

## SVBL 4軸 X 線回折装置マニュアル( スキャン)

- (1) 装置後ろのチラー電源ボックスの"ON"ボタンを押す。
- (2) キースイッチがオン(横になっている)を確認して、装置前面パネルの"Power ON"ボタンを押す。初期化動作が始まる(1分程度)。ここまでは、装置横の張り紙に書いてある。
- (3) コンピュータの電源をいれる。最初のウィンドウは"OK"でよい。(パスワード不要)
- (4) "X'pert Data Collector"を立ち上げる。この時はユーザー名とパスワードが必要。メニューバー"Instrument"->"Connect"。単結晶の場合は"High Resolution", 平板コリメータを使用するときは"Low Resolution"を選択する。ウィンドウは開くが、"OK"、オフセットがゼロではないなどメッセージを送ってくるが、"Yes"を選択。  
 管球側はミラーは"Extended"の位置にある。"1/4 スリット(試料が小さいため)"と"**Cu17042"の減衰板(Cu110.4 は4結晶モノクロメータを使用する場合)**をいれる。検出器側は"**0.27° 平板コリメータ**"のみで"0.27° スリット"はつけない。"1"の検出器をつける。スリットはカチッと音がするところまで下げる。
- (5) 左メニューの"Instrument Settings"タブの青い数字のうちのどれかをダブルクリックする。2Theta, Omega などすべての数値を0にして、"Apply"
- (6) **中心部にガラス板を張ったホルダに、試料を両面テープで取り付ける。両面テープで厚さ1ミリの基板を貼り付けた場合、Zの値は約5.7ミリである。**
- (7) "Instrument Settings"の"X-ray"タブを開き、その日に初めて装置を使用するときは Breed をクリック。2日以上使用していないときは"at normal speed(約20分)"、それ以下であれば"fast(約10分)"を選択して待つ。待機状態(40kV,10mA)で止まるので、**通常使用状態(45kV,40mA)に管球を設定して、"Apply"**。この時点から**被爆に対する注意が必要**である。"OK"でウィンドウをとじる。
- (8) 初期設定
  1. 左メニュー"Incident Beam Optics (入射ビーム光学系)"タブを開き、青い数字をクリック。
    - 1-1. "Pre Fix Module"タブで"None"を選択
    - 1-2. "Mirror"タブで Type"Inc.X-ray Mirror Cu"で Usage"Extended"を選択
    - 1-3. "Monochro"タブで"None"を選択
    - 1-4. "Beam Atten"タブで **Usage "Do not switch"を選択し、"Activated"のチェックをはずし"OK"**
  2. 左メニュー"Diffracted Beam Optics (検出器側の光学系)"タブを開く。
    - 2-1. "Pre Fix Module"タブで"Paralell ... 0.27"を選択。"OK"
- (9) 2Theta ゼロ調整 (装置の窓の外から"**Cu17042"の減衰板があることを確認**)  
 メニューバー"Measure"の"Manual scan"を選択する。Scan axis"2Theta"を選び、(Range,Step,Time)=(1.0,0.005,0.2)に設定して、"Start"。緑の線が表示されるので、ピークがきれいであれば、画面内で右クリックして、"Peak mode"を選び、ピークの情報が表示されたら"Move to"をクリックし、緑の線の移動が終了したら"Close"する。"Tools"->"Fine Cal. Offset"を選び、2Theta の値を"0"にして"OK"する。  
 このとき、**Count rate を確認しておく**(この表示はメニューバー->"Customize"からできて、一番下のところに一列になって表示される。Item5 とすると、一番右側になる)。光学系などとともに、用紙に記入する。  
 X線源 - 1/4スリット+ミラ - アッテネーター De-activated  
           Cu減衰板 17042  
 検出器 -- 0.27コリメータ (0.27° スリットなし)
- 高さ調整  
 (6)で測定したZの値を"Instrument Settings"で入力し、"Apply" > "OK"。"Manual scan"で Scan axis"Z"を選び、(Range,Step,Time)=(3.0,0.01,0.2)に設定して、"Start"。左がダイレクトビームの強度となり、あるところから急激に強度が減衰したグラフが表示される。試料の厚みで2段になる場合もある。しばらくたつと画面内に緑色の線が表示されるので、画面内で右クリックして、"Move Mode"を選び、左側の大きな段差の中間くらいに緑色の線を移動する。移動の終了を待つ。
- (10) 面あわせ - -

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Omega"を選び、(Range,Step,Time)=(3.0,0.01,0.2)のまま、"Start"。画面内に緩やかなピークが現れるので、画面内で右クリックして、"Move Mode"を選び、中心に緑色の線を動かして、移動の終了を待つ。"Tools"- "Sample Offset"を選び、Omega の値を"0"にして"OK"する。

(11) 高さ調整 2

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Z"を選び、(Range,Step,Time)=(2.0,0.007,0.2)に設定して、"Start"。左がダイレクトビームの強度となり、あるところから急激に強度が減衰したグラフが表示される。しばらくたつと画面内に緑色の線が表示されるので、画面内で右クリックして、"Move Mode"を選び、左側の大きな段差の中間くらいに緑色の線を移動する。移動の終了を待つ。

**次の作業で扉を開けるので、スキャン画面をとじて、シャッターがとじることを確認する。**これは、音とフロントパネルの表示でわかるが、**シャッターが開いているときは"Shutter"のところ"1"が表示されており、とじている時は何も表示されていない。**

(12) 以下、基板の結晶ピークを用いた校正法について述べる。

傾斜なしの STO 基板について説明する。他の基板を用いる時は角度等を読み替えること。

"Instrument Settings"で**2Theta を 46.5 °、Omega を 23.25 ° に設定し**、移動の終了を待つ。次に、左メニュー"Incident Beam Optics"タブを開き、青い数字をクリック。"Beam Atten"タブで **Usage"Do not switch"を確認し**、"Activated"をチェック (**基板からの反射が強い**ため)。**"OK"。シャッターがとじていることを確認して、装置の扉を開け、X 線源側から減衰板をはずす。**

(14) の調整

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Omega"を選び、(Range,Step,Time)=(1.0,0.005,0.2)に設定して、"Start"。試料面の法線と基板の結晶軸があてれば、中心にピークがあてているはずで、その場合はそのまま次に進んでよい。ずれている時は、画面内にピークが現れるので、画面内で右クリックして、"Peak Mode"- "Move to"をクリックして移動の終了を待つ。"Tools"- "Sample Offset"を選び、Omega の値を 2Theta の半分の"23.25"にして"OK"する。

(15) Psi の調整 (省略して良い)

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Gonio"を選び、(Range,Step,Time)=(1.0,0.005,0.2)に設定して、"Start"。画面内にピークが現れる事を確認する。

次に"Measure"- "Program"を選び、"Optimize Program"の中から"Opt Psi"を選択し、実行する。スキャンを10回行い、自動的に Psi の調整を行ってくれる。"Tools"- "Fine Cal. Offset"を選び、Psi の値を"0"にして"OK"。

(16) ピークサーチ

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Gonio"を選び、(Range,Step,Time)=(1.0,0.005,0.2)に設定して、"Start"。画面内にピークが現れるので、画面内で右クリックして、"Move Mode"を選び、中心に緑色の線を動かして、移動の終了を待つ。(15)の Psi が0からずれていて、強度も十分取れない時は、Phai も最適化したほうが良い。

(17) の調整 2

"Manual scan"を選択する。Scan axis"Omega"を選び、(Range,Step,Time)=(1.0,0.005,0.2)に設定して、"Start"。画面内にピークが現れるので、画面内で右クリックして、"Move Mode"を選び、中心に緑色の線を動かして、移動の終了を待つ。"Tools"- "Sample Offset"を選び、Omega の値を"2Theta の半分の値"にして"OK"する。

- 測定 -

通常はここで、Gonio モードで測定を行う。

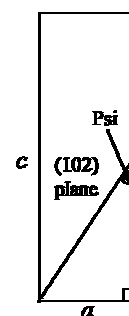
(18) Psi、 $2\theta$  の設定

$a=0.3843\text{nm}$ ,  $c=1.17188\text{nm}$  だとして YBCO の (102) 面で スキャンする場合、

$$\text{Psi} = \tan^{-1} (2a/c) = \tan^{-1} (2 \times 0.3843 / 1.17188) = 33.26 \text{deg}$$

$$d = \left( \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)^{-0.5} = \left( \frac{1}{0.3843^2} + \frac{2}{1.17188^2} \right)^{-0.5} = 0.3214 \text{nm}$$

$$2\theta = 2 \times \left( \sin^{-1} (0.1542 / (2d)) \right) = 2 \times \left( \sin^{-1} (0.1542 / (2 \times 0.3214)) \right) = 27.76 \text{deg}$$



$= 2 \div 2 = 27.76/2 = 13.882 \text{ deg}$  となる。

"Instrument Settings"で Psi、 $2\theta$  を計算で求めた値に設定し、"Apply"で移動する。  
NB C Oでは、強度からいって、(104)面を使うと良いと思われる。

ここまでで試料のセッティングは終了で、測定に移る。

#### (19) 測定

左メニュー"Incident Beam Optics"タブを開く。"Beam Atten"タブで Usage "At Preset intensity"を選択して、"Apply" > "OK"。"Measure" - "Program"を選び、"Absolute Scan"の中から"phai-scan-ver1"などを選択し、実行する。ファイル名が表示されているので、自分で変える事もできる。

#### (20) 測定後

左メニューの"Instrument Settings"タブの青い数字のうちのどれかをダブルクリックする。2Theta, Omega などすべての数値を0にして、"Apply"。ただし再測定をする場合、試料の厚さが同程度であればZの値は変更しなくても良い。

装置側は試料を取り外し、管球側は"Cu17042"の減衰板をいれる。

#### (21) 別試料の測定

別試料の測定の際は、試料の厚さが違う場合は(6)を行う。それ以外は(8)を行い、(10)から繰り返す。

#### (22) 立ち下げ

"Instrument Settings"の"X-ray"タブを開き、管球を 15kV,5mA に設定して、5分後に"Generator"のチェックを外し"Apply"、X線源が停止するのを待って、チラー電源スイッチをオフにする。

メニューバー"Instrument"-"Disconnect"後に、DataCollectorを終了する。フロントパネルの"Stand By"スイッチを押して電源を切る。

#### (23) ピーク情報

"X'pert Epitaxy"を立ち上げ、ファイルを開く。縦軸を対数表示にするには"log"ボタン、横軸を角度にするには"deg"を押す。横軸が $2\theta$  になっていない時は"View" - "Plot as 2theta/omega"で、横軸が"2theta/omega"になるように切り替える。自動的にピークが決められているが、正しくない場合が多いので、右クリックから>Delete peaks"で"All peaks"を選択する。

次にピーク位置を決める。画面内の黒い縦線を決めたいピークの付近に移動し、黒線とピーク付近をマウスで左ボタンを押しながら四角で囲む。黒線をピークの中心まで移動して、画面内で右クリック。"Define Main ..."で"peak"を選択する。「ctrl」+F12 キーでショートカットできる。黒線を移動するとピーク中心に線があるのがわかる。画面下のウィンドウにはピークの情報が表示される。右クリックで"Full Size"を選択すると元に戻るのので、繰り返す。

すべてのピークについて情報を表示できたら、画面下のウィンドウのピーク情報内の1番上の"2Theta"をクリックするとこの順番に並び替えを行ってくれるので、これをしておいたほうが良い。情報が表示されていない時はメニューバー"Results" - "Peak Grid"にチェックを入れる。ピークがたくさんあるときは、上のピーク表示部の大きさを調整して、ピークが全て表示されるように調整する。

これを確認したら、"Results" - "Copy"を選択し、Notepadを開いて貼り付け、テキストファイルとして保存する。このファイルはエクセルから開くことができる。

#### (24) フォルダの整理とファイル変換

デスクトップ上のデータフォルダへのショートカットを開き、データを保存したフォルダに移る。自分の名前のフォルダがなかったら作成し、そこにすべてのデータを移す。さらに、測定した日のフォルダを作製し、データを移しておくとも良い。いらぬファイルを削除しておくのも良い。

目的のファイルを右クリックし、"Convert"を選択する。ウィンドウ内のファイル形式で"csv"のみのチェックを残し、実行する。