

リガク超高精度 X 線回折装置 SuperLab

Part 0 立ち上げおよび終了手順マニュアル

東京大学工学系研究科 総合研究機構 ナノ工学研究センター X線実験室

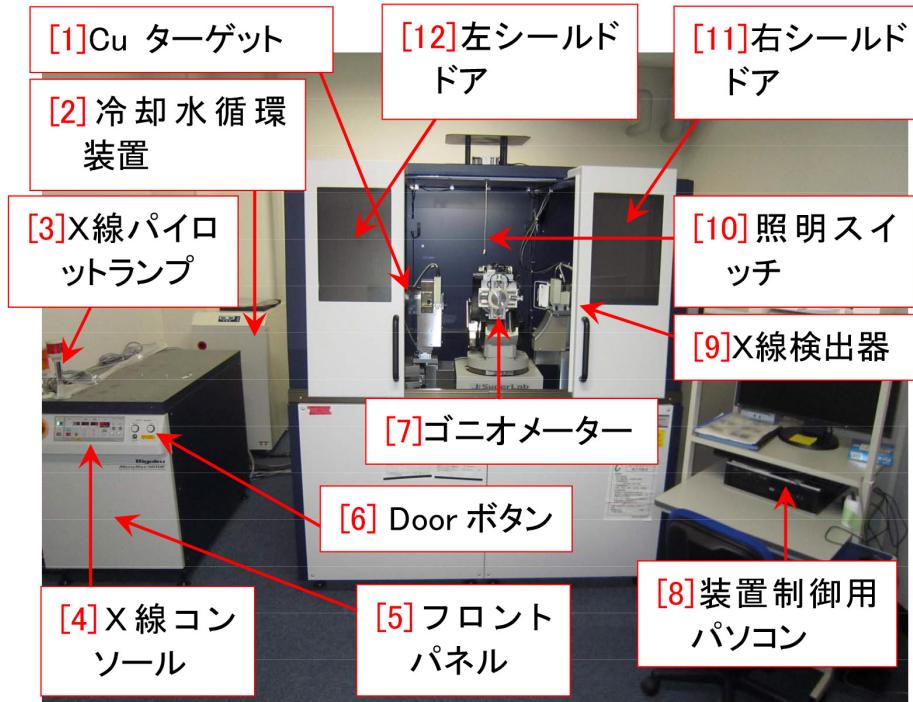


図 0 装置全体図

このマニュアルでは、リガク SuperLab で実験をするにあたり、これを立ち上げる手順、および実験終了後の手順を記述します。

立ち上げたあとの測定手順については、Part 1 マニュアルを、得られたデータを解析する手順については、Part 2 マニュアルを参照してください。

リガク SuperLab は、図 0 「[1] Cu ターゲット」上の $70 \mu\text{m}$ 径の微小焦点から発生した $\text{CuK}\alpha_1$ X 線 (1.5405 \AA ; 8.0478 keV) を用い、世界最高読み取り精度 ($2/100,000$)° のエンコーダーを備えた ω , 2θ 全周駆動軸を始め、 χ 軸、 ϕ 軸、 X, Y, Z 軸など、多くの軸を持つ高精度ゴニオメーターを備えた高機能構造解析装置です。垂直方向に集光、水平方向には平行化 (コリメート) する人工多層膜ミラーに加え、Ge および Si 結晶モノクロメーター (コリメーター) など合計 7 種類の入射光学系と、スリットおよび結晶アナライザーなど 4 種類の受光光学系を、コンピューター制御で組み合わせることにより高度な測定に対応します。試料位置でのビームサイズは、横 1.8mm 、縦 0.3mm です (入射光学系が CMF ミラーのみの場合)。

ユーザーはマクロ機能 (自動測定機能) を用いることにより自在に測定スケジュールを組むことができるため、反射率測定、アウトオブプレーン (Out-of-plane) 測定、インプレーン (In-plane) 測定の手法を用いて、薄膜試料などに対する多様な評価実験を行うことができます。

目次

第 1 章	装置の立ち上げ	1
1.1	フィラメント通電時間の記録	1
1.2	ミラー用ポンプの電源 ON	1
1.3	X線の発生とエージング開始	1
1.3.1	制御用パソコンの立ち上げ	2
1.3.2	SuperLab のセットアップ	2
1.3.3	SuperLab 制御プログラムへのログイン	2
1.3.4	SuperLab の初期化	3
1.3.5	X線の発生と電圧電流の設定	3
1.3.6	自動エージングの開始	4
1.4	実験開始	4
第 2 章	終了手順	5
2.1	X線のシャットダウン	5
2.2	次の利用に向けた自動エージングのセット	5
2.3	CMF ミラー用真空ポンプの停止	6
2.4	サンプルの回収	6
2.5	使用時間の記録	6
索引		7

目次

0	装置全体図	i
1.1	X線設定パネル	1
1.2	シャッターモードスイッチ	1
1.3	CMF ミラー用真空ポンプ	2
1.4	装置制御用パソコン	2
1.5	SuperLab のセットアップ	2
1.6	SuperLab 制御プログラムへのログイン	2
1.7	制御プログラム初期メッセージ	3
1.8	装置の初期化が終わったところ	3
1.9	X線の立ち上げと電圧電流の設定	3
1.10	X線発生装置操作パネル	3
1.11	X線源の自動エージング	4
2.1	制御プログラムによるX線シャットダウン	5
2.2	次の利用に向けたエージング	5

第 1 章

装置の立ち上げ

実験開始の 1.5 時間前に, Cu $K\alpha_1$ X 線 (1.5405 Å; 8.0478 keV) の出力を 40kV, 30mA にセットしてエージングを開始する必要があります。

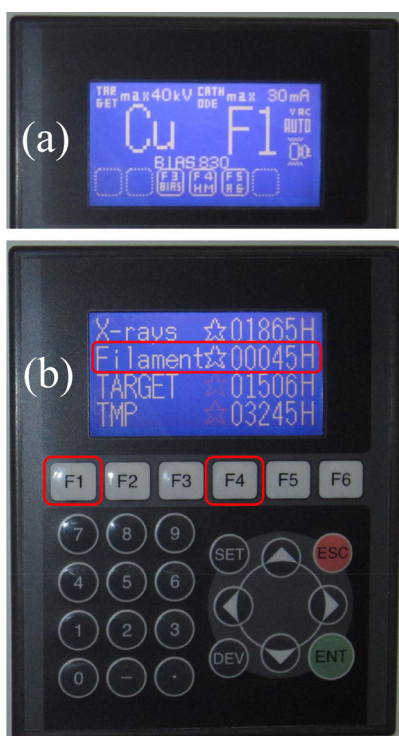


図 1.1 X線設定パネル

1.1 フィラメント通電時間の記録

表紙図 0 左の「[5] フロントパネル」のドアを開けると, 図 1.1 のような X 線源設定パネルがあります。図 1.1(a) は, Cu がターゲットとして使用されていることを示しています。F4 キーを押すと図 1.1(b) のようにフィラメント通電時間が赤枠のように表示されるので, これを実験ノートに記入して下さい。F4 キーが反応しにくい



図 1.2 シャッターモードスイッチ

ときは, 一旦 F1 キーを押してから, F4 キーを押すとうまくいきます。

図 1.1 X 線設定パネルの左には, 図 1.2, シャッターモードスイッチがあります。X 線装置は, [Remote] の設定で コンピューター制御を行う場合が多いのですが, この装置の場合は逆で, [XG] の設定になっていないと パソコンからの指令でシャッターを開けることができないので注意してください。

1.2 ミラー用ポンプの電源 ON

表紙, 図 0 「[4] X 線コンソール」の背後「[2] 冷却水循環装置」の手前に図 1.3 「CMF ミラー用真空ポンプ」[p.2] があります。「[1] 電源スイッチ」を ON にして真空引きを開始してください。

1.3 X 線の発生とエージング開始

X 線の発生開始と電圧電流を設定してのエージングは, 制御プログラムにより行います。

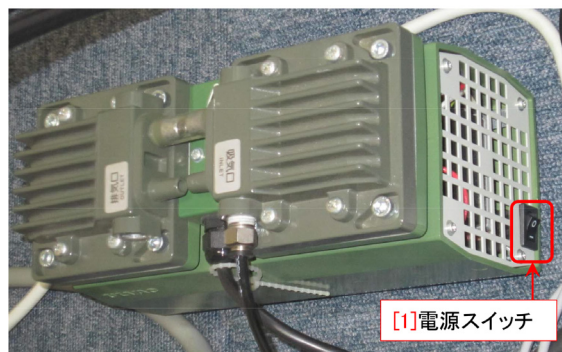


図 1.3 CMF ミラー用真空ポンプ

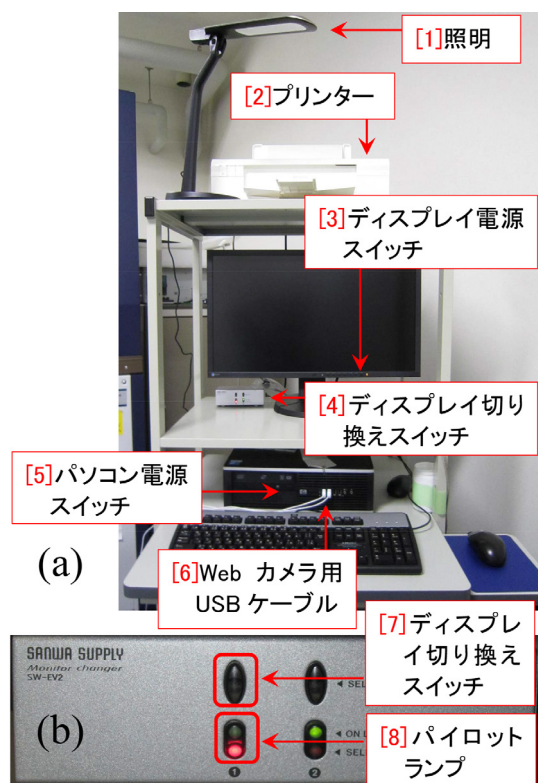


図 1.4 装置制御用パソコン

1.3.1 制御用パソコンの立ち上げ

図 1.4(a) 装置制御用パソコンの「[3] ディスプレイ電源スイッチ」を ON にし「[5] パソコン電源スイッチ」を ON にします。「[4] ディスプレイ切り替えスイッチ」を接写したのが図 1.4(b) です。「[8] パイロットランプ」は図のように赤く点灯している必要があります。もしそうになっていなかったら「[4] ディスプレイ切り替えスイッチ」を押してください。「[6] Web カメラ用 USB ケーブル」は装置駆動の観察とマイクロメーター



図 1.5 SuperLab のセットアップ



図 1.6 SuperLab 制御プログラムへのログイン

の数値を正確に読み取るための Web カメラが接続されているので、つないだままにしておきます。

Windows XP が立ち上がりますが、ログインにあたって、ログイン名、パスワードは必要ありません。

1.3.2 SuperLab のセットアップ

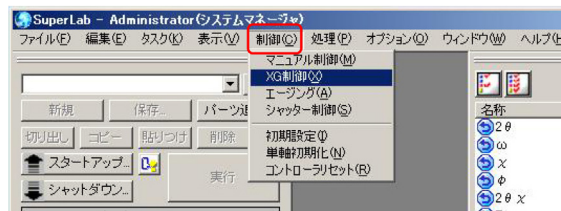
まず、図 1.5(a) の「SuperLab Setup アイコン」をダブルクリックして、図 1.5(b) の画面を立ち上げます。試料台に X-Y ステージ、検出器に SC-70 をセットして「OK ボタン」をクリックします。図 1.5(c) のメッセージが表示されたら、「OK ボタン」をクリックして続行します。

1.3.3 SuperLab 制御プログラムへのログイン

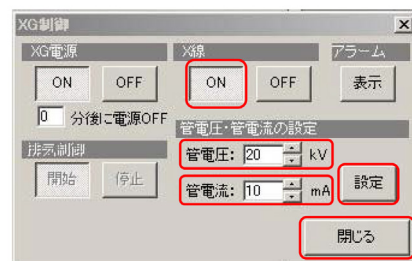
図 1.6 左上の「SuperLab アイコン」をダブル



図 1.7 制御プログラム初期メッセージ



(a)



(b)

図 1.9 X線の立ち上げと電圧電流の設定

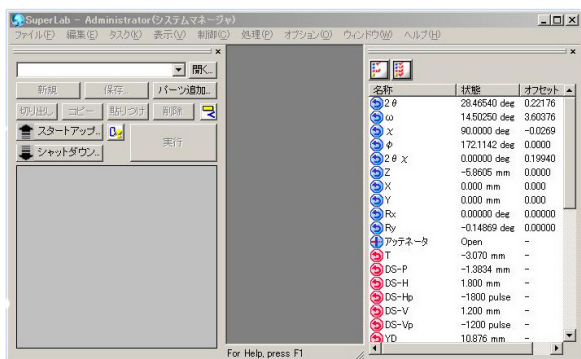


図 1.8 装置の初期化が終わったところ

クリックするとログイン画面が表示されるので、ログイン名「Administrator」、パスワードなしで、ログインします。

1.3.4 SuperLab の初期化

図 1.7 のメッセージが出ますので、表紙、図 0 の「[12] 左シールドドア」「[11] 右シールドドア」がもし開いていたらを閉めてください。

1分程度経過すると、装置の初期化が終了して図 1.8 のように表示されます。

1.3.5 X線の発生と電圧電流の設定

図 1.9(a) で「制御メニュー」の「XG 制御」をクリックすると図 1.9(b) の画面が立ち上がります。管電圧、管電流を 20kV、10mA に設定したあと「ON」か「設定」のいずれかをクリックすると図 1.9(b) はグレー表示になります。

まず冷却水が流れ始め図 1.10 の電圧および電流の表示は 0kV、0mA の表示で点滅ははじめ、20kV、10mA の表示の点滅に変わり、

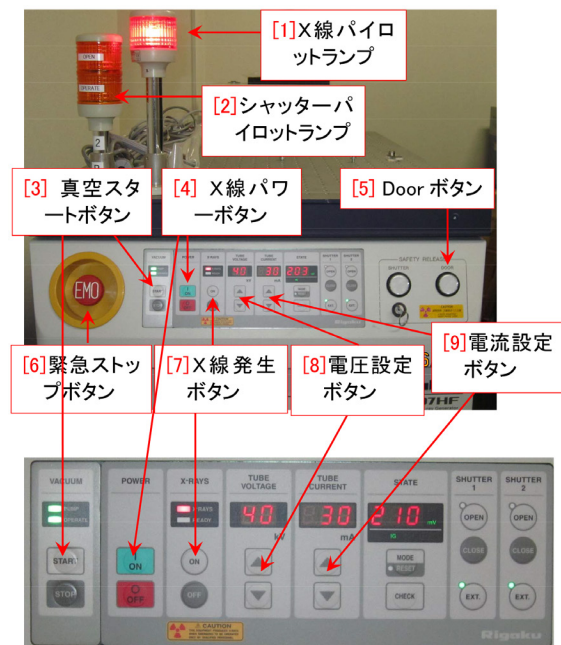


図 1.10 X線発生装置操作パネル

やがて点灯に変わります。図 1.9(b) は黒い表示に戻ります。これで X 線が発生し、図 1.10 「[1] X線パイロットランプ」が点灯します。これ以降の操作で、装置前面のシールドドアを開けるときは、図 1.10 右「[5] Door ボタン」を押して警告音が鳴った状態で行う必要があります。シールドドアを閉めるときは表紙、図 0 「[12] 左シールドドア」と「[11] 右シールドドア」をゆっくりと閉めます。

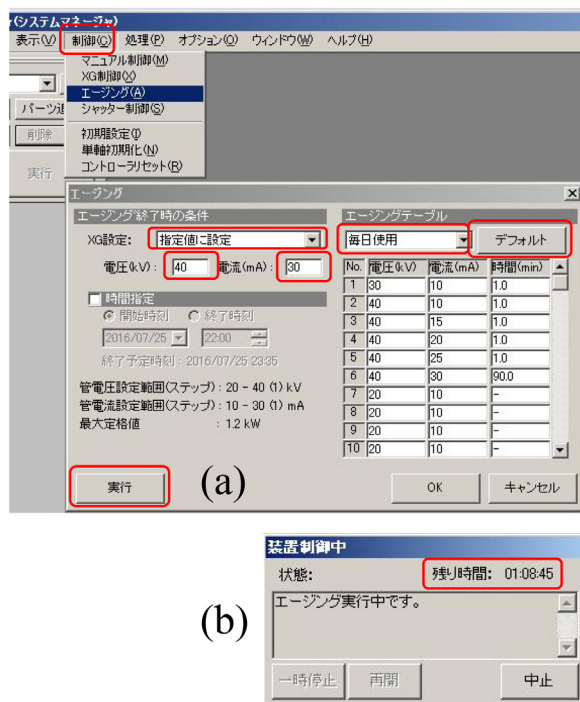


図 1.11 X線源の自動エージング

1.3.6 自動エージングの開始

図 1.11(a) 左上「制御メニュー」を開き「エージング」をクリックします。管電圧

40kV 管電流 30mA を設定し、右の「デフォルトボタン」をクリックして自動エージングのスケジュールをロードして、左下の「実行ボタン」をクリックすると 95 分間の自動エージングがスタートし、図 1.11(b) のようにカウントダウンが始まります。残り時間がゼロになり図 1.11(b) が消えると実験を開始することができます。

この装置は、必ず上記の電圧および電流値で使ってください。X線のパワーを絞って使うことはしないでください。X線を発生させる回転対陰極（ローター）上の電子ビームのサイズがきわめて小さい ($70\mu\text{m}\phi$) ため、単位面積あたりの熱負荷が大きく、上記の電圧、電流値以外での動作は保証されません。

1.4 実験開始

サンプルのマウントとそのあとの操作については、Part 1 マニュアルを参照してください。装置前面のシールドドアを開けるときは、図 1.10[p.3]「[5] Door ボタン」を押して警告音が鳴った状態で行う必要があります。

第2章

終了手順

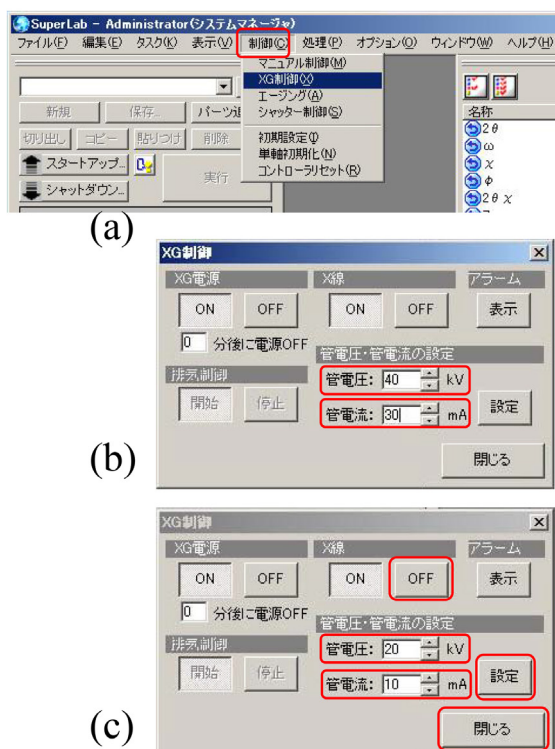


図 2.1 制御プログラムによるX線シャットダウン

2.1 X線のシャットダウン

X線のシャットダウンは、制御プログラムによって行います。

図 2.1(a) の画面上「制御メニュー」の「XG 制御」をクリックすると図 2.1(b) が表示されます。図 2.1(c) のように管電流、管電圧に 20kV、10mA を入力して「設定ボタン」をクリックすると図 1.10[p.3] の管電流がまず 10mA に下がり、そのあと管電圧が 20kV に下がります。図 2.1(c) 上の「X線 OFF ボタン」をクリックするとX線の発生が止まります。数分経過すると冷却水の

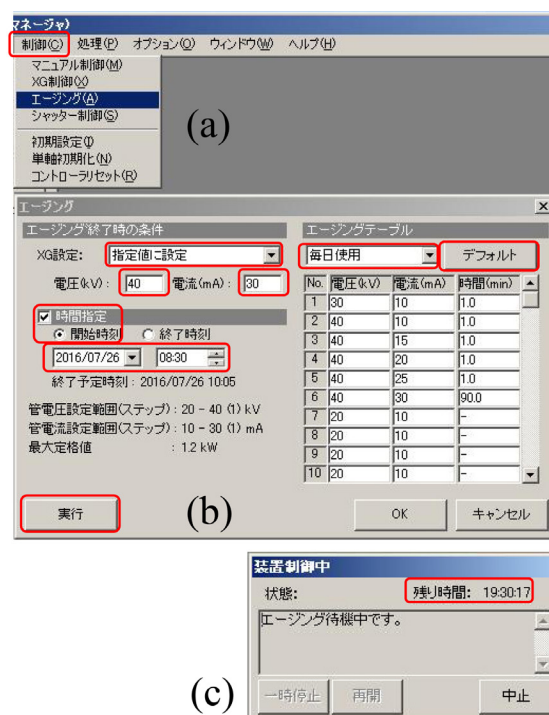


図 2.2 次の利用に向けたエージング

循環が自動的に止まります。

ただし、次のユーザーが引き続き装置を使うと予想される場合は、X線のパワーは落とさないでください。20kV、10mA の状態で放置せず、実験を行う電圧、電流のまま (40kV、30mA) X線の強度が安定した状態で次のユーザーに引き継いでください。

2.2 次の利用に向けた自動エージングのセット

次の実験をいつ開始するか分かっているときは、自動エージングをセットすることができます。図 2.2(a) 左上の「制御メニュー」を開いて

「エージング」をクリックすると図 2.2(b)[p.5] が開きます。エージング開始日時をセットして右上の「デフォルト」をセットしてから左下の「実行ボタン」をクリックすると、図 2.2(c)[p.5] が表示され、次のエージング開始に向けたカウントダウンが始まります。

2.3 CMF ミラー用真空ポンプの停止

次のユーザーがすぐに入っておらず、また次の実験に向けた自動エージングもセットしない場合は、図 1.3[p.2]CMF ミラー用真空ポンプの「[1] 電源スイッチ」を OFF にして、排気を止めてください。

2.4 サンプルの回収

実験を終了し装置前面のシールドドアを開ける

ときは、図 1.10[p.3] 「[5] Door ボタン」を押して警告音が鳴った状態で行う必要があります。シールドドアを閉めるときは表紙、図 0 「[12] 左シールドドア」と「[11] 右シールドドア」をゆっくりと閉めます。

サンプルは、必ず持ち帰ってください。

2.5 使用時間の記録

図 1.1[p.1] X線設定パネルで F4 キーを押して、フィラメント通電時間を読み取り実験ノートに記録してください。F4 キーが反応しにくい場合は、一度 F1 キーを押してから、F4 キーを押してください。何か異常があった場合は、その旨を実験ノートに記入してください。

実験終了後は、図 1.1(b)[p.1]、F1 キーを押して図 1.1(a)[p.1] の表示に戻しておいてください。

電圧の表示	3	反射率測定	i
電源スイッチ	1	フィラメント通電時間	1
電子ビームのサイズ	4	フロントパネル	i
電流の表示	3	並進軸	
ドアボタン	i, 3, 4	X 軸	i
銅 $K\alpha_1$ 線の波長と光子エネルギー	i, 1	Y 軸	i
銅ターゲット	i, 1	Z 軸	i
銅ターゲット上の焦点サイズ	i		
は		ま	
パイロットランプ	2	マクロ機能 (自動測定機能)	i
薄膜試料	i	ら	
パスワード	2, 3	冷却水循環装置	i
パソコン電源スイッチ	2	ログイン名	2, 3