

X 解回折装置の操作手順説明 低角入射 2 スキャン

発光側と受光側のデバイス確認

まず正しいデバイスがセットされているかどうか確認。

- ・ミラーが Extend 台に固定されている場合がある。 Standard 台に固定する。
- ・X 線発生器が右端にある場合、ミラーとしっかり接触する位置に移動し固定する。
- ・ミラーに 17042 減衰板と 1/2° 拡散スリットを挿入。減衰版は 2 段目で挿入を止める。

スリットは 1 段目までで挿入を止める。

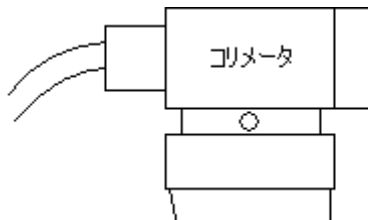


図 1 : 受発光側デバイスの状態

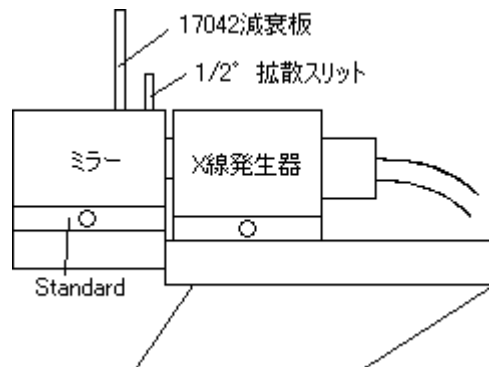


図 1 : 発光側デバイスの状態

X 線装置の起動

- ・ PC を起動する
- ・ 冷却水を流す (装置背面側の壁にあるボックスの ON ボタンを押す)
装置が止まっていれば目盛りは大体 5 である (動いていると 4 になる)
- ・ X 線装置の電源を入れる (Power ボタンの蓋を取って押す)
- ・ PC のデスクトップから Date Collector を起動し Login する
ID : ここでは非公開
PASS : ここでは非公開
- ・ Instrument Connect (Low を選択)

Instrument Settings

- ・ Diffractometer : 上 3 つを除く全てのテキストボックスを 0 にする。

Tool Sample offset finecalibration offset Clear all offset

(テキストボックスの右に値が入っていたら 0 にする操作。)

Incident beam optics

- ・ Beam attenuator :
Ni0.15mm automatic 選択, Do not swich 選択, Active のチェックボックス OFF
- ・ Monochrometer : None 選択

- Filter : None 選択
- Divergence Slit : 1/2 ° 選択
- PreFIX Module : X-ray mirror Cu Module ~ 選択
- Anti-scatter Slit : None

Diffract beam optics

- Detector : None 以外を選択
- PreFix Module : Receiving slit None 選択
- その他の項目は Incident と同じにする

Instrument settings (上記の設定完了後再び)

- Diffractometer :

上 3 つを除く全てのテキストボックスを 0 にする。

Tool Sample offset と finecalibration offset Clear all offset

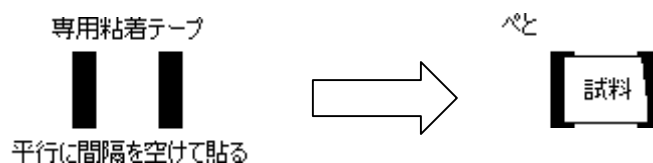
(テキストボックスの右に値が入っていたら 0 にする操作。)

X 線管球の温め

Instrument settings


- Xray generator 電圧 15kV 電流 5mA
- Generator PW 3040 Xray Breed fast (時間あるなら at normal)

20分ぐらい掛かるので、この間に試料台を取り出し試料を貼っておく。




強度測定

Instrument settings

- Xray generator 電圧 45kV 電流 40mA
- シャッター開放スイッチをクリック 

装置の中央コンソール左側、ソフトのウィンドウ左下に X 線の強度が示されている。強度が低い時は、装置に貼られたの説明表示に従いイモネジを緩めるなどしてみる。

測定が終わったらシャッター閉鎖のため再びクリック 

サンプル取り付け・光学系の変更

- 試料台 (試料貼り付け済み) レンチで固定
- 発光側ミラーから 17042 減衰板を抜いて 110.4 減衰板を挿入、
- 同じく 1/2 スリットを抜き 1/8 スリットを挿入
- 受光側コリメータに 0.27 スリットを挿入(くびれが淵と一致するところまで入れる)

Incident beam optics

- Beem attenuator :

Ni0.15mm automatic 選択, Do not swich 選択, Active のチェックボックス ON

- Monochrometer : None 選択

- Filter : None 選択

- Divergence Slit : 1/8 ° 選択

- PreFIX Module : X-ray mirror Cu Module ~ 選択

- Anti-scatter Slit : None

Diffract beam optics

- Detector : None 以外を選択

- PreFix Module : 0.27 parallel flat なんとか 選択

- その他の項目は Incident と同じにする

Instrument settings (上記の設定完了後再び)

- Diffractometer :

上 3 つを除く全てのテキストボックスを 0 にする。

Tool Sample offset finecalibration offset Clear all offset

(テキストボックスの右に値が入っていたら 0 にする操作。)

2 スキャン

Instrument settings で Z の値は 0 であることを確認

- measurement manual scan : 2theta 選択

[range, step, time] にそれぞれ [1.0, 0.005, 0.2] を入力し、Start

グラフに緑の垂線が現れたら、右クリック Move mode 選択 垂線をドラッグしてグラフの半値幅の中央からあまりずれないように考慮しつつピークに合わせる。

- Tool finecalibration offset 2 のテキストボックスを 0 にする。

Z スキャン

- Instrument settings で Z の値を 6 mm 程度 (石英基板の場合) にする

- measurement manual scan : Z 選択

[range, step, time] にそれぞれ [3.0, 0.01, 0.2] を入力し、Start

グラフに緑の垂線が現れたら、最初の傾斜の中央部分にドラッグ。

Omega スキャン

- measurement manual scan : omega 選択

[range, step, time] にそれぞれ [1.0, 0.005, 0.2] を入力し、Start

グラフに緑の垂線が現れたら、山の中央部分を適当に見極めそこにドラッグ。

- Tool Sample offset omega のテキストボックスを 0 にする。

Z スキャン (高精度)

- measurement manual scan : Z 選択
[range, step, time] にそれぞれ [1.0, 0.005, 0.2] を入力し、Start
グラフに緑の垂線が現れたら、最初の傾斜の中央部分にドラッグ。
- Tool Sample offset と finecalibration offset
omega のテキストボックスが 0 になっているか確認。

Omega スキャン (高精度)

- Instrument settings で $2 = 0.8$ 、 $\omega = 0.4$ にする
- measurement manual scan : ω 選択
[range, step, time] にそれぞれ [1.0, 0.005, 0.2] を入力し、Start
グラフに緑の垂線が現れたら、最初の傾斜の中央部分にドラッグ。
もしピークが曖昧ならば Do not switch を at preset intensity に変更して行う
あるいは出力側減衰板と受光側スリットを抜いてからやってみる。
- Tool Sample offset : ω 0.4 に再修正

測定開始

- Instrument settings Beem attenuator :
Do not switch を at preset intensity に変更
- 出力側減衰板(110.4)と受光側スリット(0.27)を抜く
- Measurement program teikakunyusha (Absolute scan) 選択
ポップアップで保存先が表示されるので適当にフォルダ作って名前も付けて保存。

装置を立ち下げる場合

Instrument settings

- Xray generator
電圧 15kV 電流 5mA
- Disconnect 選択
- PC 電源 OFF
- 装置の Stand by ボタン押す
- 冷却水 OFF

継続して測定する場合

からの繰り返しになるので、その前にスリットや減衰板を挿しなおし、値も全てクリアにすることを忘れずに行う。