

ひずみスキャンニング法のための装置セットアップ方法

新潟大学・鈴木賢治，名古屋大院・町屋修太郎

2004年1月23日 日曜日

1 はじめに

SPring8 のビームライン BL02B1 にてアナライザーを用いたひずみスキャンニング法を行う際のセットアップについて順に説明していく。まず，ビームライン担当者に波長・エネルギー，集光を設定してもらい，受光スリット前部に蛍光板を設置して入射ビームの形と位置を決定する。

- login, password にてログインする。
- mkdir, cd にて仕事するディレクトリーの作成し，移動する。
- 以下のコマンドを入力し，fourc を起動する。 log-file 名は任意。(但し，起動したディレクトリに作成される。)

```
>fourc |tee -ai log-file
```

2 入射X線ビームへの回折装置の位置決め

ここでは，以下の手順により光軸と回折装置の位置と方向を決定して最良な光軸状態にする。(図1)
(所要時間：約45分)

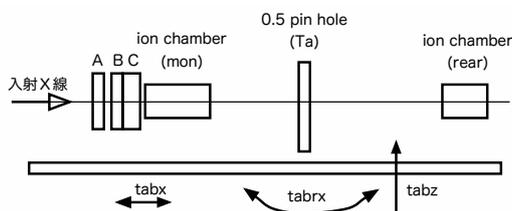


図 1: 架台の調整

1. $\phi = 0.5\text{mm}$ の設置

Ta 板の 500 ミクロンのピンホールの位置を回折計の回転中心に調整する。カメラでみながら回転中心を探す。

2. 架台のデータムをとる。

```
FOURC> zero tabrx
FOURC> zero tabrz
FOURC> zero tabx
FOURC> zero tabz
```

3. z 軸テーブルのレベル調整

```
>dscan tabz -2 2 20 1
```

により, z 軸スキャンレイオンチャンバー (rear) のカウント最大位置に z 軸を移動して, ピンホールと z 軸の位置をセットする .

```
>mv tabz CEN
>set tabz 0
```

4. x 軸テーブルのレベル調整は, 下記コマンドにより, x 軸スキャンレイオンチャンバーのカウント最大位置に x 軸を移動して, ピンホールと x 軸の位置をセットする .

```
>dscan tabx -2 2 20 1
>dscan tabx -0.1 0.1 20 1
```

```
>mv tabx CEN
```

以上にて, x,z 軸の位置が確定する .

5. 架台の x 軸回転の調整

さらに, 上流ポスト (A) に高さ 0.5mm の平行スリットを追加する .

```
>dscan tabrx -2 2 20 1
```

により, 回転中心のピンホールとスリットが光軸を通る角度を探し, セットする .

6. 架台の z 軸回転の調整

上流ポスト (A) の高さ 0.5mm の平行スリットに加え, 上流ポスト (B) 直径 0.5mm の追加する .

```
>dscan tabrz -2 2 20 1
```

により, 回転中心のピンホールと上流のピンホールが光軸を通る角度を探し, セットする .

以上で, 架台と光軸の調整完了 .

この調整で, θ 軸の調整は終わっているので次のコマンドをうって, θ の原点を作っておく .

```
>set th 0
```

3 2θ 軸の調整

台の調整が終了したら、スリット調整の前に、2θ 軸の 0 点を調整する。
(所要時間：約 10 分)

1. Ta 板のピンホールはつけたままにしておく。
2. >zero tth として、データムをとる。
3. 最後尾にイオンチェンバーをつける。この時、ptth 軸が大きく回転していないことを確認しておくこと。
4. まず、>dscan tth -2 2 20 1 として、軸中心を出す。その後、さらに細かい範囲でスキャンして追い込んでから、0 にセットする。
>set tth 0

4 アナライザー軸および $p2\theta$ 軸の調整

台の調整が終了したら、スリット調整の前に、まずアナライザー軸の軸中心を決定する。次に、データムを持たない $p\theta$ 軸の 0 点の調整についてもここで行っておく。この際、高エネルギーを用いているケースでは、中心軸設定のための既設の針が使えない問題がある。その場合、あらかじめ、重い金属の針を準備しておいたほうがよい。
(所要時間：約 90 分)

5 アナライザー軸の調整

1. Ta 板ピンホールはつけたままにしておく。2θ アームのスリットは取り外しておく。
2. 受光スリット 2(rs2) がついている場合は、取り外す。図 2 に示すガイドチューブとそのクランプも取り外す。

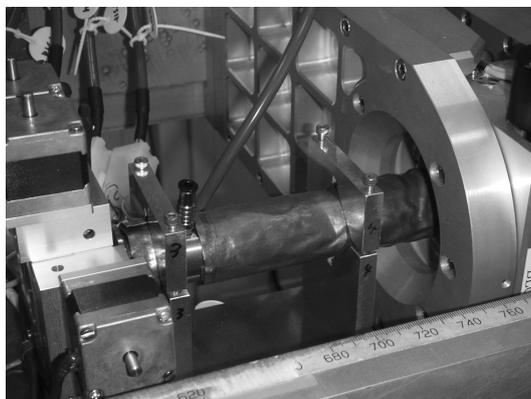


図 2: ガイドチューブの取り外し (中央の棒状のもの)

3. ビーム最後尾にイオンチェンバーをつける．この時， $p2\theta$ 軸が水平位置より大きく回転していないことを確認しておく．
4. 図 4 に示す， $p\theta$ 軸に，図 4 のように，アナライザー用の XY ステージを取り付ける．

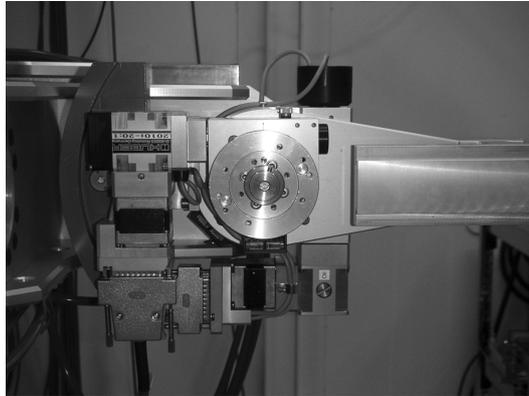


図 3: アナライザー軸

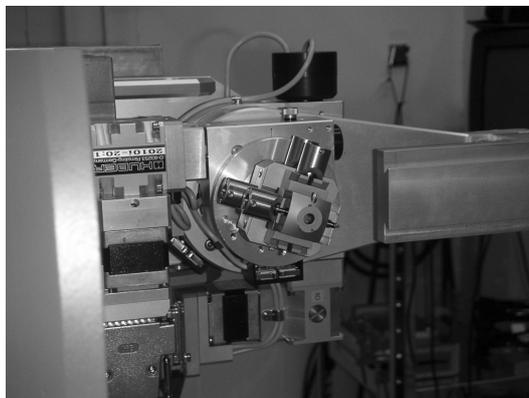


図 4: アナライザー台取り付け

5. 図 5 のような，鉛の針を作成する．先はなるべく尖らせること．なお，高さはアナライザー台の取り付け主軸から 14.5mm となるようにする（今回は簡易的に粘土を使って高さを調節した．）
6. 出来た針を，図 6 のように，アナライザー台の主軸に取り付ける（ひずみスキャニング法のように高エネルギー X 線を用いる場合，X 線 CCD カメラで判別できるよう，なるべく重い金属が必要となる）
7. アナライザー軸の軸方向のレールに顕微鏡カメラをセットしピントを合わせる（なるべく拡大しておくこと）
8. $p\theta$ 軸を手回ししながら，アナライザー台の XY ステージを手回しで動かし，カメラの画像を



図 5: アナライザー軸中心設定用のピン

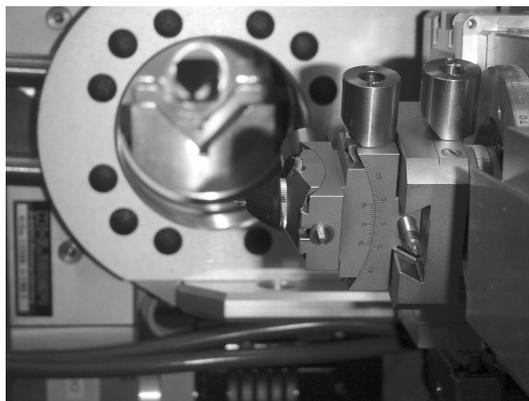


図 6: アナライザー軸へのピンの取付け

見ながら針の先端が動かない点を見つける．この点が $p\theta$ 軸の中心である．(針はそのままつけておくこと．)

9. XY ステージ用のモーターとコントローラーのカプラーを接続しておく（この駆動モーターは励磁しないタイプで位置が再現しないので注意する）

6 $p2\theta$ 軸の調整

(所要時間：約 20 分)

1. X 線 CCD カメラを，アナライザー位置決めピンの光軸上の下流にセットする．X 線 CCD カメラの受光部は小さいので蛍光板を貼って調整すると作業が簡単．
2. イオンチャンバーの rear をセットし， `>plotselect rear` しておく．
3. ビームを出して，X 線 CCD カメラの画像を確認する（鉛のピンの高さが合っていれば，ピンの影が X 線 CCD カメラに映っているはず）

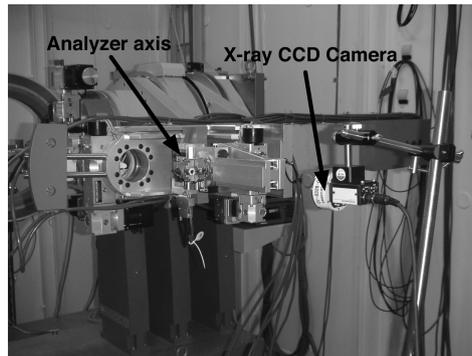


図 7: CCD カメラ取付け

4. ここで、 $p2\theta$ をスキャンする。この時、ピンの先端の像が上下に移動するはずなので、針の先端が X 線 CCD カメラの像の光軸の帯の中心にくるように $p2\theta$ 軸を移動させる。その後に 0 をとる。 `>set ptth 0`

7 スリットの調整

7.1 発散スリット

発散スリットについて

発散スリットは開閉動作のみのスリット (高さ方向: $ds1h$, 横方向: $ds1w$) が 2 つ組合されている。さらにスリットごと x, y 方向の平行移動が可能となっており、まずスリット幅のキャリブレーションを手動で行った後に、平行移動して軸中心まで移動させる必要がある。順に軸中心の取り方を説明していく (受光側の 4 象限スリットとは動作が異なるので注意すること。)

(所要時間: 約 20 分)

1. 発散スリット ($ds1$) を受光側および試料台に 0.5mm ピンホールの Ta 板をセット。
2. 受光側のスリット ($rs1, rs2$) は、ビームが抜けるように、十分開いておくこと。
3. イオンチャンバーのリアを取り付け、ピンホールのビームが見える位置に、X 線 CCD カメラを設置する (`>plotselect rear` を忘れずに: 毎度コマンドを打つ必要はない。)
4. スリットのモータードライバーの電源を off にして、モーターの主軸に「モーター廻し」を取り付け、手動にて主軸を回してスリットを閉じる。この際、ナイフエッジに光を当て、漏れ出る光を見ながら動かすと作業しやすい。完全にシャッターが閉じてからも、さらに手回しすると、ナイフエッジがたわんで、主軸は回っていくので注意すること。
5. 完全に閉じた状態を `>set ds1h 0` としてセットする。同様に、 $ds1w$ も設定する。可能であれば、コマンドでスリットを開いて、すきまゲージを用いてスリット間距離をチェックするとよい。
6. `>mv ds1h 0.5` として、ピンホール径と同じになるように 0.5mm スリットを開く。同様に $ds1w$ も 0.5mm 開けておく。

7. スリットをピンホールから各設定対象を開いて、以下の例のように、ds1x (横方向)、ds1z (高さ方向)を動かしながら、イオンチャンバーの値の分布をとって、スリット中心を割り出す。この時、X線 CCD カメラで像を見ていると、視覚的に分かりやすく間違いが無い。デジタルをかけている場合、その影響を受けて、輝度に分布を持った複数の点が X 線カメラで見えるが問題はない。

```
>dscan ds1z -1 1 20 1
>mv ds1z CEN
>dscan ds1x -1 1 20 1
>mv ds1z CEN
```

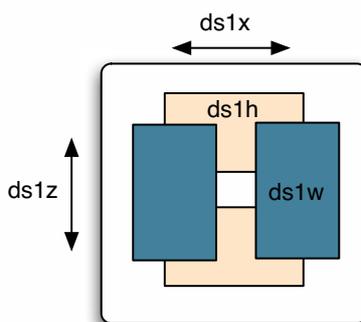


図 8: 発散スリット

7.2 受光スリット 1

受光スリット 1 について受光スリット 1 (rs1) は 4 象限スリットで、(rs1u, rs1d, rs1h, rs1r) のそれぞれのスリットの単独動作が可能である。これらのスリットの軸中心を発散スリット軸中心と試料中心にあわせていく。

(所要時間：約 30 分)

1. 試料台にの 0.5mm ピンホールの Ta 板はそのままにしておく。また、発散スリット (ds1) もピンホールと同じ「0.5 × 0.5」にしておく。
2. カウンター位置に、イオンチェンバーをセットし、>plotselect rear としておく。
3. 発散スリット同様に、スリットのモータードライバーの電源を off にして、手動にて主軸を回してスリットを閉じる。この際、相手側のスリットの励磁 (モータードライバー電源) は入れておき、もう片方の励磁を切って手回しするようにする。その後、以下のように 0 をとる。

```
>set rs1u 0
>set rs1d 0
```

横方向のスリットも同様に閉じて、0 を set しておく。

4. 次に、片側のスリットを大きく開いて、イオンチャンバーの値から、半割にして値をメモする。

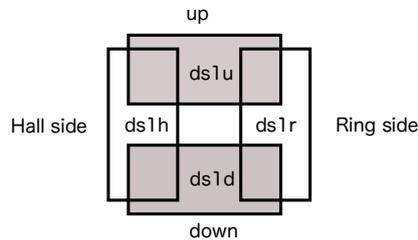
```
>mv rs1u 6
>dscan rs1d -2 2 20 1 (この CEN$_d$の値をメモする)
```

次に、一旦、0 に戻して、もう片側も同様に半割を行う。下記のように相手側を先に逃がしてから 0 に移動させる（お互いのスリットが 0 になるとぶつかる可能性があるため。）

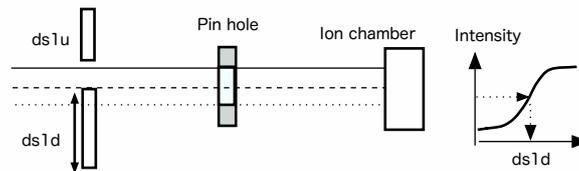
```
>mv rs1d 6
>mv rs1u 0
>dscan rs1d -2 2 20 1 (この CEN$_u$の値をメモする)
```

ここで、メモした CEN_d と CEN_u 値の差分から、軸中心を割り出す。軸中心の位置が割り出せたら、ぶつけないように、相手側を逃がしてから、片側ずつ中心点に mv して、その後 0 を SET する。横方向も同様の手順で調整する。

5. rs1 コマンドを用いて、開いたり閉じたりしながら、X 線 CCD カメラで、ピンホールがスリットの中心にきていることを確認する。



(a) 第1発散スリット



(b) スリット中心の割出し

図 9: 発散スリット

7.3 受光スリット 2 について

受光スリット 2 (rs2) も rs1 と同じ 4 象限スリットで、(rs2u, rs2d, rs2h, rs2r) のそれぞれのスリットの単独動作が可能である。rs1 とほぼ同様の手順で、調整していく。

(所要時間：約 30 分)

1. 試料台にの 0.5mm ピンホールの Ta 板はそのままにしておく。また、発散スリット (ds1) と受光スリット 1 (rs1) もピンホールと同じ「0.5 × 0.5」にしておく。

2. 図2のようにカウンター位置に、イオンチェンバーをセットし、`>plotselect rear`としておく。

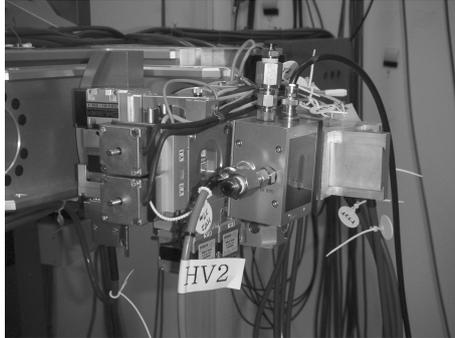


図 10: イオンチェンバー・リアの取付け

3. スリットのマータードライバーの電源を `off` にして、手動にて主軸を回してスリットを閉じる。この際、相手側のスリットの励磁は入れておき、もう片方の励磁を切って手回しするようにする。その後、以下のように 0 をとる。

```
>set rs2u 0
>set rs2d 0
```

横方向のスリットも同様に閉じて、0 を `set` しておく。

4. 次に、片側のスリットを大きく開いて、イオンチャンバーの値から、半割にして値をメモする。

```
>mv rs2u 6
>dscan rs2d -2 2 20 1 （この CEN$_d$の値をメモする）
```

次に、一旦、0 に戻して、もう片側も同様に半割を行う。下記のように相手側を先に逃がしてから 0 に移動させる（お互いのスリットが 0 になるとぶつかる可能性があるため。）

```
>mv rs2d 6
>mv rs2u 0
>dscan rs2d -2 2 20 1 （この CEN$_u$の値をメモする）
```

ここで、メモした CEN_d と CEN_u 値の差分から、軸中心を割り出す。軸中心の位置が割り出せたら、ぶつけないように、相手側を逃がしてから、片側ずつ中心点に `mv` して、その後 0 を SET する。横方向も同様の手順で調整する。

5. `rs2` コマンドを用いて、開いたり閉じたりしながら、X 線 CCD カメラで、ピンホールがスリットの中心にきていることを確認する。

ここで、スリット系の調整は終了です。ひずみスキャンニングの場合、光学系が特に重要です。光軸に少しでも不具合があれば、綿密に再調整する気力が必要です。もし、スリット位置がずれがあると、ピークが左右非対称になるなどの問題が生じます。

ひずみスキャンニング法の場合、測定の際に上下方向のスリットを狭める必要があるため、この時に、全てのスリットを同じ寸法にして、光軸がどこかのスリットによって塞がれていないことを X 線 CCD カメラで確認しておくこと。また、微小なスリット間隔 (例えば 0.2mm) まで絞るケースにおいて、スリットを何度も動かした場合、スリット位置が再現しない場合がある。よって、高精度な実験には、ここで狭い側のスリットをセットし、光軸を確認したら、実験が終わるまで、ds1,rs1 の水平方向スリットについては、動かさないことが望ましい (rs2 については、アナライザーを用いる場合は、多少開いても構わないので、さほど神経質にならなくてもよい)。

8 アナライザー取り付け

軸調整、スリット調整が終わったら、次はアナライザーを取り付ける。高エネルギーのビームを用いる場合、軽い材料のアナライザー単体では透過してしまい、位置出し (半割) ができない。この場合は、図 8 のように、アナライザー端面に鉛板を貼って、調整を行う必要がある。

(所要時間：約 60 分)



図 11: 鉛の板を付けたアナライザー (LiF)

1. ピンホールは外し、試料台には何も置かない。
2. カウンター位置に、イオンチェンバーをセットし、`>plotselect rear` としておく。
3. 光軸がすべて水平に通っている状態にしておき、スリット系は、ひずみスキャンニングで用いる間隔まで狭めておく。
4. 準備していたアナライザーを $p\theta$ 軸に取り付ける。
5. アナライザー用の X, Y, χ 軸のステージとコントローラーを接続する。この際、調整に必要なのは、上下方向とあおり用 χ 軸だけなので、接続は 2 つだけでよい。

6. ビームを出し，X線 CCD カメラの像を見て，アナライザーの上下位置を変えながら，画面上で半割にする（アナライザー用のコントローラーは，ステッピングモーターでないため，カウントは出るが，位置再現性が無いので気をつけること．）
7. ここで，X線 CCD カメラの像を見て，スリットでできた水平方向の影と，アナライザーの水平方向の角度が違おうであれば，アナライザーステージのコントローラーの χ 軸を動かし，互いが水平になるように調整する．
8. 以下のコマンドを打ち， $p\theta$ 軸をスキャンして，最大値の所を探して 0 とする．ここでの最大値の点で，アナライザー表面が光軸に対して，水平となる．必要があれば細かくスキャンすること．

```
>dscan pth -2 2 20 1
>mv pth TOP
>set pth 0
```

9. もう一度，X線 CCD カメラの像を見て，アナライザーの上下位置を変えながら，画面上で半割にする（tips: ここでアナライザーを半割より，やや上に上げることによって，回折強度を上げることができるかもしれない．）

9 アナライザー光学系の角度調整

アナライザーの設置できたら，次にアナライザーからの回折を用いて $p\theta$ ， $p2\theta$ の角度調整を行う．まず，アナライザーの回折角度を計算して，その分だけ， $p\theta$ 軸， $p2\theta$ 軸を傾ける必要がある．回折角度は，ブラッグの回折条件

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

の関係から計算できる．

理論的には， $p\theta$ ， $p2\theta$ をその回折角 θ に設定すれば良いように思われるが，アナライザーの切り出し精度や， p 軸の 0 点のズレなどから，回折角の微調整の必要がある．

（所要時間：約 50 分）

1. イオンチェンバーのリアを取り付け，>plotselect rear しておく．
2. $p\theta$ 軸を，アナライザーの回折角 θ に動かす．

```
>mv pth "diffraction_angle_theta" (回折角 の値を入力)
```

3. $p2\theta$ 軸を，アナライザーの回折角 2θ に動かす．

```
>mv ptth "diffraction_angle_2theta" (回折角 2 の値を入力)
```

4. 次に，図 4 のように受光側に蛍光板を貼っておき，発光が見えるように，光学 CCD カメラをセットしておく．



図 12: 蛍光板でのアナライザーからの回折光を捉える

5. ビームを出すと、アナライザーの回折各付近の蛍光板に発光が映っているはずである。しかしながら、高エネルギーを用いるときは、回折角度が低いので、調整がシビアで、発光が見えない場合もある ($p\theta$ 軸は機械原点を持たないため、0 点の精度が低いのも一因)。この場合は、 $p\theta$ 軸を適当に振ってみて、最も強く光る点に持っていき、(高エネルギーを用いていると、回折角が低いため、全反射やダイレクトビームが蛍光版に当たって見えることがある。アナライザーからの回折かを見極めるために、 $p\theta$ 軸を振って蛍光板の発光が消えるかどうかを確認しておくこと。)

6. 蛍光板が光っているのを確認したら、次に下のコマンドで、 $p2\theta$ 軸をスキャンし、最大値を探す (探しにくければ、ダイレクトが入らない程度に、 $rs2$ の水平方向を開いてもよい。)

```
>dscan ptth -1 1 40 1  
>mv ptth TOP
```

この状態で、イオンチェンバーがアナライザーからの回折光を待ち受けていることになる。

7. 次に、下のコマンドで、 $p\theta$ 軸をスキャンし、最大値を決定する (強度が弱く探しにくければ、ダイレクトビームが入らない程度に、 $rs2$ の水平方向をやや開いてもよい。)

```
>dscan pth -0.5 -0.5 40 1  
>mv pth TOP
```

8. 次にイオンチェンバーを取り外す。

これで、アナライザーの光軸調整は終わりとなり、試験片を z ステージに乗せて、半割の位置出しを行えば、図 9 のような形となって、ひずみスキャンの計測を開始できる。試験片の位置決め方法については、アナライザーが有っても無くても同様であるので、これとは別に新潟大学の鈴木が書いた説明書があるので、参照願いたい。

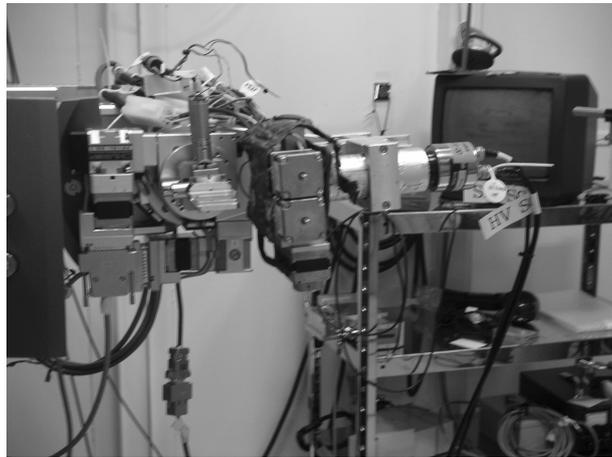


図 13: アナライザー回折系