

# 実験 1 1 . 結晶による X 線の回折

(追加課題)

## 背面 X 線ラウエ法による単結晶解析

### 1 . 目的

Si 単結晶のある結晶面を , 湾曲 IP 線ラウエ装置を用いて背面ラウエ法により測定し , 回折スポットを解析する。

### 2 . 実験方法

( 1 ) X 線装置の立ち上げ

( 2 ) ゴニオヘッドをラウエカメラにセット

X 線は , 結晶面に垂直に入射するようにセットしてある

( 3 ) 試料面とフィルムの距離  $D$  を測定する ( およそ 40mm である )

( 4 ) コンピューター (DELL VOSTRO 220s) 立ち上げる

( 5 ) TRY-IPX コントローラの power ON

( 6 ) コンピュータディスプレイ上 “ IPX-Ray ” をダブルクリック

画像サイズ...80mm × 120mm 画素サイズ:100 $\mu$ m

動作ステータス...待機

であることを確認

この時 , IP ( イメージングプレート , 再生可能な感光板 ) が , 撮影可能な上部に位置している。

( 7 ) X 線 ( W 管球 ) 電圧 30 kV , 電流 20mA にして , SHUTTER LEFT の OPEN 押し , 90sec の間 , 試料に X 線を照射し , 終わったら , SHUTTER LEFT の CLOSE を押す。

( 8 ) X 線管球電流・電圧を順次 0 に下げる。

( 9 ) コンピューター画面上 “ IPX-ray ” で撮影 開始

IP が読み取り位置まで下がり , 画像読み取りが開始する。読み取り終了後 ( 約 3 分 ) , 画面上に画像が表示される。この間 ( 約 2 分間 ) に IP 上の撮影画像は自動的に消去される。

( 10 ) データ保存をする。

Si091125 の様に , Si の後に日付けを加えたものをファイル名にし , “ Laue date ” フォルダ内に保存する。その後 “ Picture Viewer ” を閉じる。

( 11 ) 画面上 “ Try Converter ” をダブルクリック。File Open で先程保存したデータを開く。

( 12 ) 平面展開をする。

本装置は , 反射角度を大きく取れる様に IP が湾曲している。解析するためには , これを平面展開する必要がある。

Operation Setting から

Distance to the Sample ~40mm

Collimator size 0.5mm

を入力 (OK)

赤いマーク (convert) を押すと平面展開された画像が出る。この画像を保存する。

File Save

FLT.trf の様に自動的に file 名が決めるので、このまま保存する。

一旦平面展開の画像をクローズし、File Open でその File を開く。

(13) プリンターを接続し、

File Preview Print

として、画像をプリントアウトする。(各班1部)

(14) “Try Converter”, “IPX-ray” を終了、コンピューターをシャットダウン。Try-IPX コントローラ power off。

### 3. 解析

(1) 立方晶模型でスケッチしたいいくつかの面を参考にして、この Si 単結晶の結晶面が何面であるか考える。中心から半径 3~4cm の領域に注目して、スポットの配置は、正方形、長方形、三角形の何れであるかを考える。

(2) さらに、付属の標準ステレオ投影図を参考にして、この Si 単結晶の結晶面が何面であるか決定する。ただし、Si は立方晶とはいえダイヤモンド構造のため、ステレオ図にはないスポットが多く存在する。上記領域の 6~8 点の強いスポットに注目すること。

(3) 面の予想がいたら、詳細に解析を行う。

i) ステレオ投影図を参考にして、写真の中心 (入射 X 線の中心) と対象になるように、配列しているスポットを結ぶ。

これらの補助線は、中心で一致するように引く。ダイレクトビームの中心とは必ずしも一致しない。

ii) 6~12 個の強いスポットに注目して 中心点から各スポットまでの距離  $r$  を測定する (mm 単位)。中心から対称な位置同士の点は、平均値を取るなどする。

iii) 結晶面の法線ベクトル (X 線の入射方向) と、他の結晶面の法線ベクトルとのなす角をとすると、

$$\frac{r}{D} = \tan 2\phi$$

の関係がある。これを用いて、各スポットの角度 (deg) を計算する。

$$\phi = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left( \frac{r}{D} \right)$$

iv) ステレオ投影図で、中心付近から順に、生じうるスポットの角度(deg)を読み取る。

上記の測定値と (誤差範囲内で) 合っていれば、そのスポットの面指数が決められる。

前述の様に、ステレオ図にはないスポットが多数あるので、6~12 個のスポットに指数がつけられれば十分である（強度の弱いスポットもある）。

表 1.ラウエ写真の解析

$r$ (mm)	(deg)	面指数

表 1.のような解析表をつくり、指数のつくスポットには指数をつけていく。ラウエ写真をスケッチし、スポットに指数をつける。

#### 4. 考察

(1) 背面ラウエ法について調べなさい。

(2) FZ 法による単結晶育成過程のビデオを観察しよう。どのような操作であり、結晶はどのように成長しているか。

(3) 様々な単結晶作成方法について調べなさい。

[レポートで報告する事項] (追加課題分)

1. 目的

2. 方法

3. 結果

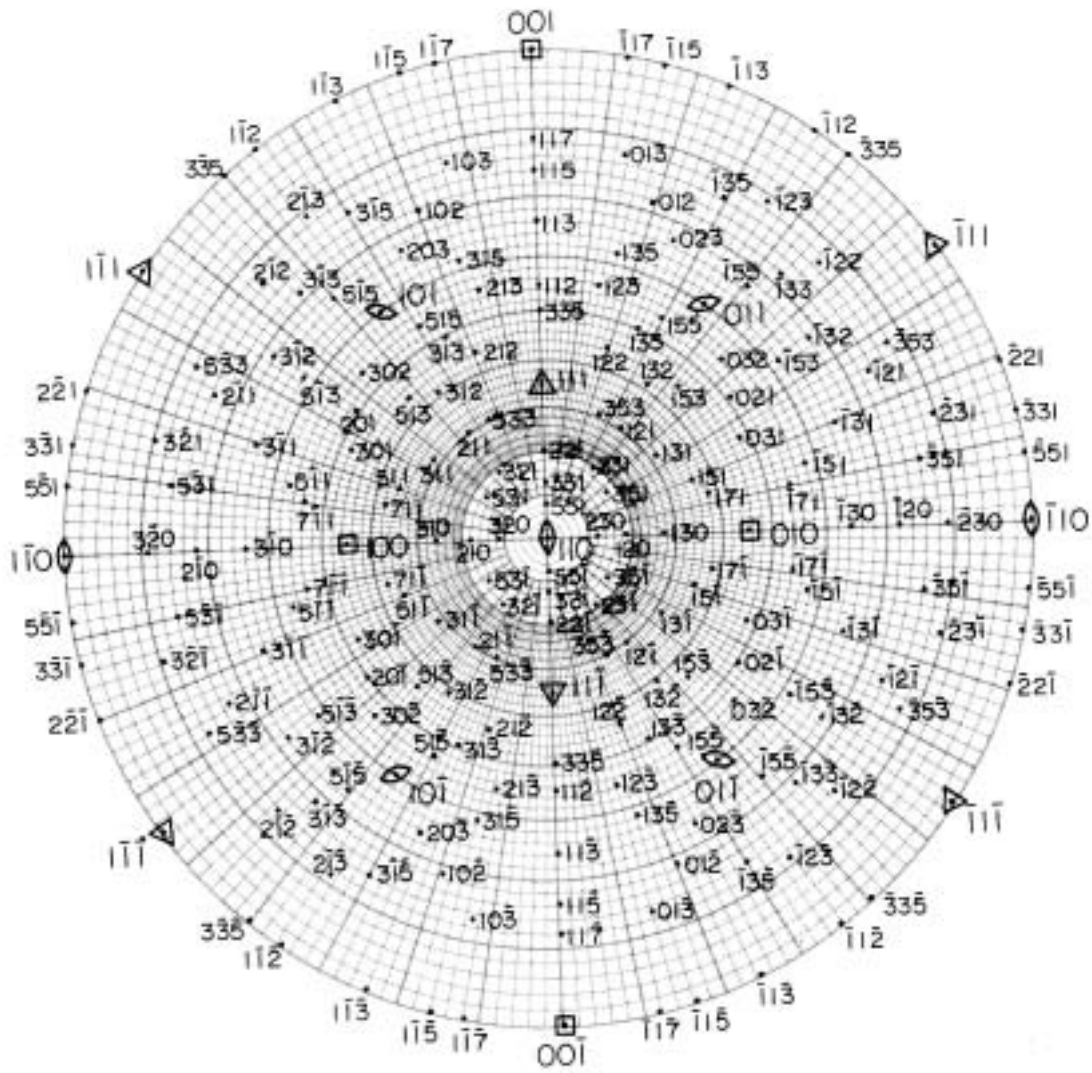
ラウエ写真のスケッチ（コピーでも可）、解析表、測定面は Si の何面であるか

4. 考察

(付録) 立方晶の標準ステレオ投影図

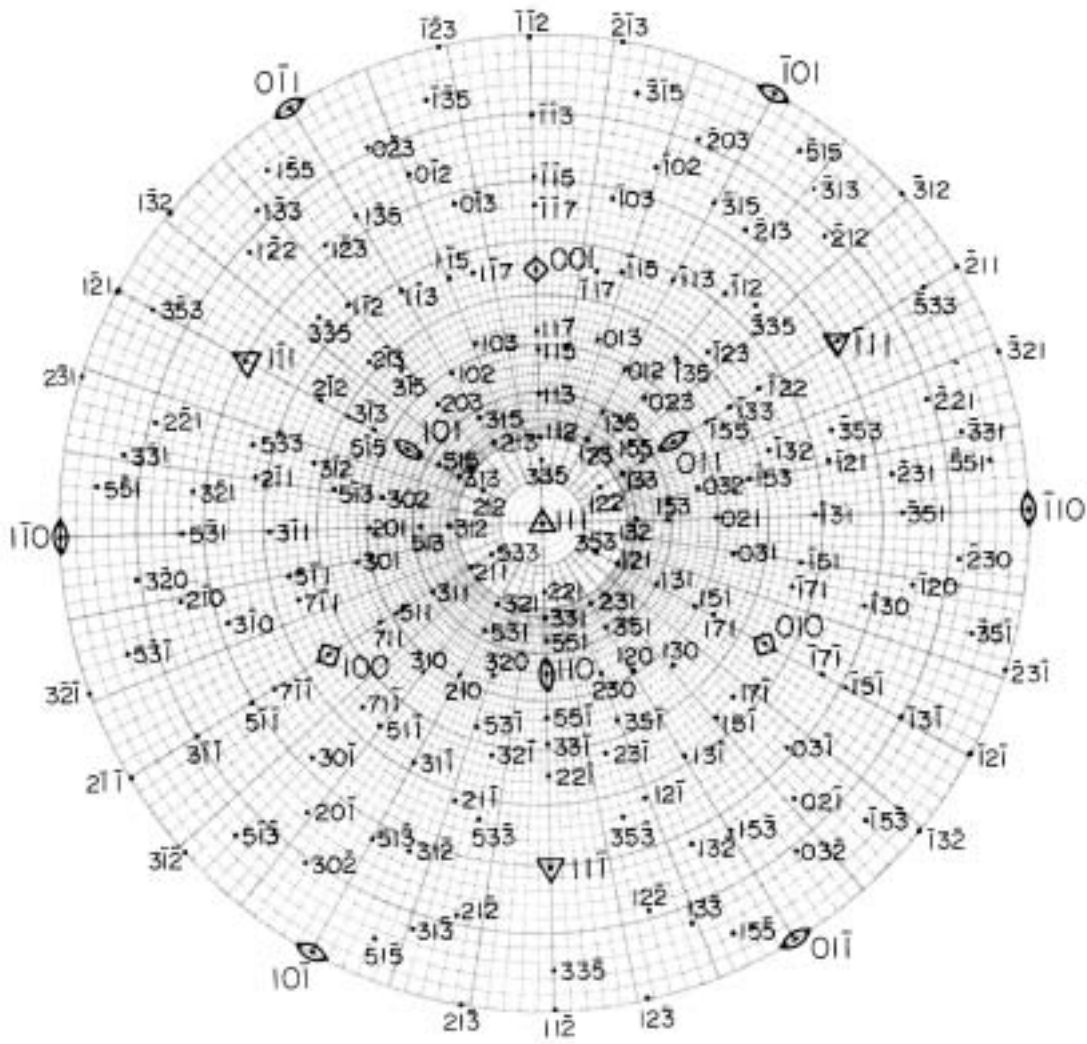


(b) 立方晶 (110)



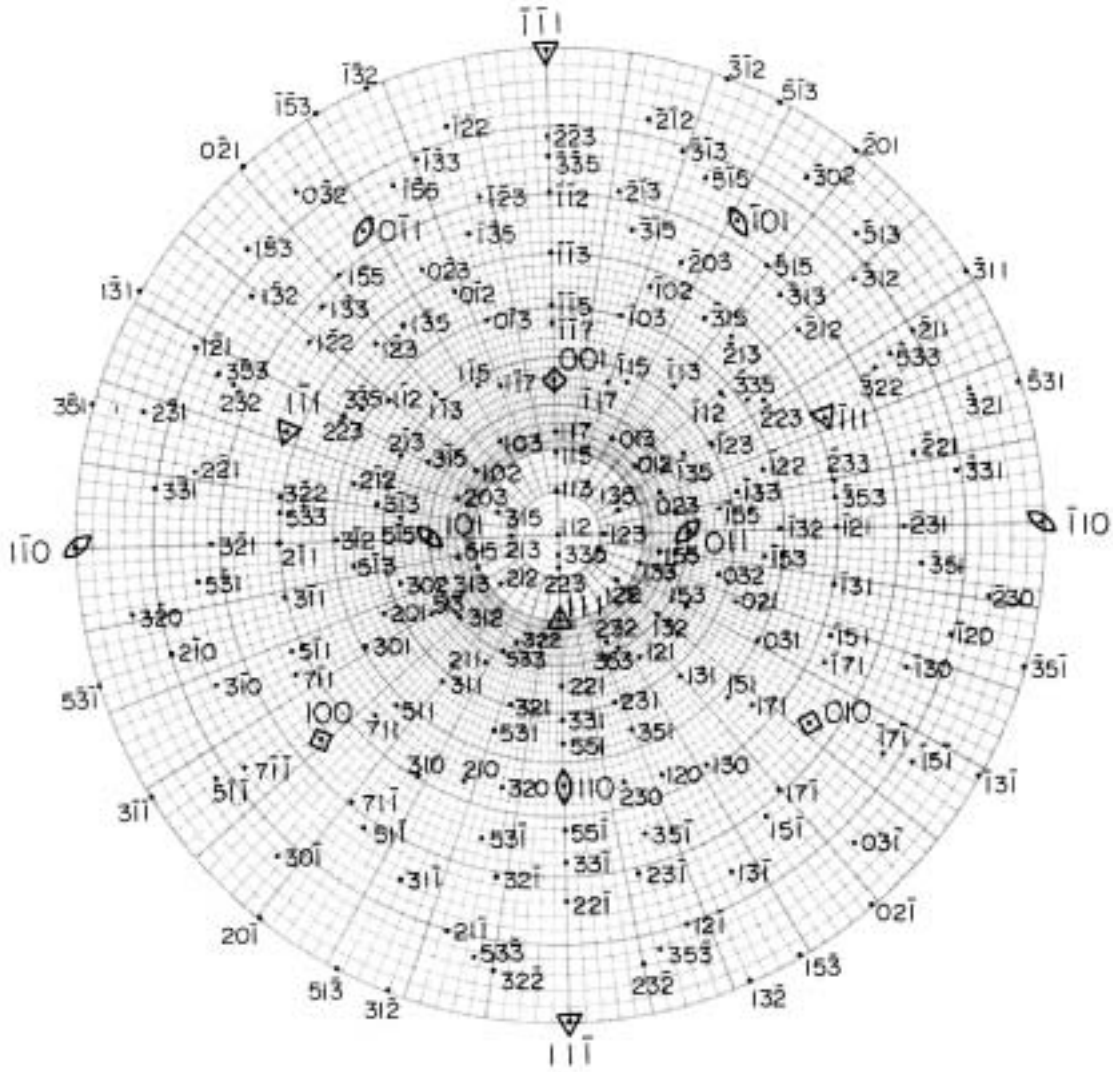
Standard (110) Projection of Cubic Crystal.

(c) 立方晶 (111)



Standard (111) Projection of Cubic Crystal.

(d) 立方晶 (112)



Standard (112) Projection of Cubic Crystal.