

# リガク超高精度X線回折装置 SuperLab

## Part 1 測定手順マニュアル

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

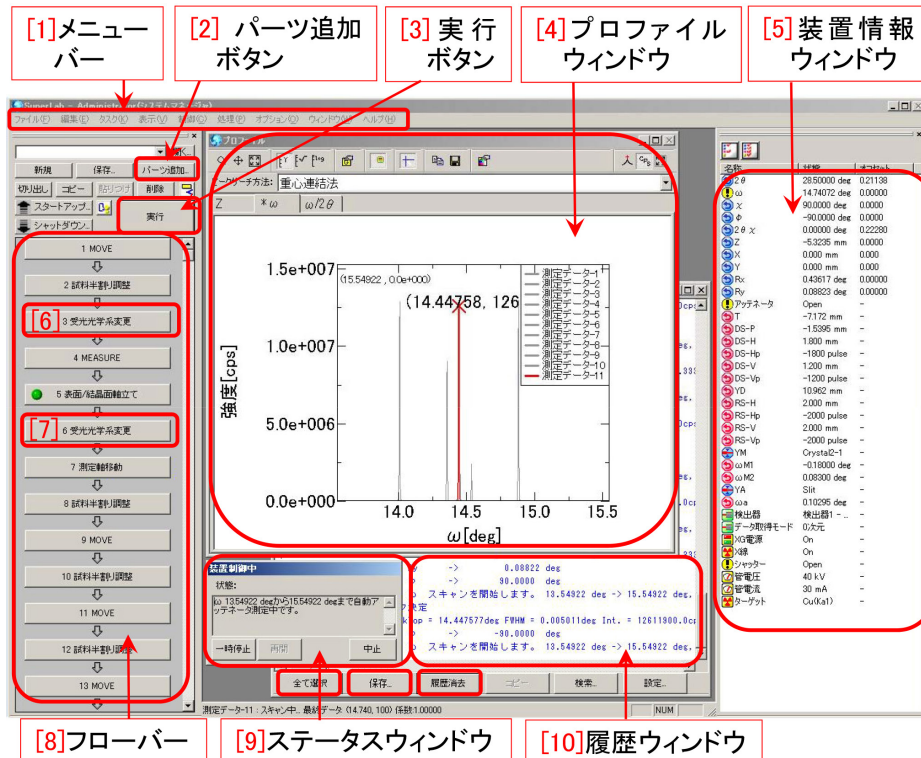


図 0. 「システムマネージャー」によるマクロ測定実行中の画面

このマニュアルでは、リガク SuperLab 制御ソフトウェア「システムマネージャー」による手動ないしは自動(マクロ)測定の設定について記述します。

試料をステージに載せる前に、7種類のうち原則として1種類の入射光学系と3～4種類の受光光学系を組み合わせ調整し、登録することができます。

測定は、図0左上「[2] パーツ追加ボタン」をクリックし、左「[8] フローバー」に「パーツ」を追加することにより行います。「[8] フローバー」上の「パーツ」を直接クリックすると手動操作ないしは手動測定を行うことができ、左上「[3] 実行ボタン」をクリックすると「パーツ」を連続的に実行してゆくマクロ測定(自動測定)を行うことができます。「[8] フローバー」上にある「[6]」「[7]」は「受光光学系変更パーツ」ですが、これらを実行することにより、あらかじめ調整、登録しておいた複数の受光光学系を目的に応じて切り替えて使うことができます。

図0は、左端に緑のマークが点滅中の「5. 表面/結晶面軸立て」を実行中の画面で「[4] プロファイルウィンドウ」には現在測定されつつあるX線強度プロファイルが「[5] 装置情報ウィンドウ」には駆動軸のポジションが「[9] ステータスウィンドウ」には測定内容が「[10] 履歴ウィンドウ」には測定の履歴が表示されています。「[8] フローバー」上のパーツの文字は測定中にはグレー表示になります。

# 目次

第 1 章	光学系の選択と初期化	1
1.1	メニューバーの設定	1
1.2	測定軸の初期位置への移動	1
1.3	入射光学系および 1 番目の受光光学系の選択と登録	2
1.3.1	入射および受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Slit の例)	2
1.3.2	入射および受光光学系の精密調整と登録 (Ge (220) 2 結晶 / Slit の例)	3
1.4	別の受光光学系の選択と登録	6
1.4.1	2 番目の受光光学系の精密調整と登録 (Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit の例)	6
1.5	更なる別の受光光学系の調整と登録	8
1.5.1	3 番目の受光光学系の調整と登録 (Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) 2 結晶アナライザの例)	8
1.6	登録された光学系の呼び出し	10
第 2 章	Out-of-plane 測定の例 (1) 平板結晶の方位の精密決定	11
2.1	試料のセット	11
2.2	最初に用いる受光光学系への切り換え	12
2.3	$2\theta$ の原点の確認	13
2.4	マクロ測定 (自動測定) の設定	14
2.4.1	試料台 Z 軸の移動	14
2.4.2	試料半割り調整	14
2.4.3	受光光学系変更	15
2.4.4	Si 111 反射ロッキングカーブの測定	16
2.4.5	Si (111) 方位の軸立て	16
2.4.6	受光光学系の再切り換え	17
2.4.7	$2\theta$ , $\omega$ , $\phi$ 軸の移動	17
2.4.8	「試料半割り調整」のセット	17
2.4.9	$\phi$ 軸の移動	17
2.4.10	$\phi$ 軸の移動と「試料半割り調整」セットの繰り返し	17
2.5	マクロの保存	18
2.6	マクロ測定 (自動測定) の実行	18
2.6.1	最初の「試料半割り調整」	18
2.6.2	Si 111 X線反射ピークサーチ実行の実行	18

---

2.6.3	マクロによる Si (111) 面の軸立ての実行 . . . . .	19
2.6.4	「試料半割り調整」の再実行 . . . . .	19
2.6.5	結晶面切り出し誤差の評価 . . . . .	19
2.6.6	測定履歴の保存 . . . . .	20
付録 A	Web カメラを用いたマイクロメーターの調整と装置駆動の観察	21
A.1	Web カメラ接続の確認 . . . . .	21
A.2	LiveCapture2 の立ち上げ . . . . .	21
A.3	Web カメラの切り換え . . . . .	22
A.4	Web カメラのフォーカスと倍率設定 . . . . .	22
A.5	マイクロメーターの設定 . . . . .	23
A.6	LiveCapture2 の終了 . . . . .	23
索引		25

# 目次

0	「システムマネージャー」によるマクロ測定実行中の画面	i
1.1	システムマネージャーのメインメニュー	1
1.2	測定軸移動パーツの選択	1
1.3	移動軸と移動位置の指定	1
1.4	ゴニオメーターの初期位置。(a) Out-of-plane および反射率測定, (b) In-plane 測定, (c) In-plane 測定	2
1.5	受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Slit 光学系へ)	3
1.6	入射および受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 / Slit 光学系)。 $[\alpha]$ , $[\beta]$ , $[\gamma]$ のスリット幅については表 1.2 参照	3
1.7	図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] の (a) のようになっていることを確認して「はい」をクリックします	4
1.8	(a) $[\mathbf{b,c}]$ , $[\mathbf{d}]$ , $[\mathbf{e,f}]$ の操作を (b), (c), (d), (e), (f) を参照して実行します。「 $[\mathbf{3}]$ センタースリット」の直径は 4 インチ (およそ 102mm) です	4
1.9	X線コンソールパネル	4
1.10	前面シールドドアの (a) 正しい状態と (b) 滑車が脱線した状態	4
1.11	手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)	5
1.12	受光光学系 (Slit 光学系) の精密調整終了。左下「登録して続行」をクリックします	6
1.13	受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit 光学系へ)	7
1.14	受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit 光学系)	7
1.15	(a) 図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] の (a) のようになっていることを確認して「はい」をクリックします。(b) 図 1.8(e), (f)[p.4] の「 $[\mathbf{4}]$ 手差しスリット」を取り外してから「OK」をクリックします	7
1.16	手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)	7
1.17	受光光学系 (Soller Slit 光学系) の精密調整終了。左下「登録して続行」をクリックします	8
1.18	受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer 光学系へ)	9
1.19	受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer 光学系)	9
1.20	(a) 図 1.13(a) と (b) の数値を確認してから「はい」をクリックします。(b) 手差しスリットを取り外してから「OK」をクリックします	9
1.21	手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)	9
1.22	受光光学系 (Soller Slit) 精密調整の完了。左下「登録して続行」をクリックします	10
1.23	受光光学系変更パーツの呼び出し	10
1.24	受光光学系変更パーツの設定	10
2.1	各種試料ホルダーと固定用磁石	11

2.2	試料の取り付け方	12
2.3	「受光光学系変更」パーツの呼び出し	12
2.4	受光光学系の変更を実行	12
2.5	「MEASURE」パーツの呼び出し	13
2.6	受光光学系の変更を実行	13
2.7	受光光学系の変更を実行	13
2.8	$2\theta$ の値を $0.0^\circ$ にリセット	13
2.9	「MOVE」パーツの呼び出しと実行	14
2.10	「試料半割り調整」パーツの呼び出し	14
2.11	試料半割り調整の設定	15
2.12	受光光学系の切り換え	15
2.13	Si 111 反射の X 線強度測定	15
2.14	「表面/結晶面軸立て」パーツの呼び出し	16
2.15	結晶面軸立ての実行	16
2.16	$2\theta$ , $\omega$ , $\phi$ 軸の移動	17
2.17	$2\theta$ , $\omega$ , $\phi$ 軸の移動	17
2.18	マクロ測定 (自動測定) の保存	18
2.19	マクロ測定 (自動測定) の開始	18
2.20	マクロで「試料半割り調整」実行中	18
2.21	マクロで Si 111 X 線反射ピークサーチ実行中	19
2.22	マクロで Si 111 方向軸立て実行中	19
2.23	$\phi = 0^\circ, 180^\circ, 90^\circ, -90^\circ$ で「試料半割り調整」実行結果のログ	20
2.24	「[1] すべてを選択」「[2] 保存」の順にクリックして測定履歴を保存	20
A.1	USB ケーブル接続の確認	21
A.2	USB ケーブル接続の確認	21
A.3	LiveCapture2 の立ち上げ	21
A.4	LiveCapture2 による Web カメラの画像	22
A.5	Web カメラの変更	22
A.6	Web カメラの変更	22
A.7	Web カメラのピントと倍率設定	22
A.8	光学系に応じたマイクロメーターの読み	23
A.9	マイクロメーターの目盛りの読み方	23
A.10	LiveCapture2 の終了	23

# 表目次

1.1	図 1.4(a),(b),(c) に対応する $2\theta, \omega, \chi, \phi$ の値 . . . . .	2
1.2	$[\alpha], [\beta], [\gamma]$ のスリット幅に設定する値 . . . . .	3
1.3	7 種類の入射光学系に対する T (光源の横方向並進, モーター駆動), YM(入射光学系の縦方向切り換え, モーター駆動), 手動マイクロメーターの値。マイクロメーターの設定に関しては, 付録 A 図 A.8[p.23] 参照 . . . . .	4
A.1	入射光学系に応じたマイクロメーターの値 . . . . .	23

## 第 1 章

# 光学系の選択と初期化

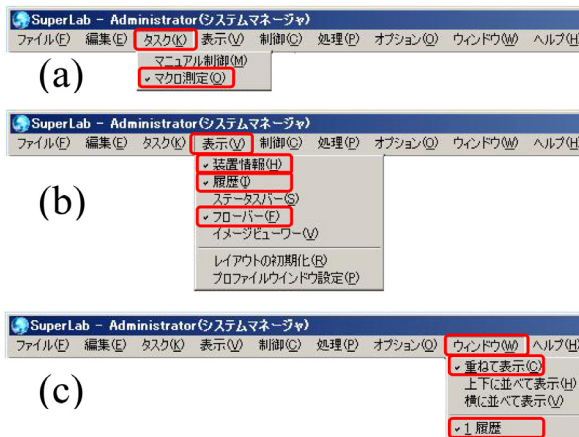


図 1.1. システムマネージャのメインメニュー

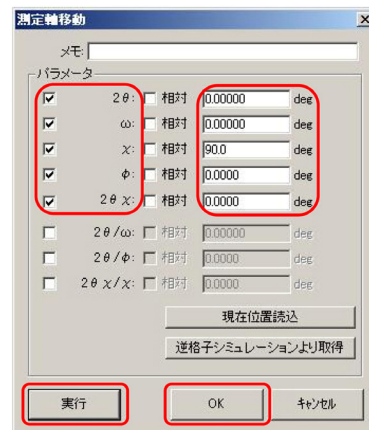


図 1.3. 移動軸と移動位置の指定

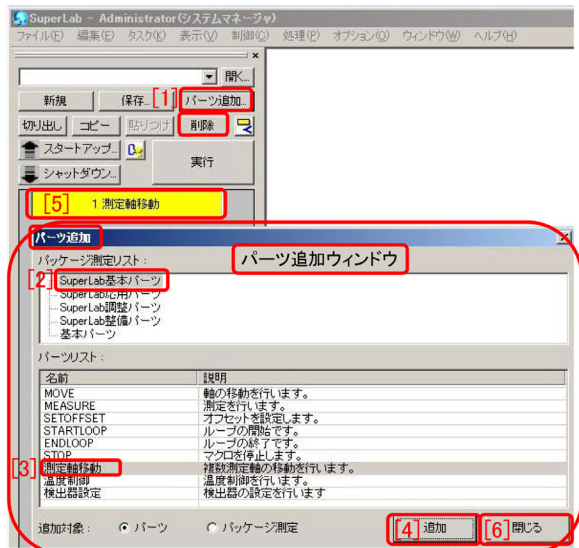


図 1.2. 測定軸移動パーツの選択

### 1.1 メニューバーの設定

表紙図 0 左上「[1] メニューバー」において推奨される設定を、図 1.1 に示してあります。図 1.1(a) では、手動測定でも自動 (マクロ) 測定に対しても、「マクロ測定」をチェックすることをお勧め

めします。図 1.1(b) では、「装置情報」「履歴」「フローバー」にチェックを入れてください。それぞれ、表紙図 0 の「[5] 装置情報ウィンドウ」、「[10] 履歴ウィンドウ」、「[8] フローバー」を表示させることを意味します。図 1.1(c) では、「重ねて表示」がチェックされていることを前提に記述します。これにより表紙図 0「[4] プロファイルウィンドウ」と「[10] 履歴ウィンドウ」がカスケード表示されるようになります。

表紙図 0「[10] 履歴ウィンドウ」の下中央にある「履歴消去」はクリックせず、実験終了時に左下の「すべて選択」「保存」の順にクリックして実験経過をすべて記録することをお勧めします。

### 1.2 測定軸の初期位置への移動

図 1.2「[1] パーツ追加ボタン」をクリックすると図 1.2 下のような「パーツ追加ウィンドウ」が立ち上がります。「[2] SuperLab 基本パーツ」をクリックし「[3] 測定軸移動」を選択したあと「[4] 追加ボタン」をクリックするとフロー

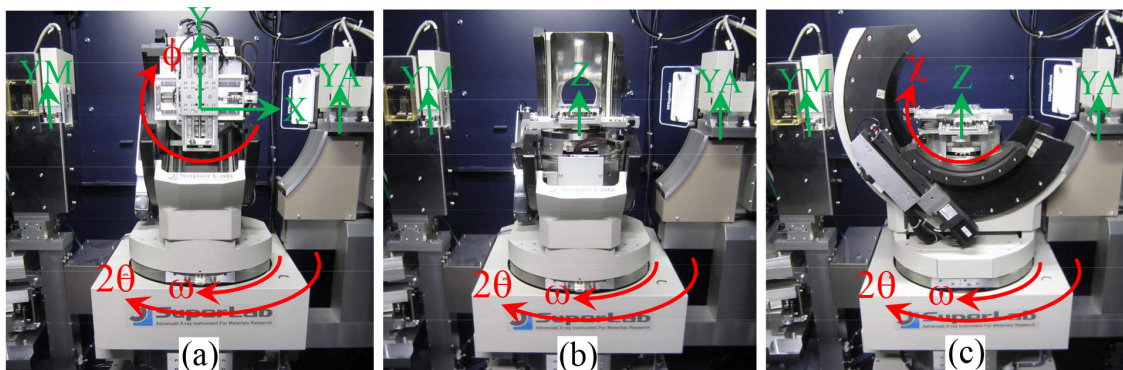


図 1.4. ゴニオメーターの初期位置。(a) Out-of-plane および反射率測定, (b) In-plane 測定, (c) In-plane 測定

表 1.1. 図 1.4(a),(b),(c) に対応する  $2\theta$ ,  $\omega$ ,  $\chi$ ,  $\phi$  の値

	$2\theta$ [deg]	$\omega$ [deg]	$\chi$ [deg]	$\phi$ [deg]
(a)	0	0	90	0
(b)	0	0	0	0
(c)	0	-90	0	0

パーに黄色の「[5] 測定軸移動パーツ」が追加されます。図 1.2[p.1] 右下「[6] 閉じる」のボタンをクリックして「パーツ追加ウィンドウ」を閉じてから黄色の「[5] 測定軸移動パーツ」をクリックすると図 1.3[p.1] の画面が表示されます。図のように設定して左下の「実行」ボタンをクリックすると Out-of-plane および反射率測定の初期位置へと測定軸が回転します。「相対」のチェックボックスは相対的移動量を意味するのでチェックは入れません。

図 1.4 は Out-of-plane 測定, 反射率測定, In-plane 測定を行う場合のゴニオメーターの初期位置を示しています。図 1.4(a), (b), (c) に対応する  $2\theta$ ,  $\omega$ ,  $\chi$ ,  $\phi$  の値を表 1.1 に一覧にしてあります。

反射率測定, Out-of-plane 測定, In-plane 測定の光学系調整はすべて図 1.3[p.1] の位置, すなわち図 1.4, 表 1.1 の (a) の条件で行います。

### 1.3 入射光学系および 1 番目の受光光学系の選択と登録

この節の記述については, 反射率測定, Out-of-plane 測定, In-plane 測定のいずれの測定法に対しても共通です。

#### 1.3.1 入射および受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Slit の例)

実験を始める前にまず使用する光学系を選択して調整, 登録する必要があります。一般に 1 種類の入射光学系と複数の受光光学系を選択して登録します。受光光学系は測定中に切り換えて使うことができます。

入射光学系の選択にあたっては, X 線強度と得られる角度分解能の間にトレードオフの関係があることを考慮する必要があります。もっとも強い X 線が得られるのは CMF ミラーだけの場合で, Ge ないしは Si のモノクロメーターを CMF ミラーと併せて使うことにより X 線強度は弱くなりますが, 高い角度分解能が得られます。Si の方が Ge よりも X 線強度は弱いですが高い角度分解能が得られます。また 4 結晶光学系は 2 結晶光学系よりも X 線強度は弱くなりますが, 高い分解能が得られます。Si (400) 結晶に関しては, 測定対象が Si 400 反射のときに特化した専用光学系です。

試料位置での X 線ビームのサイズは, Ge (111) ビーム圧縮光学系以外は横幅 1.8 mm 高さ 0.3 mm です。Ge (111) ビーム圧縮光学系は Ge 111 非対称 2 回反射を使うことにより X 線ビームの横幅を 0.2 mm に圧縮した光学系です。対称反射とは結晶表面に対する入射角と出射角が等しいのに対して, 非対称反射とはそれらが異なる反射です。大きな角度で入射し小さな角度で出射する反射を 2 回繰り返すことによりビームの横幅が圧縮されます。



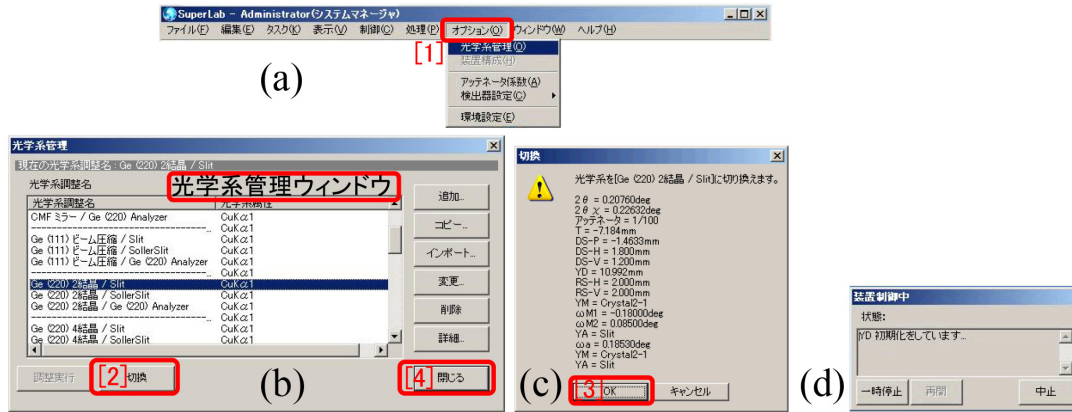


図 1.5. 受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Slit 光学系へ)

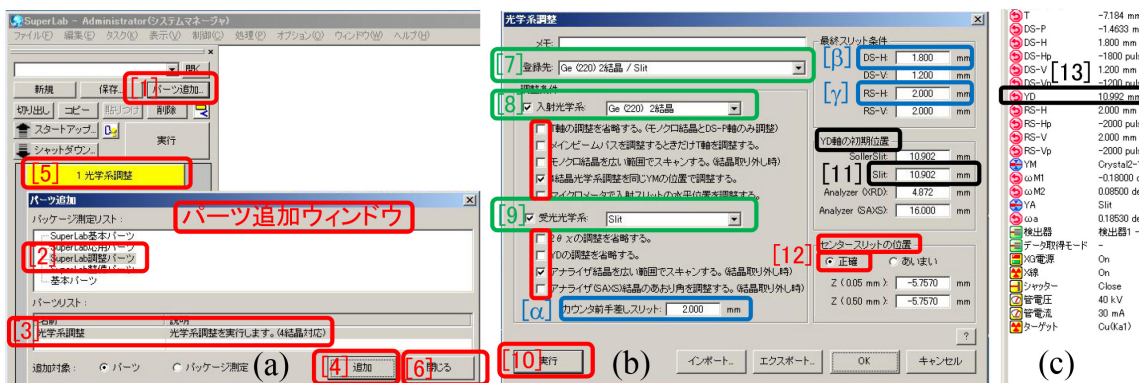


図 1.6. 入射および受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 / Slit 光学系)。[α], [β], [γ] のスリット幅については表 1.2 参照

表 1.2. [α], [β], [γ] のスリット幅に設定する値

スリット横幅	Out-of-plane	In-plane	反射率測定
[α] カウンタ手差しスリット	2.0	2.0	0.5
[β] 入射側スリット DS-H	1.8	1.8	0.05
[γ] 受光側スリット RS-H	2.0	2.0	0.2

反射率測定 (全反射測定) による薄膜試料の評価には膜厚が厚いほど入射 X 線に高い干渉性 (単色性と平行性) が求められます。この測定法が試料表面または膜の界面での反射 X 線の干渉効果を利用する為です。測定できる膜厚の目安は、CMF ミラーで 75nm 以下, Ge (111) ビーム圧縮で 200nm 以下, Ge (220) 4 結晶光学系で 500nm 以下です。X 線強度は、ほぼ一桁ずつ小さくなります。

図 1.5(a) 「[1] オプション」のメニューを開き「光学系管理」をクリックすると図 1.5(b) 「光学

系管理ウィンドウ」が表示されます。ここでは、入射光学系に Ge (220) 2 結晶モノクロメーター受光光学系にスリットを設定することにします。6 種類のモノクロメーター結晶は必ずミラー光学系と併せて用いられます。ミラー光学系の場合と併せて 7 種類の入射光学系からどれかひとつを選択できます。

図 1.5(b) 左下「[2] 切替」をクリックすると図 1.5(c) が表示されるので「[3] OK」をクリックします。図 1.5(d) の表示が高速で切り換わり光学系の軸が図 1.5(c) の値に切り換わります。終了したら図 1.5(b) 右下の「[4] 閉じる」をクリックします。

### 1.3.2 入射および受光光学系の精密調整と登録 (Ge (220) 2 結晶 / Slit の例)

図 1.6(a) 上の「[1] パーツ追加」ボタンをクリックすると図 1.6(a) 下の「パーツ追加

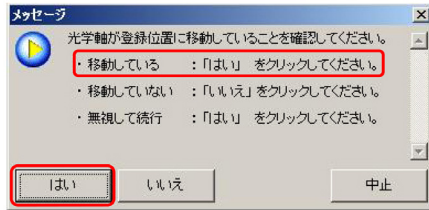


図 1.7. 図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] の (a) のようになっていることを確認して「はい」をクリックします

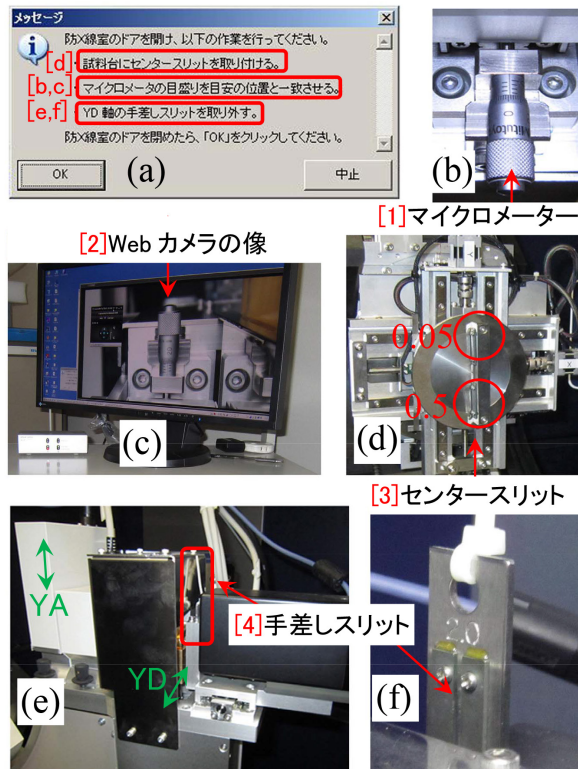


図 1.8. (a)[b,c], [d], [e,f] の操作を (b), (c), (d), (e), (f) を参照して実行します。「[3] センタースリット」の直径は 4 インチ (およそ 102mm) です

ウィンドウ」が立ち上がります。その中の「[2] SuperLab 調整パーツ」をクリックすると「[3] 光学系調整」が表示されるのでこれをクリックしてから「[4] 追加」ボタンをクリックすると、「フローバー」に黄色の「[5] 光学系調整」パーツが表示されます。図 1.6(a)[p.3] 右下「[6] 閉じる」をクリックして「パーツ追加ウィンドウ」を閉じてから「[5] 光学系調整」パーツをクリックすると図 1.6(b)[p.3] が表示されます。左上「[7] 登録先」のプルダウンメニューで「Ge (220) 2 結晶 / Slit」を選択し「[8] 入射光学系」「[9] 受光光学系」の下にあるチェックボックスに図のようにチェック

表 1.3. 7 種類の入射光学系に対する T (光源の横方向並進, モーター駆動), YM (入射光学系の縦方向切り換え, モーター駆動), 手動マイクロメーターの値。マイクロメーターの設定に関しては, 付録 A 図 A.8[p.23] 参照

入射光学系	T の値	YM の値	マイクロメーターの値
CMF ミラー	-2.332	Collimation	3.500 mm
Ge (111) ビーム圧縮	-5.704	Crystal 1-1	3.638 mm
Ge (220) 2 結晶	-6.498	Crystal 2-1	3.510 mm
Ge (220) 4 結晶	-2.548	Crystal 2-2	3.658 mm
Si (220) 2 結晶	-5.834	Crystal 3-1	3.374 mm
Si (220) 4 結晶	-2.390	Crystal 3-2	3.358 mm
Si (400) 2 結晶	-8.698	Crystal 1-1	3.210 mm

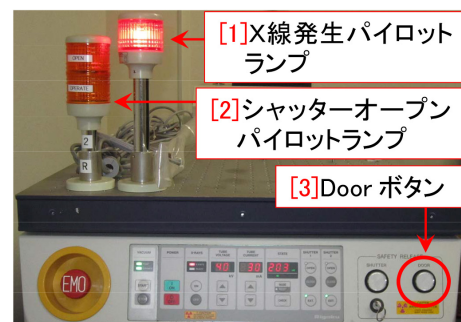


図 1.9. X線コンソールパネル

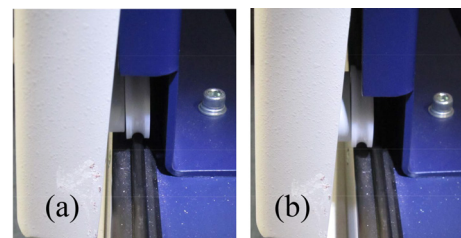


図 1.10. 前面シールドドアの (a) 正しい状態と (b) 滑車が脱線した状態

を入れた上で,それぞれ「Ge (220) 2 結晶」「Slit」を選択します。「[8]」「[9]」下, 赤枠内のチェックボックスには図 1.6(b)[p.3] のようにチェックを入れます。「[α] カウンター前手差しスリット」「[β] DS-H」「[γ] RS-H」は測定手法によって表 1.1[p.2] のように入力します。図 1.6(b)[p.3] 右の「[12] センタースリットの位置」に対しては「正確」のラジオボタンにチェックを入れ, 下の「[10] 実行」ボタンをクリックしてください。

図 1.7 が表示されるので, 図 1.6[p.3] (b)[11] と (c)[13] の「YD」の値が 0.5 mm 以内の誤差で

合っていることを確認して図 1.7 左下「はい」をクリックして続行します。次に図 1.8(a) のメッセージが表示されたら, [b,c], [d], [e,f] の操作を行います。ここで装置前面のシールドドアを開けることになるので, 装置左側にある図 1.9 「X線コンソールパネル」で「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認して「[3] Door ボタン」を押して警告音を鳴らしてから, シールドドアを開けます。ドアが動きにくい場合は図 1.10(b) のように滑車が脱線している可能性があります。図 1.10(a) のように正しい状態に戻してください。

図 1.8(b) は図 1.4(a),(b),(c)[p.2] 左上「YM」の文字付近を上から接写したものです。マイクロメーターの数値を入射光学系に応じた値(表 1.3 参照)にセットしてください。「[1] マイクロメーター」を上から見るのはきわめて困難なので図 1.8(c) のようにディスプレイ上の「[2] Web カメラの像」を見ながら調整します。これについては付録 A[p.21] の記述を参照してください。

図 1.8(d) では試料台中央の  $\phi 10\text{mm}$  の突起に図 1.8(d) 「[3] センタースリット」裏面のくぼみを合わせて  $0.05\text{mm}$  の数字が上になるように磁力でまっすぐに取り付けます。次に図 1.8(e) 結束バンドの付いた「[4] 手差しスリット」を上引き抜きます。図 1.8(e) で「YA」は受光光学系を切り換える上下の並進移動軸, 「YD」は検出器を横に移動させる並進軸です。図 1.8(f) のようにスリット幅を刻んだ面が上流側です。図 1.8(a) [b, c], [d], [e,f] の操作を終えたら装置前面のシールドドアを閉め警告音が止まったのを確認して図 1.8(a) 左下の「OK」ボタンをクリックして続行します。

自動調整が進行し, やがて図 1.11 が表示されます。図 1.11(a) 「プロファイルウィンドウ」にはX線を用いて移動軸の精密調整を行う過程のX線強度プロファイルが表示されます。図 1.11(a) 上に表示されるタブを左から順に説明します。 $\omega M2$  軸はモノクロメーターの鉛直軸周りの回転角です。4 結晶光学系の場合はさらに上流に  $\omega M1$  軸がありますが, 2 結晶光学系にはこれはあり

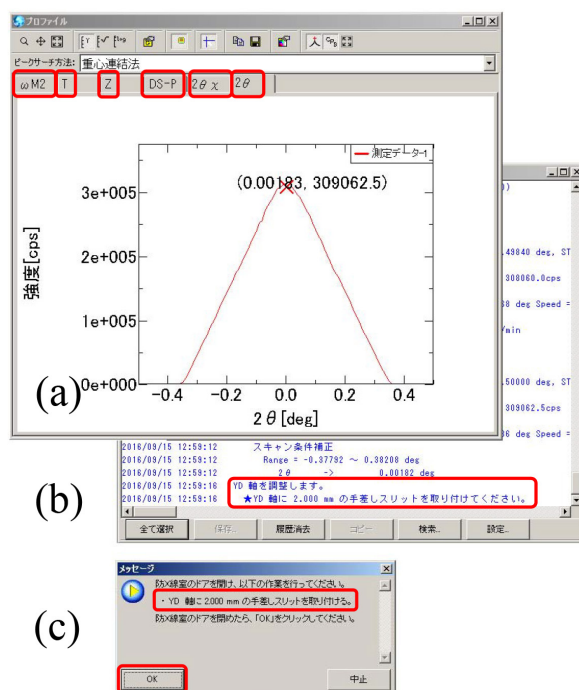


図 1.11. 手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)

ません。T はX線源の横方向の並進, Z は試料台の高さ [図 1.4(b),(c)[p.2] 参照], DS-P は入射光学系後方のスリット位置 (Divergence Slit Position),  $2\theta_{\chi}$  は受光光学系のあおり角,  $2\theta$  は検出器アームの鉛直軸周りの回転角 (図 1.4[p.2] 参照) です。図 1.11(a) 「プロファイルウィンドウ」に表示されているのは  $2\theta$  の精密調整結果です。「プロファイルウィンドウ」上のタブをクリックするとその軸の調整過程のX線強度プロファイルが表示されます。

図 1.11(b) 「履歴ウィンドウ」および図 1.11(c) 「メッセージウィンドウ」では, 次に YD 軸 [検出器の横方向の並進軸, 図 1.8(e) 参照] の精密調整を行うために, 「手差しスリット」を取り付けるよう求めてきています。図 1.9 「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認してから「[3] Door ボタン」を押して警告音を鳴らし, シールドドアを開けて図 1.8(e),(f) 「[4] 手差しスリット」を再度取り付けます。シールドドアを閉め警告音を止めてから図 1.8(a)[p.4] 左下「OK」ボタンをクリックして続行してください。

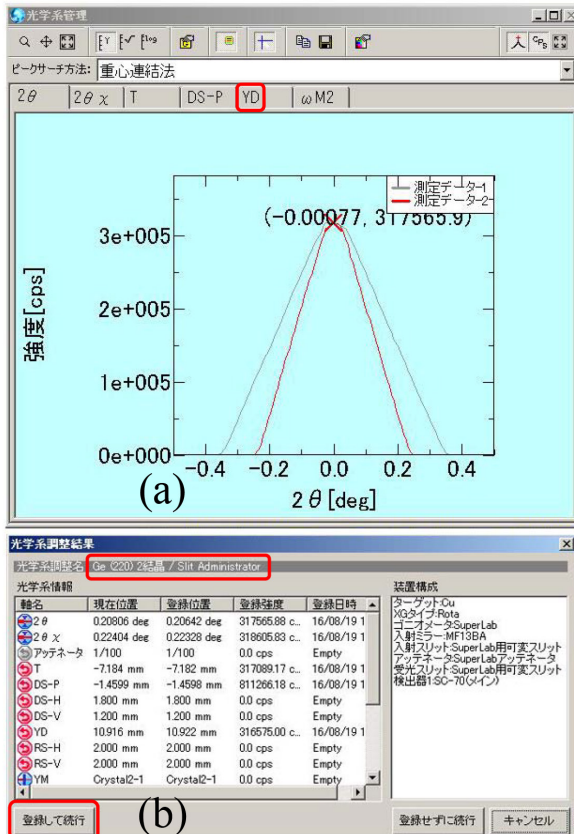


図 1.12. 受光光学系 (Slit 光学系) の精密調整終了。左下「登録して続行」をクリックします

YD 軸 [検出器の横方向の並進, 図 1.8(e)[p.4 参照] の自動調整が行われ, 終了すると図 1.12(a) のように「プロファイルウィンドウ」が青緑色に表示され調整が終了します。図 1.12(b) には調整結果が表示されます。左下の「登録して続行」をクリックしてください。これで図 1.12(b) 上の赤枠内に示された「Ge(220) 2結晶 / Slit」という名前前で, 調整した光学系が登録されました。

#### 1.4 別の受光光学系の選択と登録

入射光学系は一通りだけですが, 受光光学系は別のものを登録することが可能です。Soller Slit の受光光学系を調整, 登録する例を以下に記述します。

##### 1.4.1 2番目の受光光学系の精密調整と登録 (Ge (220) 2結晶 / Soller Slit の例)

図 1.13(a) オプションメニューの「[1] 光学系管理」をクリックすると図 1.13(b) 「光学系管理ウィンドウ」が開きます。今度は図 1.13(b) で

「Ge (220) 2結晶 / Soller Slit」を選択し「[2] 切替」「[3] OK」の順にクリックしてクリックして, 図 1.13(c) に示されたこの光学系の基本位置へと光学軸を移動させます。図 1.13(d) の表示が高速で切りかわり軸移動が終了したら「[4] 閉じる」をクリックします。

図 1.14(a) で [1]-[4] の順にクリックして「[5] 光学系調整」パーツを呼び出たあと右下「[6] 閉じる」をクリックしてください。黄色の「[5] 光学系調整」をクリックすると図 1.14(b) が開きます。「[7] 登録先」プルダウンメニューからは「Ge (220) 2結晶 / Soller Slit」を選択, 「[9] 受光光学系」にはチェックを入れてプルダウンメニューからは「Soller Slit」を選択します。その下のチェックボックスは赤枠内に示したよう設定します。入射光学系は §1.3[p.2] で精密調整が終了しているので, 「[8] 入射光学系」のチェックボックスをアンチェックします。「[α] カウンター前手差しスリット」「[β] DS-H」「[γ] RS-H」は測定手法によって表 1.1[p.2] を参照して入力します。「[12] センタースリットの位置」は「正確」ラジオボタンにチェックを入れます。図 1.14(b) 左下の「[10] 実行」ボタンをクリックして続行します。

図 1.15(a) が表示されたら, 図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] のようになっていることを確認して「はい」をクリックします。次に図 1.15(b) が表示されたら, 図 1.9[p.4] 「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認してから「[3] Door ボタン」を押して警告音を鳴らし, シールドドアを開けて図 1.8(e)[p.4] 「[4] 手差しスリット」を上引き抜きます。シールドドアを開け警告音を止めてから図 1.15(b) 左下「OK」ボタンをクリックして続行してください。

調整が進むと図 1.16 が表示されます。次に YD 軸 [検出器の横方向の並進軸, 図 1.8(e), (f) [p.4 参照] の精密調整を行うために, 「手差しスリット」を取り付けるよう求めてきています。図 1.9[p.4] 「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認してから「[3] Door ボタン」を押して警告音を鳴らし, シールドドアを開けて図 1.8(e), (f) [p.4] 「[4] 手差し

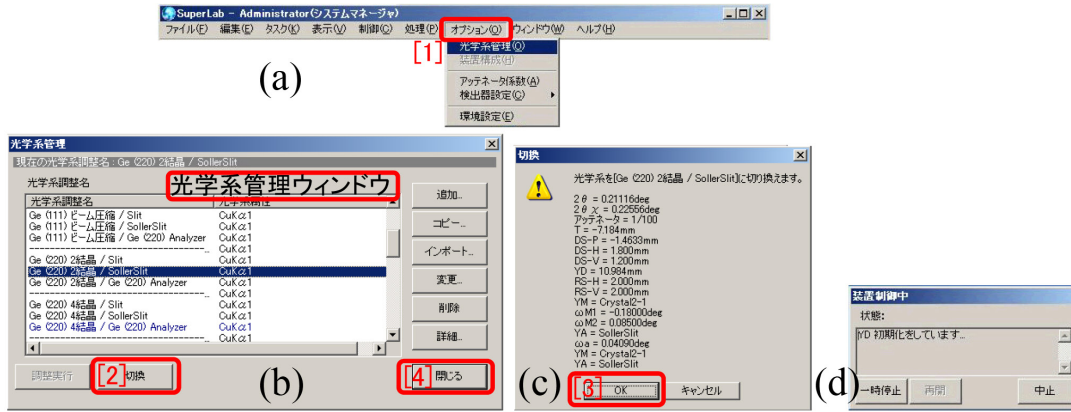


図 1.13. 受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit 光学系へ)

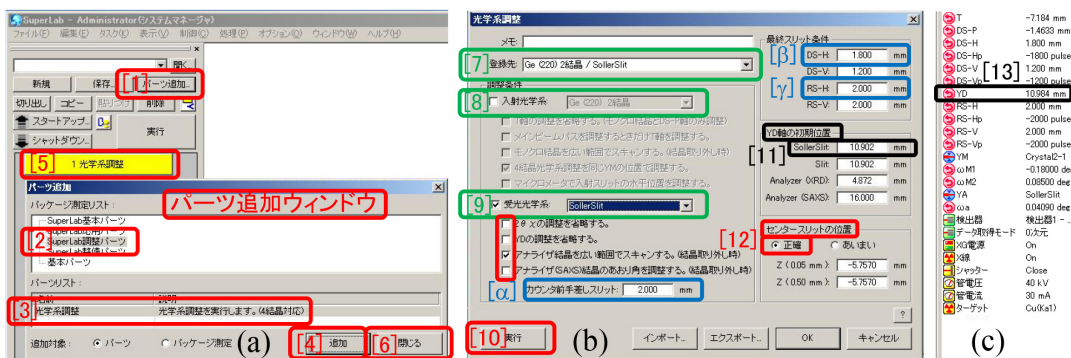


図 1.14. 受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit 光学系)

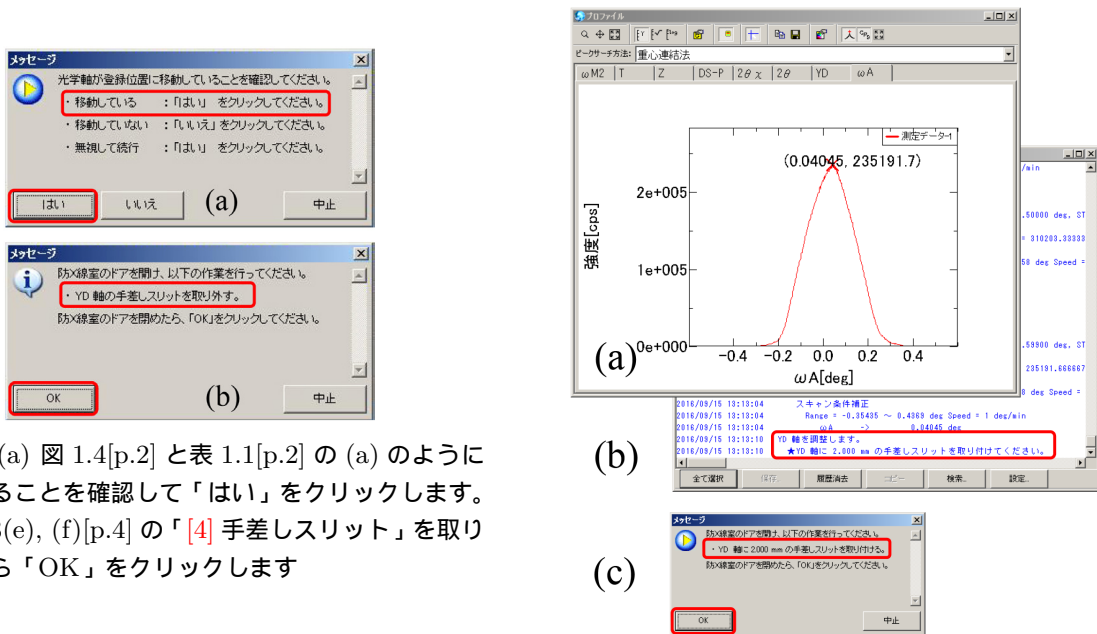


図 1.15. (a) 図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] の (a) のようになっていることを確認して「はい」をクリックします。(b) 図 1.8(e), (f)[p.4] の「[4] 手差しスリット」を取り外してから「OK」をクリックします

図 1.16. 手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)

スリット」を再度取り付けます。シールドドアを閉め警告音を止めてから図 1.16(b) 左下「OK」ボタンをクリックして続行してください。

調整が進むと図 1.16 が表示されます。次に

YD 軸 [検出器の横方向の並進, 図 1.8(e), (f)[p.4]

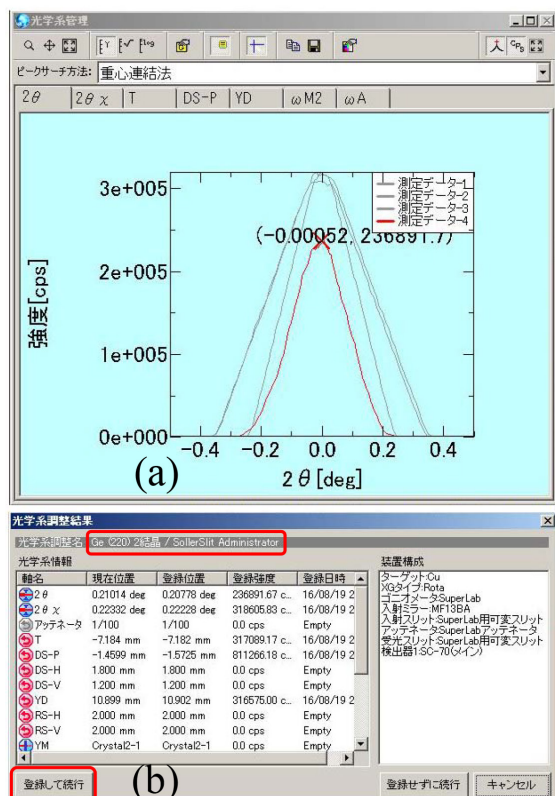


図 1.17. 受光光学系 (Soller Slit 光学系) の精密調整終了。左下「登録して続行」をクリックします

参照] の自動調整が行われ、終了すると図 1.17(a) のように「プロファイルウィンドウ」が青緑色に表示され調整が終了します。図 1.17(b) には調整結果が表示されます。左下の「登録して続行」をクリックしてください。これで図 1.17(b) 上の赤枠内に示された「Ge(220) 2 結晶 / Soller Slit」という名前で、調整した光学系が登録されました。

## 1.5 更なる別の受光光学系の調整と登録

更なる別の受光光学系として Ge (220) 2 結晶アナライザ光学系を調整、登録する例を以下に記述します。

### 1.5.1 3 番目の受光光学系の調整と登録 (Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) 2 結晶アナライザの例)

図 1.18(a) オプションメニューの「[1] 光学系管理」をクリックすると図 1.18(b)「光学系管理ウィンドウ」が開きます。今度は図 1.18(b) で

「Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer」を選択し「[2] 切替」「[3] OK」の順にクリックしてクリックして、図 1.18(c) に示されたこの光学系の基本位置へと光学軸を移動させます。図 1.18(d) の表示が高速で切りかわり軸移動が終了したら「[4] 閉じる」をクリックします。

図 1.19(a) で [1]-[4] の順にクリックして「[5] 光学系調整」パーツを呼び出たあと右下「[6] 閉じる」をクリックしてください。黄色の「[5] 光学系調整」をクリックすると図 1.19(b) が開きます。「[7] 登録先」プルダウンメニューからは「Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer」を選択、「[9] 受光光学系」にはチェックを入れてプルダウンメニューからは「Analyzer (XRD)」を選択します。その下のチェックボックスは赤枠内に示したよう設定します。入射光学系は §1.3[p.2] で精密調整が終了しているので、「[8] 入射光学系」のチェックボックスをアンチェックします。「[a] カウンター前手差しスリット」「[β] DS-H」「[γ] RS-H」は測定手法によって表 1.1[p.2] を参照して入力します。「[12] センタースリットの位置」は「正確」ラジオボタンにチェックを入れます。図 1.19(b) 左下の「[10] 実行」ボタンをクリックして続行します。

図 1.20(a) が表示されたら、図 1.4[p.2] と表 1.1[p.2] のようになっていることを確認して「はい」をクリックします。次に図 1.20(b) が表示されたら、図 1.9[p.4] 「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認してから「[3] Door ボタン」を押して警告音を鳴らし、シールドドアを開けて図 1.8(e)[p.4] 「[4] 手差しスリット」を上引き抜きます。シールドドアを閉め警告音を止めてから図 1.20(b) 左下「OK」ボタンをクリックして続行してください。

調整が進むと図 1.21 が表示されます。次に YD 軸 [検出器の横方向の並進軸、図 1.8(e), (f) [p.4] 参照] の精密調整を行うために、「手差しスリット」を取り付けるよう求めてきています。図 1.9[p.4] 「[2] シャッターオープンパイロットランプ」が消灯していることを確認してから

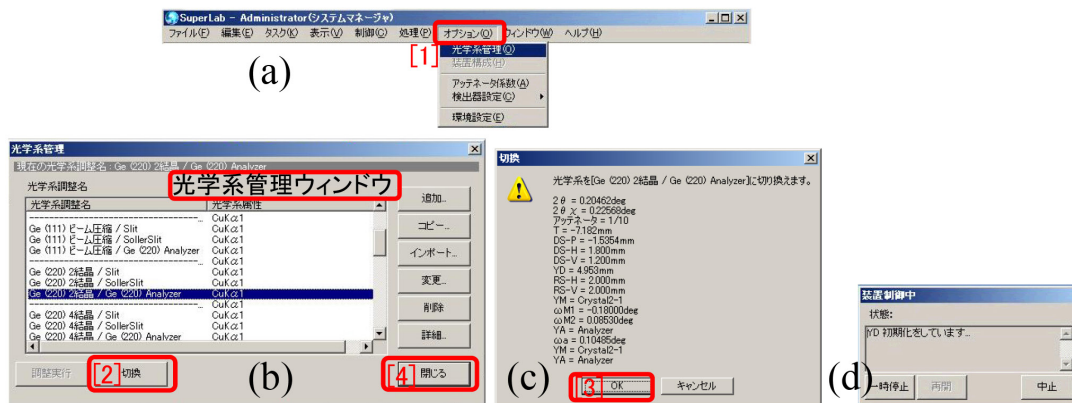


図 1.18. 受光光学系の切り換え (Ge (220) 2 結晶 /Ge (220) Analyzer 光学系へ)

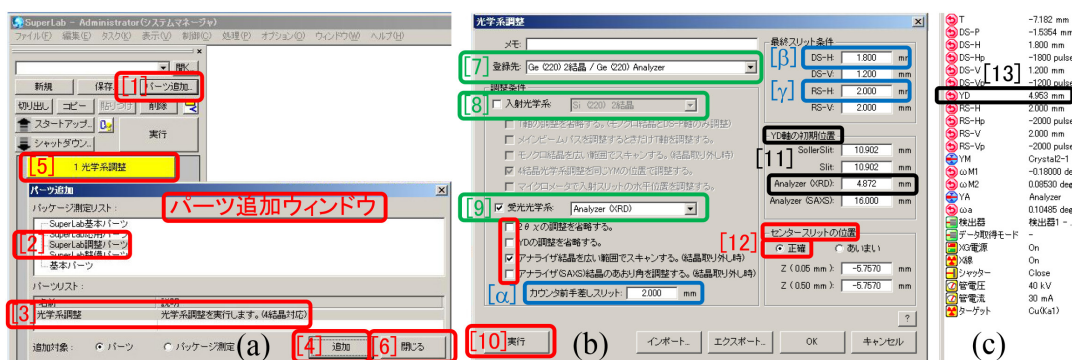


図 1.19. 受光光学系の調整 (Ge (220) 2 結晶 /Ge (220) Analyzer 光学系)

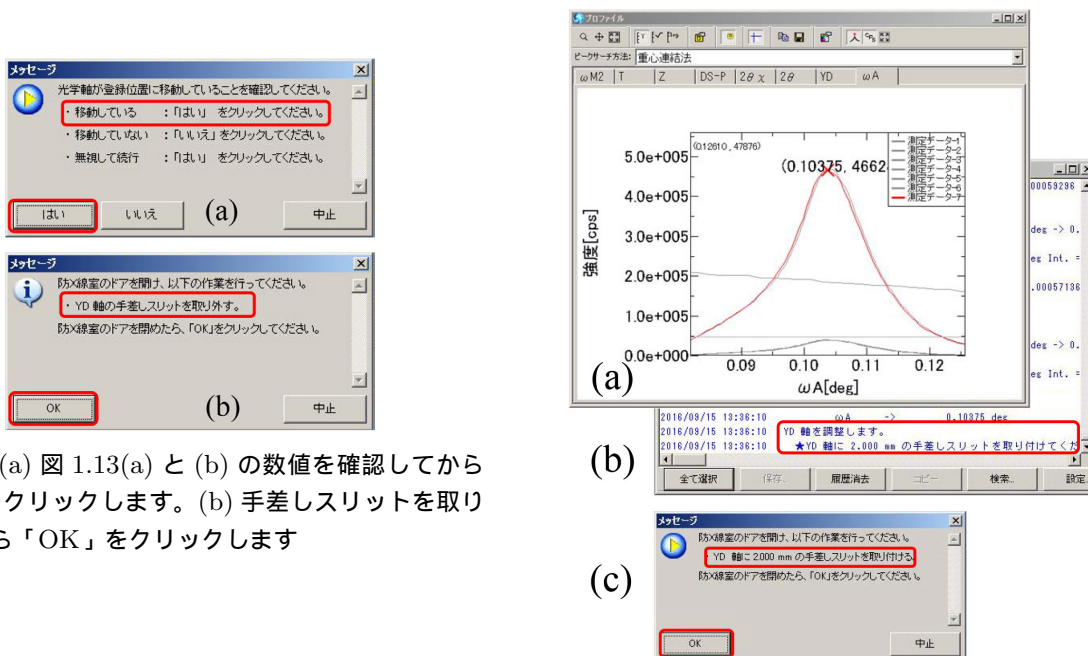


図 1.20. (a) 図 1.13(a) と (b) の数値を確認してから「はい」をクリックします。(b) 手差しスリットを取り外してから「OK」をクリックします

「[3]Door ボタン」を押して警告音を鳴らし、シールドドアを開けて図 1.8(e), (f) [p.4] 「[4] 手差し YD 軸 [検出器の横方向の並進, 図 1.8(e)[p.4] 参照] の自動調整が行われ、終了すると図 1.22(a)[p.10] のように「プロファイル

図 1.21. 手差しスリットを取り付けます (図 1.8(e)[p.4] 参照)

ウィンドウ」が青緑色に表示され調整が終了し

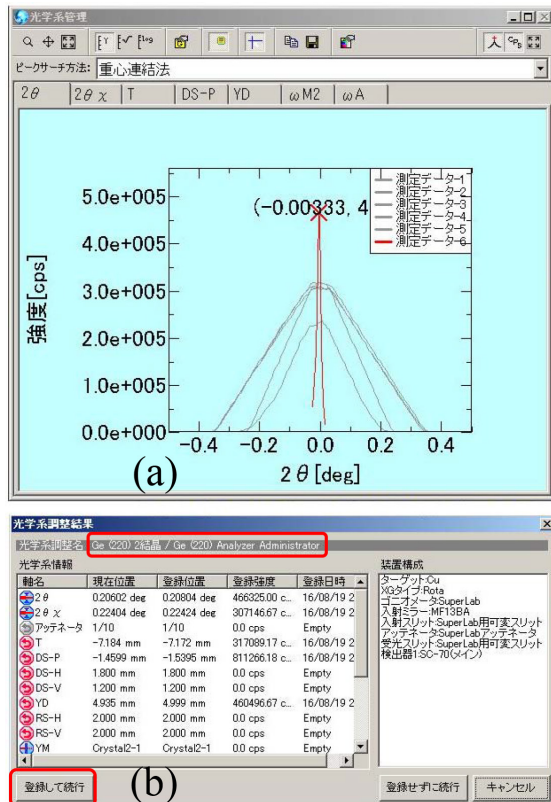


図 1.22. 受光光学系 (Soller Slit) 精密調整の完了。左下「登録して続行」をクリックします

ます。図 1.22(b) には調整結果が表示されます。左下の「登録して続行」をクリックしてください。これで図 1.22(b) 上の赤枠内に示された「Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer」という名前で、調整した光学系が登録されました。

## 1.6 登録された光学系の呼び出し

測定中に登録された別の光学系に切り換えるには図 1.23 で「[1] パーツ追加」のボタンをクリックし図 1.23 下に開いた「パーツ追加ウィンドウ」内で「[2] SuperLab 応用パーツ」を選択します。さらに「[3] 受光光学系変更」を選択して右下の「[4] 追加」をクリックすると「フローバー」に黄色の「[5] 受光光学系変更

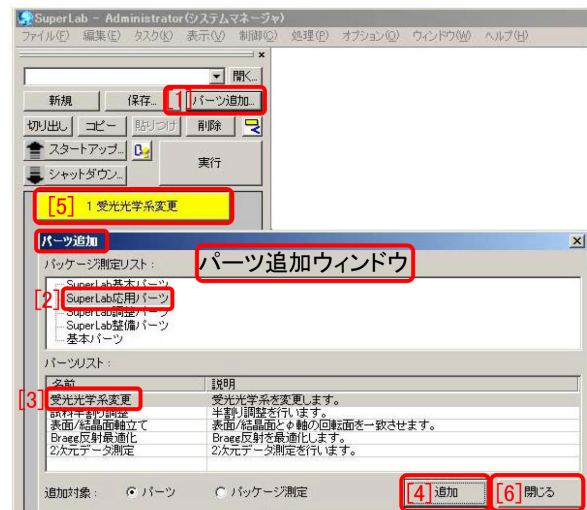


図 1.23. 受光光学系変更パーツの呼び出し

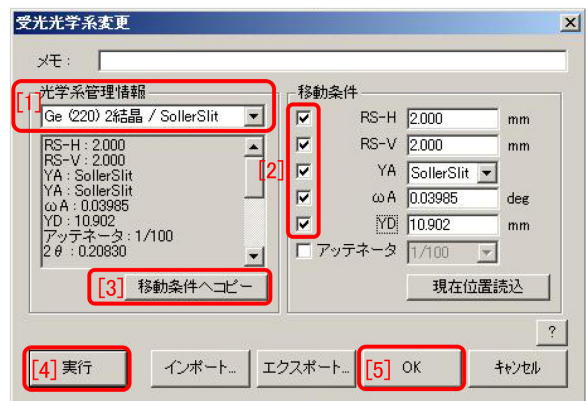


図 1.24. 受光光学系変更パーツの設定

パーツ」が表示されます。これをクリックすると図 1.24 のウィンドウが開きます。「[1] 光学系管理情報」のプルダウンメニューから登録した光学系を選択し「[2]」のチェックボックスは「アッテネーター」以外のすべてチェックを入れ、「[3] 移動条件へコピー」をクリックします。指定した光学系への切り換えを直ちに実行するには図 1.24 左下「[4] 実行」のボタンをクリックします。マクロ測定 (自動測定) の中で設定するには右下「[5] OK」のボタンをクリックします。



## 第 2 章

# Out-of-plane 測定の実例 (1) 平板結晶の方位の精密決定

表紙図 0 の測定で用いている試料は CZ シリコンインゴットから切り出した (111) 方位の結晶ブロック (サイズ  $28 \times 26 \times 5$  mm) です。ブロックの表面がどの程度の正確さで 111 方位と一致しているかを精密に評価する測定をマクロモードで実行している様子です。この章は、表紙図 0 の測定の設定を説明することで、マクロ測定の概要を読者に理解してもらう為に記述します。

### 2.1 試料のセット

図 2.1 は、SuperLab で使うことができる鉄合金製の試料ホルダーの写真です。直径が「[1]5 インチ」(~127 mm) 「[3]7 インチ」(~178 mm) 「[5]13 インチ」(~330 mm) のサンプルホルダーが用意されています。前の章で光学系の調整に用いた「[4] センタースリット」の直径は 4 インチ (~102 mm) です。

試料は図 2.1 「A, B, C, D, E」のタイプの「[2] マグネット」で試料ホルダーに固定します。「A」は 10 mm  $\phi$  程度で、断面は等脚台形になっており、直径の短い方を試料ホルダーに付けることにより試料の脱落を防ぎます。「B」はマグネットが合成樹脂に埋め込んであるもので (図 2.2(a)[p.12] 参照) 樹脂の片側に試料を軽く抑えるバネが付いています。「C」はネオジウム磁石で厚紙のシートに 8 個付いているものを 100 円ショップ (ダイソー) で購入できます。シートからはさみで切り取ったままの状態でも使えます。「D」は「A」を 2 つ並べて固定してあるものです。「E」は 8 インチ以上の大型のウェハーを支持するためのものです。

まずゴニオメーターが図 1.4(a)[p.2] に示す Out-of-plane 測定の初期位置にあることを確認してください。もしそうになっていなかったら図 1.2[p.1] と図 1.3[p.1] を実行し図 1.4(a)[p.2]

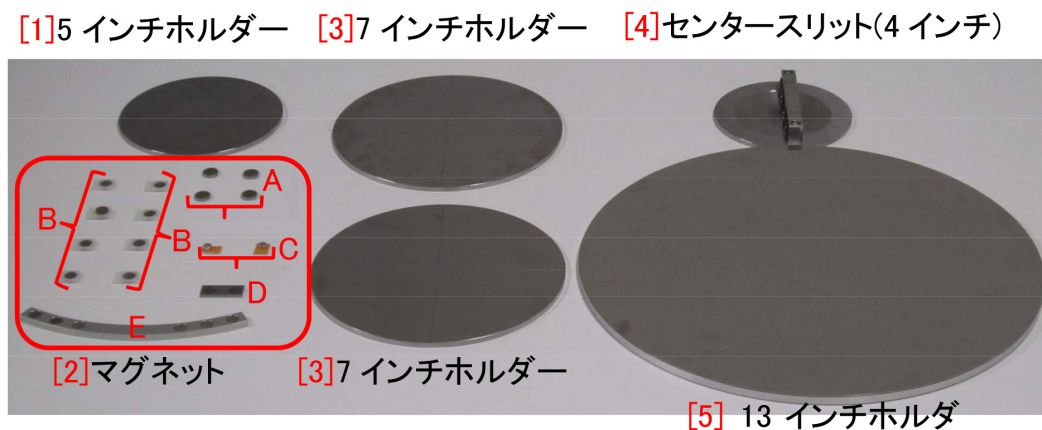


図 2.1. 各種試料ホルダーと固定用磁石

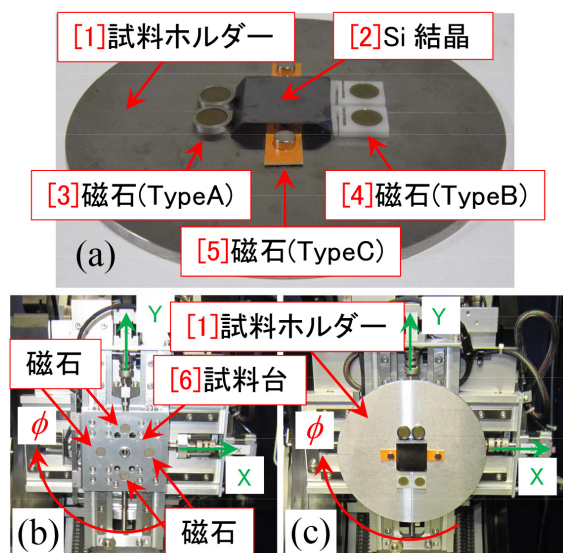


図 2.2. 試料の取り付け方

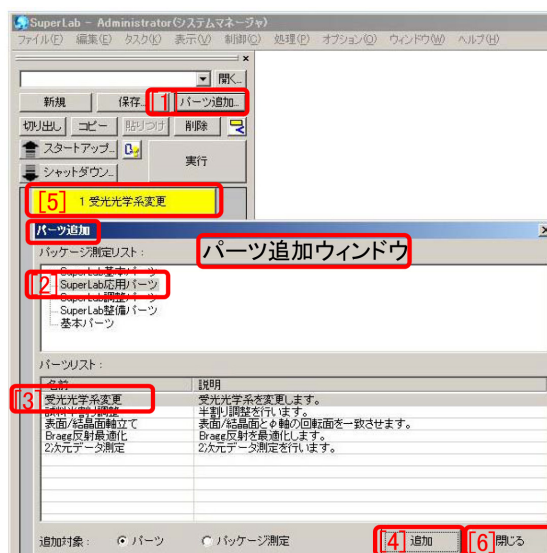


図 2.3. 「受光光学系変更」パーツの呼び出し

のようにしてください。

図 2.2(a) は「[2] Si 結晶」を図 2.1(a)[p.11]「[1] 5 インチホルダー」に固定したところです。これを図 2.2(b)「[6] 試料台」に固定したのが図 2.2(c)です。試料が試料ホルダーの中心からなるべくズレないように取り付けます。

## 2.2 最初に用いる受光光学系への切り換え

図 2.3 は「受光光学系変更」パーツを呼び出す手順を示しています。図 2.3「[1] パーツ追加」ボタンをクリックすると図 2.3 下に「パーツ追加ウィンドウ」がひらきます。その中の「[2] SuperLab 応用パーツ」をクリックしパーツリストから「[3] 受光光学系変更」を選択して「[4] 追加」のボタンをクリックすると「フローバー」に黄色の「[5] 受光光学系変更」パーツが表示されます。右下の「[6] 閉じる」をクリックして「パーツ追加ウィンドウ」を閉じてください。

次に図 2.4「フローバー」にある黄色の「[1] 受光光学系変更」パーツをクリックすると図 2.4 下のように「受光光学系変更ウィンドウ」が開きます。「[2] 光学系管理情報」のプルダウンメニューで「Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer」を選択すると図 1.22(b)[p.10] で登録した設定を呼び出すことができます。「[3]」のチェックボックスで

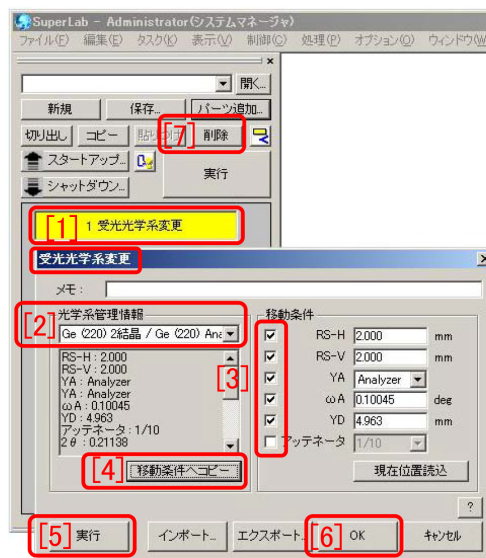


図 2.4. 受光光学系の変更を実行

「アッテネーター」以外のすべてにチェックを入れ「[4] 移動条件へコピー」をクリックしたあと左下の「[5] 実行」をクリックしてください。受光光学系が切り換わったら「[6] OK」をクリックすると「受光光学系変更ウィンドウ」が閉じます。このように（マクロモードではなく）手動で受光光学系を切り換えた後には「[1] 受光光学系変更」は要らなくなるので図 2.4 上の「[7] 削除」をクリックして黄色の「[1] 受光光学系変更」パーツを「フローバー」から削除してください。

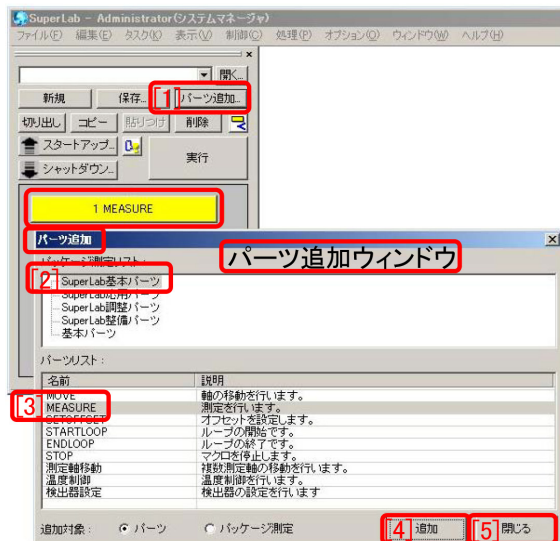


図 2.5. 「MEASURE」パーツの呼び出し

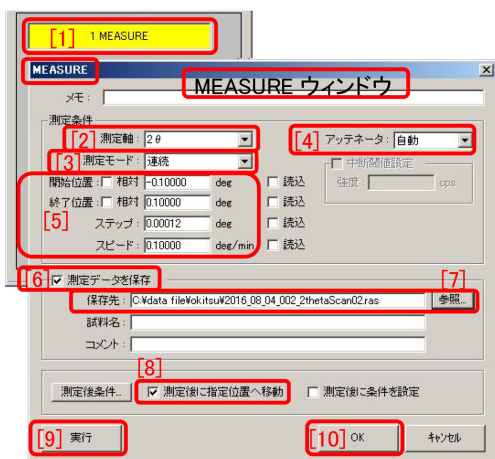


図 2.6. 受光光学系の変更を実行

2.3 2θ の原点の確認

図 2.5[1]-[5] は黄色の「MEASURE」パーツを呼び出す手順を示しています。そのあと図 2.6 「1」MEASURE」パーツをクリックすると図 2.6 下に「MEASURE ウィンドウ」が開きます。図 2.6[2]-[9] の手順を実行することにより任意の駆動軸による X 線強度プロファイルを取得できます。図 2.6 「2」測定軸」のプルダウンメニューで 2θ が選択されており「8」測定後に指定位置へ移動」にチェックされているので、図 2.7 のような X 線強度プロファイルが得られた後、2θ 軸は自動的にピークポジションに移動します。

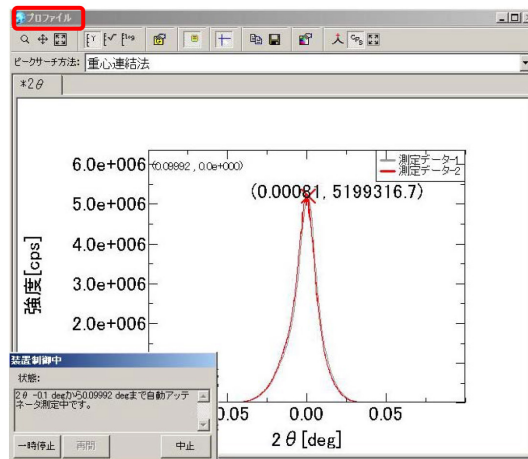


図 2.7. 受光光学系の変更を実行

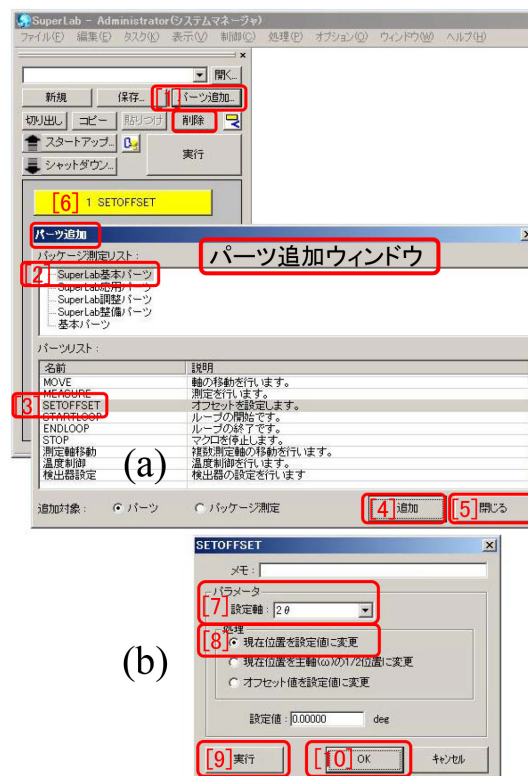


図 2.8. 2θ の値を 0.0° にリセット

そこが 2θ 軸 (検出器アームの回転軸) の原点です。終了後は図 2.6 右下の「10」OK」をクリックして「MEASURE ウィンドウ」を閉じてください。「フローバー」から「MEASURE」パーツを削除するには図 2.5 上の「1」パーツ追加」の下にある「削除」をクリックします。

測定が終了した後、図 2.8(a),(b) を実行することにより、このポジションで 2θ の値を 0.0° に

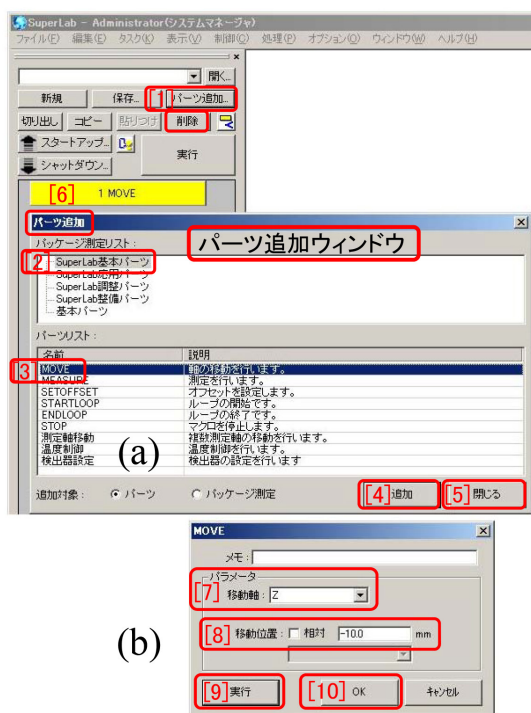


図 2.9. 「MOVE」パーツの呼び出しと実行

リセットします。

図 2.6[p.13]「[5]」のテキストボックスでスキャン範囲、スピード、ステップが指定できますが、ステップはスピードの 1/1,000-1/500 程度が適正です。スピードの値を小さく設定するとスキャンスピードは遅くなりますが統計精度の優れた測定ができます。図 2.6[p.13]「[6] 測定データを保存」は必ずしもチェックする必要はありませんが、チェックした場合は図 2.6[p.13]「[7] 参照」ボタンをクリックしてデータファイルの場所とファイル名 (アルファベットと数字のみ使用可) を指定する必要があります。フォルダーは原則として「C:\data file」のフォルダーの中にユーザーの名前など (アルファベットと数字のみ使用可) のサブフォルダーを作ってください。

## 2.4 マクロ測定 (自動測定) の設定

この節では表紙図 0 に実行例を示したマクロ測定 (自動測定) をセットする手順を説明します。

試料は CZ シリコンインゴットから切り出した (111) 方位の結晶ブロック (サイズ  $28 \times 26 \times 5$  mm, 図 2.2(a)[p.12]「[2]Si 結晶」参照) です。

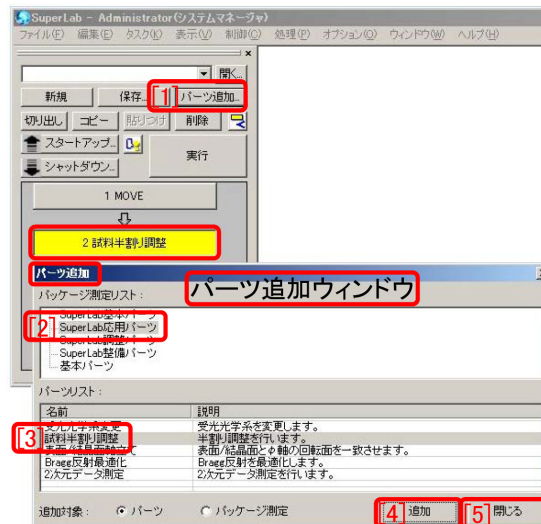


図 2.10. 「試料半割り調整」パーツの呼び出し

ブロックの表面がどの程度の正確さで (111) 方位と一致しているかを精密に評価する測定をセットします。

### 2.4.1 試料台 Z 軸の移動

図 2.2(c)[p.12] のようにセットした試料は厚さ 5mm 程度あるので、試料の高さ方向の位置 (Z) をまず一番下がるところまで下げます。

図 2.9(a) に示した手順で「フローバー」に「[6]MOVE」パーツを表示させます。これをクリックすると図 2.9(b)「MOVE ウィンドウ」が開くので「[7] 移動軸」プルダウンメニューから Z を選択し「[8] 移動位置」には「-10.0 mm」(最も低い位置) を入力します。相対移動ではないので「相対」のチェックボックスにはチェックを入れません。マクロ測定の最初で実行するので左下の「[9] 実行」ではなく「[10]OK」ボタンをクリックします。

### 2.4.2 試料半割り調整

図 2.10 は「試料半割り調整」パーツを呼び出す手順を示しています。グレー表示の「MOVE」パーツの下に黄色の「試料半割り調整」パーツが追加されます。図 2.11 上「試料半割り調整」パーツをクリックするとすぐ下に「試料半割り調整 ウィンドウ」が開きます。

「試料半割り調整」では試料表面が入射 X 線の光軸と平行かつ完全に一致するように精密

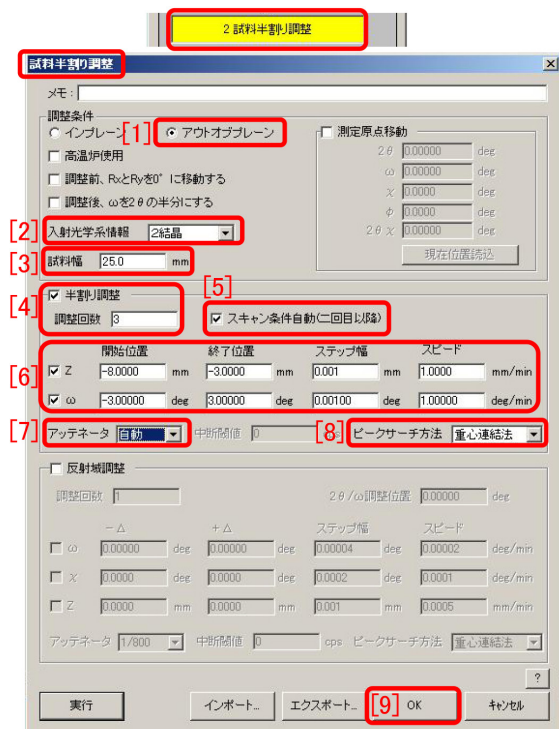


図 2.11. 試料半割り調整の設定

調整します。測定を開始する前に必ず行わなければならない調整です。図 2.11 「[6]」で Z(試料ステージの高さ) と  $\omega$ (試料ステージの鉛直軸周りの回転角) いずれにもチェックを入れ、Z スキャンで X 線強度がちょうど半分になり、 $\omega$  スキャンで X 線強度が最大になるように調整します。図 2.11 「[4] 試料半割り調整」にチェックを入れ「調整回数」に 3 を指定することにより Z と  $\omega$  のスキャンを交互に 3 回 (推奨される回数) 行います。「[5] スキャン条件自動」にチェックを入れることにより 2 回目以降のスキャンでは前のスキャン結果に基づいてスキャン範囲が自動設定されます。

Z と  $\omega$  のスキャン範囲は事前に手動でスキャンを行って適切な範囲を見積もって設定することが求められます。「スピード」の 1/1,000-1/500 程度の「ステップ幅」が推奨されます。「スピード」を速くするとスキャンの能率は高くなりますがデータの統計精度が損なわれることに注意する必要があります。

$\omega$  のスキャン範囲は図 2.11 「[6]」で  $\pm 3^\circ$  に設定されていますが、これは「[3] 試料幅」25 mm に対して適正值です。試料幅が大きいほど

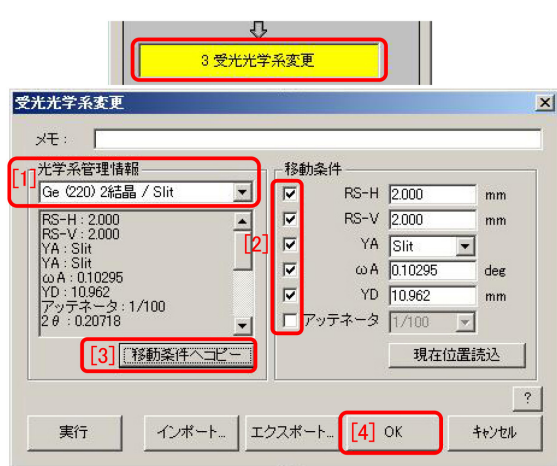


図 2.12. 受光光学系の切り換え

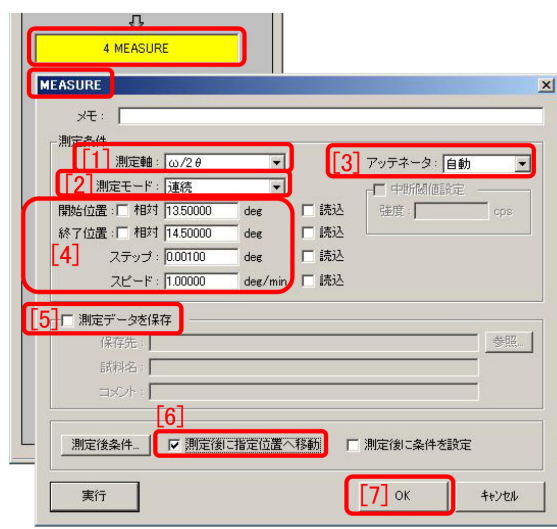


図 2.13. Si 111 反射の X 線強度測定

わずかな  $\omega$  回転で X 線を遮ってしまうので  $\omega$  スキャンの適正なスキャン範囲は試料幅に反比例します。

### 2.4.3 受光光学系変更

図 2.3[p.12] に示した手順に従って「受光光学系変更」パーツを呼び出します。「フローバー」に「受光光学系変更」パーツが表示されたら図 2.3[p.12] 右下「[6] 閉じる」をクリックして「パーツ追加ウィンドウ」を閉じます。図 2.12 黄色の「受光光学系変更」パーツをクリックすると「受光光学系変更ウィンドウ」が開きます。図 2.12 [1],[2],[3],[4] を実行して光学系が「Ge (220) 2 結晶 / Slit」に切り換わるようにセットします。

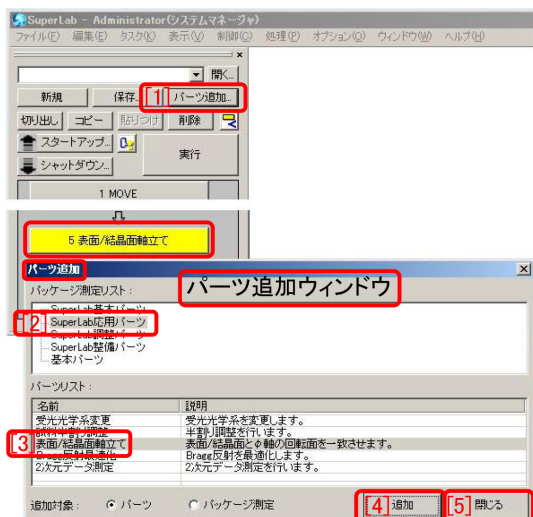


図 2.14. 「表面/結晶面軸立て」パーツの呼び出し

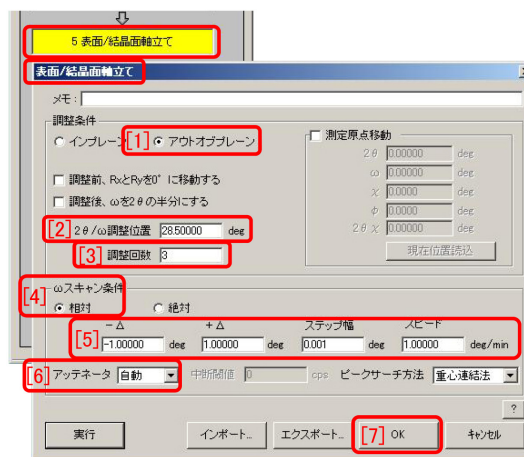


図 2.15. 結晶面軸立ての実行

#### 2.4.4 Si 111 反射ロッキングカーブの測定

図 2.5[p.13] を参照して「MEASURE」パーツを呼び出した後、図 2.13[p.15] 黄色の「MEASURE」パーツをクリックすると「MEASURE ウィンドウ」が開きます。「[1] 測定軸」に  $\omega/2\theta$  を選択することにより  $2\theta$  軸を  $\omega$  軸の 2 倍の値に保ちながら 2 軸同時スキャンして Si 111 反射のロッキングカーブを測定します。

$\text{CuK}\alpha_1$  の波長 ( $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ , 8.0478 keV) と Si 結晶の格子定数 ( $5.43088 \text{ \AA}$ ) から計算される Si 111 反射のブラッグ角は  $14.2204^\circ$  なので、Si インゴットからの切り出し誤差が  $0.5^\circ$  程度以下であれば図 2.13[p.15]「[4]」の開始位置、終了位置  $13.5^\circ$ - $14.5^\circ$  の測定範囲に収まると考えられます。「[4]」のステップはスピードの  $1/1,000$ - $1/500$  程度が適正でスピードが小さい方が統計精度の高い測定が行えます。「[5] 測定データ保存」のチェックボックスはチェックが入っていませんが、データを保存する場合は図 2.6[p.13] を参照してください。「[8] 測定後に指定位置へ移動」をチェックすることで測定後に  $2\theta$  軸と  $\omega$  軸がピーク位置に移動するようにセットします。

§2.4.3[p.15] で光学系を「Ge(220) 2 結晶 / Ge(220) Analyzer」から「Ge(220) 2 結晶 / Slit」に切り換えました。Ge(220) 2 結晶 / Ge(220)

Analyzer」の光学系のままでは Ge 220 反射 (入射光学系), Ge 220 反射 (受光光学系), Si 111 反射 (試料結晶) の 3 つのブラッグ条件をすべて同時に満たさなければならず、これを見つけることは至難の業になってしまいうからです。受光光学系を Slit に切り換えることにより Ge 220 反射 (入射光学系) と Si 111 反射 (試料結晶) の 2 つのブラッグ条件を満たせばよくこの条件を見つけることは格段に容易になります。

#### 2.4.5 Si (111) 方位の軸立て

図 2.14[1],[2],[3],[4],[5] の手順に従って「フローバー」に黄色の「表面/結晶面軸立て」パーツを追加します。図 2.15 黄色の「表面/結晶面軸立て」パーツをクリックすると「表面/結晶面軸立てウィンドウ」が開きます。XYZ ステージが付いた試料台は 2 軸のシーベルによって支持されています。X 軸周りの軸が  $R_X$  軸, Y 軸周りの軸が  $R_Y$  軸です。

Si (111) 切り出し面は結晶表面に対してわずかに傾いており、その傾き角を求めるのがこの測定の目的です。「表面/結晶面軸立て」パーツは、 $\phi$  軸 (図 2.2(b),(c)[p.12] 参照) の値を  $0^\circ, 180^\circ, 90^\circ, -90^\circ$  の順に変化させ、それぞれの位置で  $2\theta / \omega$  スキャンを行う測定です。 $\phi$  の値が  $0^\circ, 180^\circ$  のケースでの  $2\theta / \omega$  スキャンの反射 X 線ピーク位置のズレから  $R_Y$  軸を修正し、

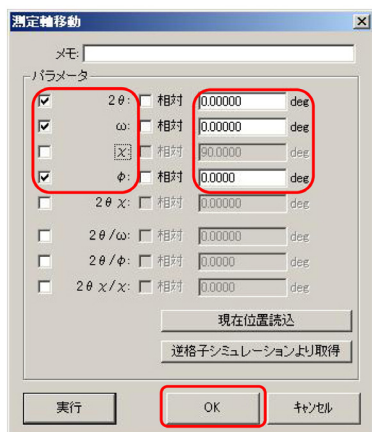


図 2.16. 2θ, ω, φ 軸の移動

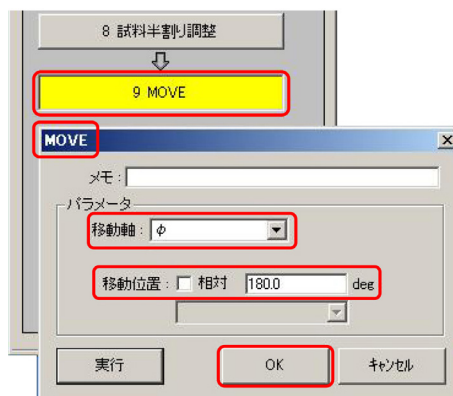


図 2.17. 2θ, ω, φ 軸の移動

φ の値が 90°, -90° のケースでの 2θ / ω スキャンの反射 X 線ピーク位置のズレから R<sub>Y</sub> 軸を修正することにより, 反射面を自動的に φ 軸に一致させるがこのパーツの機能です。

図 2.15 「[2] 2θ / ω 調整位置」には CuKα<sub>1</sub> の波長 (λ = 1.5405 Å, 8.0478 keV) と Si 結晶の格子定数 (5.43088 Å) から計算される Si 111 反射のブラッグ角, 14.2204° のおよそ 2 倍の角度が入力されています。「[4] ω スキャン条件」には「相対」がチェックされており「[5]」では -Δ と +Δ にそれぞれ -1.0° と +1.0° が入力されているため, ±1.0° の範囲で ω スキャンを行う設定になっています。図 2.15 「[3] 調整回数」に 3 が指定されているため R<sub>X</sub>, R<sub>Y</sub> 軸の修正を 3 回行うよう, 設定されています。

#### 2.4.6 受光光学系の再切り換え

Slit 受光光学系によって「表面/結晶面軸立て」を実行することにより Si (111) 面を φ 軸と精密に一致させました。次に φ の値を 0°, 180°, 90°, -90° の順に変化させて「試料半割り調整」を行うことにより結晶表面法線がどれだけ傾いているかを評価する測定を行います。「試料半割り調整」を精密に行うには Slit 光学系よりも精密な測定ができる Ge (220) アナライザーの受光光学系が望ましいので再度受光光学系を切り換えます。

図 2.3[p.12] に示すように「[5] 受光光学系変更」パーツを呼び出し, 図 2.4[p.12] の手順を設定

することにより受光光学系を「Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer」に切り換えます。

#### 2.4.7 2θ, ω, φ 軸の移動

図 1.2[p.1] を参照して「測定軸移動」パーツを呼び出し図 2.16 のように設定して「OK」ボタンをクリックします。これは再び「試料半割り調整」をセットするための準備です。

#### 2.4.8 「試料半割り調整」のセット

図 2.10[p.14] を参照して「試料半割り調整」パーツを呼び出します。図 2.11[p.15] のようにセットして最後に右下の「[9] OK」をクリックすることにより「試料半割り調整」パーツをセットします。

#### 2.4.9 φ 軸の移動

前節までの設定で φ = 0.0° における「試料半割り調整」をセットしましたが φ の値 180.0°, 90.0°, -90.0° で同様に「試料半割り調整」を行うようにセットします。

図 2.9(a)[p.14] に示した手順で「フローバー」に「MOVE」パーツを表示させます。図 2.17 「MOVE」パーツをクリックすると「MOVE ウィンドウ」が立ち上がるので「移動軸」プルダウンメニューから φ を選択し「移動位置」に 180.0° を入力します。

#### 2.4.10 φ 軸の移動と「試料半割り調整」セットの繰り返し

§2.4.9 と §2.4.8 のセットを更に φ の値 90.0°, -90.0° で繰り返し行うことによりマクロの設定が完了します。

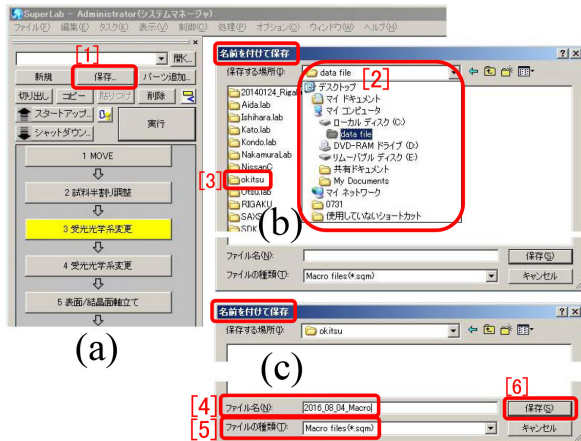


図 2.18. マクロ測定 (自動測定) の保存

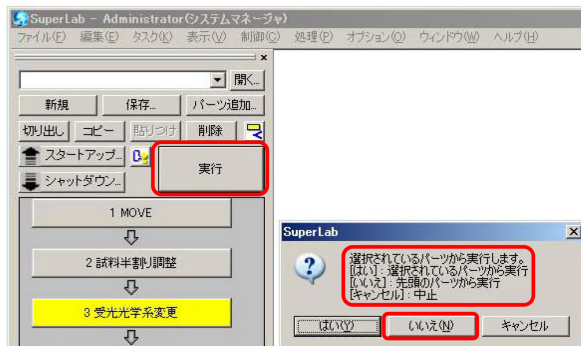


図 2.19. マクロ測定 (自動測定) の開始

## 2.5 マクロの保存

図 2.18 は組み上げたマクロをファイルに保存する手順を示しています。マクロを組み終えてから図 2.18(a)「[1] 保存」ボタンをクリックすると図 2.18(b)「名前を付けて保存」ウィンドウが開きます。「[2]」のプルダウンメニューで C:\data file のフォルダーを選択し、「[3]okitsu」(アルファベットと数字だけフォルダー名を作ってください)のサブフォルダーを指定して図 2.18(c)を開いてください。「[4] ファイル名」(アルファベットと数字だけ)をタイプして右下の「[6] 保存」をクリックすると「[5] ファイルの種類」で指定されている「sqm」の拡張子でマクロが保存されます。

## 2.6 マクロ測定 (自動測定) の実行

マクロを実行するには図 2.19 の「実行」ボタンをクリックします。図 2.19 右下のようなメッ

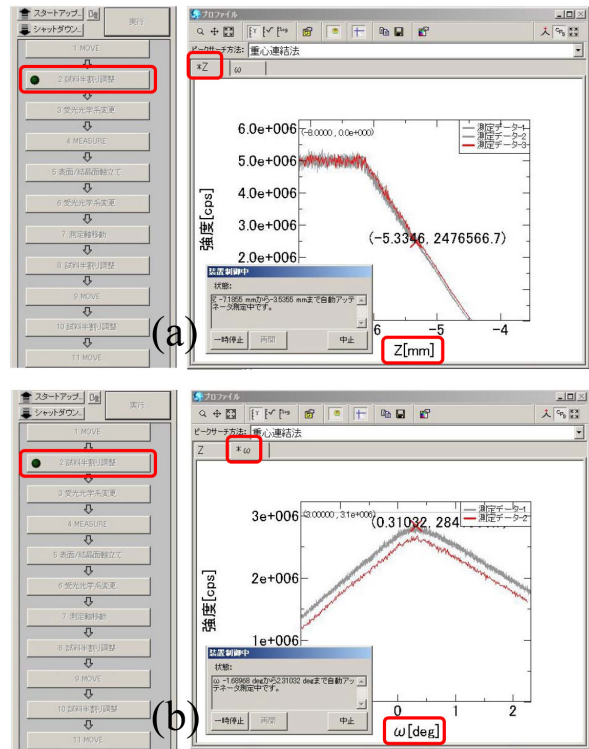


図 2.20. マクロで「試料半割り調整」実行中

セージが出たら、「フローバー」の先頭から実行するために「いいえ」をクリックします。

### 2.6.1 最初の「試料半割り調整」

図 2.20 は「試料半割り調整」実行時に表示される「フローバー」と「プロファイルウィンドウ」です。マクロ実行中は「フローバー」の上にある実行中のパーツの左側で緑のマークが点滅します。図 2.20(a) は Z スキャンを実行中の画面、図 2.20(b) は  $\omega$  スキャンを実行中の画面です。図 2.11[p.15]「[4] 半割り調整, 調整回数」を 3 に設定したので、Z スキャンと  $\omega$  スキャンを交互に 3 回繰り返して試料の表面を X 線ビーム軸に精密に一致させます。図 2.16[p.17] で  $\phi$  軸をゼロに移動させているので  $\phi = 0.0^\circ$  での「試料半割り調整」を行っています。

### 2.6.2 Si 111 X線反射ピークサーチ実行の実行

Si 111 反射 X 線のピークサーチを行います。§2.4.4[p.16] に記述したように、アナライザー受光光学系ではピークを見つけることは極めて困難なので受光光学系を Slit に変更します。

図 2.21 は Si 111 反射 X 線のピークサーチ



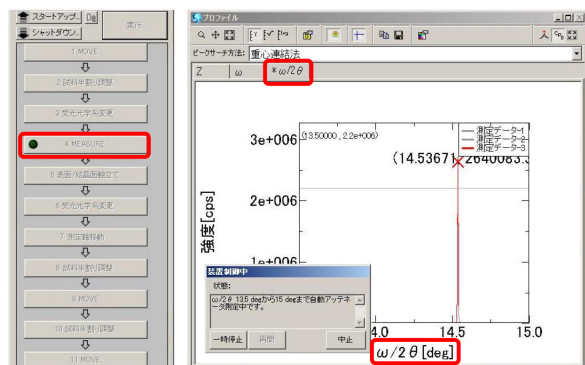


図 2.21. マクロで Si 111 X線反射ピークサーチ実行中

を行った画面です。図 2.13[p.15] の「[6] 測定後に指定位置へ移動」をチェックしてあるので測定終了後には  $2\theta/\omega$  が自動的にピーク位置に移動します。

### 2.6.3 マクロによる Si (111) 面の軸立ての実行

図 2.15[p.16] のようにセットした設定に従って Si (111) 面の軸立て (Si (111) 面法線を  $\phi$  軸と一致させる) を行っているときに表示されるのが図 2.22 です。

$\phi$  の値を  $0.0^\circ$ ,  $-180.0^\circ$ ,  $90.0^\circ$ ,  $-90.0^\circ$  に設定して  $\omega$  スキャンを行うと図 2.22「プロファイルウィンドウ」にグレーで表示されているように異なる  $\omega$  の値でピークが見つかります。これは Si (111) 方向が  $\phi$  軸と一致していないためであり、この  $\omega$  のズレから試料台を支えるシーベルの  $R_X$ ,  $R_Y$  の値を調整して最終的に Si (111) 方向を  $\phi$  軸と一致させます。図 2.22「プロファイルウィンドウ」に赤でプロットされている X線強度プロファイルは  $R_X$ ,  $R_Y$  の微調整を行った後に測定しているもので、グレーで表示されたロッキングカーブのほぼ中心にあります。図 2.15[p.16]「[3] 調整回数」に 3 を設定してあるため、軸立ての操作は 3 回行われます。このことにより非常に精度の高い軸立てが行われます。

### 2.6.4 「試料半割り調整」の再実行

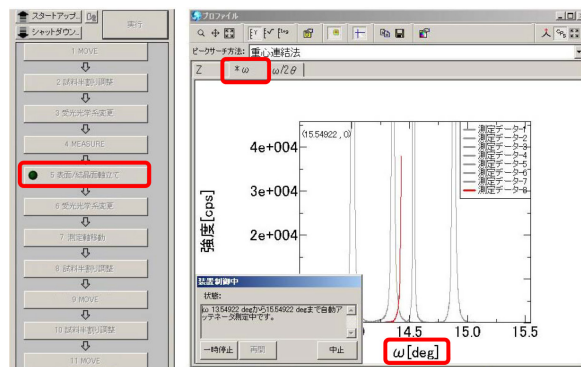


図 2.22. マクロで Si 111 方向軸立て実行中

Si(111) 面法線が  $\phi$  軸と一致させた上で  $\phi$  の値  $0.0^\circ$ ,  $180.0^\circ$ ,  $90.0^\circ$ ,  $-90.0^\circ$  で図 2.11[p.15] に設定した条件で「試料半割り調整」を行います。Si 111 方向と結晶切り出し面法線は一致していないので  $\phi$  の値  $0.0^\circ$ ,  $180.0^\circ$ ,  $90.0^\circ$ ,  $-90.0^\circ$  に対して異なる  $\omega$  の値で「試料半割り調整」が終了する筈です。この  $\omega$  の値のズレから結晶面切り出し誤差が評価できます。

### 2.6.5 結晶面切り出し誤差の評価

図 2.2(c)[p.12] は  $\phi = 0^\circ$  の状態ですが、試料面法線が +X の側に傾いているとすると半割り調整で求められる  $\omega$  は  $\phi = 0^\circ$  で大きい値になり  $\phi = 180^\circ$  で小さな値になる筈です。結晶を  $\phi$  軸周りに  $180^\circ$  反転させると半割り調整で求められる  $\omega$  の差は試料面法線が傾いている角度の 2 倍になります。 $\phi$  の回転角で半割り調整により求められる  $\omega$  を  $\omega(\phi)$  であるとするとき試料面法線  $[\omega(0^\circ) - \omega(180^\circ)] / 2$  だけ +X の側に傾いていることとなります。

$\phi$  の回転角度は図 2.2(c)[p.12] で時計回りが正なので  $\phi = 90^\circ$  のとき +Y が右向きになります。したがって試料面法線の +Y の側への傾き角は  $[\omega(90^\circ) - \omega(-90^\circ)] / 2$  になります。

Si (111) 方位とゴニオメータの  $\phi$  軸を精密に一致させたあと  $\phi = 0^\circ$ ,  $180^\circ$ ,

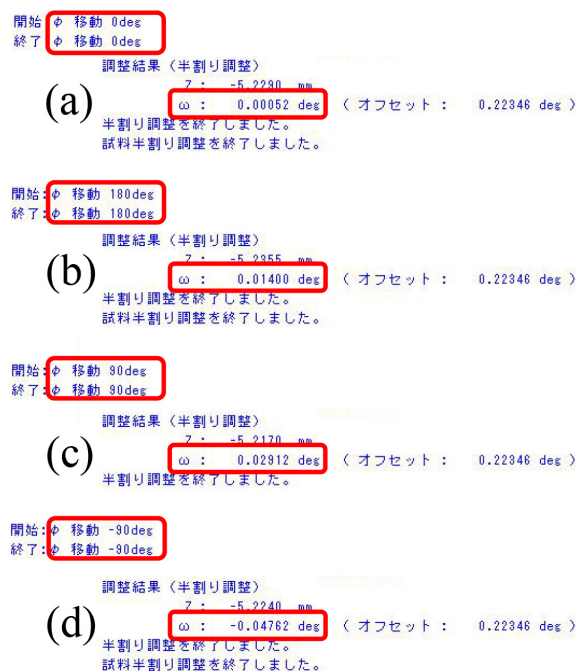


図 2.23.  $\phi = 0^\circ, 180^\circ, 90^\circ, -90^\circ$  で「試料半割り調整」実行結果のログ

$90^\circ, -90^\circ$  のポジションで半割り調整をした結果が、図 2.23(a),(b),(c),(d) です。したがって試料面法線の +X の側への傾き角は  $[\omega(0^\circ) - \omega(180^\circ)] / 2 = (0.00052 - 0.01400)$

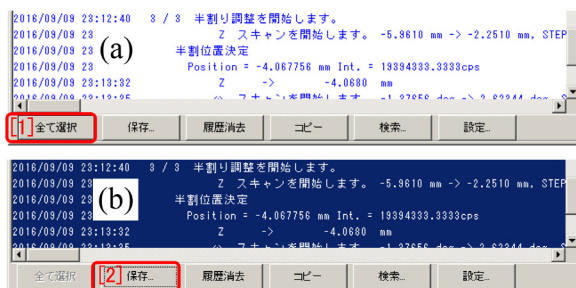


図 2.24. 「[1] すべてを選択」「[2] 保存」の順にクリックして測定履歴を保存

$/ 2 = -0.00674^\circ$ , +Y の側への傾き角は  $[\omega(90^\circ) - \omega(-90^\circ)] / 2 = [0.02912 - (-0.04762)] / 2 = 0.03837^\circ$  と評価されます (図 2.23 参照)。

### 2.6.6 測定履歴の保存

図 2.24 は履歴ウィンドウの下の部分を示しています。図 2.24(a)「[1] すべてを選択」をクリックすると図 2.24(b) のように色が反転するので「[2] 保存」をクリックすることにより測定履歴をテキストファイルとして保存できます。保存先は原則として図 2.6 の「[6] 測定データを保存」「[7] 参照」で指定したフォルダーを選択してください。

## 付録 A

# Web カメラを用いたマイクロメーターの調整と装置駆動の観察

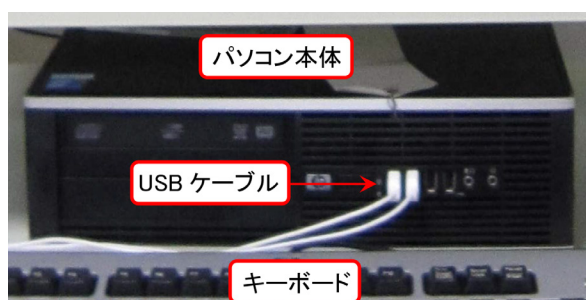


図 A.1. USB ケーブル接続の確認

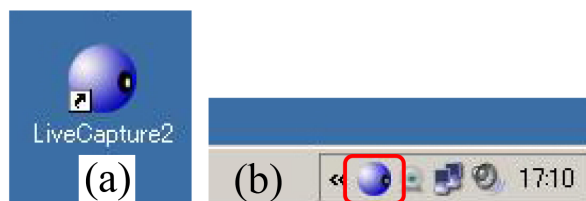


図 A.2. USB ケーブル接続の確認

図 1.8(b)[p.4] の「[1] マイクロメーター」の読みの値は 7 種類の入射光学系ごとに調整をやり直す必要があるのですが、これを肉眼で行うのはほぼ不可能です。そこで Web カメラでマイクロメーターを上から覗かせ図 1.8(c)[p.4] のように「[2] Web カメラの像」を装置制御用のコンピューター画面に映して調整を行います。この章では Web カメラを用いたマイクロメーターの調整法を記述します。

### A.1 Web カメラ接続の確認

2 台の Web カメラ, Logicool C910 と C920



図 A.3. LiveCapture2 の立ち上げ

が装置のシールド内に設置してあり、それぞれ装置全体と手動マイクロメーターの目盛りを観察できるようにセットされています。これらは USB ケーブルでパソコンに接続されています。まず図 A.1 のようにパソコンに「USB ケーブル」が 2 本接続されていることを確認してください。

### A.2 LiveCapture2 の立ち上げ

Web カメラの画像はフリーウェアである「LiveCapture2」で観察します。図 A.2(a) はデスクトップにある「LiveCapture2」のアイコンで、これをダブルクリックすることによりディスプレイの右下に図 A.2(b) のように同じアイコンが表示されます。これをダブルクリックすると図 A.3(a) がしばらく表示されこれが消えたあと図 A.3(b) が現れます。

図 A.3(b) は Logicool 純正の Web カメラコントローラーで、これを実行することでカメラのデジタルズームの倍率や視野を変更することができます。

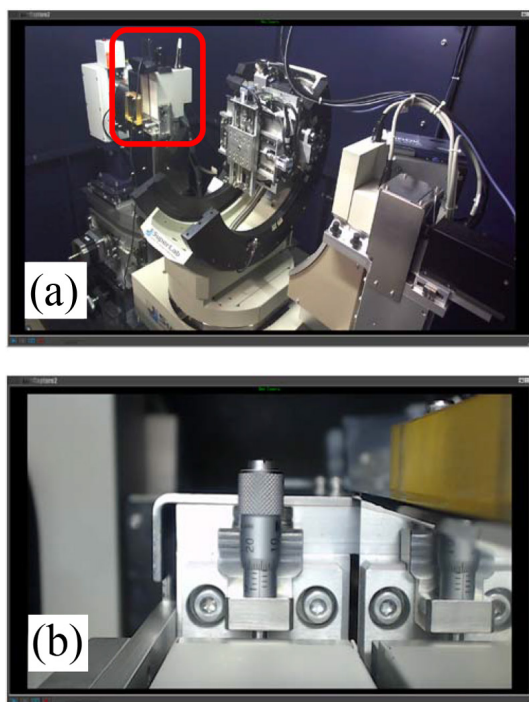


図 A.4. LiveCapture2 による Web カメラの画像



図 A.6. Web カメラの変更

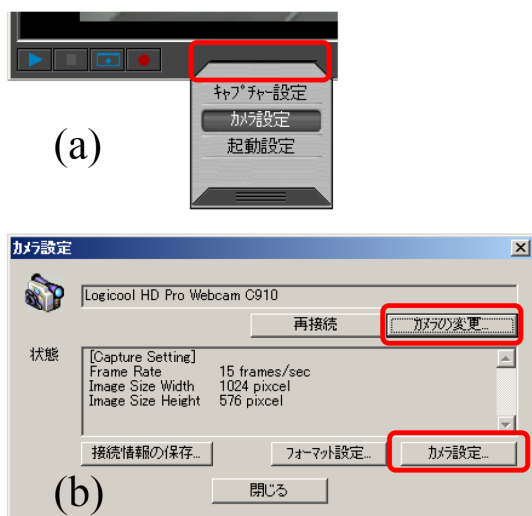


図 A.5. Web カメラの変更

図 A.2(a) の表示が消えてから立ち上がるのが図 A.4(a)[p.22] または図 A.4(b)[p.22] です。

### A.3 Web カメラの切り換え

図 A.4(a) は Web カメラ Logicoool C910 による装置の駆動観察画面で、赤のフレーム内にマイクロメーターの目盛りを読み取るための

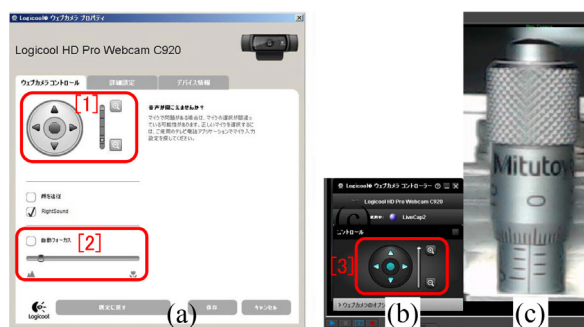


図 A.7. Web カメラのピントと倍率設定

Logicoool C920 が観察されます。図 A.4(b) は Logicoool C920 の画面です。

図 A.5(a) は図 A.4(a) の左下部分の拡大図です。赤枠の部分をクリックするとプルダウンメニューが開きます。「カメラ設定」をクリックすると図 A.5(b) が開くので「カメラ変更」をクリックしてください。

図 A.6 (a) が開くので [1]-[6] の順にクリックすると図 A.4(b) が表示されます。

### A.4 Web カメラのフォーカスと倍率設定

図 A.5(b) の「カメラ設定」をクリックすると

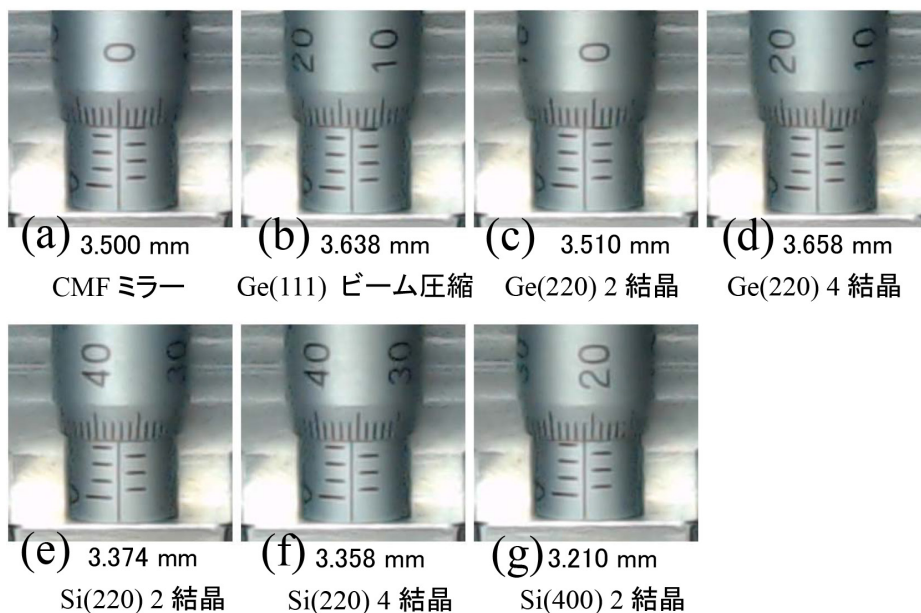


図 A.8. 光学系に応じたマイクロメーターの読み

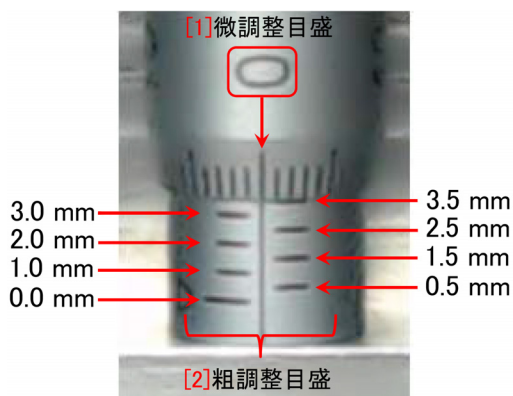


図 A.9. マイクロメーターの目盛りの読み方

図 A.7(a) が表示されます。「[2] 自動フォーカス」のチェックボックスをアンチェックしその下の「フォーカスバー」は左から 2 番目のポジションに合わせます。図 A.7(a) の [1] ないしは (b) の [3] 「+」をクリックして最高倍率に設定すると図 A.7(c) のようにマイクロメーターの目盛りが最も読みやすくなります。

### A.5 マイクロメーターの設定

図 A.8 は 7 種類の入射光学系に対応したマイクロメーターの設定です。図 A.9 および表 A.1 (表 1.3[p.4] の再掲) を併せて参照してくだ

表 A.1. 入射光学系に応じたマイクロメーターの値

入射光学系	T の値	YM の値	マイクロメーターの値
CMF ミラー	-2.332	Collimation	3.500 mm
Ge (111) ビーム圧縮	-5.704	Crystal 1-1	3.638 mm
Ge (220) 2 結晶	-6.498	Crystal 2-1	3.510 mm
Ge (220) 4 結晶	-2.548	Crystal 2-2	3.658 mm
Si (220) 2 結晶	-5.834	Crystal 3-1	3.374 mm
Si (220) 4 結晶	-2.390	Crystal 3-2	3.358 mm
Si (400) 2 結晶	-8.698	Crystal 1-1	3.210 mm

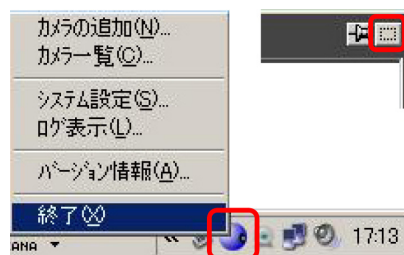


図 A.10. LiveCapture2 の終了

さい。マイクロメーターは 1 回転あたり 50 の目盛りが刻んであり 2 回転で 1 mm 動くことに注意してください。

### A.6 LiveCapture2 の終了

図 A.10 はディスプレイの右下の LiveCapture2 のアイコンを右クリックしたところでは

「終了」をクリックすると LiveCapture2 を終了できます。また、何らかの理由で LiveCapture2 の画面がフリーズしたときには一旦この手順で終了してから再度立ち上げ直すとうまくいきます。

# 索引

## 記号 / 数字

$\chi$ 軸	2
$\omega$ 軸	2, 19, 20
$\phi$ 軸	2, 19, 20
$2\theta$ 軸	2
0.05mm のスリット	5
2 結晶入射光学系	2
4 結晶入射光学系	2

## A

Analyzer 受光光学系	8, 10, 12, 17, 18
----------------	-------------------

## C

C910Web カメラ	21
C920Web カメラ	21
CMF ミラー入射光学系	2, 3
CZ シリコン	11

## D

Door ボタン	4, 5
DS-H の値	4, 6, 8

## G

Ge (220) 2 結晶 / Analyzer	10
Ge (220) 2 結晶 / Ge (220) Analyzer	10, 16, 17
Ge (220) 2 結晶 / Slit	2-4, 15-18
Ge (220) 2 結晶 / Soller Slit	6-8
Ge 111 非対称反射	2
Ge モノクロメーター入射光学系	2

## I

In-plane 測定	2
-------------	---

## L

LiveCapture2(Web カメラ制御ソフトウェア)	21
LiveCapture2(フリーウェア)	21
Logicool C910Web カメラ	21
Logicool C920Web カメラ	21

## O

Out-of-plane 測定	2, 11
-----------------	-------

## R

RS-H の値	4, 6, 8
---------	---------

## S

Si モノクロメーター入射光学系	2
Soller Slit 受光光学系	6, 8, 10
SuperLab 応用パーツ	10, 12
SuperLab 基本パーツ	1
SuperLab 調整パーツ	4

## U

USB ケーブル	21
----------	----

## W

Web カメラ	5, 21
---------	-------

## X

X線コンソールパネル	5, 6, 9
X線反射ピークサーチ	18

## Y

YA 並進軸	5
YD 並進軸	4-9
YM 並進軸	4

## あ

アウトオブプレーン測定	2, 11
アッテネーター	10
アナライザー受光光学系	8, 12, 17, 18
インプレーン測定	2

## か

回転軸	
$\chi$ 軸	2
$\omega$ 軸	2, 19, 20
$\phi$ 軸	2, 19, 20
$2\theta$ 軸	2
カウンター前手差しスリット	4-9
カスケード表示	1
警告音	5-7, 9
結束バンドの付いた手差しスリット	5
光学系管理情報	10
光学系調整	4
光学系調整パーツ	4
光学系の切り替え	i
光学系の初期化	1
光学系の選択	1
ゴニオメーターの初期位置	
In-plane 測定	2
Out-of-plane 測定	2
反射率測定	2

## さ

シールドドア	4-7, 9
シールドドアの脱線	4
システムマネージャー	i, 1
実行ボタン	i, 17, 18
自動測定 (マクロ測定) の実行	i, 11, 17-19
自動測定 (マクロ測定) のセット	i, 10, 14, 17
シャッターオープンパイロットランプ	5, 6, 9
受光光学系の切り換え	2
受光光学系の選択	1, 2, 4, 6, 10
受光光学系の調整	i
受光光学系の登録	i, 2
受光光学系の切り換え	3, 7
受光光学系変更	12
受光光学系変更パーツ	i, 10
試料固定用磁石	11
試料台	5, 12
試料のサイズ	11
試料半割り調整パーツ	17-20
試料ホルダー	11, 12
試料面法線	19

ステータスウィンドウ	i	試料半割り調整	17-20
スリット幅	3	測定軸移動	1, 2
正確ラジオボタン	4, 6, 8	パーツ追加ウィンドウ	2, 4, 10, 12
センタースリット	4-6, 8, 11	パーツ追加ボタン	i, 1, 3, 4, 10, 12
相対チェックボックス	2	パーツリスト	12
装置情報ウィンドウ	i, 1	表面/結晶面軸立て	i
装置情報チェックボックス	1	緑のマークが点滅中	i
測定軸移動パーツ	1	反射率測定	2-4
測定データの保存	14, 16, 20	非対称 2 回反射	2
測定履歴の保存	20	非対称反射	2
<hr/>			
た		表面/結晶面軸立てパーツ	i
対称反射	2	フローバー	i, 1
手差しスリット	4-9	プロファイルウィンドウ	i, 1, 5, 6, 8-10
手差しスリットの結束バンド	5	並進軸	
ドアボタン	4	YA 並進軸	5
<hr/>			
な		YD 並進軸	4-9
入射光学系	i	YM 並進軸	4
入射光学系の切り換え	2	<hr/>	
入射光学系の選択	1-4, 10	ま	
入射光学系の調整	i	マイクロメーターの数値	4, 5, 21
入射光学系の登録	i, 2	マクロ測定 (自動測定) の実行	i, 11, 17-19
ネオジウム磁石	11	マクロ測定 (自動測定) のセット	i, 10, 14, 17
<hr/>			
は		マクロの保存	14, 17, 18
パーツ		マクロモード	11
SuperLab 応用パーツ	10, 12	緑のマークが点滅中のパーツ	i
SuperLab 基本パーツ	1	メインメニュー	1
SuperLab 調整パーツ	4	メニューバー	i, 1
光学系調整	4	<hr/>	
受光光学系変更	i, 10, 12	ら	
<hr/>			
		履歴ウィンドウ	i, 1
		履歴チェックボックス	1