

X線回折測定手順(-2 スキャン)

// 装置立ち上げ

- 2 スキャンをするため、入射側にミラーと4結晶を設置し、受光側に Triple Axis をセットする。

Rocking Curve Detector (手前) に2番のディテクターを、Analyze Detector (奥) に1番のディテクターをセットする。

冷却水温度が25前後になっていることを確認し、冷却水ボタンをON。

HTキーが横になっていなければキーを回し、その後POWER ONボタンを押す。

コンピュータを立ち上げる。パスワードはいらない。そのままEnter。

POWER ONを押した後、装置が原点を確認しに行くが、これが終了したら、X Pert Data Collector(User:*** Password:**)を立ち上げ、メニュー項目から Instrument を選択し、Connectを選択。

Triple Axisを使用しているので、High Resolutionを選択。(0.27度コリメータ利用の時は、Low Resolutionを選択)

接続するかどうか、コンピュータからレスポンスがあるのでOKを選択。

// 暖気運転

X Pert 左ウインドウメニューの Instrument Setting でダブルクリック。

X-ray を選択し、Breed をクリック。

未使用期間が100時間未満なら fast を、100時間以上なら at normal speed を選択(その日に誰かが使用した後ならば暖気運転する必要はない。)

終了まで待つ。

// Incident Beam Optics の設定

Incident Beam Optics でダブルクリック。

Divergence Slit で Crossed Slit Collimator[MRD]にする。

Anti-scatter Slit で Slit Fixed 1/2°にする。

Mask で Crossed Slit Collimator[MRD]

Mirror で Inc.X-ray mirror Cu[MRD]にして、Extended をチェック。

PreFIX Module で Monochromator 4×Ge 220 12mm mirror[MRD]にする。

Monochromator で 4×Ge 220[mirror]にする。

Beam Attenuator で Ni 0.15mm automatic にして、Usage で Do not swith を選択し、Activated のチェックボックスをはずす。(自動アッテナを使用しないモードにする)

Filter で None にする。

Soller Slit で None にする。

Beam Knife で None にする。

入射側に 1/2° Slit と 110.4 減衰板を入れる。受光側の 1/2° Slit を取る。

// Diffracted Beam Optics(Triple Axis)の設定

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Triple Axis を右クリックし、Activate する。
PreFIX Module で Triple axis (Rocking curve optics)を選択する。
Anti-scatter Slit で None を選択する。
Receiving Slit で None を選択する。
Collimator で None を選択する。
Detector で PW3011/20(Miniprop.large window)[1]を選択する。
Mirror で None を選択する。
Beam Attenuator で None を選択する。
Filter で None を選択する。
Mask で None を選択する。
Soller Slit で None を選択する。
Monochromator で None を選択する。

// Diffracted Beam Optics(Rocking Curve)の設定

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Rocking Curve Detector を右クリックし、Activate する。
PreFIX Module で Rocking curve Optics Module を選択する。
Anti-scatter Slit で None を選択する。
Receiving Slit で None を選択する。
Collimator で None を選択する。
Detector で PW3011/20(Miniprop.large window)[2]を選択する。
Mirror で None を選択する。
Beam Attenuator で None を選択する。
Filter で None を選択する。
Mask で None を選択する。
Soller Slit で None を選択する。
Monochromator で None を選択する。

// 管球の強度チェック

X Pert の左ウィンドウメニューから Instrument Settings タブを選択し、X-Ray を選択。
Generator on のチェックボックスにチェックを入れ、45 kV, 40 mA に設定し、Apply。

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Rocking Curve Detector を右クリックし、Activate する。
X Pert 左ウィンドウメニューの Instrument Settings タブを選択し、Position 項目で全ての座標を 0 記入する。
X Pert 上部のメニューボタンで、シャッターを開けるボタンをクリックする。
XRD 本体のカウント数を見て、 2.0×10^7 cps 付近になるまでシャッターの ON,OFF を繰り返す。(2.0×10^7 cps から一桁くらい外れたら、管球が切れる直前であるので、この値付近になっているか確認する。)

// 2 原点の確認

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Triple Axis を右クリックし、Activate する。
X Pert 左ウィンドウメニューの Instrument Settings タブを選択し、Position 項目で全ての座標を 0 記入する。
X Pert メニュー項目から Measure を選択し、Manual Scan を実行。
Manual Scan の設定項目で、(Range, Step, Time) = (0.1, 0.0005, 0.2)を入力。
Start をクリック。
Manual Scan 実行後、グラフ上で右クリックをし、Peak mode Move to を選択。
X Pert メニューの Tool 項目で Fine Calibration Offset を選択。
2 部分が 0 でない場合、0 を入力することでゼロ点補正を行う。
ミラーから 110.4 減衰板を取り外し、受光側に 1/2 ° Slit を入れる。

// サンプルセット

マグネット付属のサンプルホルダーを用意し、サンプルをセットする。
サンプル高さ調整用のマイクロネジを取り付ける。
X Pert 左ウィンドウのメニュータブから、Instrument Settings を選択し、Position をダブルクリックし、設定メニューを表示させる。
短針が 1 mm の位置に来るように、z 軸の項目に適当な値を入力してみる。なお、長針は μm 単位であるが、銀枠内に収まるように z 軸を設定すること。
サンプル高さ調整用のマイクロネジを外す。
Incident Beam Attenuator で At pre-set intensity にする。
Rocking curve の Anti-scatter Slit で Slit Fixed 1/2 ° にする。

// バッチ処理プログラムによる - 2 スキャン

スキャンプログラムの作成

X Pert のメインメニューで File New Program を選択。
Optimize Program を選択。
Go To maxim、Rocking Curve、Omega Scan 項目を操作。
(Range, Step, Time) = (1.5, 0.006, 0.2)を入力。
×を押して、セーブする。

Optimize Psi プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File New Program を選択。
Optimize Program を選択。
Optimize Psi を選択。
Setting Beam Attenuator Do not Switch activate にチェックを入れる。
(Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2)を入力。
Psi(***, ***) = Psi(2.0, 0.2)を入力。
×を押して、セーブする。

Relative Scan プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File → New Program を選択。
Relative Scan を選択。
Triple Axis を選択し、 - 2 (Range, Step, Time) = (0.5, 0.005, 0.2)を入力。
値は適宜変更すること。
長周期構造をとる単結晶の場合、Range = 2.5 というように長めに設定すること。
Setting → Beam Attenuator (Ni 0.15 automatic) → at preset intensity
×を押して、セーブする。

General Batch プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File → New Program を選択。
General Batch を選択。

Insert Batch Setting ボタンをクリックすると移動命令を指示できる。
[0 0 4]を入力。スペースを忘れずに。(Rocking Curve)

Insert Measurement Program ボタンをクリックする。
Optimize Program を選択。
先ほど作成したプログラムを選択し、バッチ処理リストに追加していく。

X-Ray / PHD タブを選択し、測定終了後の電源を 15 kV, 5mA に設定することも可能。

X Pert メインメニューから Measure を選択する。
Program Scan を選択。

.....

// Just 基板の場合

サンプルをセットし、z 軸の高さ出しを行う。
例えば、InP (004)に移動。
Rocking curve Detector による (0.1, 0.002, 0.2)スキャンの実行。
Optimize Psi の実行。
(Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2)
Psi(**, **) = Psi(2.0, 0.2)
Rocking curve による (0.1, 0.002, 0.2)スキャンの実行。
Analyze Detector による 2 (0.5, 0.005, 0.2)スキャンの実行。
スキャン開始。(Relative Scan の -2 スキャン)

// Off 基板の場合

サンプルをセットし、z 軸の高さ出しを行う。
Open Detector による manual Phi(360, 1.0, 0.2)の実行。
Psi = off 角を入力。
非対称面測定の ~ 参照のこと。
Rocking curve Detector による (0.1, 0.002, 0.2)スキャンの実行。
Optimize Psi の実行。
(Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2)
Psi(**, **) = Psi(2.0, 0.2)

Rocking curve Detector による (0.1, 0.002, 0.2)スキャンの実行。
Analyze Detector による 2 (0.5, 0.005, 0.2)スキャンの実行。
スキャン開始。(Relative Scan の -2 スキャン)

// 装置のたち下げ

X Pert の左ウィンドウメニューから Instrumental Settings タブを選択し、X-Ray を選択。

15 kV, 5 mA に設定し、Apply。

20 分間程度放置する。

X Pert メインメニューから Instrument を選択。

Disconnect を選択し、コンピュータと装置の接続を切る。

装置の左から 2 番目のボタン Stand by を押す。

冷却水を止める。