

## X線回折測定手順（高分解能ロッキングカーブ）

### // 装置立ち上げ

入射側にミラーと4結晶を設置し、受光側に Triple Axis をセットする。  
Rocking Curve Detector（手前）に2番のディテクターを、Analyze Detector（奥）に1番のディテクターをセットする。  
冷却水温度が25前後になっていることを確認し、冷却水ボタンをON。  
HTキーが横になっていなければキーを回し、その後POWER ONボタンを押す。  
コンピュータを立ち上げる。パスワードはいらない。そのままEnter。  
POWER ONを押した後、装置が原点を確認しに行くが、これが終了したら、X Pert Data Collector(User:\*\*\* Password:\*\*\* )を立ち上げ、メニュー項目から Instrument を選択し、Connectを選択。  
Triple Axis を使用しているので、High Resolution を選択。（0.27度コリメータ利用の時は、Low Resolution を選択）  
接続するかどうか、コンピュータからレスポンスがあるのでOKを選択。

### // 暖気運転

X Pert 左ウインドウメニューの Instrument Setting でダブルクリック。  
X-ray を選択し、Breed をクリック。  
未使用期間が100時間未満なら fast を、100時間以上なら at normal speed を選択（その日に誰かが使用した後ならば暖気運転する必要はない。）  
終了まで待つ。

### // Incident Beam Optics の設定

Incident Beam Optics でダブルクリック。  
Divergence Slit で Crossed Slit Collimator[MRD]にする。  
Anti-scatter Slit で Slit Fixed 1/2°にする。  
Mask で Crossed Slit Collimator[MRD]  
Mirror で Inc.X-ray mirror Cu[MRD]にして、Extended をチェック。  
PreFIX Module で Monochromator 4×Ge 220 12mm mirror[MRD]にする。  
Monochromator で 4×Ge 220[mirror]にする。  
Beam Attenuator で Ni 0.15mm automatic にして、Usage で Do not swith を選択し、Activated のチェックボックスをはずす。（自動アッテナタを使用しないモードにする）  
Filter で None にする。  
Soller Slit で None にする。  
Beam Knife で None にする。  
入射側に 1/2° Slit と 110.4 減衰板を入れる。受光側の 1/2° Slit を取る。

---

## // Diffracted Beam Optics(Triple Axis)の設定

---

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Triple Axis を右クリックし、Activate する。  
PreFIX Module で Triple axis (Rocking curve optics)を選択する。  
Anti-scatter Slit で None を選択する。  
Receiving Slit で None を選択する。  
Collimator で None を選択する。  
Detector で PW3011/20(Miniprop.large window)[1]を選択する。  
Mirror で None を選択する。  
Beam Attenuator で None を選択する。  
Filter で None を選択する。  
Mask で None を選択する。  
Soller Slit で None を選択する。  
Monochromator で None を選択する。

---

## // Diffracted Beam Optics(Rocking Curve)の設定

---

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Rocking Curve Detector を右クリックし、Activate する。  
PreFIX Module で Rocking curve Optics Module を選択する。  
Anti-scatter Slit で None を選択する。  
Receiving Slit で None を選択する。  
Collimator で None を選択する。  
Detector で PW3011/20(Miniprop.large window)[2]を選択する。  
Mirror で None を選択する。  
Beam Attenuator で None を選択する。  
Filter で None を選択する。  
Mask で None を選択する。  
Soller Slit で None を選択する。  
Monochromator で None を選択する。

---

## // 管球の強度チェック

---

X Pert の左ウィンドウメニューから Instrument Settings タブを選択し、X-Ray を選択。  
Generator on のチェックボックスにチェックを入れ、45 kV, 40 mA に設定し、Apply。

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Rocking Curve Detector を右クリックし、Activate する。  
X Pert 左ウィンドウメニューの Instrument Settings タブを選択し、Position 項目で全ての座標を 0 記入する。  
X Pert 上部のメニューボタンで、シャッターを開けるボタンをクリックする。  
XRD 本体のカウント数を見て、 $2.0 \times 10^7$  cps 付近になるまでシャッターの ON,OFF を繰り返す。(  $2.0 \times 10^7$  cps から一桁くらい外れたら、管球が切れる直前であるので、この値付近になっているか確認する。 )

---

## // 2 原点の確認

---

X Pert 左ウィンドウメニューから、Diffracted Beam Optics タブを選択し、Triple Axis を右クリックし、Activate する。  
X Pert 左ウィンドウメニューの Instrument Settings タブを選択し、Position 項目で全ての座標を 0 記入する。  
X Pert メニュー項目から Measure を選択し、Manual Scan を実行。  
Manual Scan の設定項目で、( Range, Step, Time ) = ( 0.1, 0.0005, 0.2 ) を入力。  
Start をクリック。  
Manual Scan 実行後、グラフ上で右クリックをし、Peak mode Move to を選択。  
X Pert メニューの Tool 項目で Fine Calibration Offset を選択。  
2 部分が 0 でない場合、0 を入力することでゼロ点補正を行う。  
ミラーから 110.4 減衰板を取り外し、受光側に 1/2 ° Slit を入れる。

---

## // サンプルセット

---

マグネット付属のサンプルホルダーを用意し、サンプルをセットする。  
サンプル高さ調整用のマイクロネジを取り付ける。  
X Pert 左ウィンドウのメニュータブから、Instrument Settings を選択し、Position をダブルクリックし、設定メニューを表示させる。  
短針が 1 mm の位置に来るように、z 軸の項目に適当な値を入力してみる。なお、長針は  $\mu\text{m}$  単位であるが、銀枠内に収まるように z 軸を設定すること。  
サンプル高さ調整用のマイクロネジを外す。  
Incident Beam Attenuator で At pre-set intensity にする。  
Rocking curve の Anti-scatter Slit で Slit Fixed 1/2 ° にする。

---

## // バッチ処理プログラムによるロッキングカーブ測定 ( スキャン )

---

### スキャンプログラムの作成

X Pert のメインメニューで File New Program を選択。  
Optimize Program を選択。  
Go To maxim、Rocking Curve、Omega Scan 項目を操作。  
(Range, Step, Time) = (1.5, 0.006, 0.2) を入力。  
× を押して、セーブする。

### Optimize Psi プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File New Program を選択。  
Optimize Program を選択。  
Optimize Psi を選択。  
Setting Beam Attenuator Do not Switch activate にチェックを入れる。  
(Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2) を入力。  
Psi(\*\*\*, \*\*\*) = Psi(2.0, 0.2) を入力。  
× を押して、セーブする。

### Relative Scan プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File    New Program を選択。  
Relative Scan を選択。  
Rocking curve を選択し、 (Range, Step, Time) = (0.5, 0.005, 0.2) を入力。  
値は適宜変更すること。  
長周期構造をとる単結晶の場合、Range = 2.5 というように長めに設定すること。  
Setting    Beam Attenuator (Ni 0.15 automatic)    at preset intensity  
x を押して、セーブする。

### General Batch プログラムの作成

X Pert のメインメニューで File    New Program を選択。  
General Batch を選択。

Insert Batch Setting ボタンをクリックすると移動命令を指示できる。  
[0 0 4]を入力。スペースを忘れずに。( Rocking Curve )

Insert Measurement Program ボタンをクリックする。  
Optimize Program を選択。  
先ほど作成したプログラムを選択し、バッチ処理リストに追加していく。

X-Ray / PHD タブを選択し、測定終了後の電源を 15 kV, 5mA に設定することも可能。

X Pert メインメニューから Measure を選択する。  
Program Scan を選択。

.....

#### //    **Just 基板の場合**

サンプルをセットし、z 軸の高さ出しを行う。  
例えば、GaAs (004)に移動。  
Rocking curve Detector による (0.1, 0.002, 0.2)スキヤンの実行。  
Optimize Psi の実行。  
    (Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2)  
    Psi(\*\*, \*\*) = Psi(2.0, 0.2)  
Rocking curve Detector による (0.1, 0.002, 0.2)スキヤンの実行。  
スキヤン開始。( Relative Scan の スキヤン )

#### //    **Off 基板の場合**

サンプルをセットし、z 軸の高さ出しを行う。  
例えば、GaAs (004)に移動。  
Rocking curve による manual Phi(360, 1.0, 0.2)の実行。  
    Psi = off 角を入力。  
Rocking curve による (0.1, 0.002, 0.2)スキヤンの実行。  
Optimize Psi の実行。  
    (Range, Step, Time) = (0.1, 0.002, 0.2)  
    Psi(\*\*, \*\*) = Psi(2.0, 0.2)  
Rocking curve による (0.1, 0.002, 0.2)スキヤンの実行。

スキャン開始。(Relative Scan の スキャン)

---

## // 装置のたち下げ

---

X Pert の左ウィンドウメニューから Instrumental Settings タブを選択し、X-Ray を選択。

15 kV, 5 mA に設定し、Apply。

20 分間程度放置する。

X Pert メインメニューから Instrument を選択。

Disconnect を選択し、コンピュータと装置の接続を切る。

装置の左から 2 番目のボタン Stand by を押す。

冷却水を止める。