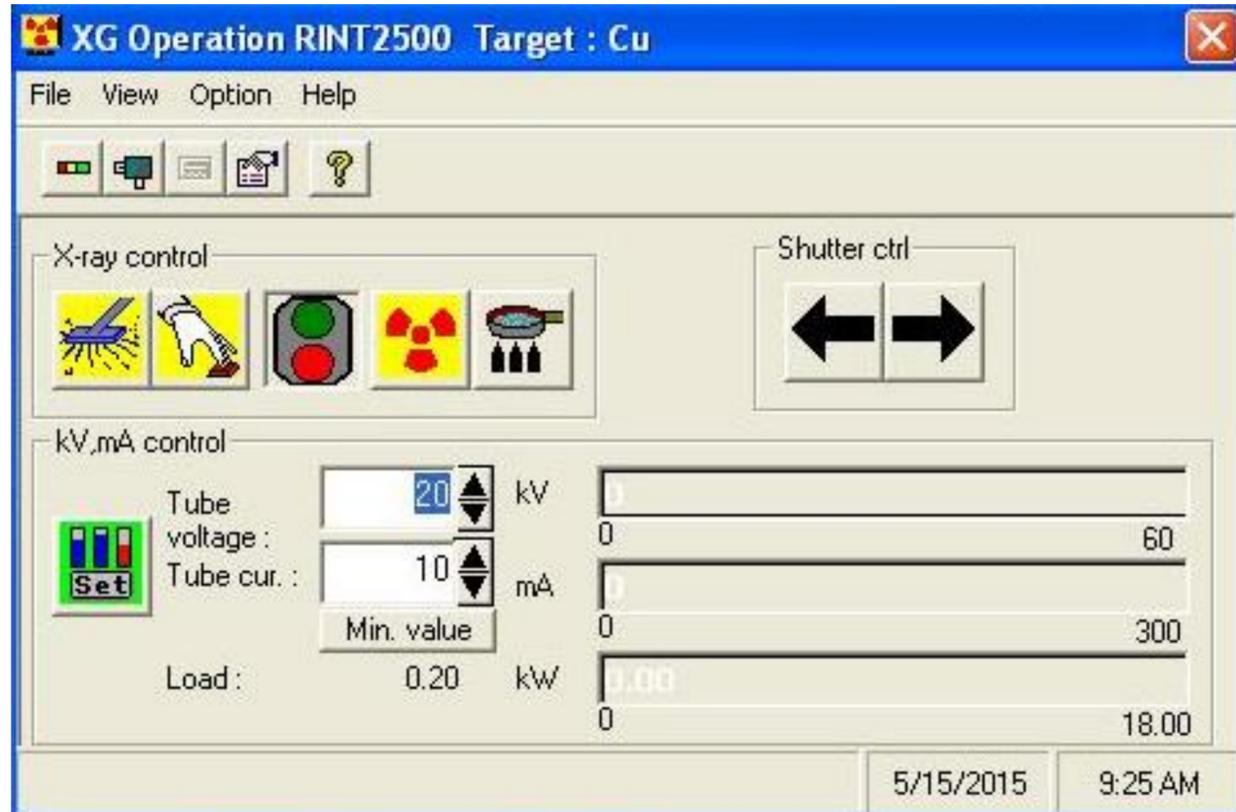


X-ray tube vacuum은 항상 On (colorful)
절대 Off 하면 안됨.

X-ray Operation



- 1) Vacuum 버튼 옆에 Power 버튼을 누른다.
- 2) 신호등 녹색불이 켜지면, X-ray 버튼을 누른다.
- 3) KV, mA Control에 20 KV, 10mA가 입력되므로, 사용자가 다른 숫자를 입력하지 않도록 한다.





박막시료

- 1) 고무 찰흙을 시료의 크기만큼 가위로 절단한다.
 - 고무 찰흙이 시료보다 작으면 측정도중에 박막이 기울어질 수 있다.
- 2) 자른 고무 찰흙을 손으로 변형하지 말고 그대로 홀더 중앙에 겹겹히 쌓는다.
 - 손가락으로 찰흙을 뭉쳐서 올리면 고무 찰흙의 밀도와 두께가 달라서 측정 도중에 박막이 기울어질 수 있다.
- 3) 박막을 올린 후, 슬라이드 글라스로 천천히 눌러준다. 이때 슬라이드 글라스는 사전에 깨끗하게 세척한다.
- 4) 고무 찰흙은 1회 사용으로 점착성이 저하되므로 재사용하지 않는다.



Sampling



분말시료

- 1) 오염 방지 패드 위에 유산지를 놓고, Sample 양에 적절한 Sample Holder를 선정한다. (직경 18mm, 5mm)
- 2) 선택한 Sample Holder, Spatula, Slide Glass를 에탄올에 적신 킴테크로 깨끗하게 세척한다.
- 3) 분말 가루가 균일하게 곱지 않으면 Motar를 이용하여 곱게 Grind 해준다.
- 4) Spatula를 이용하여 적정한 분말의 양을 Sample Holder Cavity에 담고, Slide Glass로 평탄화한다.
- 5) Cavity가 표면은 평탄하게 째 찰 때까지 위 과정을 반복한다.



Door open & sample loading



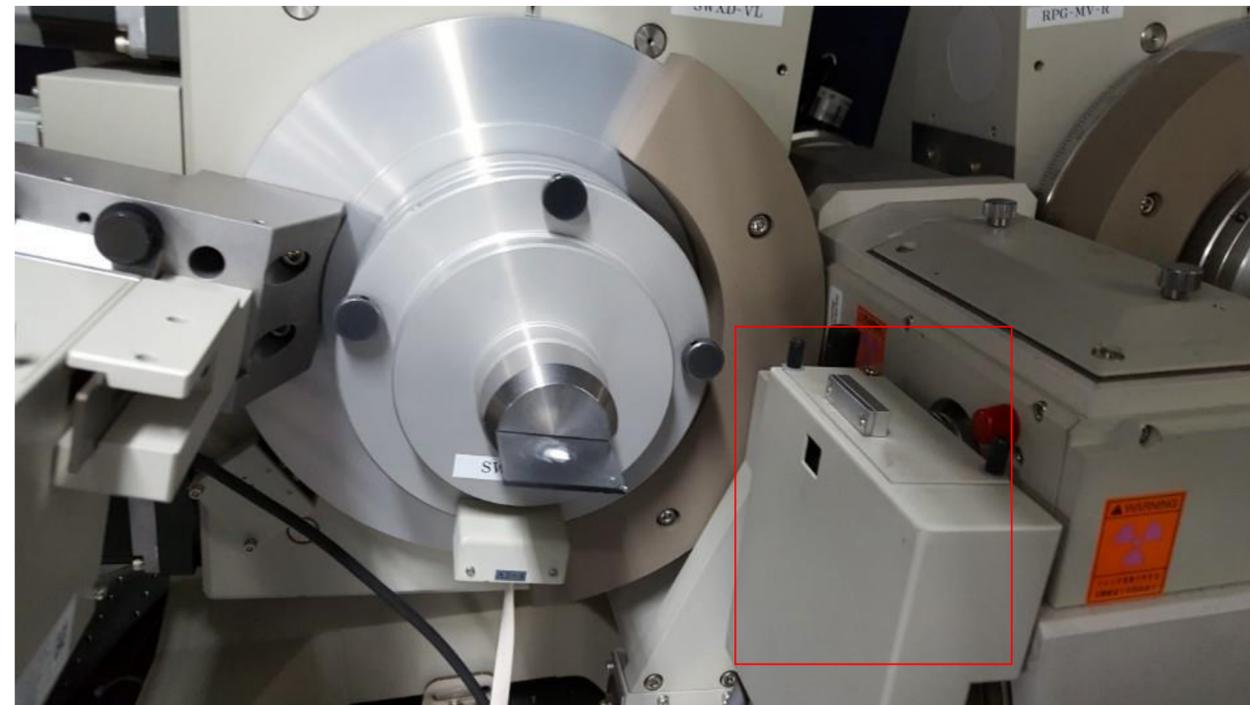
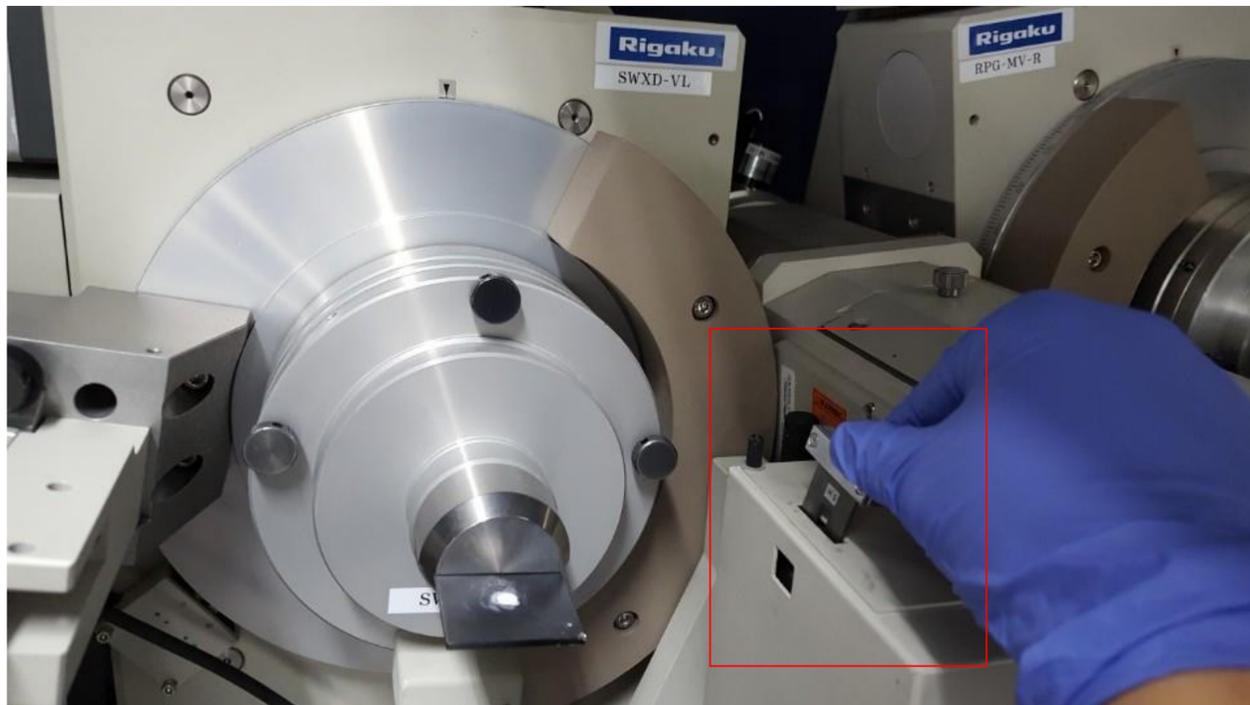
- 1) XRD 장비의 경우 Door 버튼을 누르지 않고 Door를 열면 장비가 강제 종료 되어, Tube에 무리를 주므로 주의!한다.
- 2) 하단에 Door open 버튼을 누르면 Alarm이 깜빡이면서, 알람음이 나온다.
- 3) Door 손잡이를 잡고 부드럽게 문을 연다.
- 4) 문을 닫을 때에는 Door 손잡이 2개를 잡고 부드럽게 닫는다.



Door open & sample loading



- 1) Auto Sampler 의 경우 샘플 홀더에 자석이 있어 반듯하게 부착하고 확인한다.
- 2) Manual Attachment에 홀더를 반듯하게 삽입하고 확인한다.
- 3) Manual Attachment에 Holder를 꽂을 경우, 삽입하는 방향과 Centering을 잘 맞춰준다.
- 4) Sample Holder의 Cavity 직경에 따라 DHS (Divergence Height Slit)을 맞게 선택하고, 글자가 시료를 바라보는 방향으로 삽입한다.
- 5) DHS 가 반듯하게 삽입이 되지 않으면 힘으로 누르지 말고, 다시 빼서 부드럽게 삽입될 때 까지 반복한다.
 - 힘으로 누르면 내부 PCB 보드가 깨져서 장비가 고장 날 수 있으므로 주의!
 - 도저히 본인이 해서 안될 경우는 담당자를 불러 도움을 청한다.

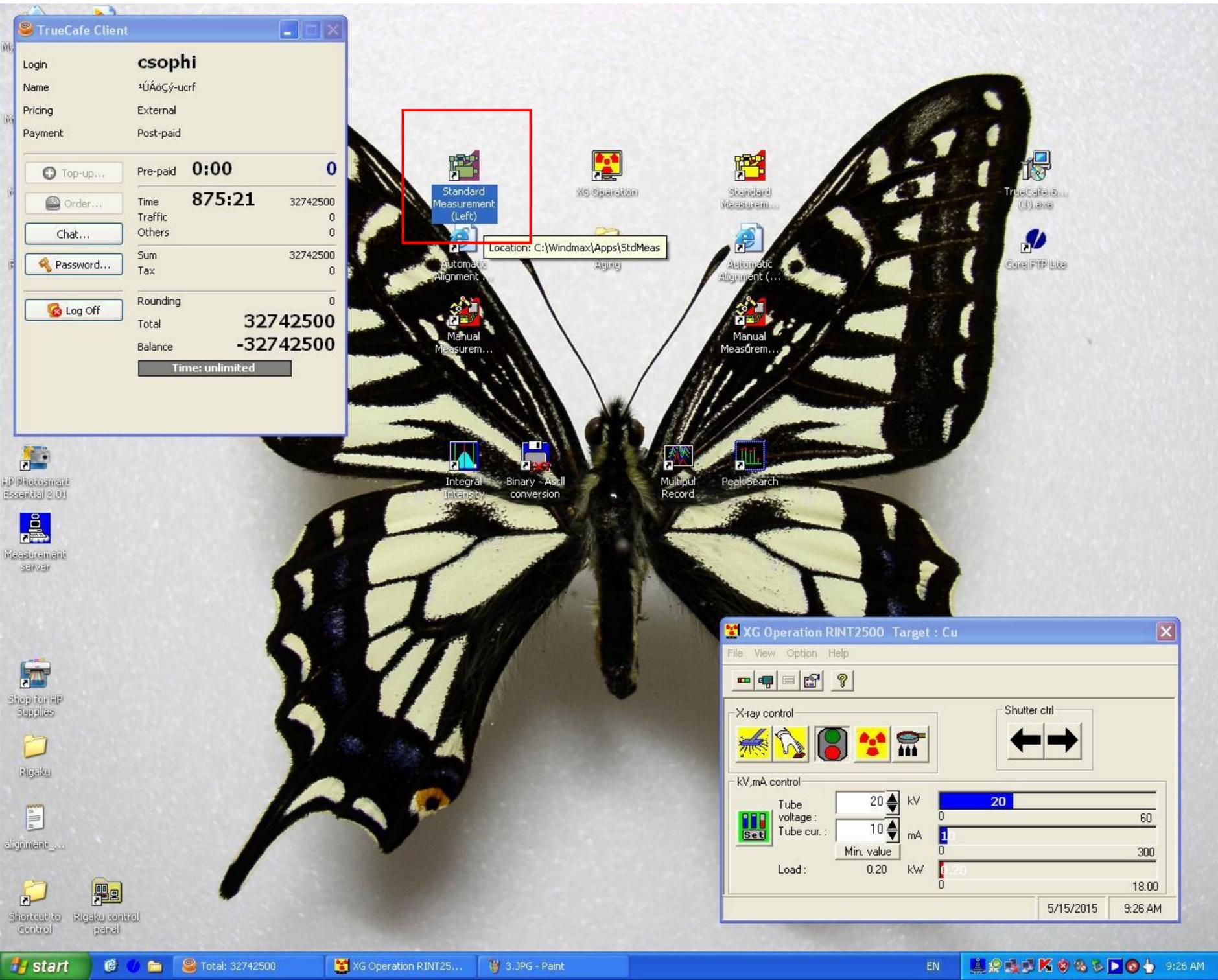


Standard Measurement (Left)



XG Operation 왼쪽에 있는
Standard Measurement(Left) 아이콘을 클릭한다.

Standard Measurement (Left)는
동일한 Sample Holder를 이용하여 수동으로 측정한다.



Standard Measurement (Left)



No.	Use	Print	Folder name	File name	Sample Name	Condition	Next
1	Yes	No	D:\Data\Pro. JSH\15050	150509 HYK-27E	Browse...	5	Cont...
				Browse...			Cont...
				Browse...			Cont...
				Browse...			Cont...
				Browse...			Cont...
				Browse...			Cont...

Standard Measurement(Left) Window가 열린다.

Day Time 동안은 Int. position에 체크, Present Condition으로 측정한다.

Browse 버튼을 클릭하여, 저장할 위치와 저장할 시료명을 입력하고 Open 버튼을 클릭한다.

Condition은 측정 조건을 입력하는데, 1번이 아닌 2~100번중 선택하여 입력하고, 숫자칸을 더블 클릭한다.

Standard Measurement (Left)



Standard Measurement(Left) Window가 열린다.
Use에 Yes 확인하고, Comment 입력여부는 자유
물질에 맞게 Start angle, Stop angle, Sampling W, Scan
Speed를 입력한다.
Power는 40KV, 200mA까지 올릴 수 있으며, 낮출 수 있다.
스크롤 바를 왼쪽에서 오른쪽으로 Drag 한다.

Standard Measurement (Left)



Standard Measurement [Left] (D:\Data\WESM\in situ cell.mcd)

No.	Use	Print	Folder name	File name	Sample Name	Condition	Next
1	Yes	No	D:\Data\CNS lab\Kim GE	G-100%.raw	Browse...	G-100%	5
					Browse...		Cont...
					Browse...		Cont...
					Browse...		Cont...
					Browse...		Cont...
					Browse...		Cont...

Scan axis: 2Theta/Theta Method: Continuous Counting unit: cps

No.	DivSlit	DivH.L.Slit	SctSlit	RecSlit	Offset angle	H	k	l	BG cond.	Substance	Other
1	1/2 deg	10mm	1/2 deg	0.15mm	0.000	0	0	0	Setting...	Setting...	Cond...
									Setting...	Setting...	Cond...
									Setting...	Setting...	Cond...
									Setting...	Setting...	Cond...
									Setting...	Setting...	Cond...

Sample Holder의 Cavity의 Radius와 Depth에 맞게 Slit 값을 조절한다. (조건별 slit 조건은 다음 장표를 참고)

그리고 종료 버튼을 누르면 자동 저장이 된다.

Standard Measurement (Left)



Standard Measurement [Left] Table:

No.	Use	Comment	Start angle	Stop angle	Sampling W.	Scan speed	kV	mA
1	Yes	J00 Group	1.500	6.000	0.002	0.500	40	200

Standard measurement [Left] (D:\Data\NESM\in situ cell.mcd) Table:

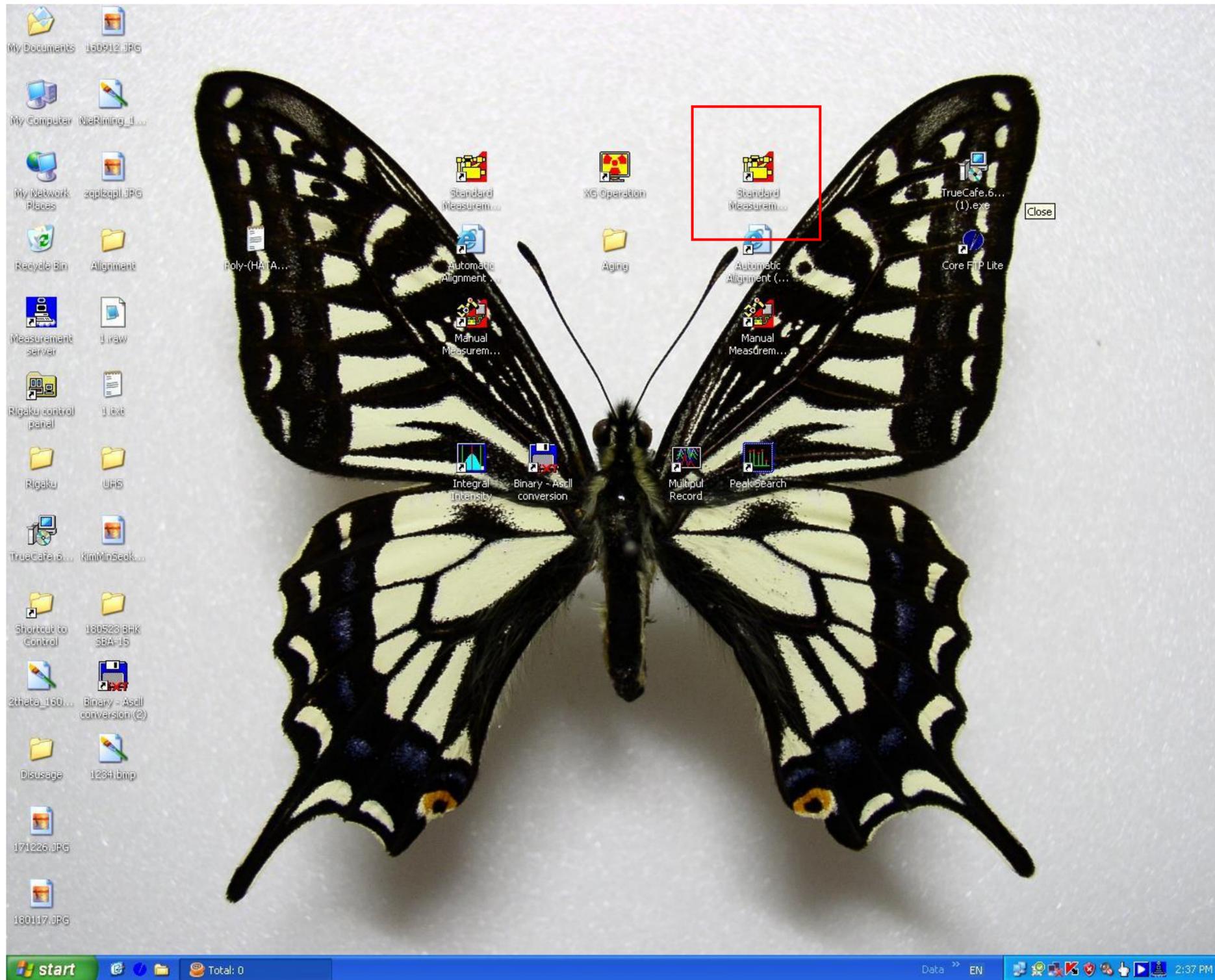
No.	Use	Print	Folder name	File name	Sample Name	Condition	Next
1	Yes	No	D:\Data\NCS lab\Kim GE	G-100%.raw	Browse...	G-100%	5

동일한 측정 조건을 사용하는 Tip!

Condition 숫자를 클릭한 후, Standard Measurement 새창이 열리면, File에서 Open Data File을 클릭한다.

새로운 창이 열리면, 가장 최근 측정 파일을 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



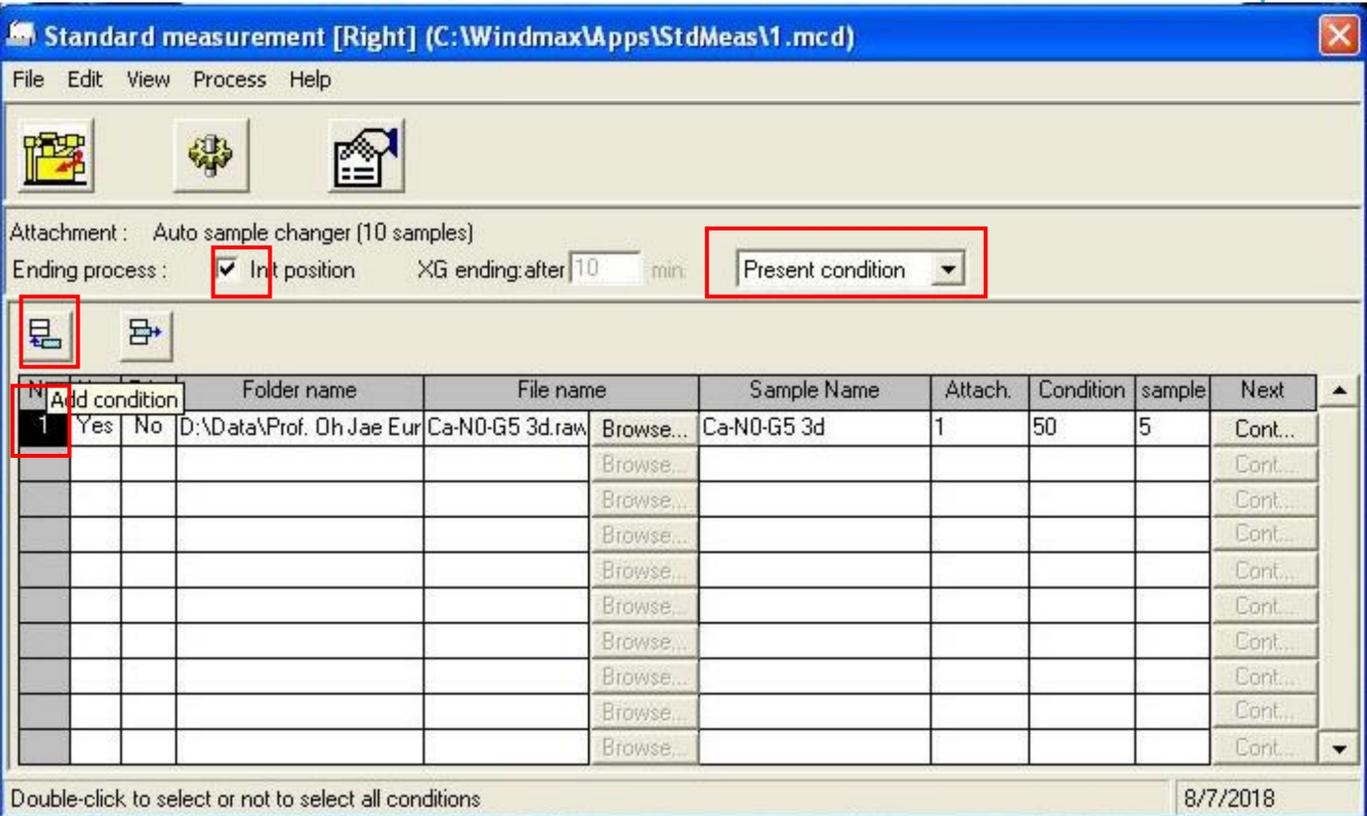
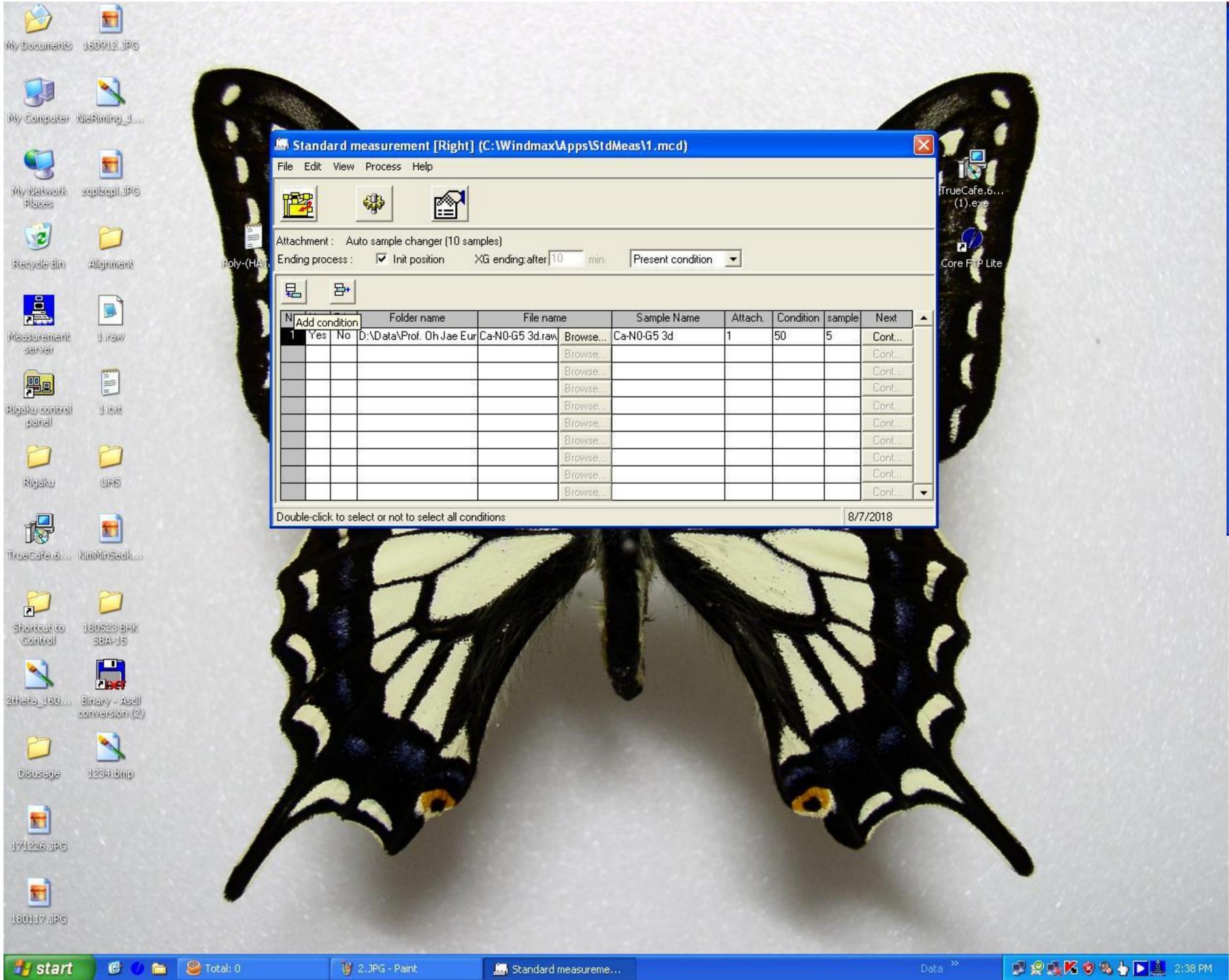
XG Operation 오른쪽에 있는
Standard Measurement(Right) 아이콘을 클릭한다.

Standard Measurement (Right)는
Auto Sample Changer를 이용하여 시료 10개를
자동으로 측정한다.

Sample Holder는 원형이며, 테두리에 2개의 작은 자석이
부착되어 있다.

분말 시료의 경우, Glass Cavity가 Radius 18mm, 5mm
2가지 타입이 있고,
박막 또는 Bulk 시료의 경우, Al Holder가 Bottom 유무로
2가지 타입이 있다.

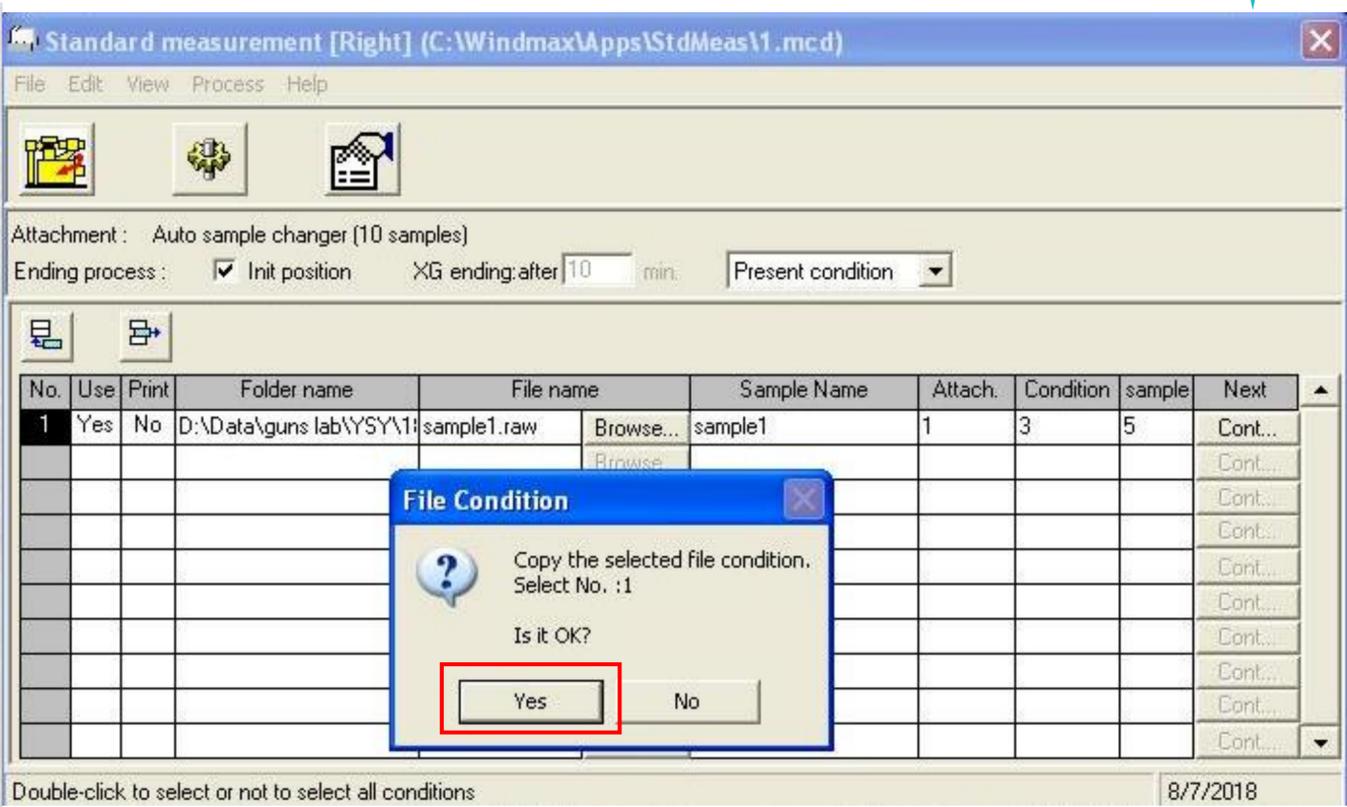
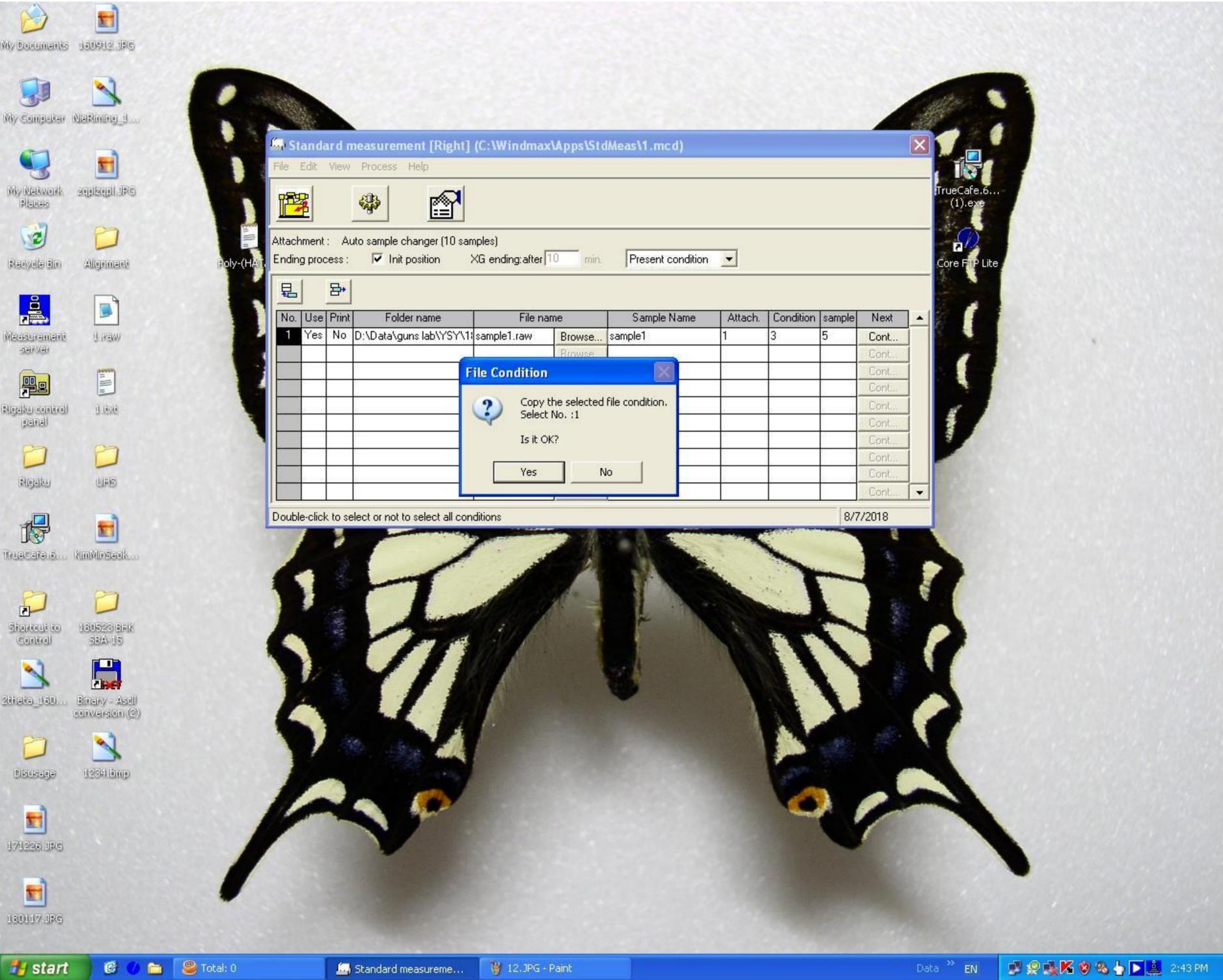
Standard Measurement (Right)



Standard Measurement(Right) Window가 열린다.

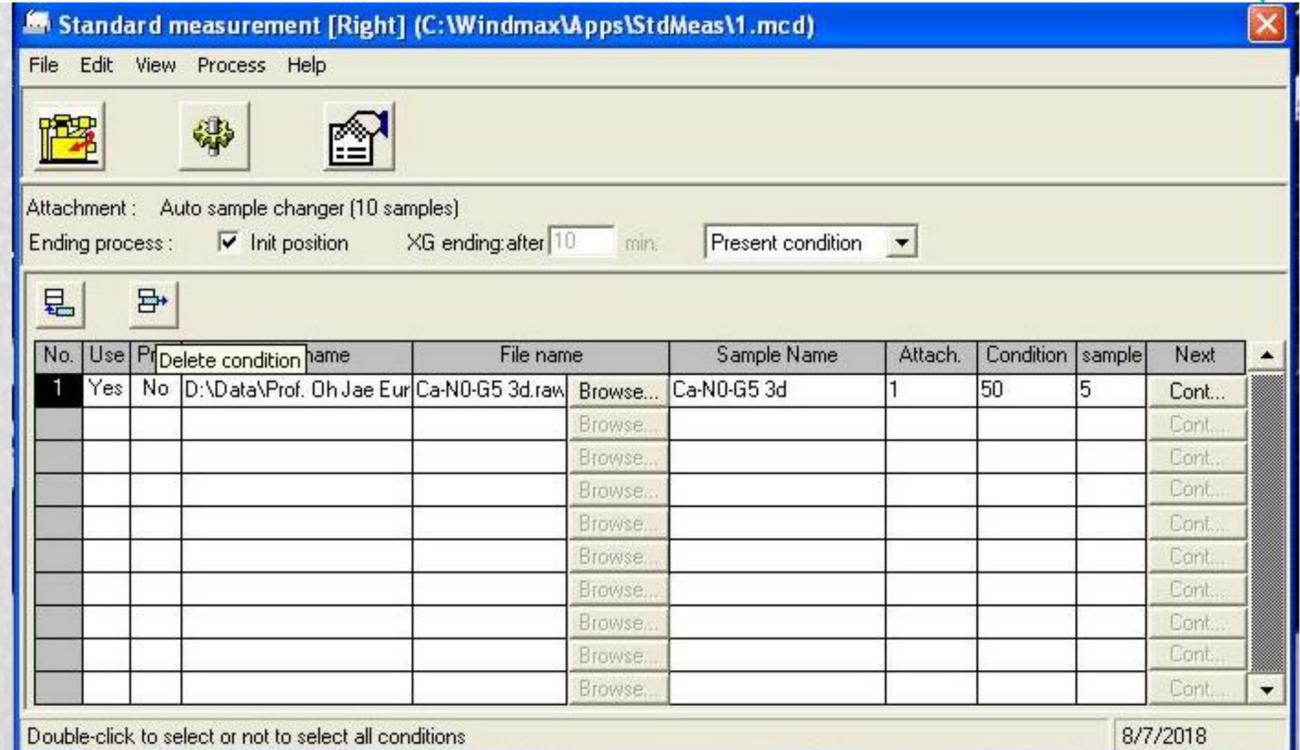
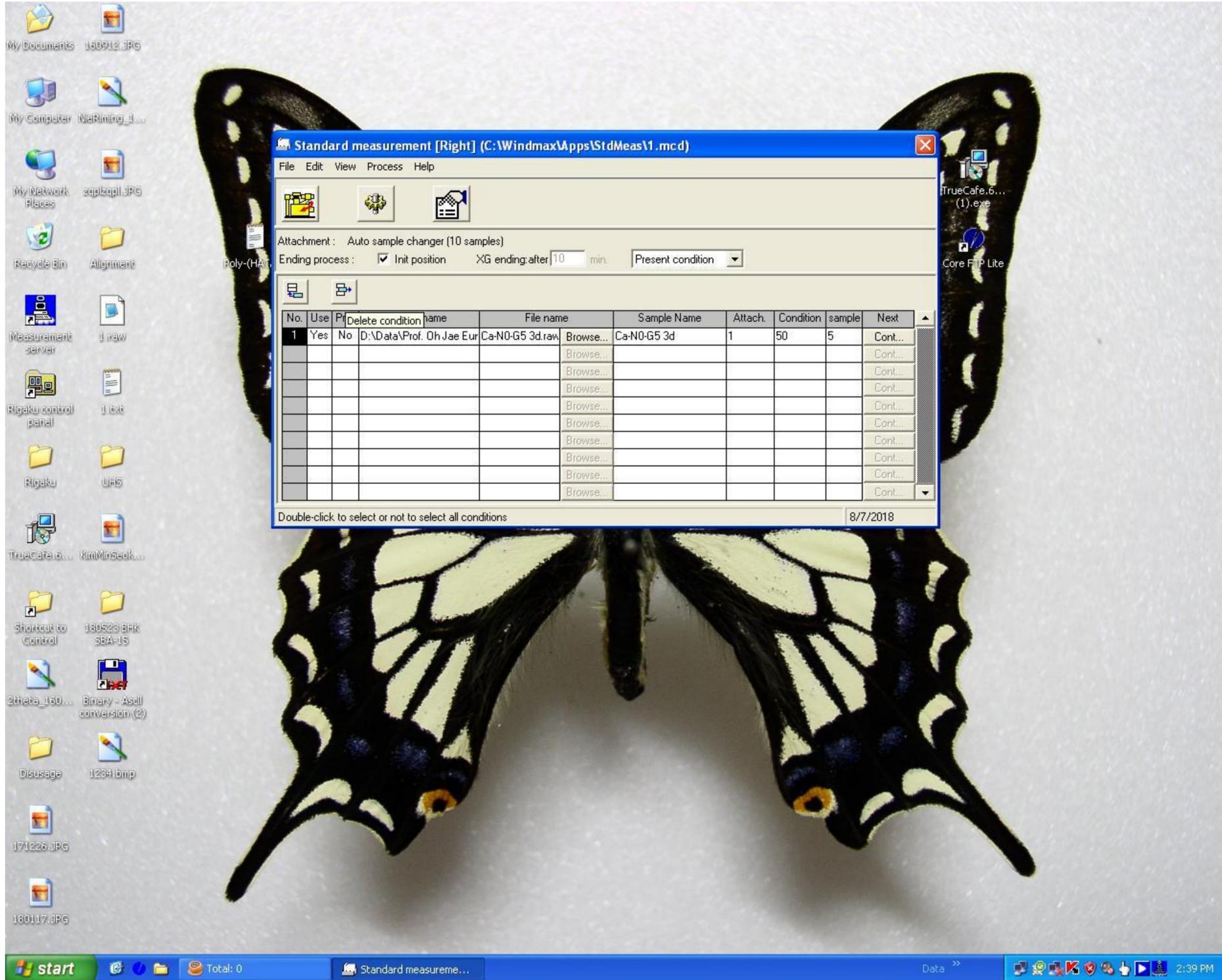
여러 개의 시료를 자동 측정할 때는 1번을 클릭하고,
Add condition 버튼을 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



File Condition Window가 열리면 Yes를 클릭한다.

Standard Measurement (Right)

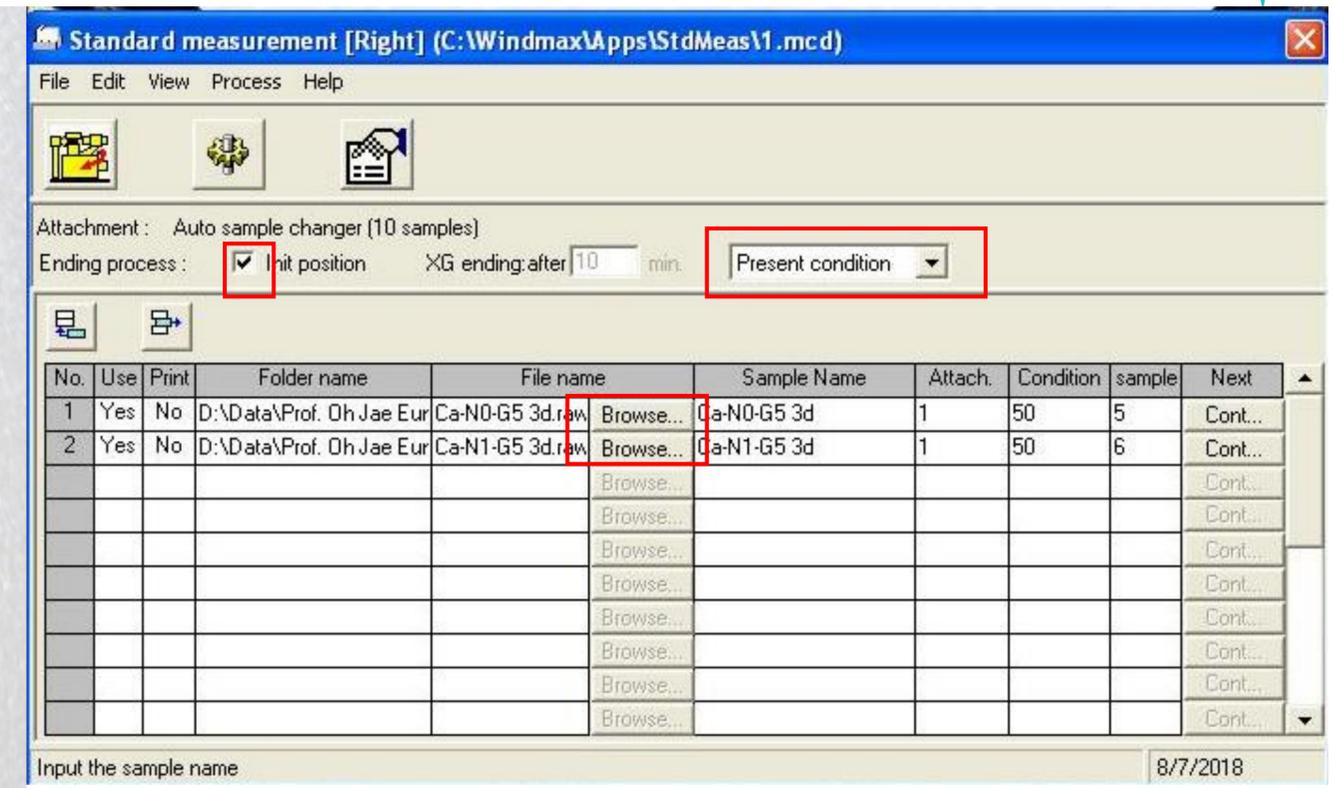
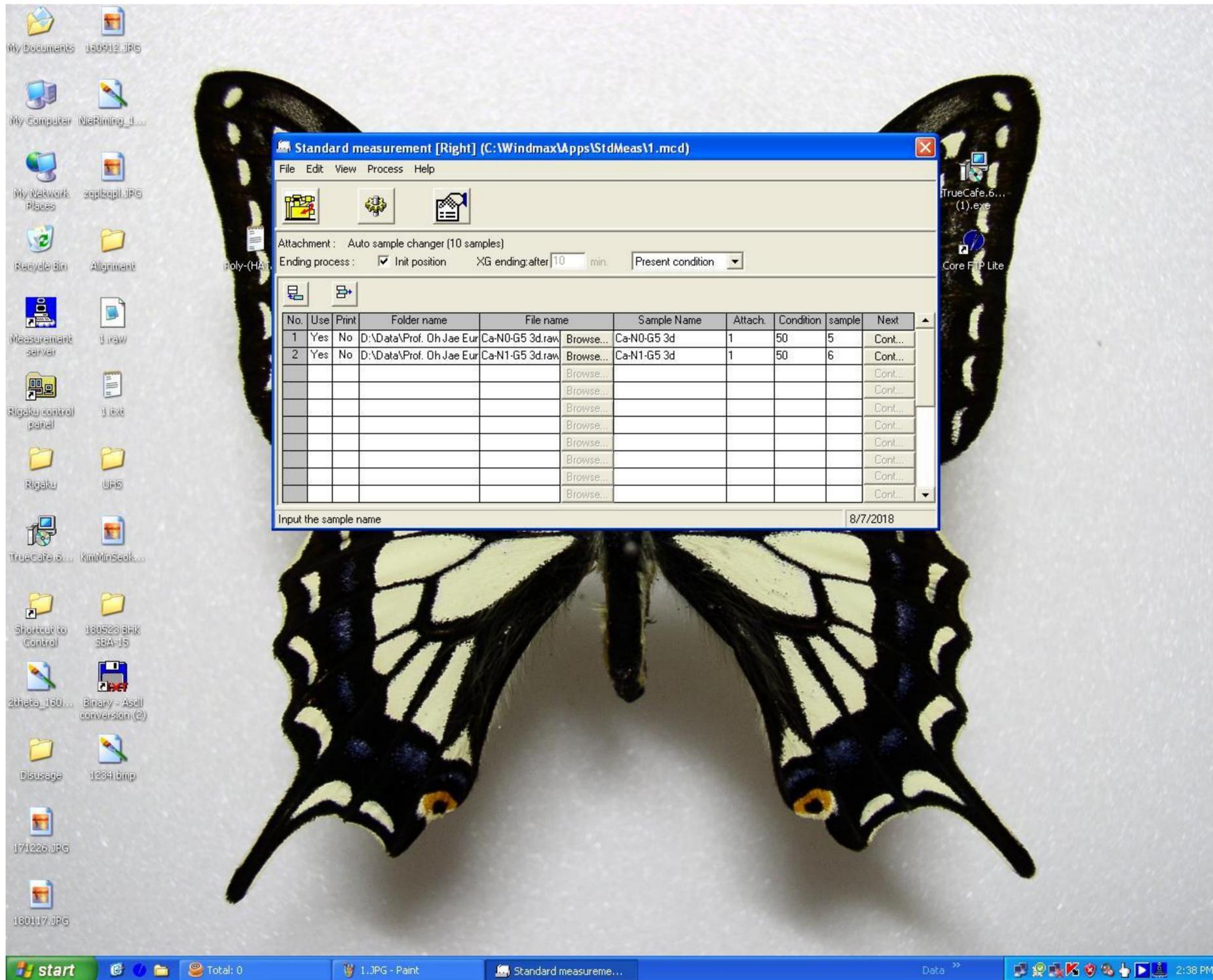


Condition을 삭제하고 싶을 경우에는 삭제하고자 하는 Condition 번호를 클릭한다.

이때 번호칸이 블랙으로 변한 상태에서, Delete Condition 버튼을 클릭한다.

새창이 뜨면 Yes를 클릭한다.

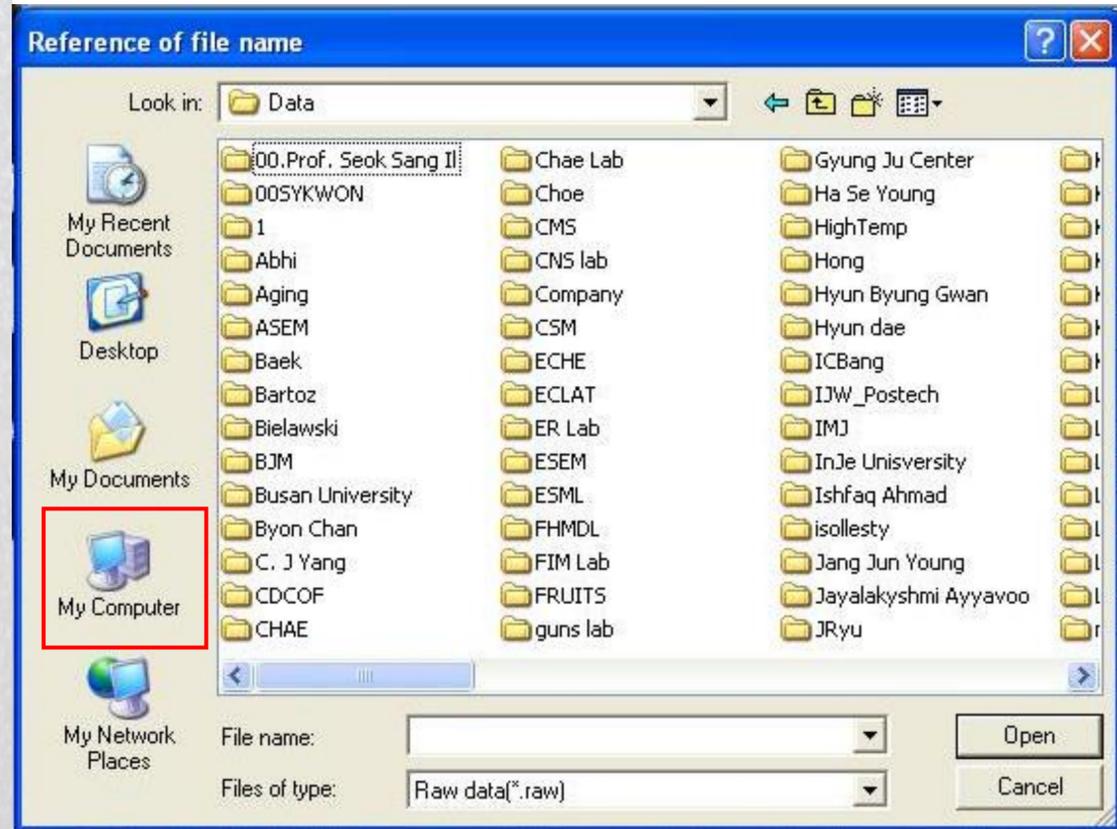
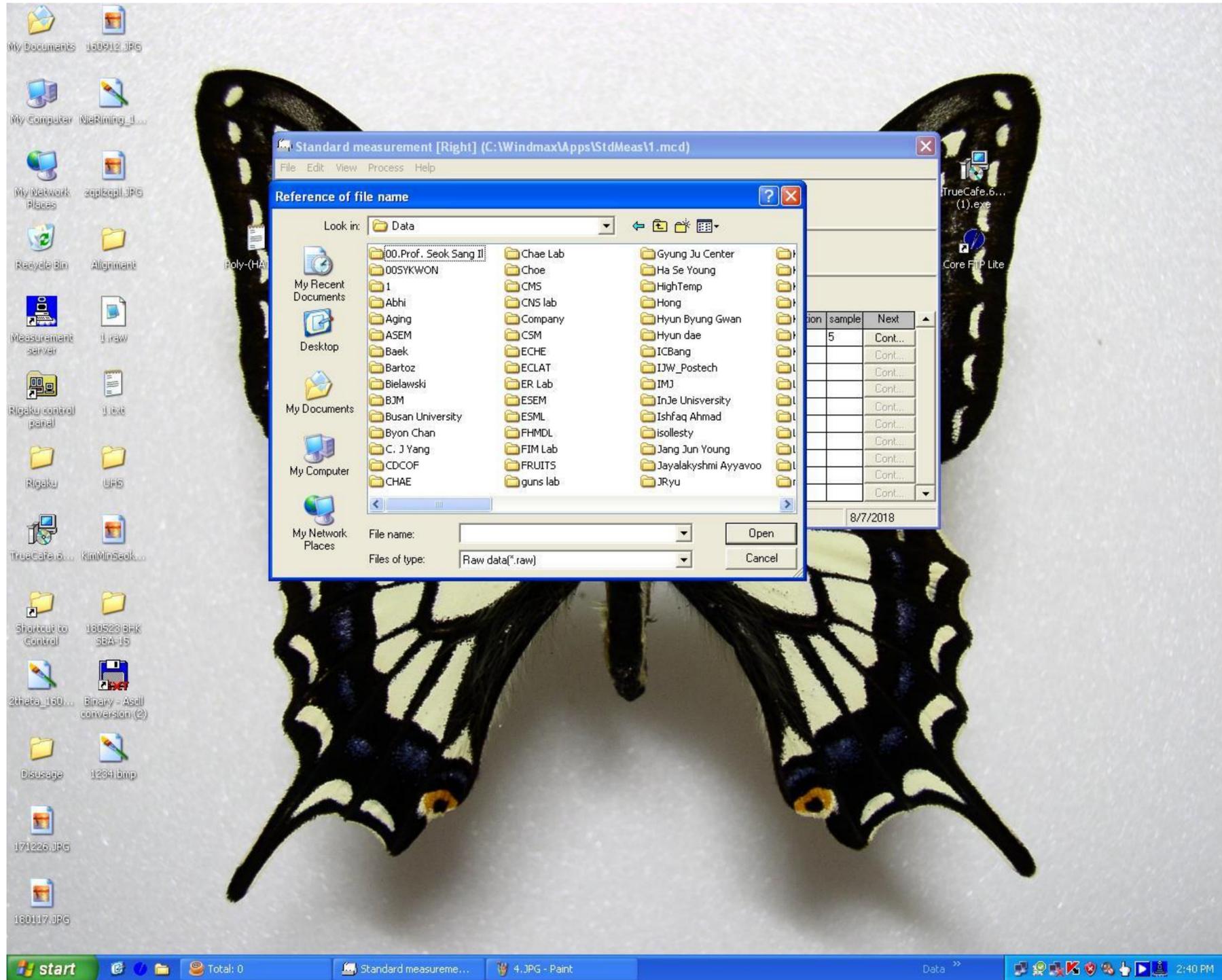
Standard Measurement (Right)



Day Time 동안은
 Int. position에 체크, Present Condition으로 고정한다.

Browse 버튼을 클릭한다.

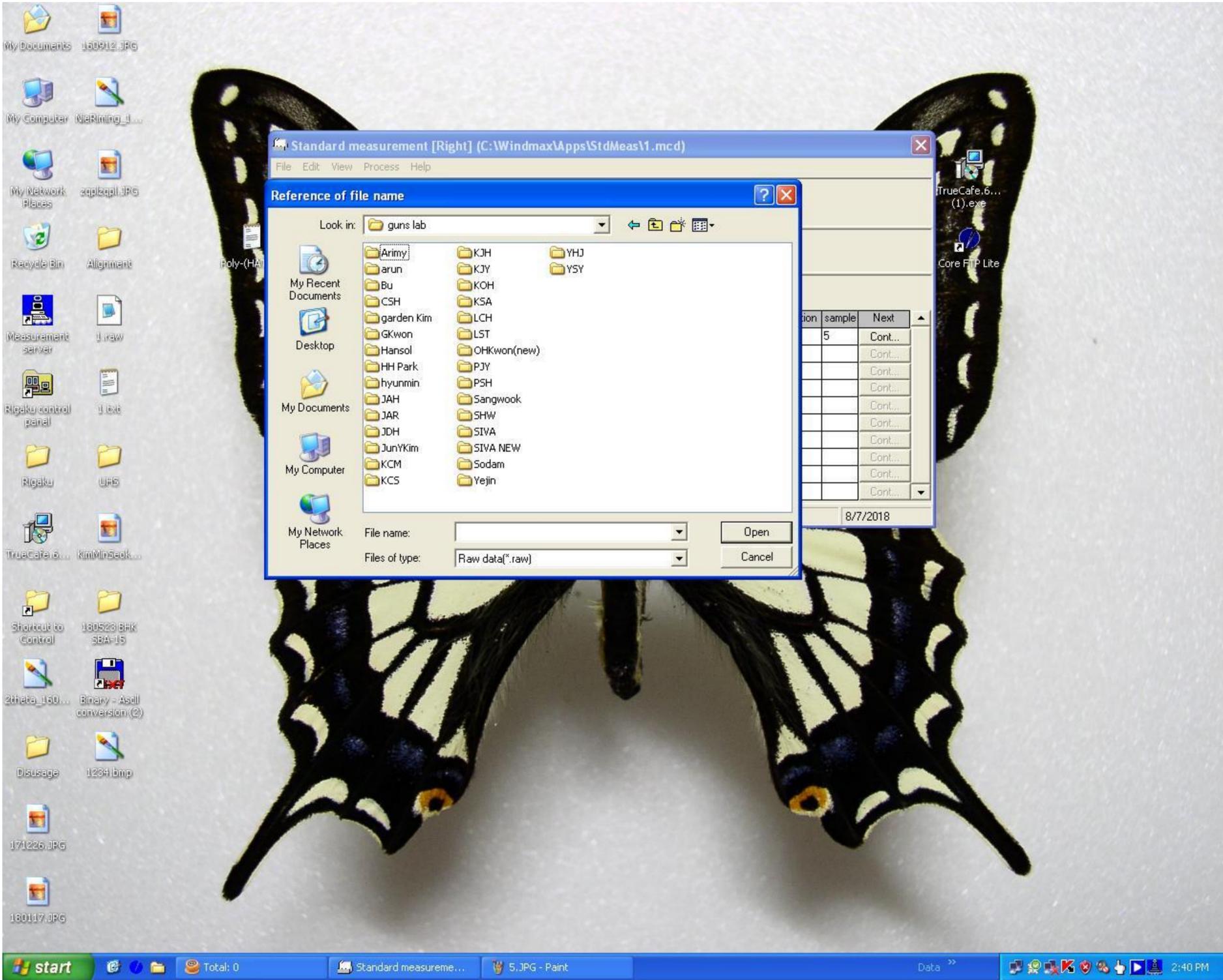
Standard Measurement (Right)



새로운 창이 열린다.

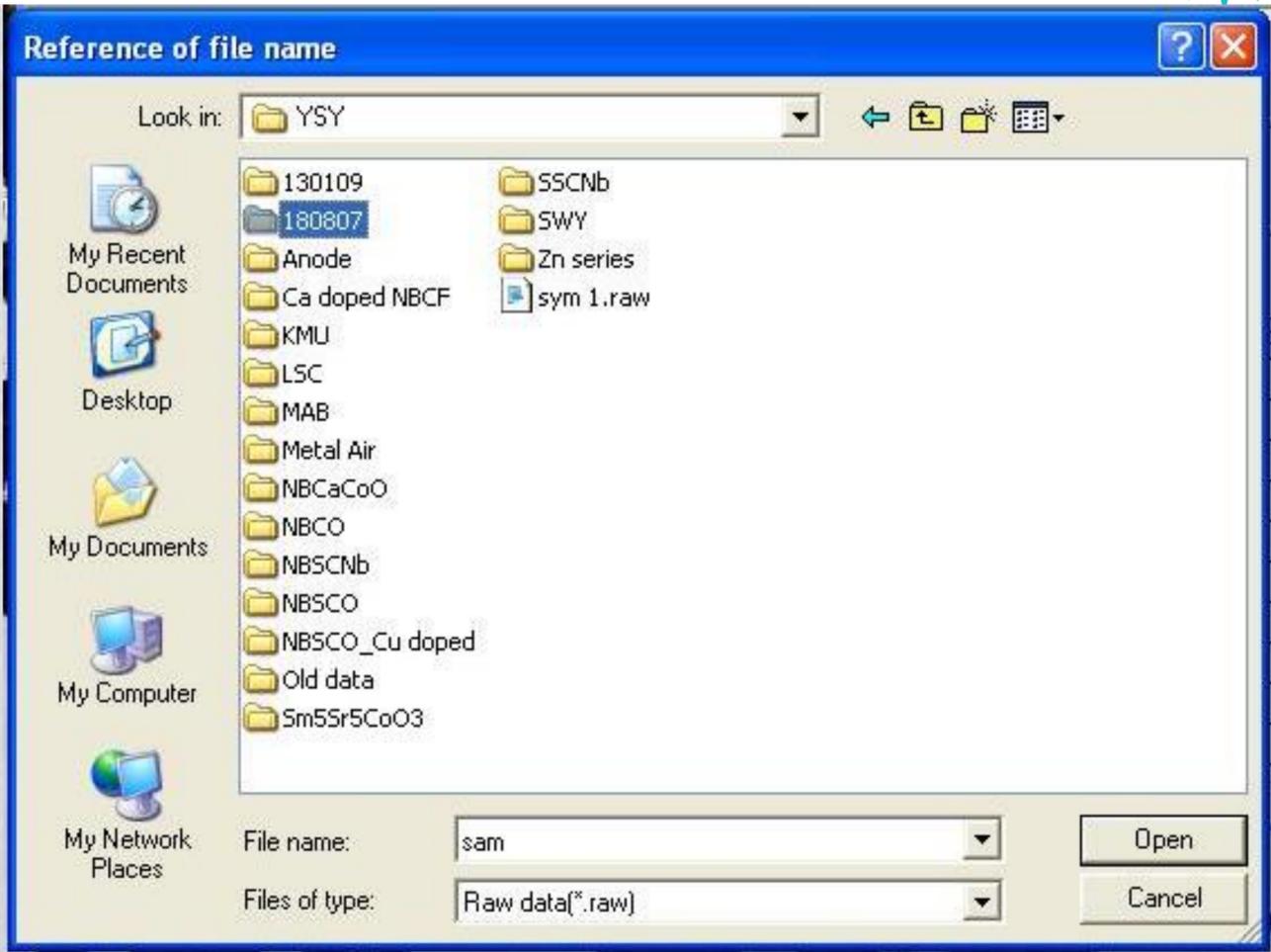
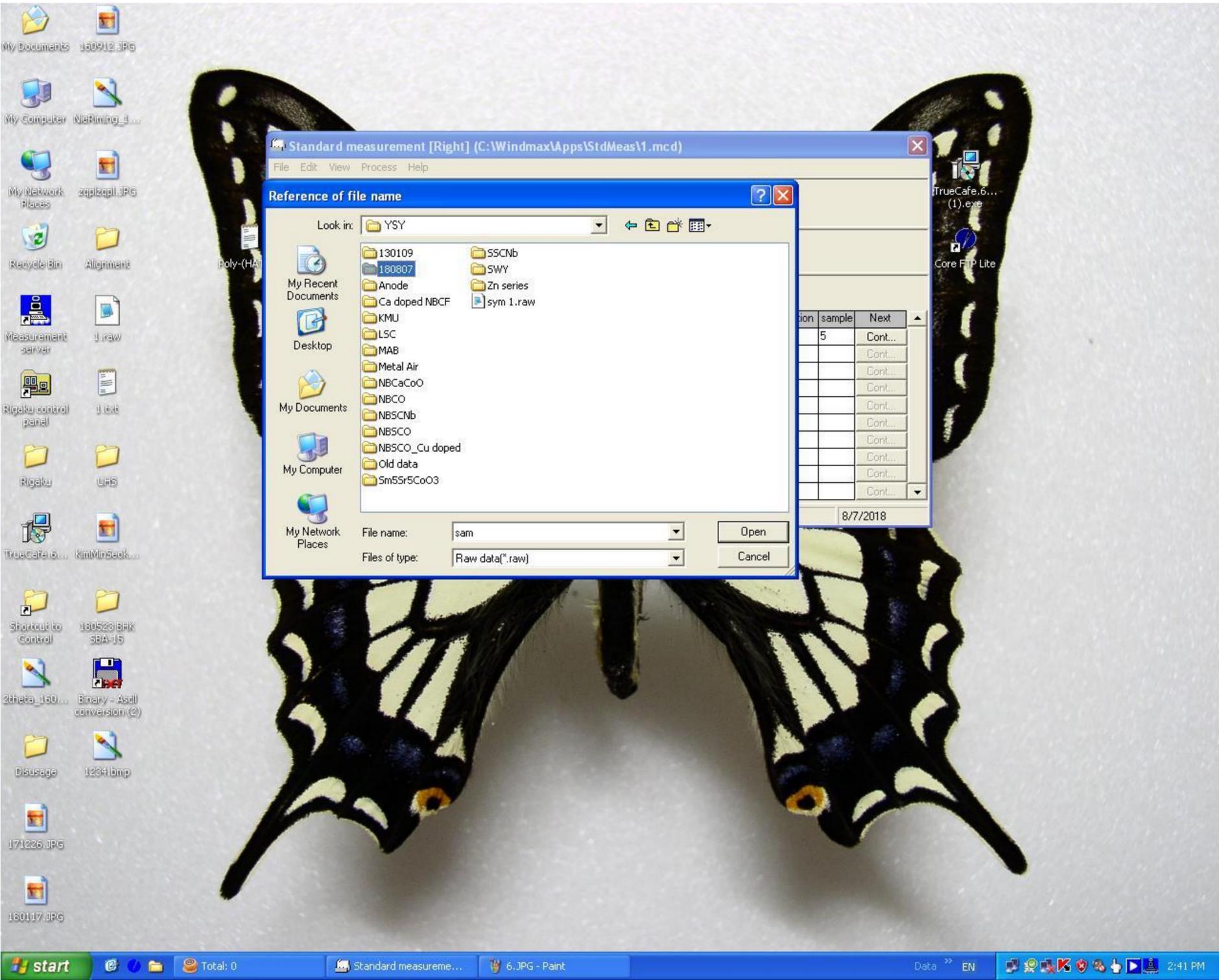
My Computer를 클릭한 후, D Drive > Data를 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



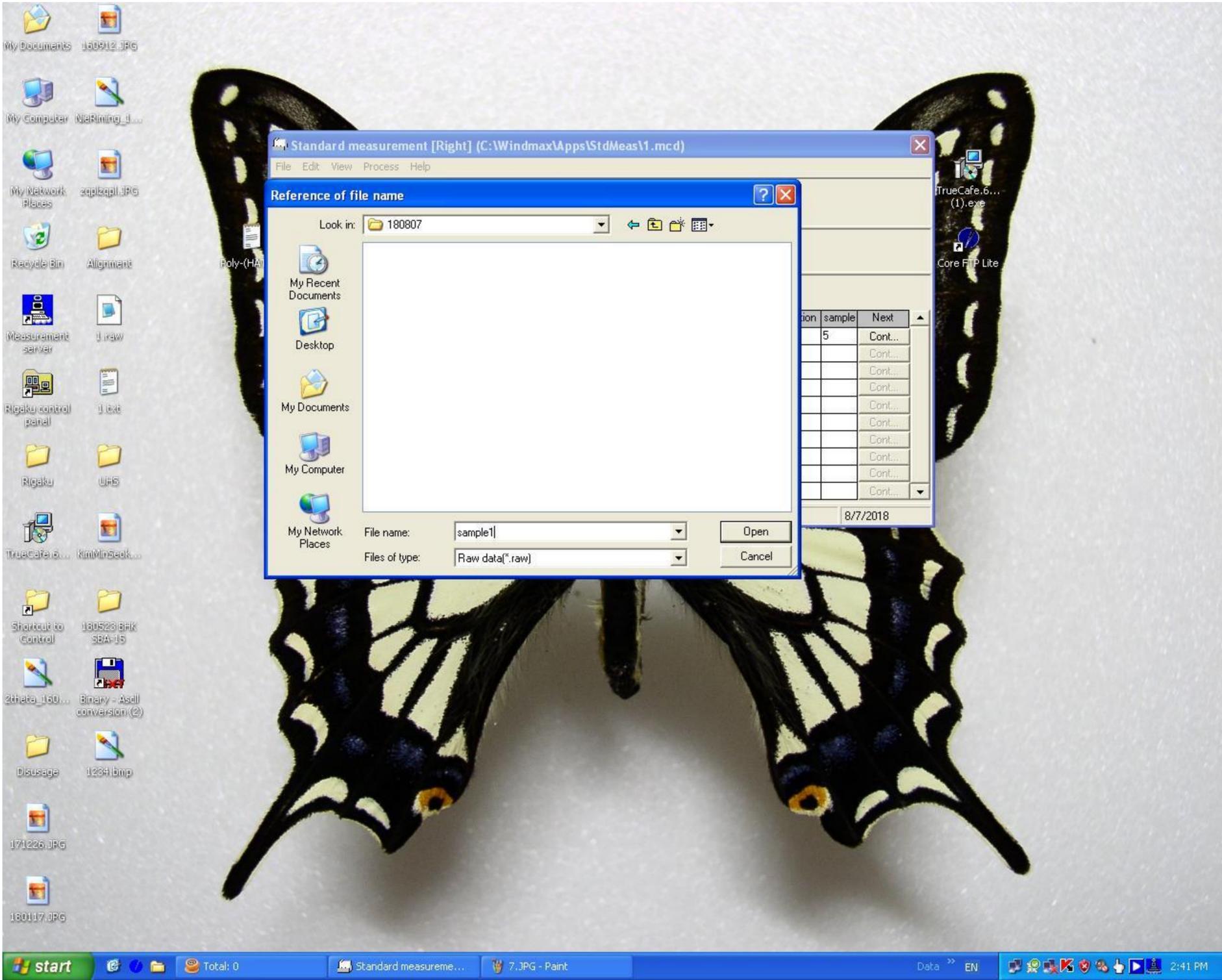
D Drive > Data > Lab 폴더 를 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



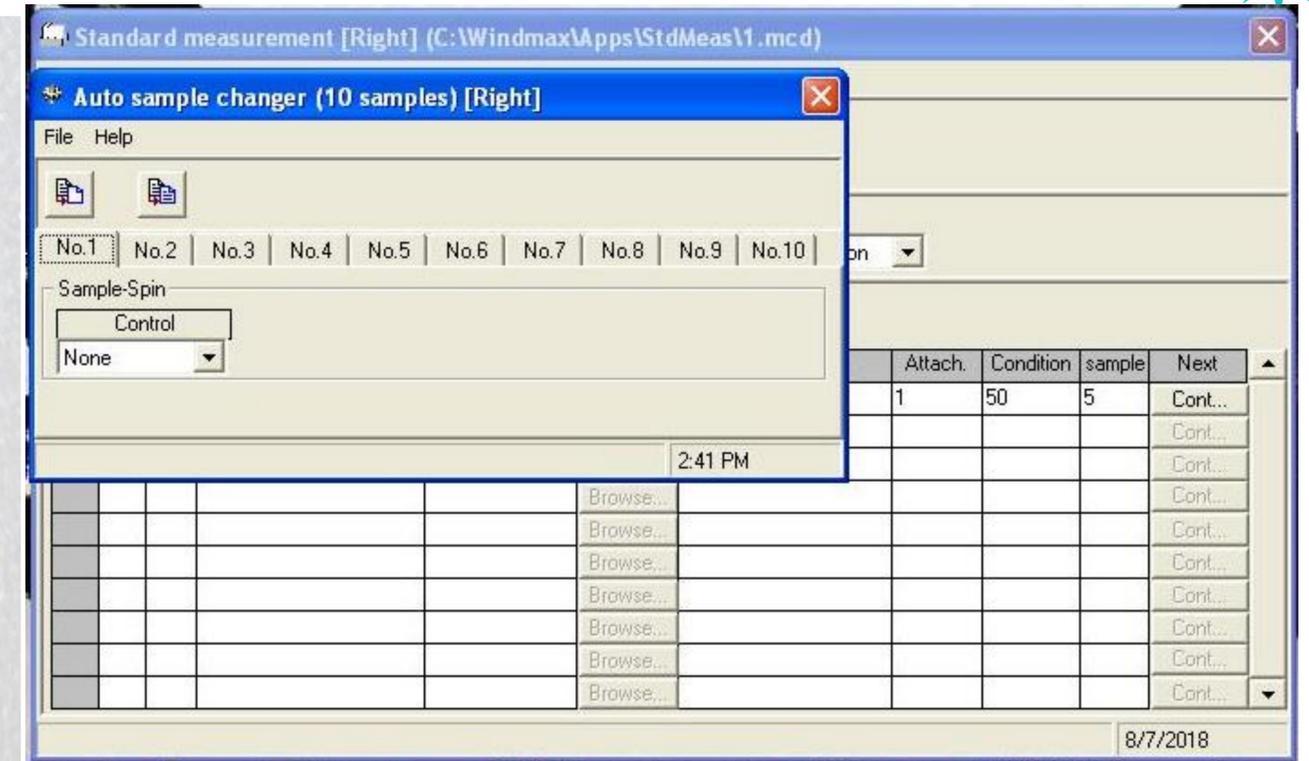
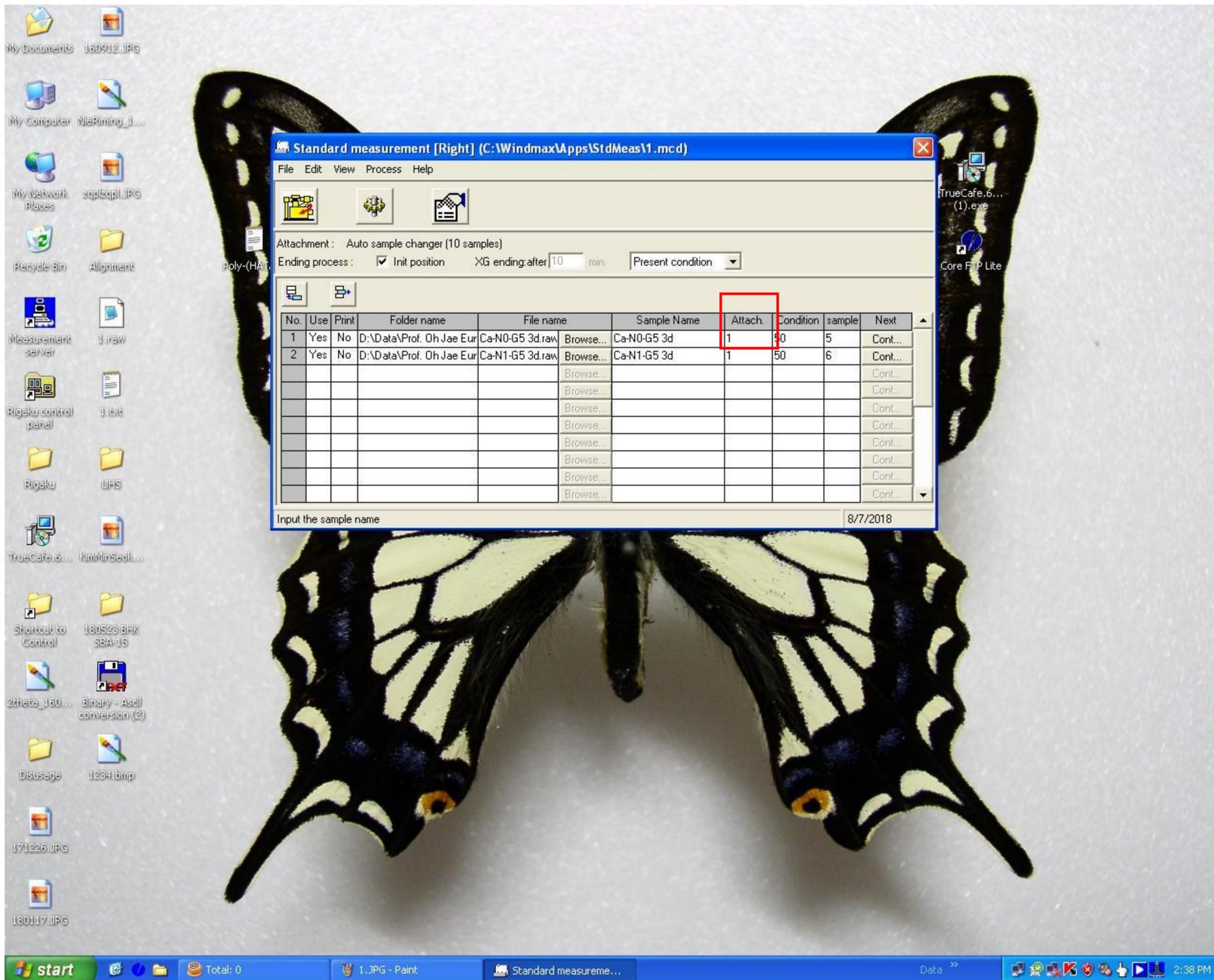
D Drive > Data > Lab 폴더 > 사용자 폴더 를 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



D Drive > Data > Lab 폴더 > 사용자 폴더
> 분석일자 를 클릭한다.

Standard Measurement (Right)



Attach는 시료를 회전하거나, 회전하지 않는 기능을 말한다.

Attach 아래칸에 숫자 1을 클릭하면 새로운 창이 열린다.

1번은 회전하지 않음을 의미한다.

Standard Measurement (Right)



No.	Use	Print	Folder name	File name	Sample Name	Attach.	Condition	sample	Next
1	Yes	No	D:\Data\Prof. Oh Jae Eur	Ca-N0-G5 3d.raw	Browse... Ca-N0-G5 3d	1	50	5	Cont...
2	Yes	No	D:\Data\Prof. Oh Jae Eur	Ca-N1-G5 3d.raw	Browse... Ca-N1-G5 3d	1	50	6	Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...
				Browse...					Cont...

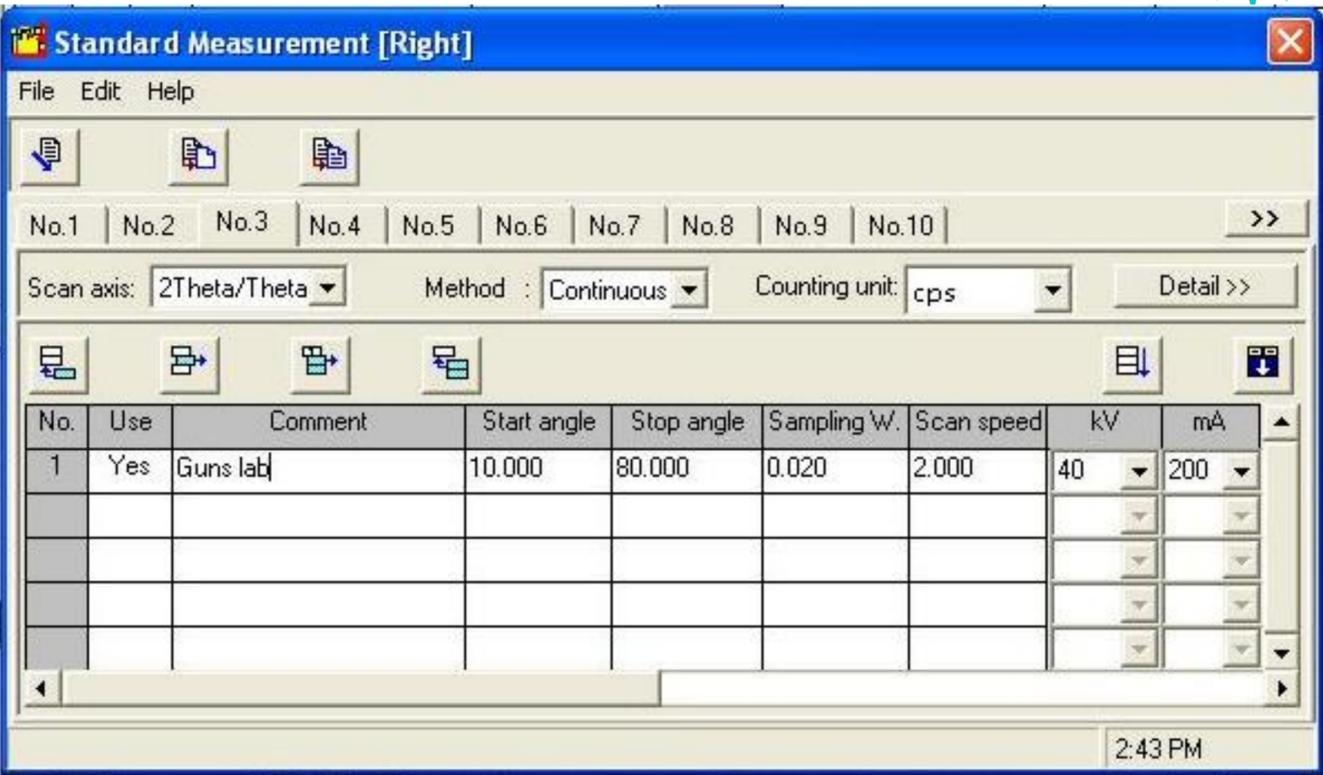
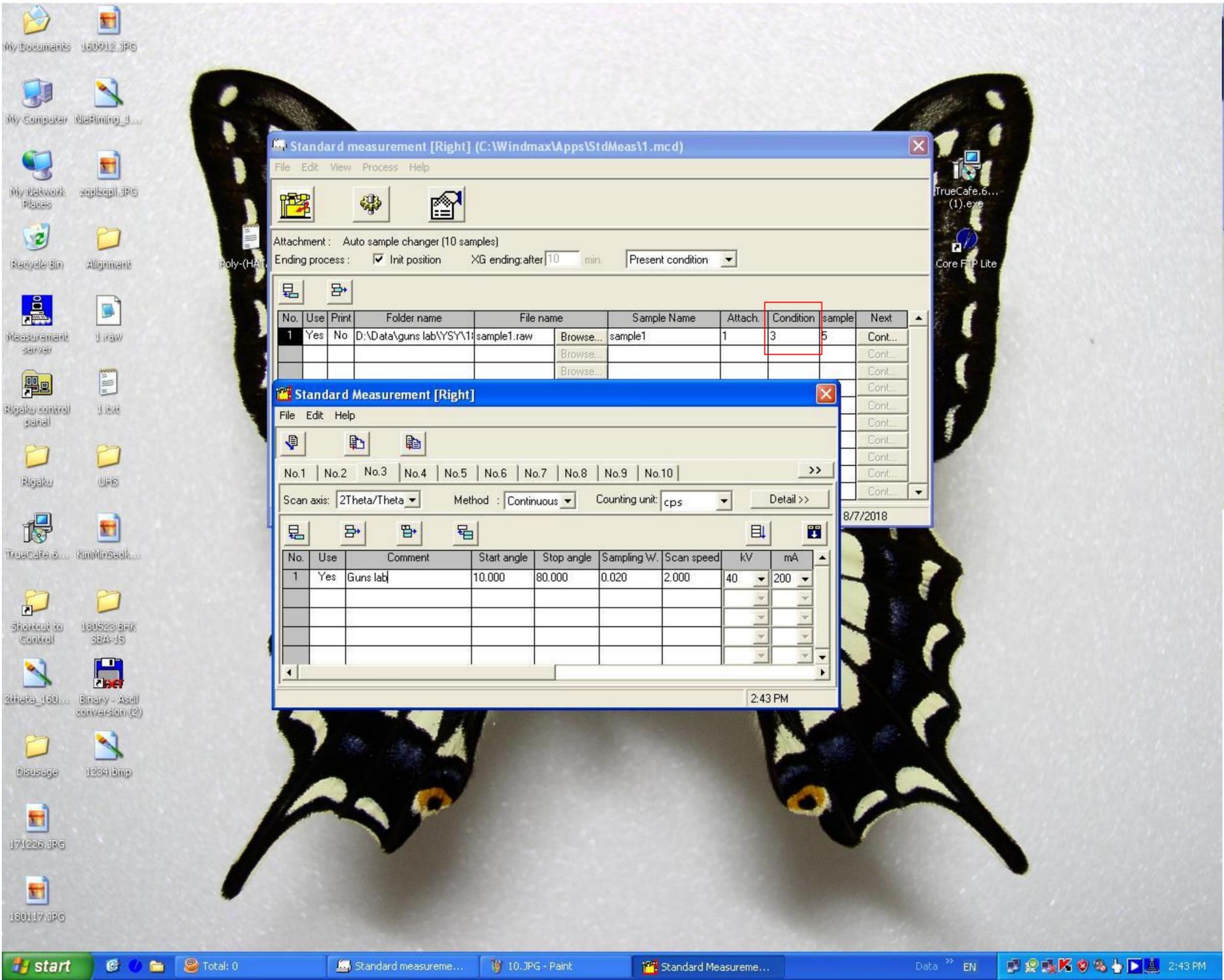
No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7	No.8	No.9	No.10	Attach.	Condition	sample	Next
										1	50	5	Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...
													Cont...

Attach는 시료를 회전하거나, 회전하지 않는 기능을 말한다. 시료가 배향성을 가지고 있을 경우에는 회전을 해준다.

Attach 아래칸에 숫자 2를 입력하고 클릭하면 새로운 창이 열린다.

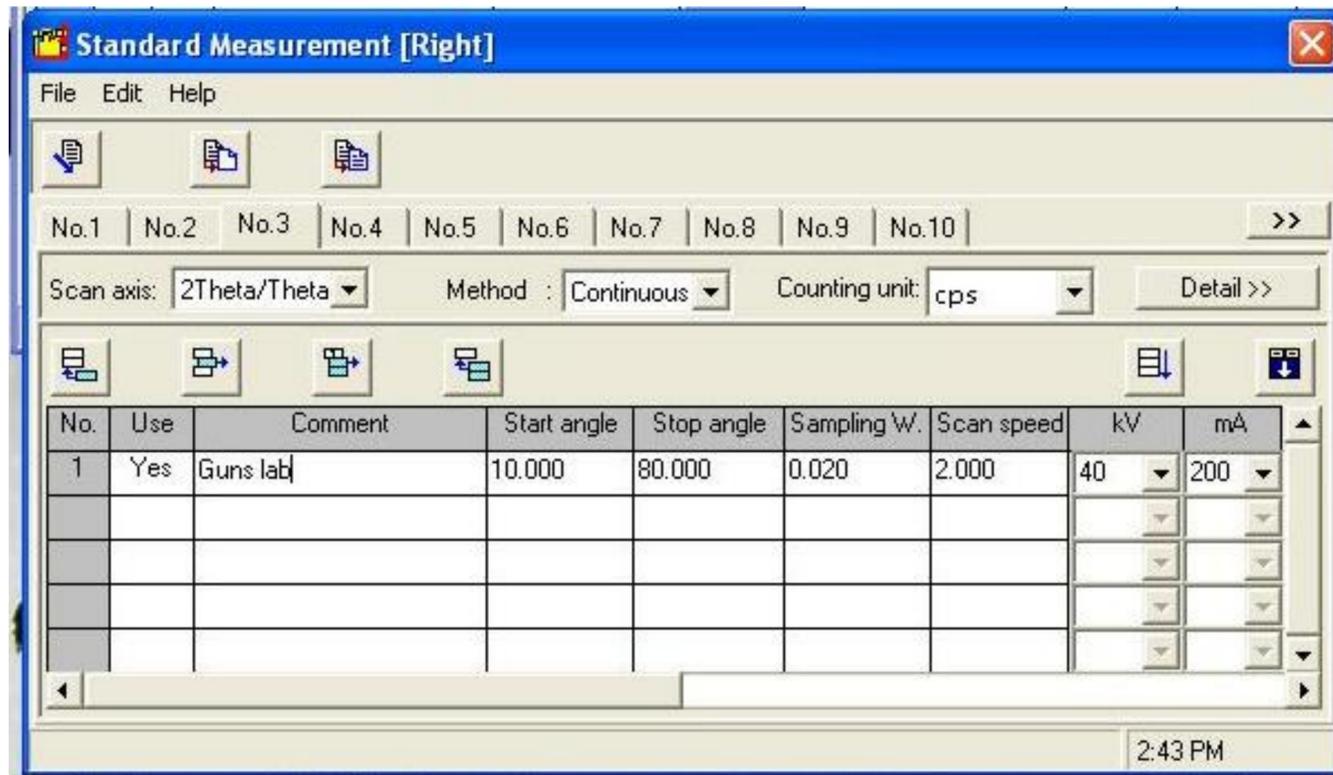
2번은 60 RPM으로 회전을 의미한다.

Standard Measurement (Right)



Condition은 측정 조건을 셋팅한다.
측정조건은 1번을 제외한 2번~100까지 임의의 번호를
입력하고 클릭하면 새 창이 열린다.

Standard Measurement (Right)



Use는 반드시 Yes로 되어 있어야 한다.

Comment는 측정조건과는 상관이 없으나, 보기 쉽게 이름을 입력한다.

Start Angle은 시작 각도, Stop Angle은 완료 각도를 입력한다.

Sampling W는 보통 0.02를 입력한다.

Scan Speed는 분당 각도를 의미한다.

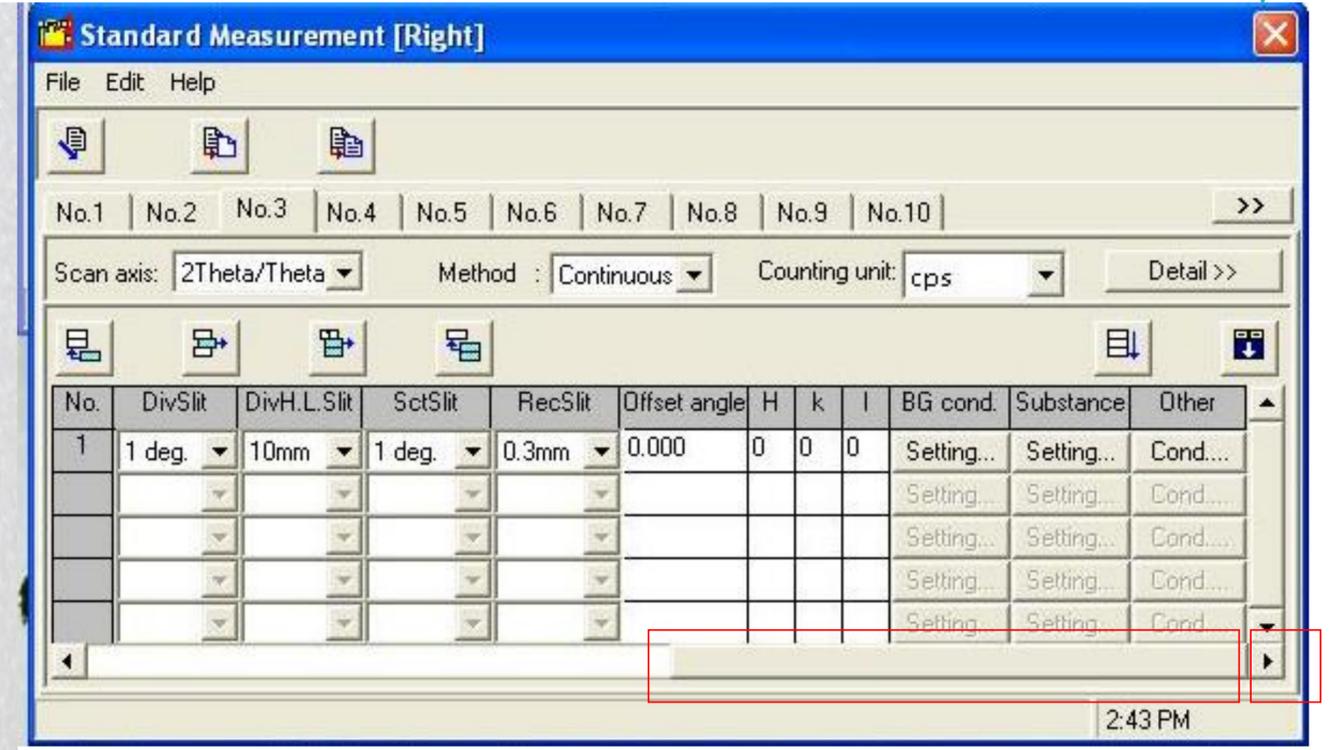
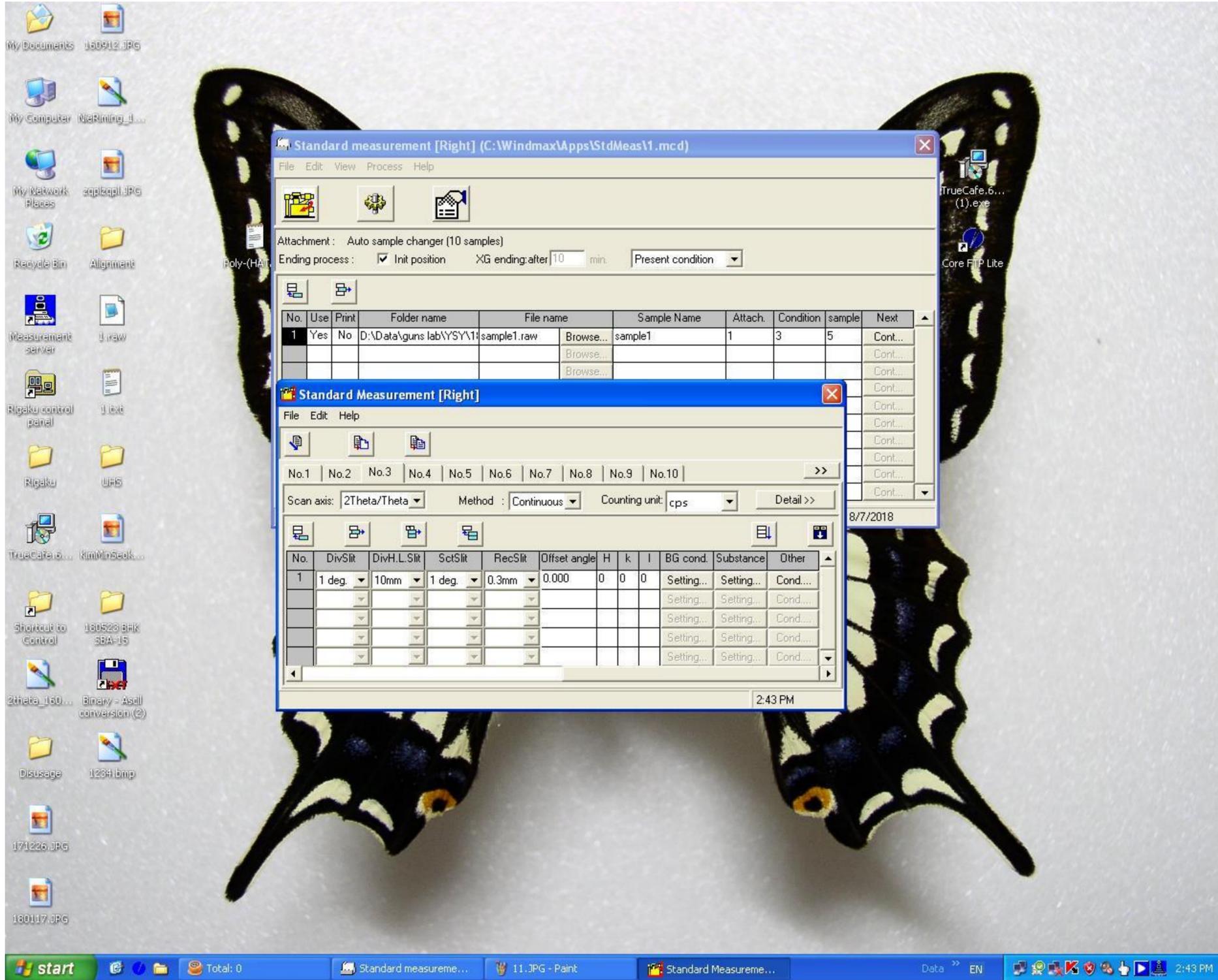
예를 들어 20도~ 80도 범위를 0.02도 간격으로 분당 2도로 측정하면,
총 측정시간 = $80-20 = 60\text{도}/2\text{도}/\text{분} = 30\text{분}$ 이 된다.

따라서, 자율사용자는 시료당 측정 시간을 계산하여 시간을 예약할 수 있다.

Power는 Voltage와 Current로 조절하며, 최대 40KV, 200mA 초과하지 않는다.
초과할 경우, Filament Short가 발생하므로 주의!

대신 유기물 같은 시료는 Power를 40 KV, 30 mA로 낮추어서 측정가능하다.

Standard Measurement (Right)



하단에 스크롤을 왼쪽에서 오른쪽으로 Drag하거나 화살표를 눌러서 이동한다.

Standard Measurement (Right)



DivSlit (Divergence Slit)과 ScaSlit(Scattering Slit)은 X-ray Beam Depth를 의미한다. 두 slit은 항상 동일한 값을 입력해준다.

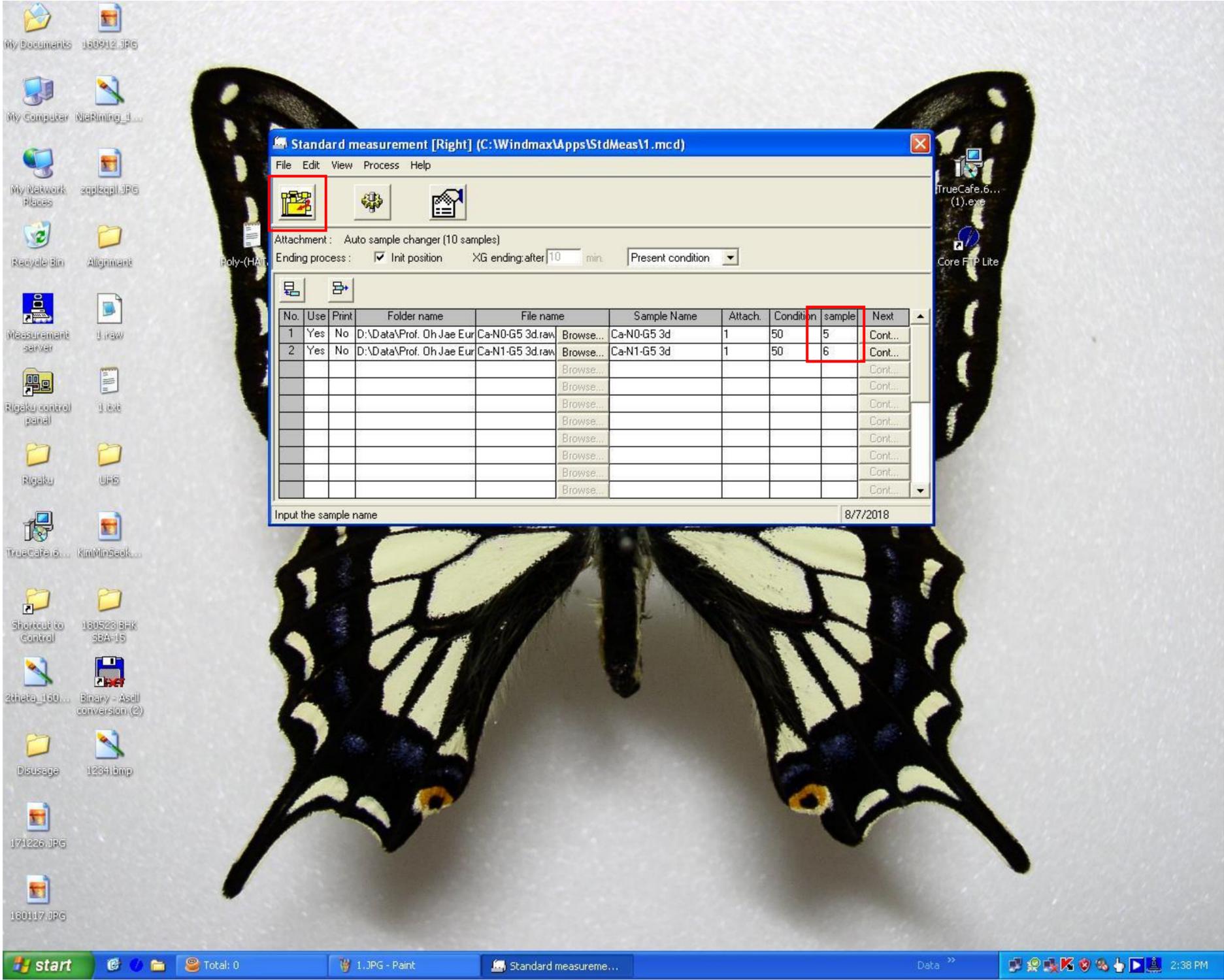
DivHLSlit(Divergence Height Lenth Slit)은 X-ray Beam Height를 의미한다. 따라서 시료 홀더에 따라 slit 조건을 변경하면 된다.

X-ray Beam Width는 $\sin\theta$ 에 따라 저각에서 넓게, 고각에서 좁게 변하며 slit으로 조절이 불가능하다.

RecSlit(Receiving Slit)은 일반적으로 0.3 mm로 셋팅되어 있고, Peak가 Overlap이 심할 경우, 더 작은 값으로 변경하고 측정한다.

Sample Holder	Div Slit	DivHLSlit	Sca Slit	RecSlit
18 mm	1 deg	10 mm	1 deg	0.3 mm
5 mm	½ deg	5 mm	½ deg	0.3 mm

Standard Measurement (Right)

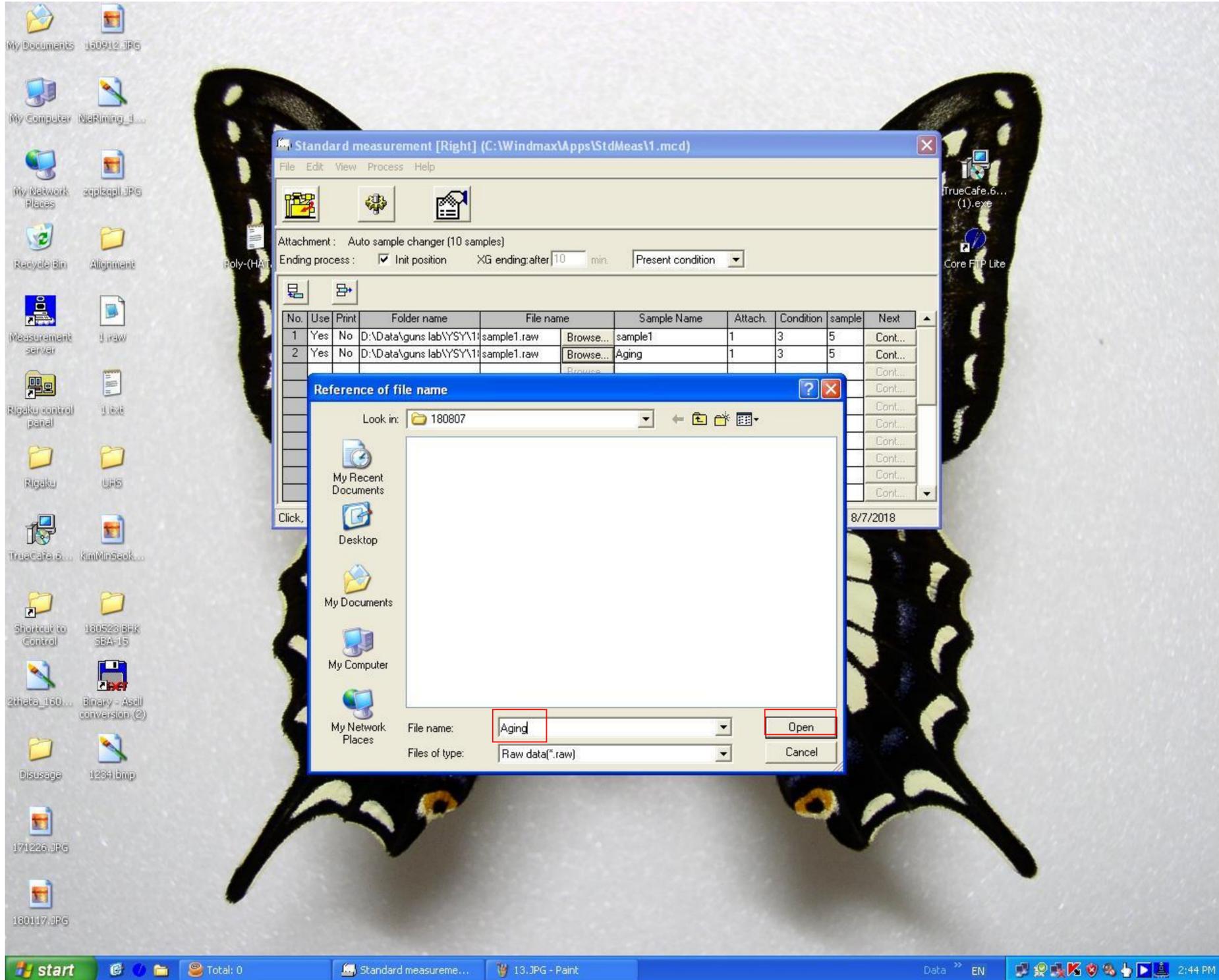


Pos는 ASC에서 Sample Position을 의미한다.

ASC에는 총 10개의 Sample Position을 가지고 있다.

Day Time (9:00~18:00) 동안 Aging Process 없이 측정을 시작하기 때문에 실행을 클릭한다.

Aging Process

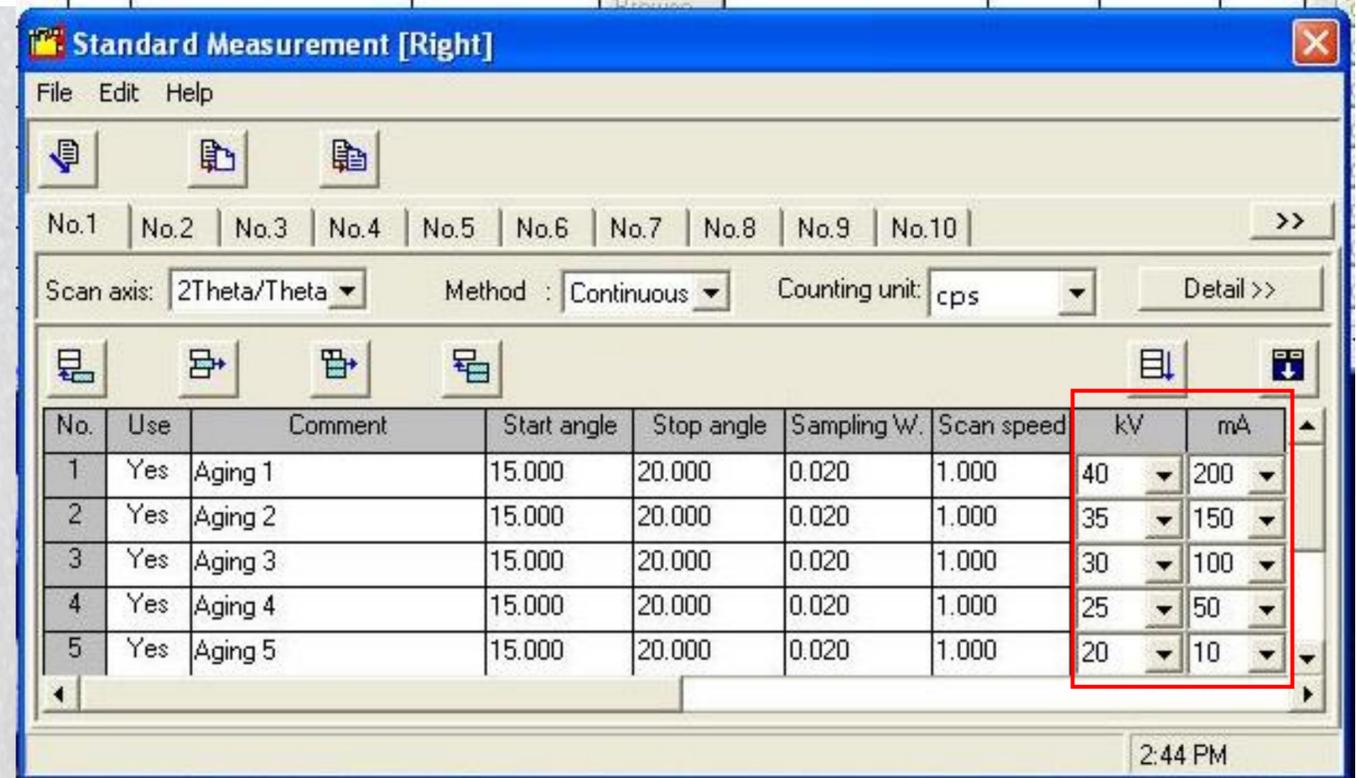
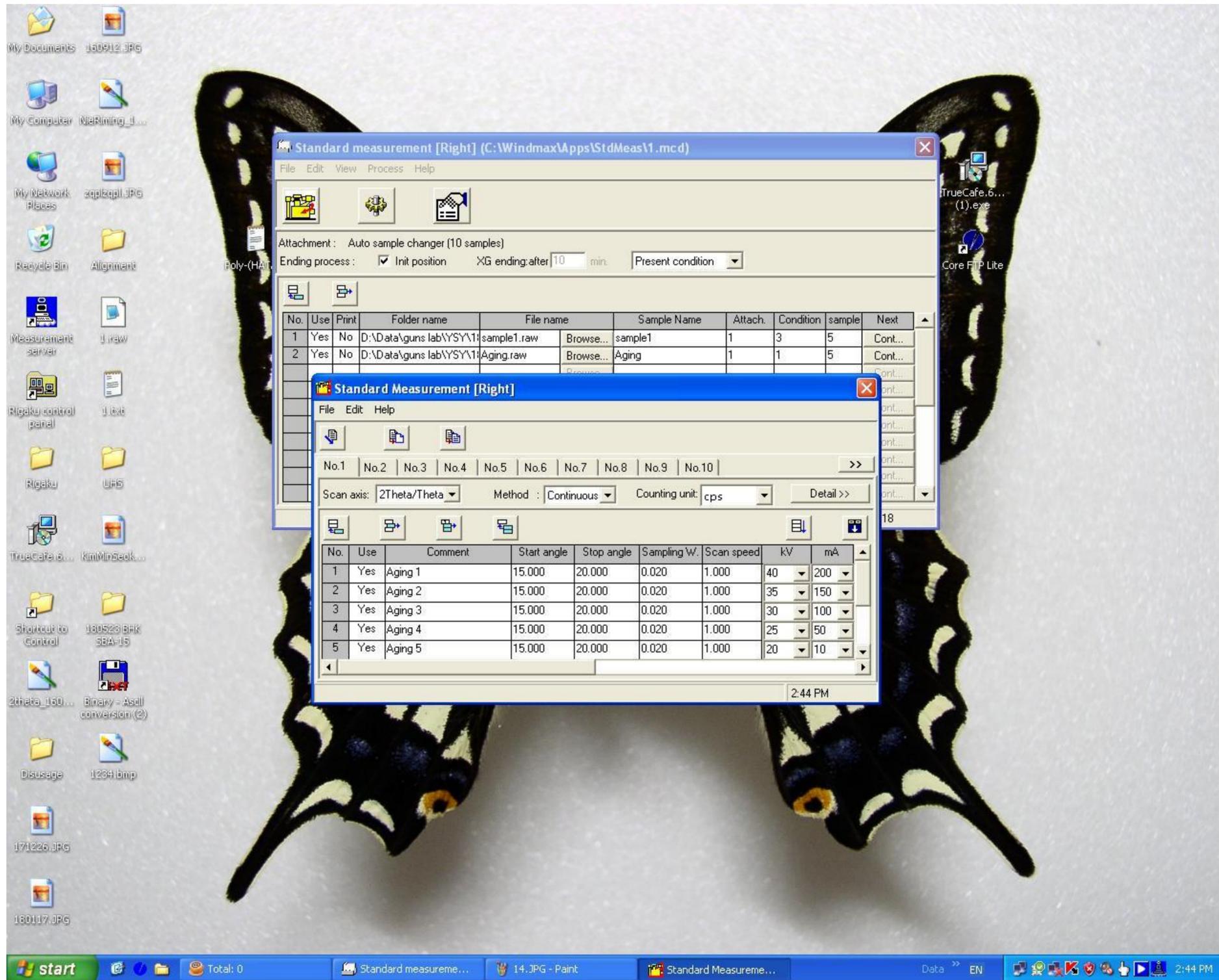


HPXRD는 고출력 X선 회절분석기로,
X-ray를 낮은 파워에서 켜 후,
안정적으로 높은 파워로 올려서 측정을 한다.
하지만, 높은 파워로 측정 후 낮은 파워로 자동으로
낮춰주지 못하기 때문에 Aging Process를 설정해줘야
한다.

측정조건을 설정하고 마지막 칸에 Condition을 Copy한다.
Browse 버튼을 클릭하여 Aging 파일명으로 본인 Data와
동일한 위치에 Open 버튼을 클릭한다.

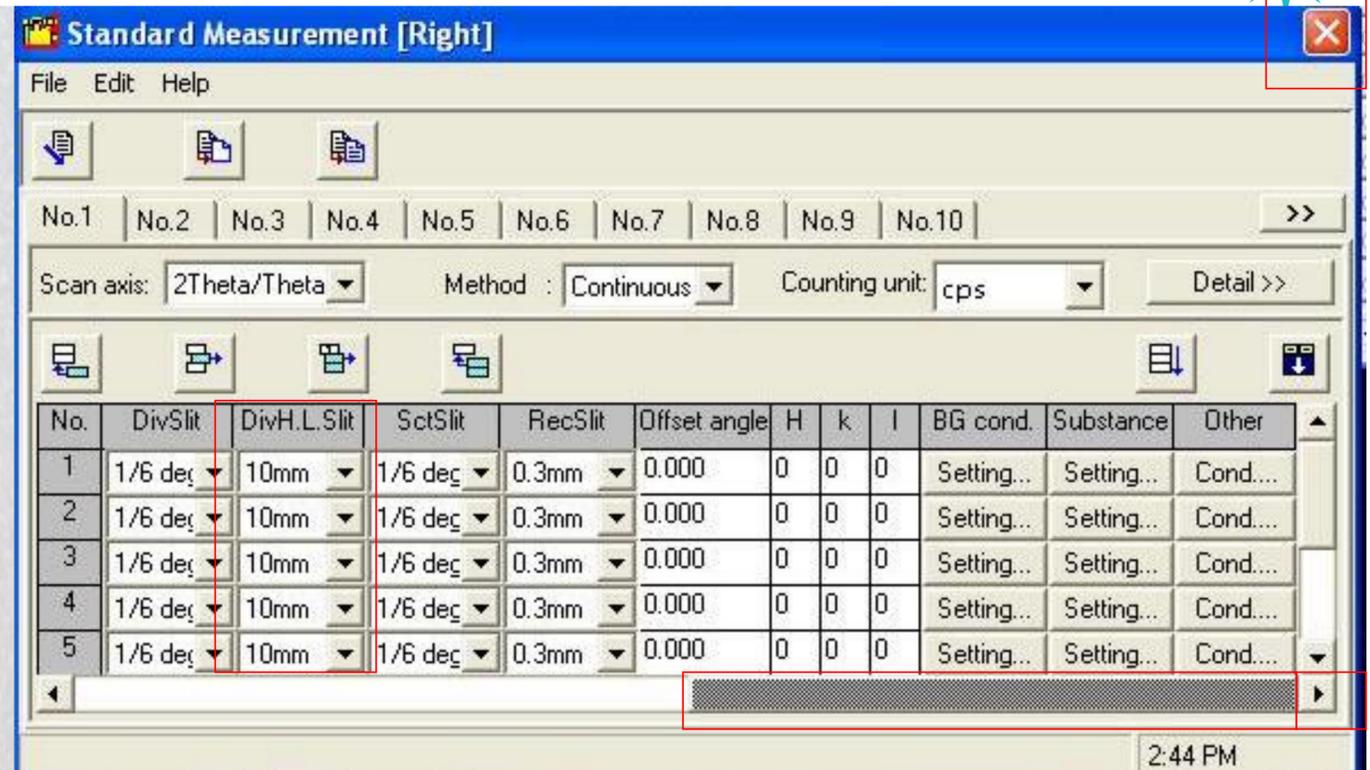
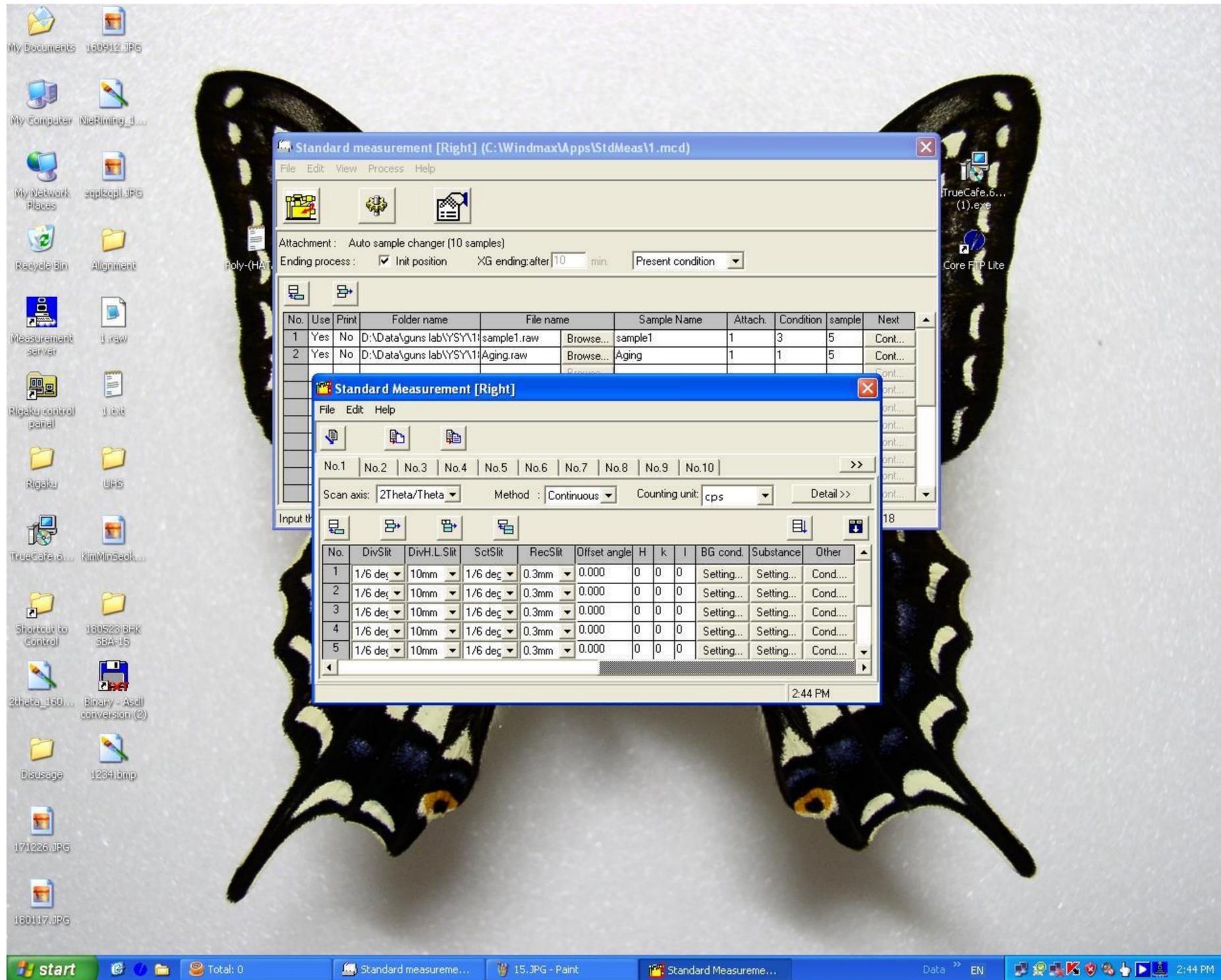
Aging은 Data 자체는 의미가 없기 때문에 Attach도 Pos도
측정 조건과 동일하게 해도 무관하다.

Aging Process



Aging Process에서 가장 중요한 것은 Condition을 1번으로 해야 한다는 점이다. Condition에 1을 입력하고 클릭하면 새 창이 열린다. 1번을 살펴보면 15도~20도의 저각을 온도를 낮추어 반복측정을 하여 파워를 안정적으로 낮추는 것을 알 수 있다.

Aging Process

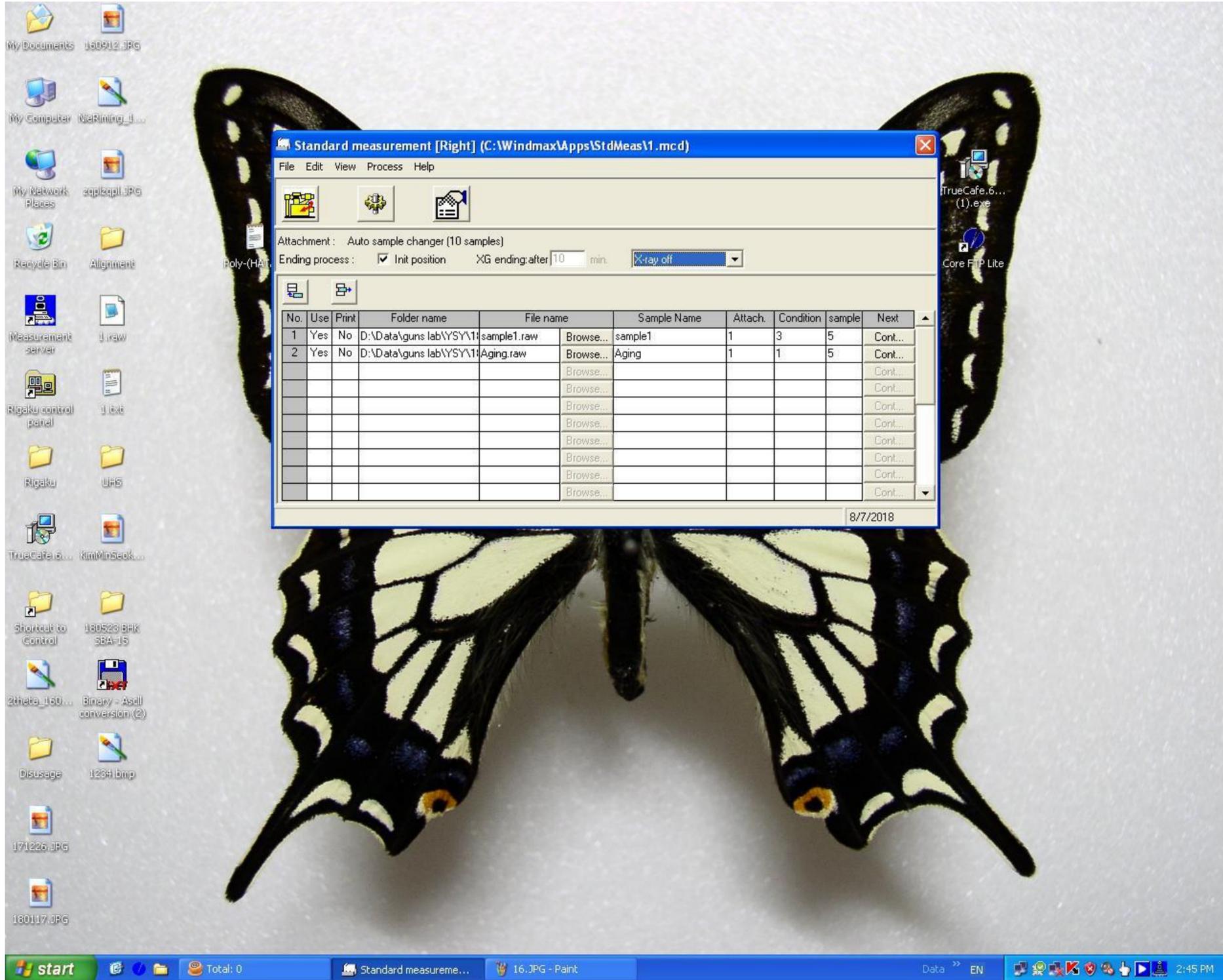


하단에 스크롤을 왼쪽에서 오른쪽으로 Drag하거나 화살표를 눌러서 이동한다.

Aging Slit 조건은 DivHLSlit을 본인 측정조건과 동일하게 변경하고, 다른 조건은 절대 변경하지 않는다.

조건을 다 확인한 후 종료 버튼을 누른다.

Aging Process



마지막으로 상단에 XG ending after 옆에 위치한 Present Condition을 X-ray Off로 변경해준다.

그 후에 측정 실행 버튼을 클릭한다.

그렇게 되면 1번 측정조건대로 측정을 한 후, 입력한 파일명으로 입력한 위치에 저장을 한다.

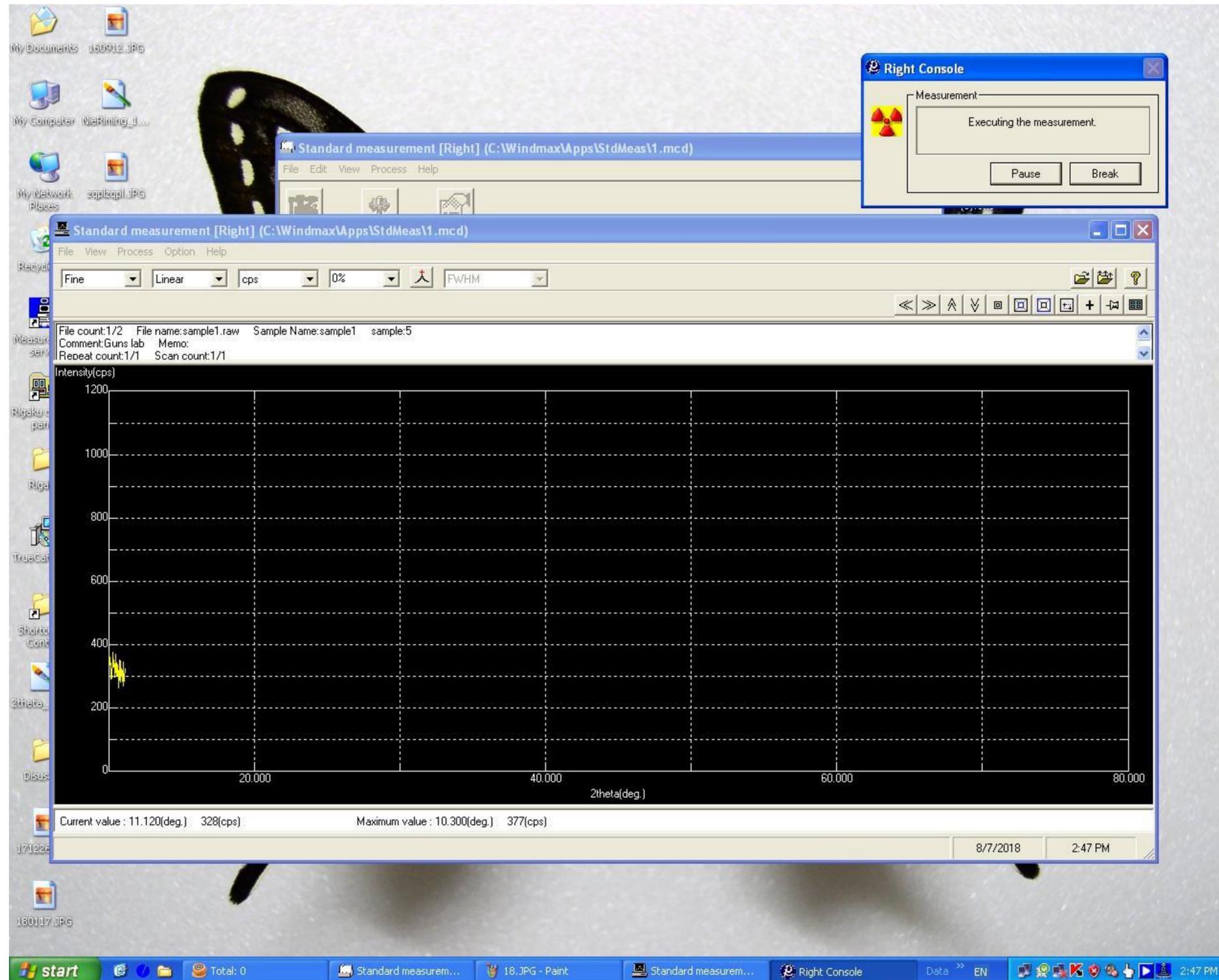
그 후 2번 측정조건대로 Power를 안정적으로 낮춘 후, 10분 후에 X-ray를 오픈한다.

야간, 휴일에 측정을 하는 경우, 시료를 시작하고 복귀하지 않아도 자동 측정 및 자동 X-ray Off 까지 진행할 수 있다.

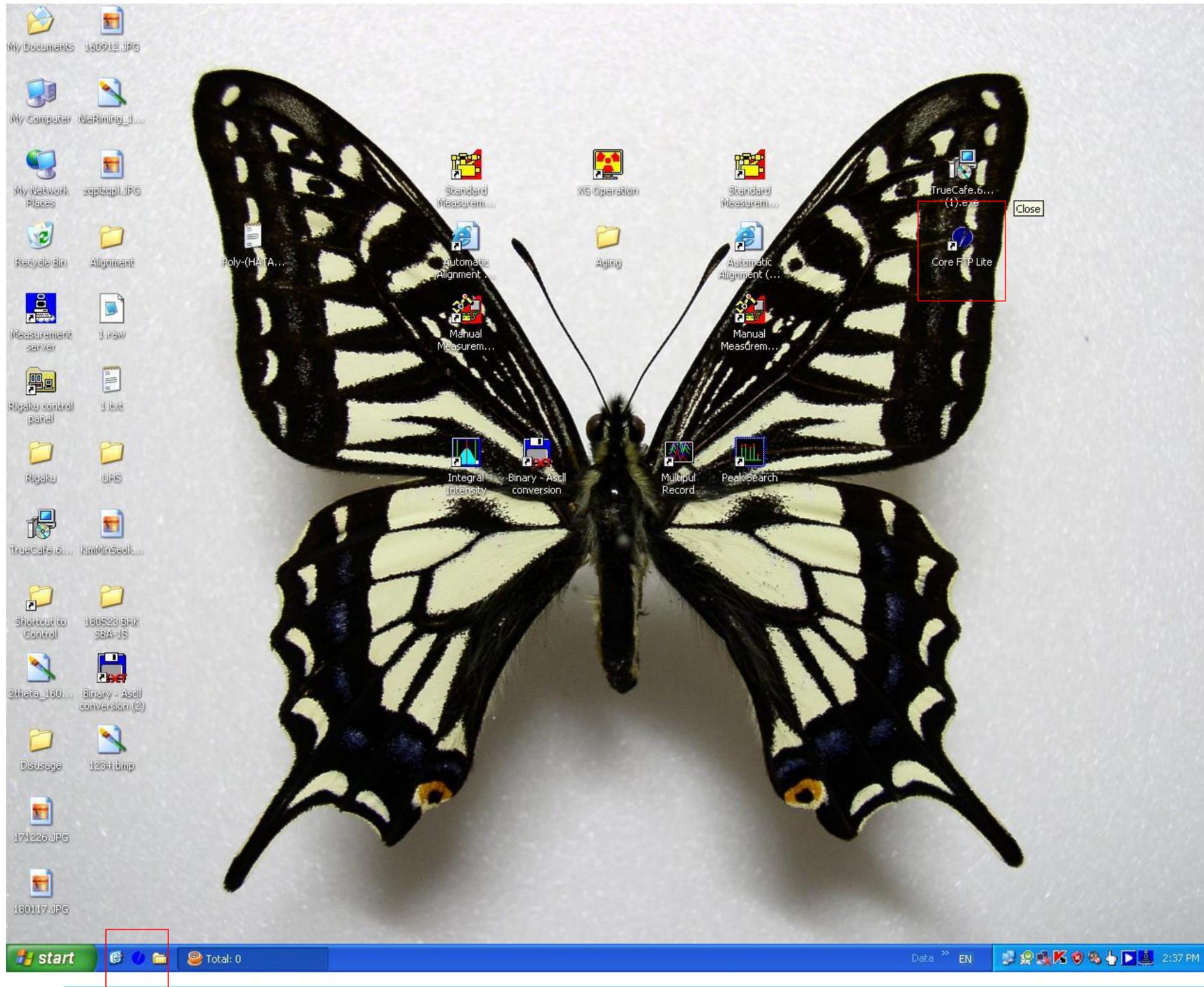
Measurement



측정을 Start 한 후, Data가 나오는 것을 확인하고 X-선 분석실을 떠나도 무방하다.

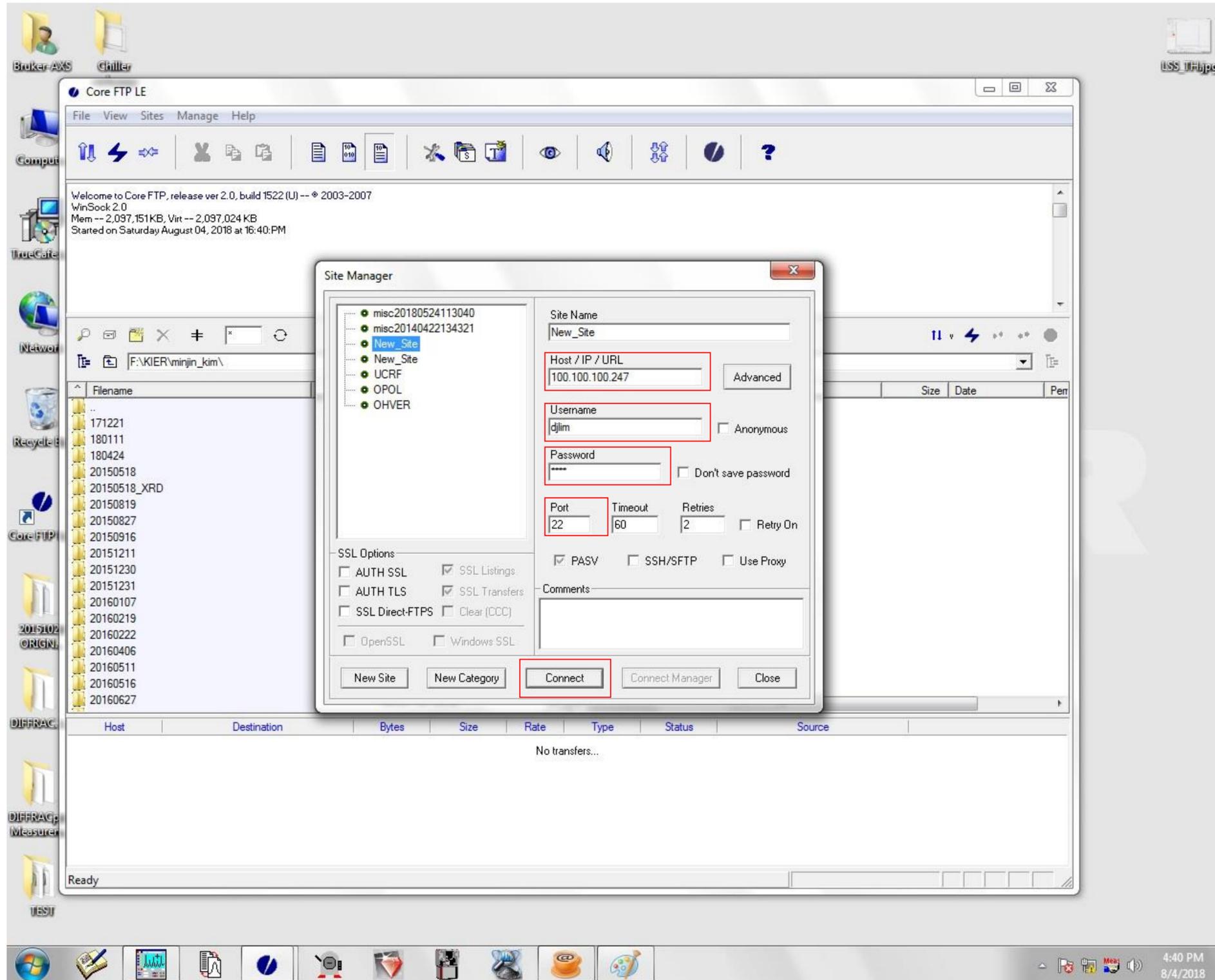


Data 업로드 (Core FTP 실행)



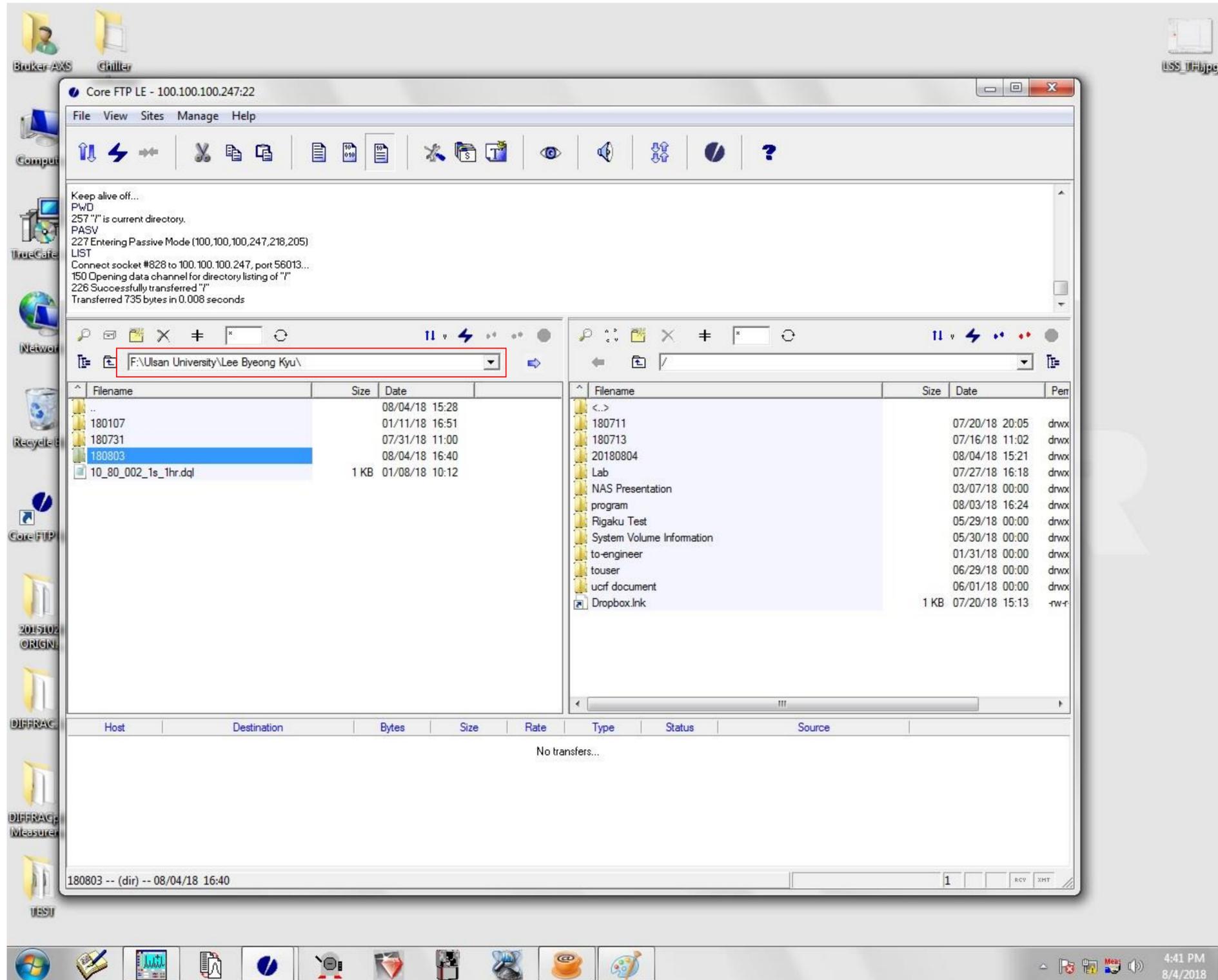
Core FTP는 XRD 결과를 USB 없이 업로드,
다운로드 하는 프로그램으로
두 아이콘 중 하나를 double click 한다.

Data 업로드 (Core FTP 실행)



IP: 100.100.100.247,
Username: djlim,
Password: 0254,
Port: 22를 확인하고
Connect를 클릭한다.

Data 업로드 (Core FTP 실행)



분석 PC에서 Browse 버튼을 클릭하여
업로드 할 파일이 저장된 위치로 가서
파일을 확인한다.

위치: F:/연구실이름/의뢰자이름/분석일자

Data 업로드 (Core FTP 실행)



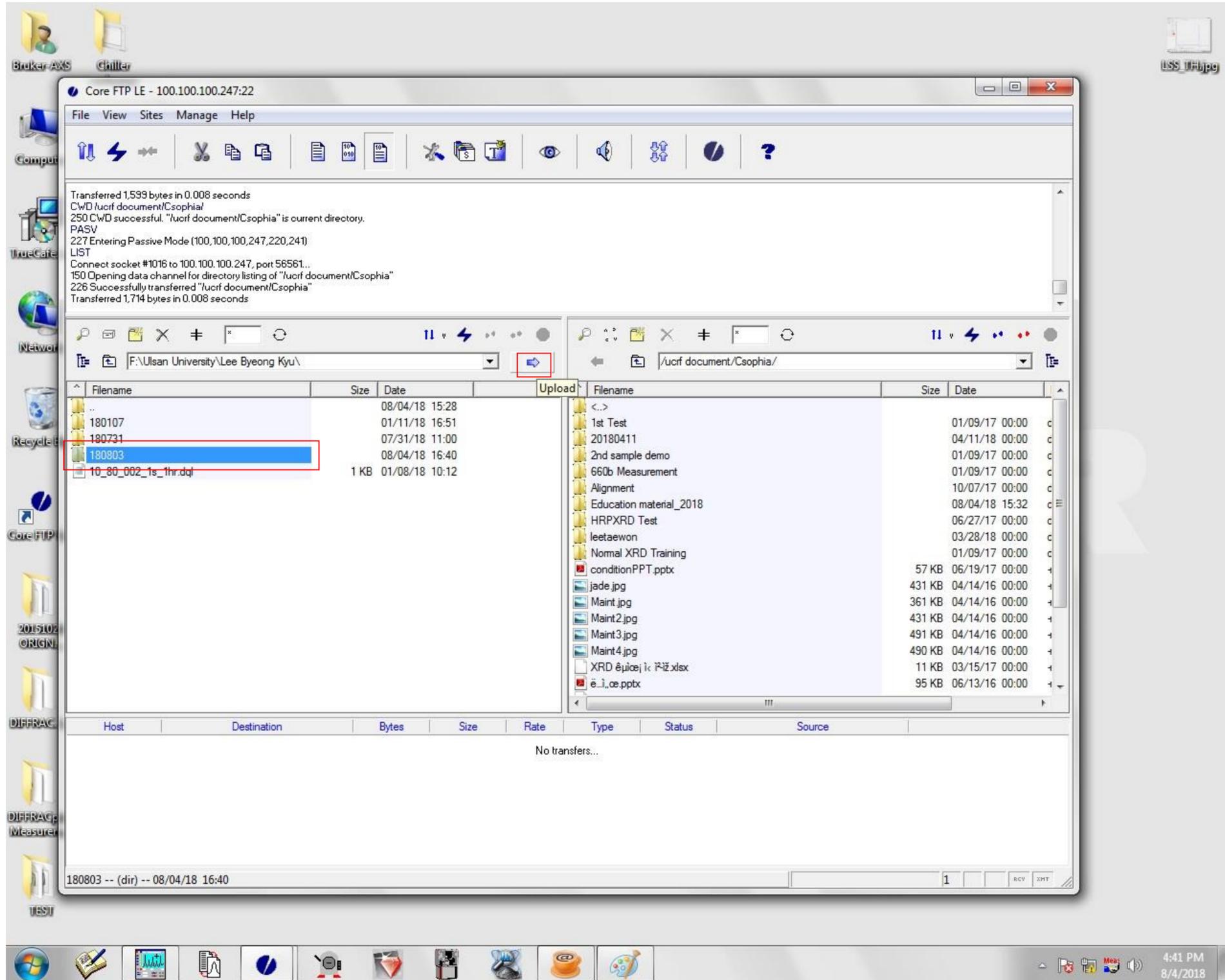
화살표 아래 방향 버튼을 눌러서
업로드 할 서버위치로 가서 파일을 확인한다.
위치: /ucrf document/장비담당자 폴더

The screenshot shows the Core FTP LE interface. The top window displays the upload progress: "Transferred 1,599 bytes in 0.008 seconds". Below this, the local file explorer shows the directory "F:\Ulsan University\Lee Byeong Kyu\" with files like "180107", "180731", "180803", and "10_80_002_1s_1hr.dq". The right window shows the remote directory listing for "/ucrf document/Csophia/". A red box highlights the "downward arrow" button in the remote directory toolbar. The bottom status bar shows "No transfers..." and "Ready".

Filename	Size	Date
..		08/04/18 15:28
180107		01/11/18 16:51
180731		07/31/18 11:00
180803		08/04/18 16:40
10_80_002_1s_1hr.dq	1 KB	01/08/18 10:12

Filename	Size	Date
<.>		
1st Test		01/09/17 00:00
20180411		04/11/18 00:00
2nd sample demo		01/09/17 00:00
660b Measurement		01/09/17 00:00
Alignment		10/07/17 00:00
Education material_2018		08/04/18 15:32
HRPXR Test		06/27/17 00:00
leetaewon		03/28/18 00:00
Normal XRD Training		01/09/17 00:00
conditionPPT.pptx	57 KB	06/19/17 00:00
jade.jpg	431 KB	04/14/16 00:00
Maint.jpg	361 KB	04/14/16 00:00
Maint2.jpg	431 KB	04/14/16 00:00
Maint3.jpg	491 KB	04/14/16 00:00
Maint4.jpg	490 KB	04/14/16 00:00
XRD 에피제이 ic 2차.xlsx	11 KB	03/15/17 00:00
e_1_0e.pptx	95 KB	06/13/16 00:00

Data 업로드 (Core FTP 실행)



분석 PC에서 업로드할 파일을 클릭하고,
업로드 버튼을 클릭한다.

Data 업로드 (Core FTP 실행)



Core FTP LE - 100.100.100.247:22

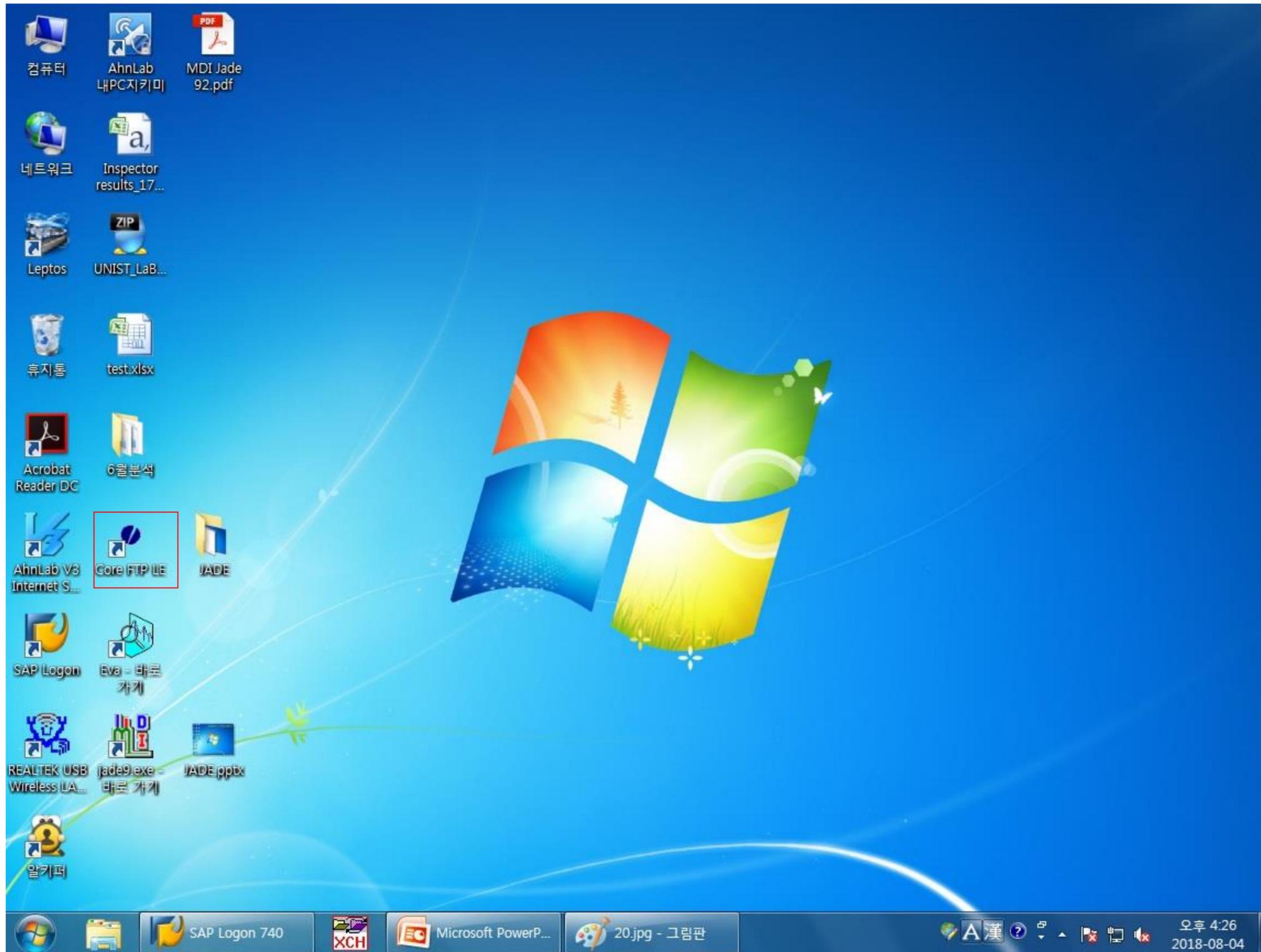
File View Sites Manage Help

CWD /ucrf document/Csophial
250 CWD successful. "/ucrf document/Csophial" is current directory.
Transfer time: 00:00:01
PASV
227 Entering Passive Mode (100,100,100,247,235,66)
LIST
Connect socket #1152 to 100.100.100.247, port 60226...
150 Opening data channel for directory listing of "/ucrf document/Csophial"
226 Successfully transferred "/ucrf document/Csophial"
Transferred 1,771 bytes in 0.008 seconds

Host	Destination	Bytes	Size	Rate	Type	Status	Source
100.100.100.247	/ucrf document/Csophial/180803				Upload	Success	F:\Ulsan University\Lee Byeong Kyu\18...
100.100.100.247	/ucrf document/Csophial/180803/10_8...	1,090	1,090		Upload	Success	F:\Ulsan University\Lee Byeong Kyu\18...
100.100.100.247	/ucrf document/Csophial/180803/sampl...	15,356	15,356		Upload	Success	F:\Ulsan University\Lee Byeong Kyu\18...
100.100.100.247	/ucrf document/Csophial/180803/sampl...	79,765	79,765		Upload	Success	F:\Ulsan University\Lee Byeong Kyu\18...

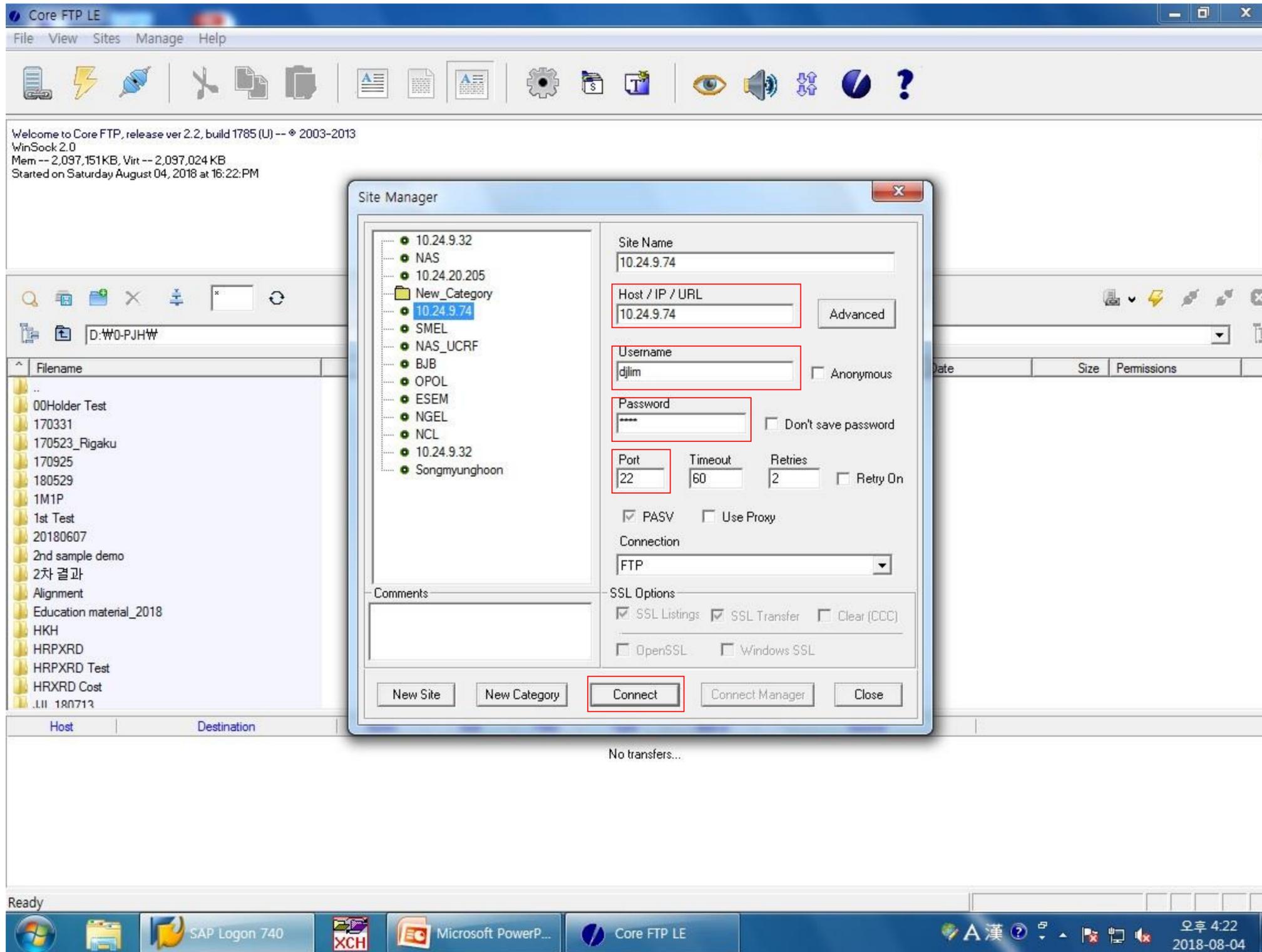
성공적으로 Data가 업로드 될 경우,
하단에 Success 상태가 나타났다가 사라진다.
Core FTP 프로그램을 종료한다.

Data 다운로드 (Core FTP 실행)



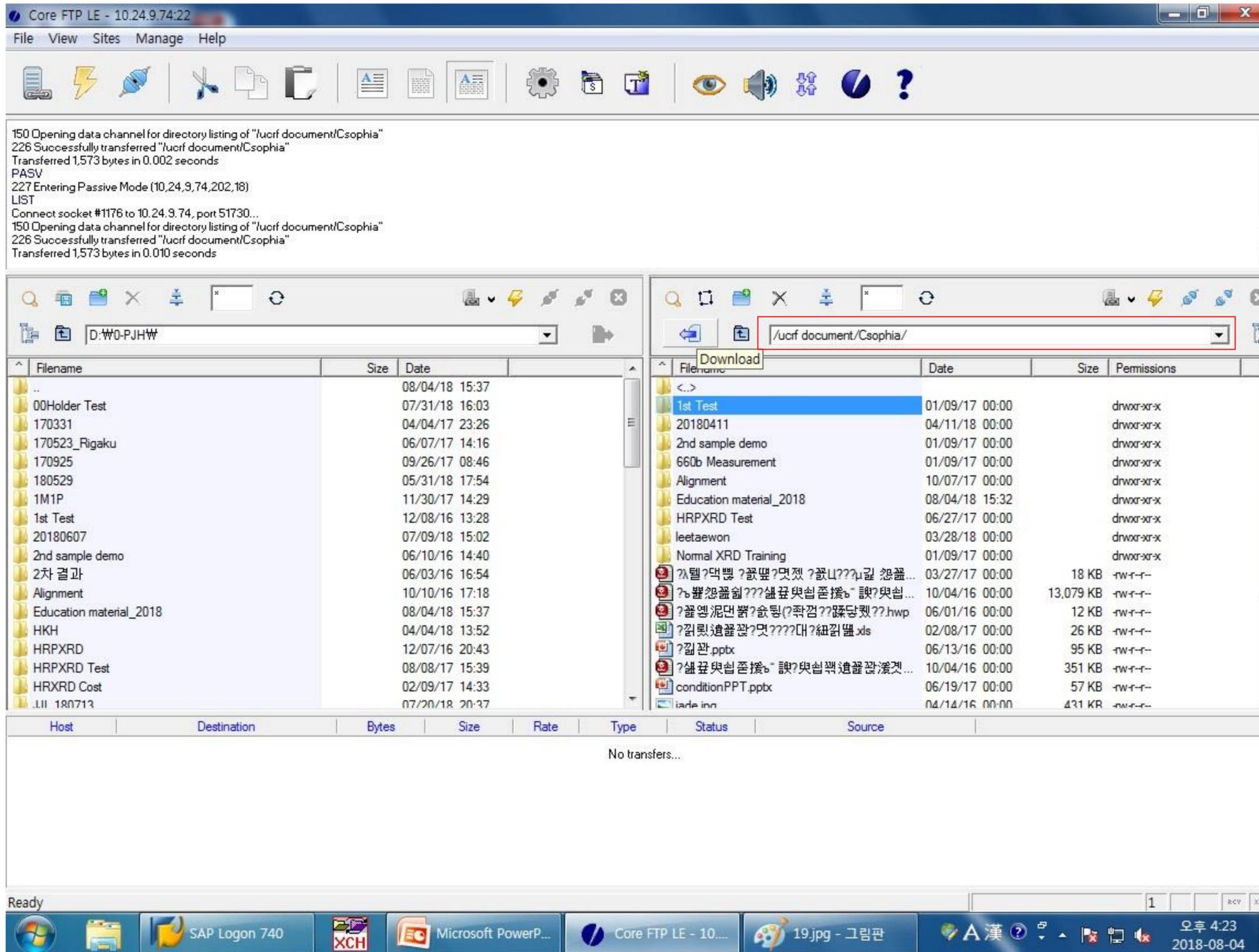
사용 실적입력용 PC에서
Data Download 받는 방법은
바탕화면에 Core FTP를 더블 클릭한다.

Data 다운로드 (Core FTP 실행)



IP: 10.24.9.74,
Username: djljm,
Password: 0254,
Port: 22를 확인하고
Connect를 클릭한다.

Data 다운로드 (Core FTP 실행)



서버 창에 Browse 버튼을 클릭한다.
다운로드 할 파일이 있는 위치로 가서
파일을 확인한다.
위치: /ucrf document/담당자 이름 폴더

Data 다운로드 (Core FTP 실행)



The screenshot shows the Core FTP LE interface with a log window at the top displaying transfer details for 'ucrf document/Csophia'. Below the log are two file explorer windows. The left window shows the local drive 'D:\WD-PJHW' with a list of folders including '1st Test'. The right window shows the remote directory '/ucrf document/Csophia/' with a list of files and folders, including '1st Test' which is highlighted. A 'Download' button is visible above the right window. At the bottom, a transfer progress table is shown with the text 'No transfers...'.

Host	Destination	Bytes	Size	Rate	Type	Status	Source
No transfers...							

PC 창에 Browse 버튼을 클릭한다.
다운로드할 위치를 확인한다.
위치: /ucrf document/담당자 폴더
파일 클릭 후, Download 버튼을 클릭한다.