



JAEA-Technology

2006-056



JP0650725

高分解能分光結晶の製作法

Processing Method for High Resolution Monochromator

桐山 幸治 三井 隆也

Koji KIRIYAMA and Takaya MITSUI

量子ビーム応用研究部門

放射光技術開発グループ

Advanced Beamline Development Group

Quantum Beam Science Directorate

December 2006

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

JAEA-Technology

本レポートは日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。
本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。
なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ (<http://www.jaea.go.jp/index.shtml>)
より発信されています。このほか財団法人原子力弘済会資料センター*では実費による複写頒布を行っ
ております。

〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根 2 番地 4
日本原子力研究開発機構 研究技術情報部 研究技術情報課
電話 029-282-6387, Fax 029-282-5920

*〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根 2 番地 4 日本原子力研究開発機構内

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency
Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to
Intellectual Resources Section, Intellectual Resources Department,
Japan Atomic Energy Agency
2-4 Shirakata Shirane, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan
Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920

高分解能分光結晶の製作法

日本原子力研究開発機構 量子ビーム応用研究部門 放射光科学研究ユニット
桐山 幸治^{*}、三井 隆也

(2006年10月26日受理)

日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・放射光科学研究ユニットでは、SPring-8の放射光を利用して行う高エネルギー分解能を要する特殊な実験に必要な結晶を製作するための技術的方法を確立させた。結晶の製作にあたっては、成形のための結晶加工装置と結晶面を測定するためのX線回折計を利用した。

結晶加工装置は外周刃式の結晶加工機と結晶方位調整装置からなる。結晶加工機の主な仕様として、外周φ350mm、軸径φ38.1mm、厚さ2mmのダイヤモンドカッターを取り付けることができ、回転主軸の上下方向移動量は350mmである。前後方向移動量の最小設定単位は0.001mmであり、上下方向移動量の最小設定単位は0.001mmである。移動量はデジタル値として読み取りできる。主軸の上下方向および作業テーブルの切断送り速度は、最低2mm/minに設定可能である。これらの仕様により、分光結晶の主な母材となるSi結晶のインゴット（直径100mm、長さ200mm）を切断することができる。また、結晶方位調整装置として回転ステージとスイベルステージが結晶加工機の作業テーブル上に設置されている。ステージの回転および傾斜は手動ハンドルによって調整する。回転ステージにはデジタルエンコーダーを取り付けており、回転角度0.01度以下の角度分解能がある。また、補助的な結晶加工機としてハンドドリルを準備し、結晶の細部加工ができる。X線回折計は、0.01度以下の角度分解能を持った回転ステージと専用の試料ホルダーによって構成されており、結晶加工機で切り出された結晶によって回折されたX線強度を測定することでその結晶の方位を決定することができる。このようにX線回折計を用いた測定結果に基づいて結晶方位を調整し、結晶加工装置を用いて切断作業を行えるようになっている。

この製作法を用いて0.01度程度の角度精度を持って高分解能分光結晶やビームコリメーターなどを製作することができるようになったことで、ナノテクノロジー研究のような特殊な実験条件を必要とする放射光実験で利用できる環境が整備された。

Processing Method for High Resolution Monochromator

Koji KIRIYAMA* and Takaya MITSUI

Synchrotron Radiation Research Unit
Quantum Beam Science Directorate
Japan Atomic Energy Agency
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received October 26, 2006)

A processing method for high resolution monochromator (HRM) has been developed at Japanese Atomic Energy Agency/ Quantum Beam Science Directorate/ Synchrotron Radiation Research unit at SPring-8. For manufacturing a HRM, a sophisticated slicing machine and X-ray diffractometer have been installed for shaping a crystal ingot and orienting precisely the surface of a crystal ingot, respectively.

The specification of the slicing machine is following; Maximum size of a diamond blade is ϕ 350mm in diameter, ϕ 38.1mm in the spindle diameter, and 2mm in thickness. A large crystal such as an ingot with 100mm in diameter, 200mm in length can be cut. Thin crystal samples such as a wafer can be also cut using by another sample holder. Working distance of a main shaft with the direction perpendicular to working table in the machine is 350mm at maximum. Smallest resolution of the main shaft with directions of front-and-back and top-and-bottom are 0.001mm read by a digital encoder. 2mm/min can set for cutting samples in the forward direction. For orienting crystal faces relative to the blade direction adjustment, a one-circle goniometer and 2-circle segment are equipped on the working table in the machine. A rotation and a tilt of the stage can be done by manual operation. Digital encoder in a turn stage is furnished and has angle resolution of less than 0.01 degrees. In addition, a hand drill as a supporting device for detailed processing of crystal is prepared. Then, an ideal crystal face can be cut from crystal samples within an accuracy of about 0.01 degrees.

By installation of these devices, a high energy resolution monochromator crystal for inelastic x-ray scattering and a beam collimator are got in hand and are expected to be used for nanotechnology studies

Keywords: Crystal Processing Method, High Resolution Monochromator, SPring-8

*: Cooperative staff from SPring-8 service Co., Ltd

目次

1.	はじめに	1
2.	結晶加工装置と X 線回折計の仕様	2
2. 1	結晶加工装置	2
2. 1. 1	結晶切断機および結晶方位調整装置	2
2. 1. 2	ハンドドリル	4
2. 2	X 線回折計	6
2. 2. 1	X 線発生装置	6
2. 2. 2	X 線回折計	6
2. 2. 3	X 線検出器	7
3.	高分解能分光結晶の製作手順	8
3. 1	結晶方位調整装置および試料固定ホルダーの調整	8
3. 2	X 線回折計の調整	10
3. 2. 1	X 線光軸の調整	10
3. 2. 2	X 線回折計の設置調整	15
3. 3	結晶の切断・加工	16
3. 3. 1	試料の固定	16
3. 3. 2	試料の装着	19
3. 3. 3	試料の加工	20
4.	結論	28
	謝辞	28
	参考文献	28

Contents

1.	Introduction	1
2.	Specification	2
2. 1	Crystal Cutting System	2
2. 1. 1	Diamond Cutter Machine and Goniometer	2
2. 1. 2	Hand-Drill	4
2. 2	X-ray Diffractometer	6
2. 2. 1	X-ray System	6
2. 2. 2	X-ray Diffractometer	6
2. 2. 3	X-ray Detecting System	7
3.	Cutting Methods for High Resolution Monochromator	8
3. 1	Set up for Goniometer and Sample Holder	8
3. 2	Set up for X-ray Diffractometer	10
3. 2. 1	Adjustment of X-ray beam position	10
3. 2. 2	Adjustment of X-ray Diffractometer	15
3. 3	Cutting of Crystal Sample	16
3. 3. 1	How to Fix Sample	16
3. 3. 2	How to Hold Sample	19
3. 3. 3	How to Cut Sample	20
4.	Summary	28
	Acknowledgements	28
	References	28

1. はじめに

放射光ビームラインには蓄積リングから出てくる放射光を任意のエネルギーに調整したり、その平行度を向上させるために分光結晶やコリメーターと呼ばれる結晶[1, 2]を配置することがある。このような結晶は、要求されるエネルギーやエネルギー分解能、ビームの平行度合いなどが実験毎に異なるために、それぞれの実験に即した個別の仕様を持つことが多い。例えば、ナノテクノロジーとして、材料超微小部の電子・フォノン物性研究のための非弾性散乱スペクトル測定には高いエネルギー分解能が要求されるため、高次の非対称反射を利用することができる高分解能分光結晶が必要とされる。このような高次の反射面を持った結晶を製作するには、結晶母材の低次の反射面を基に高次の反射面を算出して切り出すため、出来る限り正確に面方位を決定して、出来る限り正確に角度調整をして切断できなければ高いエネルギー分解能を持たすことができない。そのため、実際の装置として、高精度で切断できる結晶加工機と角度調整装置、そして高精度で面方位を測定できるX線回折計が必要とされる。これらの装置一式は結晶の希望角度と実際角度の差（ズレ）を最終的に0.01~0.03度程度以内で製作できる性能が必要とされる。平行平板結晶の様な加工のしやすい形状ではない、チャンネルカット結晶の様な複雑な形状の結晶を加工するための道具も併せて必要とされる。

そこで、日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・放射光科学研究ユニットでは、SPring-8の放射光を利用して特別な結晶を用いた独特の実験条件を実現するために、ナノテクノロジー総合支援プロジェクト 放射光を活用した解析支援（原研ビームラインを活用した放射光利用解析支援）の一環として導入された外周刃式の結晶切断機（取得名称：高分解能モノクロメータ作製用ダイヤモンドカッター装置（平成15年度取得））と結晶切断機に取り付ける結晶方位調整装置を用いて、様々な結晶の製作を独自に短期間で行える環境を整備した。また、加工される結晶の面方位を測定するためのX線回折計を立ち上げた。

2. 結晶加工装置と X線回折計の仕様

2. 1 結晶加工装置

結晶加工装置は結晶そのものを切断する結晶切断機とその結晶の方位を変えるための結晶方位調整装置から構成されている。

2. 1. 1 結晶切断機および結晶方位調整装置

結晶の切断・加工には、外周刃式の結晶切断機（岡本工作機械製・ASM-3G 型）を用いる（図 1）。この機械は、最大外周径 $\phi 350\text{mm}$ 、軸径 $\phi 38.1\text{mm}$ 、厚さ 2mm のダイヤモンドカッターを取り付けることが可能で、主軸の上下方向移動量は 350mm である。前後方向移動量の最小設定単位は 0.001mm で、上下方向移動量の最小設定単位は 0.001mm である。移動量はデジタル値として読み取り可能である。主軸の上下方向および作業テーブルの切断送り速度は、最低 $2\text{mm}/\text{min}$ に設定可能である。主軸の回転速度は 1000rpm 、 1500rpm 、 2000rpm の三段階に調整できる。切断・加工時には、試料やダイヤモンドカッター（もしくは切断砥石）を発熱の損傷から保護するために、水溶性研削液を混入した冷却水をダイヤモンドカッターに散布、循環させている。水溶性研削液にはカストロール製シンタイロ 81 を使用している。これによって、直径 100mm 、長さ 200mm のロッド状の大きなサイズの Si 結晶インゴットを切断できる。

結晶方位調整装置として、回転ステージとスイベルステージ（HUBER 製 C409、5203.1）を結晶切断機の作業テーブル上に設置した（図 2）。ステージの回転および傾斜は手動ハンドルで調整することができる。回転ステージにはデジタルエンコーダーが取り付けられており、回転角度にして 0.01 度以下の角度分解能を持つ。

結晶切断機に取り付けられるダイヤモンドカッターを図 3 に示す。切断結晶の大きさによって交換できるように外周直径 200mm （厚 1.0mm ）、 250mm （厚 1.5mm ）、 300mm （厚 1.6mm ）、 350mm （厚 2.0mm ）のものを揃えている。どの主軸回転速度を選択して、どのダイヤモンドカッターを利用しても、それらダイヤモンドカッターの安全限界最高周速度（ $60\text{m}/\text{s}$ ）は超えない仕様になっている。

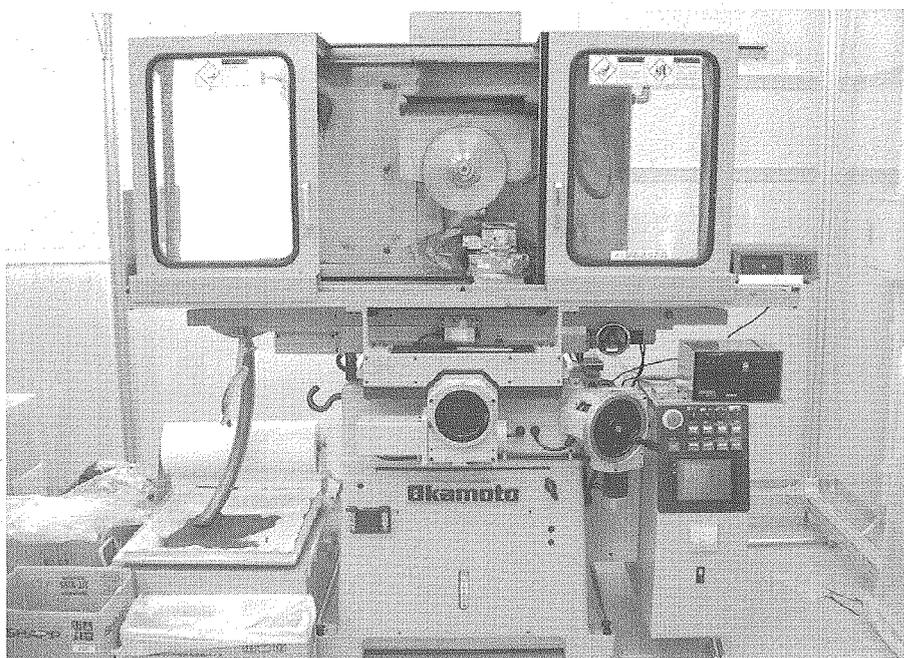


図1 結晶切断機

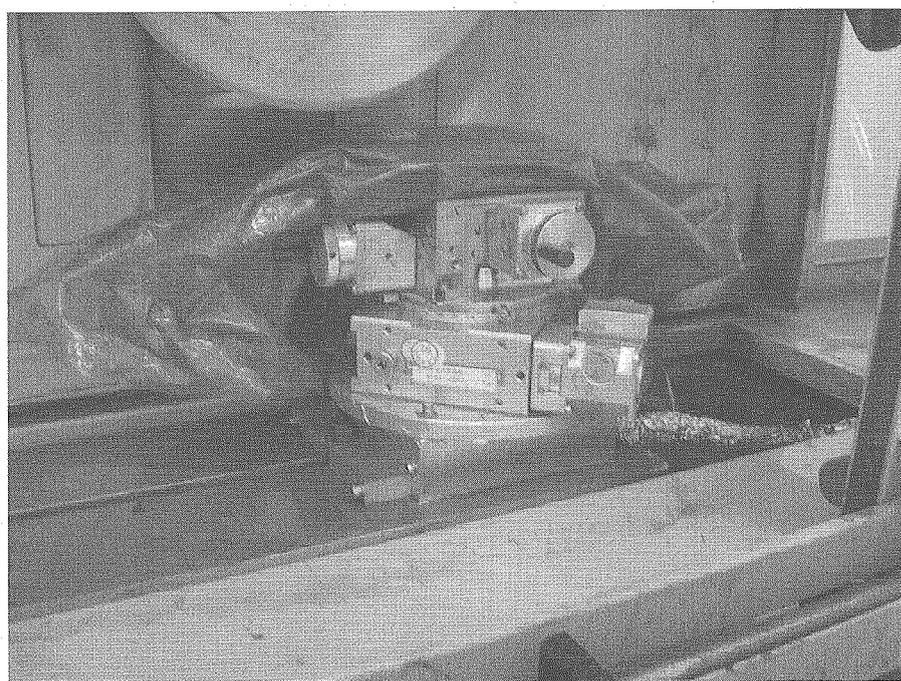


図2 結晶方位調整装置

下段が回転ステージ（回転ステージの下はエンコーダー）、上段がスイベルステージ

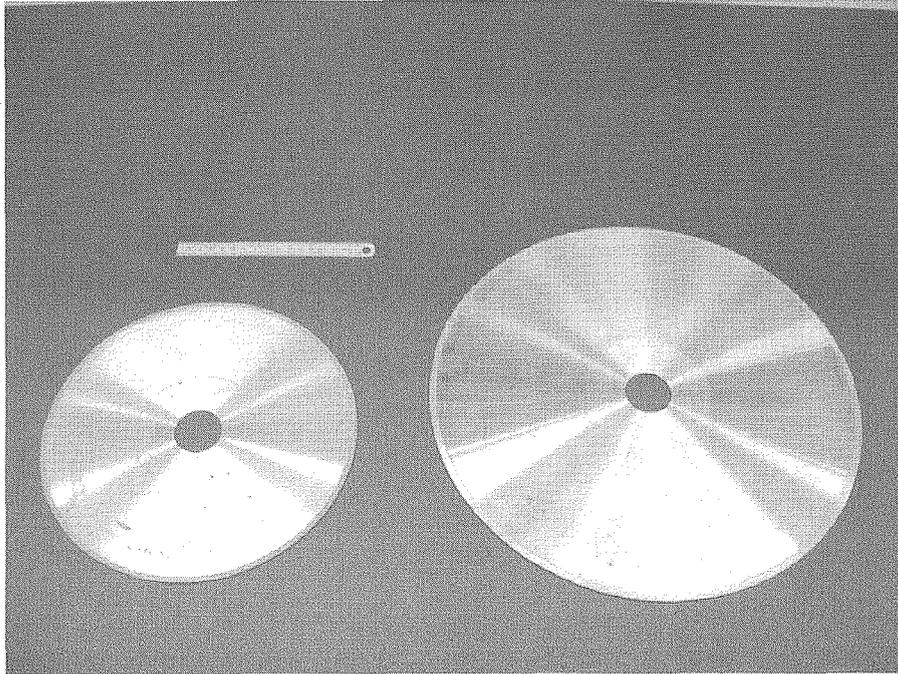


図3 ダイヤモンドカッター（一例）

2. 1. 2 ハンドドリル

製作する結晶の形状によっては結晶切断機の円形の刃ではどうしても削れない部分が生じる。そこで、補助的な役割を果たす機械としてハンドドリルを準備した(図4)。ハンドドリルは3000～30000rpmで使用することができる。先端には図5の様な複数のダイヤモンド電着研磨バーが取り付けることが出来るようになっており、様々な細部加工が可能である。

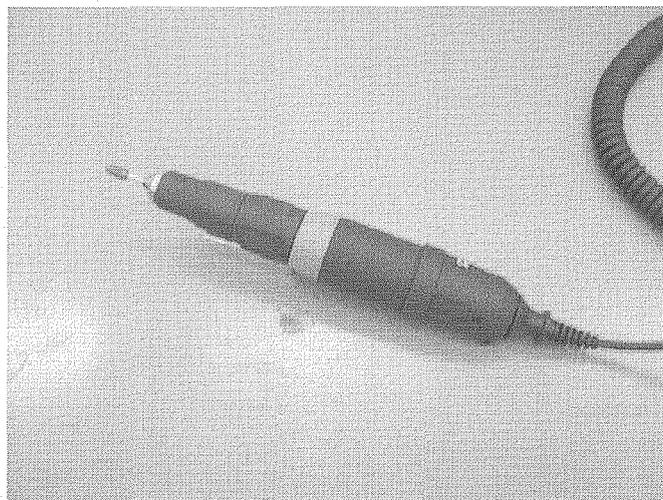


図4 ハンドドリル

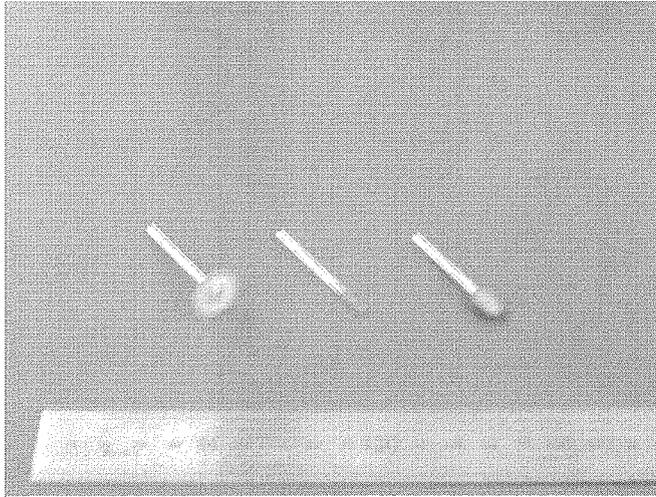


図5 ダイヤモンドバー 一例

2. 2 X線回折計

2. 2. 1 X線発生装置

X線発生装置はUltrax-18 (RIGAKU製)を使用した。定格出力は 18kW、焦点サイズは 0.5mm×1mmとなっている。ターゲットはMoを用いて、その特性X線K α_1 ($\lambda=0.7093\text{\AA}$, $E=17.48\text{keV}$)を利用した。

2. 2. 2 X線回折計

図 6 にX線回折計の全体図を示す。結晶面の方位測定時には PC によって GPIB 制御できるようにしてある θ ステージ (RA-10-W、角度分解能 0.002 度、神津精機製) を利用する。 θ ステージ上には結晶面を測定するために母材から切り出した結晶薄片を設置するための L 型ホルダーを取り付けてある。そのホルダーの位置は光軸高さに調整されている。 θ ステージの下には角度計を取り付けてあり、結晶のブラッグ反射する角度の位置に検出器を取り付けられるようにしてある。また、水平移動ステージ (TAR-34141, シグマ光機製) によって θ ステージの回転中心を光軸に対して垂直横方向に移動調整できるようになっている。

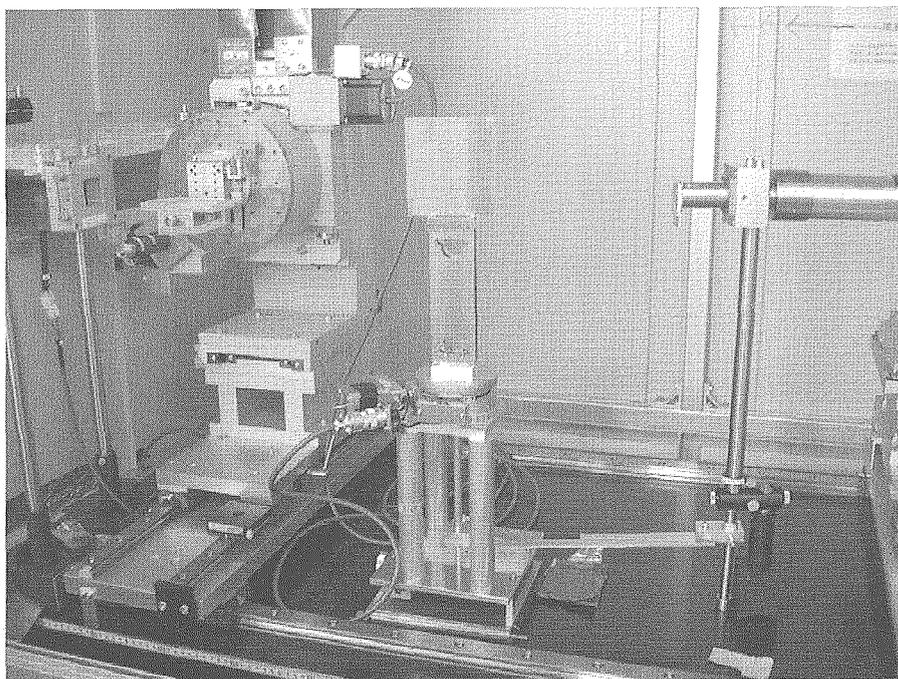


図 6 回折計

回折計本体：写真中央、入射スリット：写真左方、
X線検出器 (NaI シンチレーター)：写真右方
(写真左のステージ類は結晶評価用)

2. 2. 3 X線検出器

検出器は、NaI シンチレーションプローブ Type SP-10 型(応用光研工業株式会社製)を用いる。その他パルス計数回路には、プリアンプ、メインアンプ、波高分析器、スケーラ、タイマーで構成される一式を使用する(図7)。これらはPCで GPIB 制御することができる。

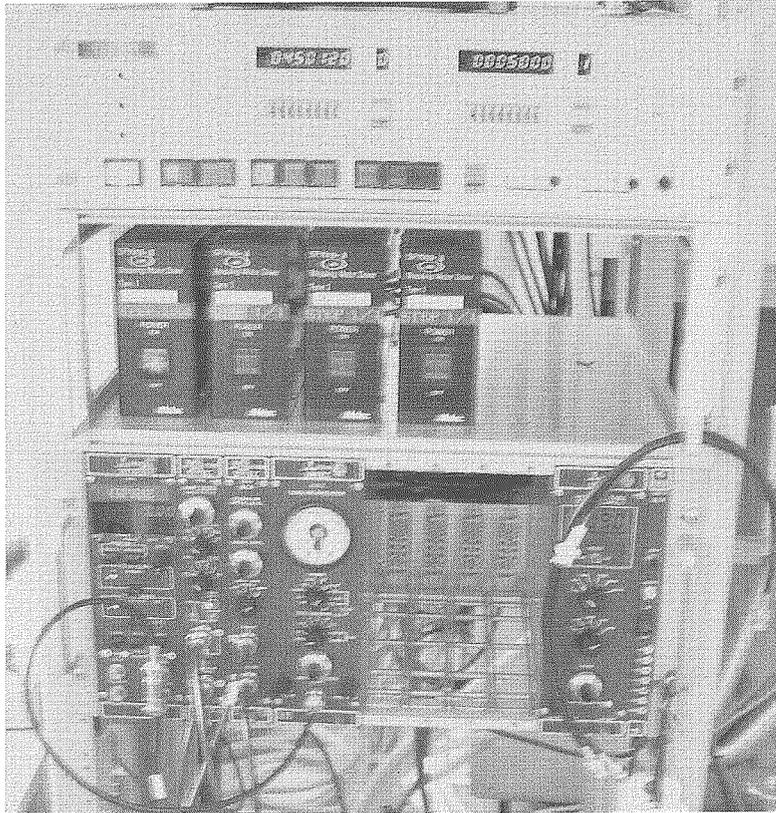


図7 制御系機器類一式

3 高分解能分光結晶の製作手順

3. 1 結晶方位調整装置および試料固定ホルダーの調整

- 1) 回転ステージとスイベルステージをスペーサーによって結晶切断機の作業テーブル上に取り付ける。スペーサーの上に回転ステージを載せ、その上に別のスペーサーを介してスイベルステージを設置する。
- 2) 回転ステージ及びスイベルステージの上面が結晶切断機の作業テーブルと平行になるように据付調整する。
- 3) スイベルステージの上に試料ホルダー(図 8)を取り付ける。同様に試料ホルダー上面でも平行を確認する。試料ホルダーには、幅 90mm のセラミックス板が固定できる(切断加工時はこのセラミックス板に結晶試料を固定する。詳細は 2. 2. 2 参照のこと)。また、薄片用ホルダー(図 9)を試料ホルダーにセットすることで結晶薄片やウエハーを切断することも可能である。

試料固定方法として、一部の金属材料には図 10 に示す電磁マグネットチャックを使用することも可能である。その場合は、結晶方位調整装置および試料ホルダー一式を取り外して電磁チャックをテーブル上に固定する。結晶切断機本体より励磁、脱磁の操作が可能である。

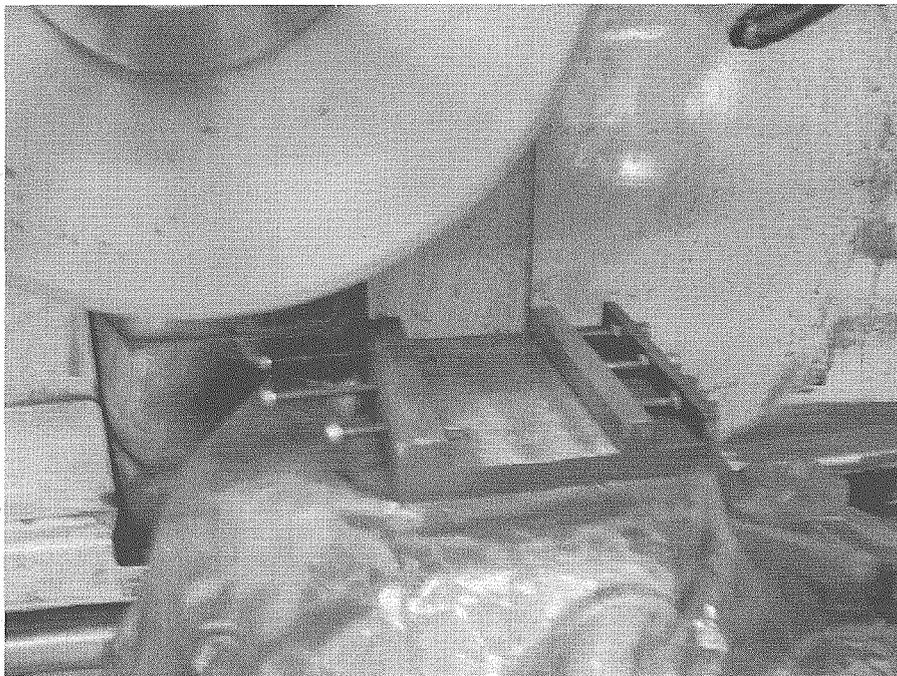


図 8 試料ホルダー・セラミックス固定用

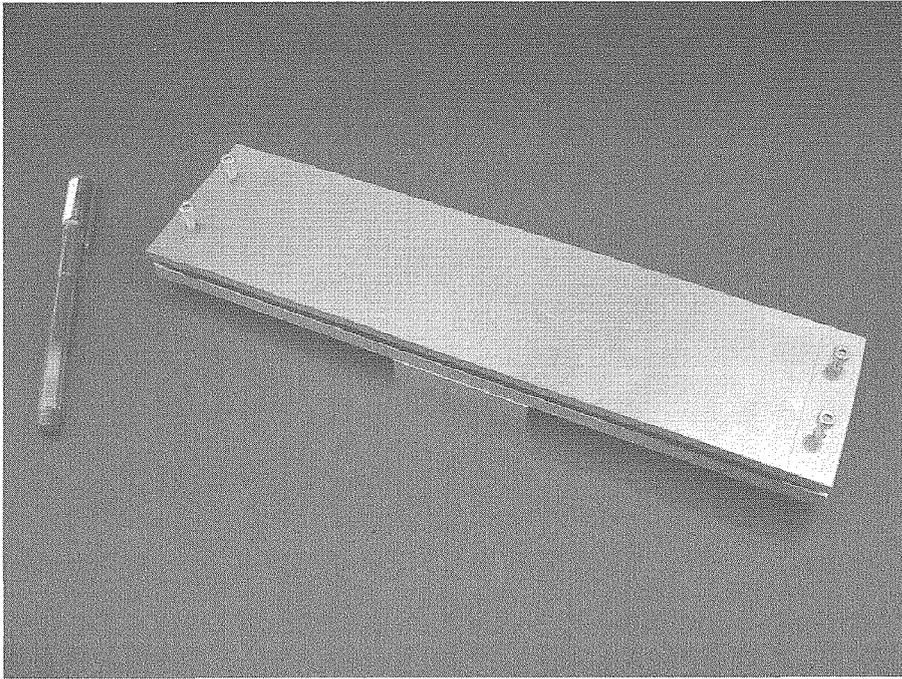


図9 試料ホルダー・薄片用

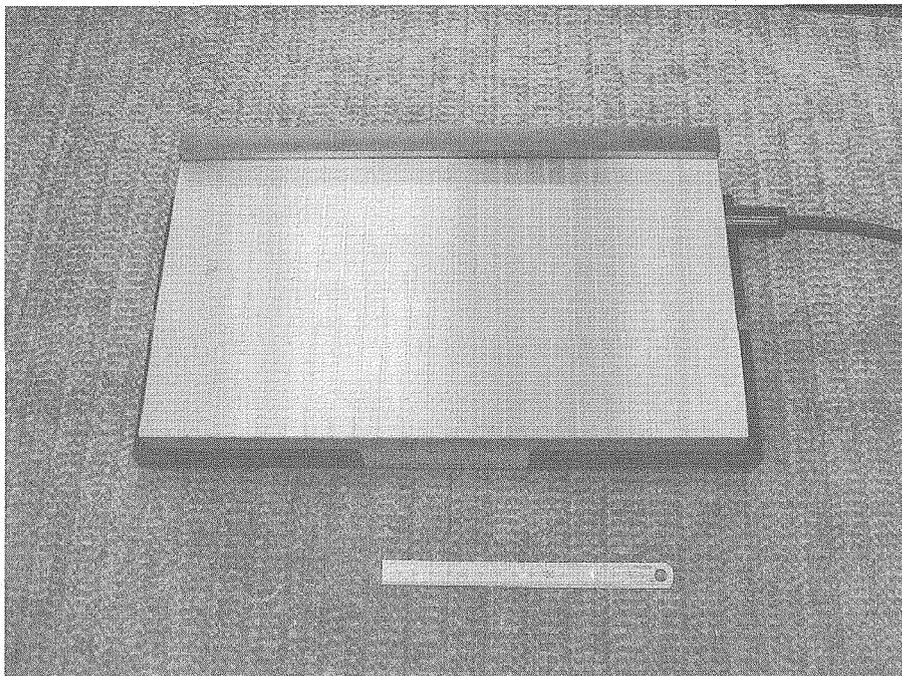


図10 電磁マグネットチャック

3. 2 X線回折計の調整

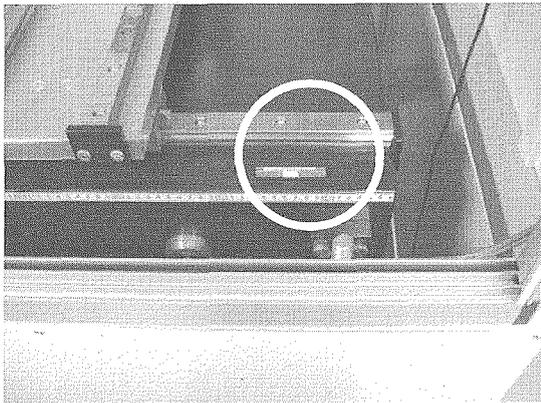
3. 2. 1 X線光軸の調整

X線の光軸は定盤・可動ステージに対して傾斜を持っていると正確な結晶評価をすることが困難なので、X線光軸の調整は重要である。X線光軸位置は光源に対して最上流のスリット位置を調整することで決定される。各実験コンポーネントの位置調整の指標として、X線光軸と同位置の可視レーザーを仮想X線として設置する。よって、光軸の調整手順としては：定盤の調整→レーザーの設置→X線光軸位置の確認→スリット調整（+X線光軸位置の再確認）→レーザー位置調整、となる。その後は、レーザーを用いて実験コンポーネントの位置調整を進めていく。

<定盤の調整1>

1) 水準器を用いて実験コンポーネントを載せるための定盤を水平に据付調整する。

(a)



(b)

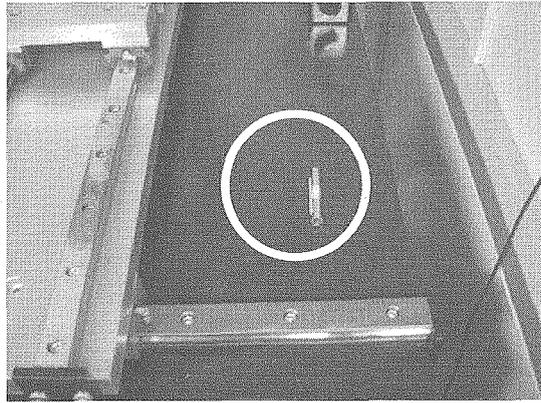


図 11 定盤の調整 (写真左方が光源)

(a) 左右方向の水平調整、(b) 前後方向の水平調整

<レーザーの設置>

1) X線光軸のおおよその位置に合う様に、光軸調整用のレーザーをX線防護ケース上に設置する。定盤は後ほどにX線光軸に合わせて調整するので、可能である限りレーザーは定盤上に設置しない。(定盤以外のところに据え付ける。)

2) レーザーは定盤天面に対して平行になるように調整する。

1> 同じ高さのロッド2本を定盤上の上下流2箇所に設置する。ロッドに目盛のような位置を確認できる指標があることが望ましい。

2> 離して置いたそれら2本のロッドにそれぞれレーザーを当てて、その位置の高さを比較する。2本のロッドにレーザーが同じ高さで当たるようにレーザーを水平方向に調整する(図12)。

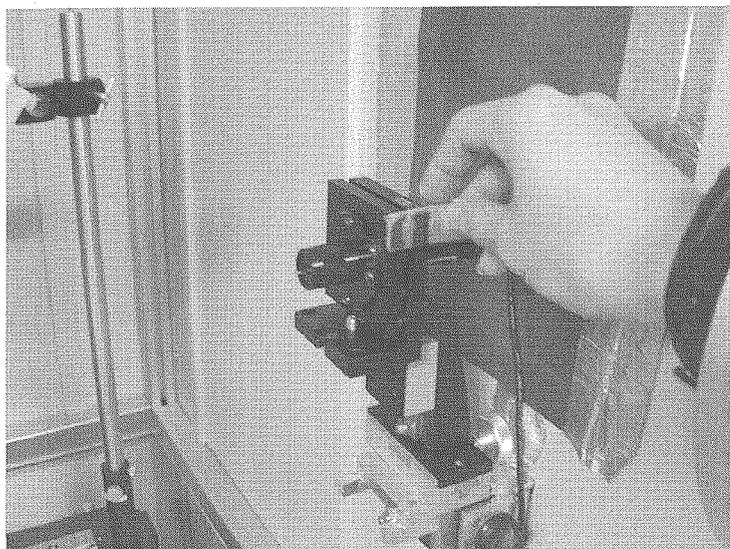


図 12 レーザーの調整

<スリットの調整 (光軸の調整) ; 天地方向>

出射される X 線位置は絞られたスリットの位置によって決まる。よって、X 線光軸を水平にするには、スリット位置が光源と同じ高さであれば、X 線は床に対して水平に出射される。

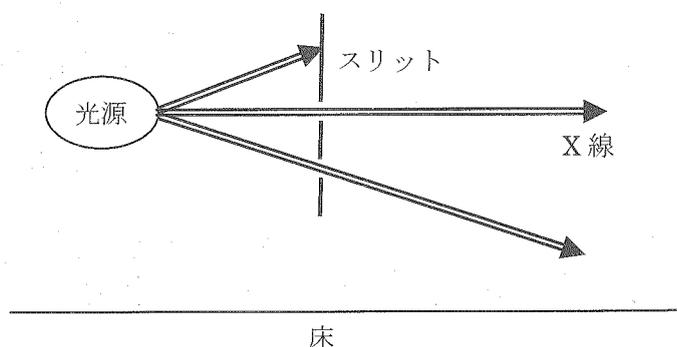


図 13 光源とスリット位置による光軸向きの違い (横から見た図)
スリットが光源中心と同じ高さにあると光軸は床に水平に出射される。
スリットが光源中心と違う高さにあると光軸は床に対して傾きを持つ。

ポラロイドフィルム 2 枚とフィルムホルダー、そのホルダーを支持するロッドを適宜用意する。また、光源に近い最上流に置いたスリットは 1mm×1mm に絞る。

- 1) ポラロイドをセットしたホルダーを定盤上に 2 箇所置く。ホルダーにセットされているポラロイドは撮影・現像後に元位置に戻せるように印などをつけておく。
- 2) 定盤最上流部にスリットを設置する。
- 3) 図 14 に示す「光源-スリット間の距離」=A、「スリット-ポラロイド1間の距離」=B、「ポラロイド1-ポラロイド2間の距離」=C を測定する。

- 4) X線シャッターを開けて設置したポラロイド2枚に現在の光軸を撮影する。
- 5) ポラロイドを取り外して2枚とも現像し、光軸部分をカッターで穴を開ける。取り外す前と同じ位置に正確に戻す。
- 6) 現在の光軸の高さ、スリットの高さを測定し(水平に調整したレーザーを用いてもよい)、「スリット・ポラロイド1の光軸高さの差」=E、「ポラロイド1・ポラロイド2の光軸高さの差」=Fを測定する。
- 7) 「現在のスリット位置・光源中心の高さの差」=Dとすると、相似の関係を利用して図14から、

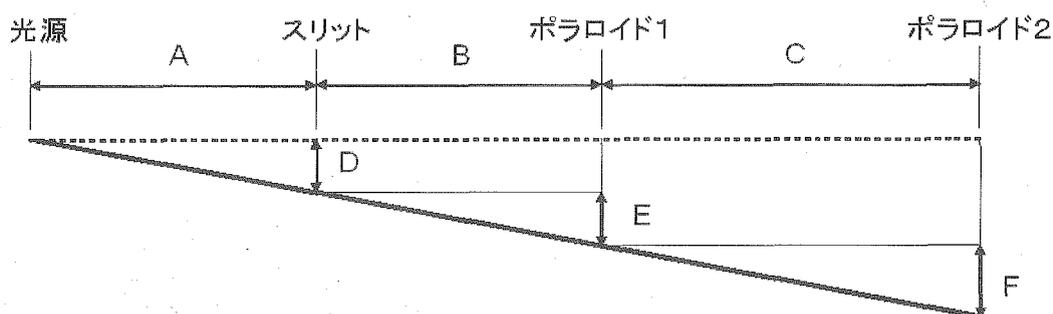
$$A/D=B/E=C/F$$

となる。すなわち、光源中心にスリットを置くために必要なスリットの必要移動量はDとして、

$$D=A \times F / C = A \times E / B$$

となる。よって、3)、6)より求められたA、B、C、E、Fを式に代入するとDが求められる。

- 8) スリットの上下両刃をスリット隙間を現在のスリット位置より「D」だけ上(もしくは下)に動かす。
- 9) もう一度2箇所新しいポラロイドを用いて光軸を撮影する。現像後、先ほど同様に光軸をくりぬいて、元の位置に置き直す。
- 10) どちらの光軸穴にも水平に調整されているレーザーが通れば、光軸は天地方向に対して水平であることになる。



- :理想の光軸
- :実際の光軸
- A :光源-スリット間の距離
- B :スリット-ポラロイド1の間距離
- C :ポラロイド1-ポラロイド2間の距離
- D :現在のスリット位置と光源中心との高低差
- E :スリット-ポラロイド1の光軸高さ差
- F :ポラロイド1-ポラロイド2の光軸高さの差

図14 上下方向の光軸調整の考え方(系を横から見た図)

<スリットの調整（光軸調整）；左右方向（図 15）>

- 1) ポラロイドをセットしたホルダーを定盤上に置く。
- 2) X線シャッターを開けて設置したポラロイドに現在の光軸を撮影する。
- 3) ポラロイドを取り外して現像し、光軸部分をカッターで穴を開ける。
- 4) 次に、現在のスリット位置を±0mm と設定して、スリットの幅を一定に保って（+）1mm 動かす。
- 5) 先ほどのポラロイドと全く同じ位置にポラロイド1枚をセットし撮影する。
- 6) ポラロイドを取り外して現像し、光軸部分をカッターで穴を開ける。
- 7) スリット位置を±3mm、1mm 間隔で動かし、その都度5)～6)を繰り返す。
- 8) それぞれのポラロイドで撮影された光軸位置の左右方向の差を測定する。
- 9) 横軸にスリットを左右に動かした距離、縦軸に最初に撮った光軸位置とスリットを動かして撮った光軸位置との“差”をとって図 17 の様に作表する。
- 10) プロットの近似曲線で縦軸の値が小さい時のスリット位置が水平方向に対して光源中心にスリットがあると考えることができる。
- 11) スリットをその位置にあわせる。
- 12) ポラロイドを2箇所固定する。撮影・現像後に光軸に穴を開けて元の位置に戻す。
- 13) どちらの光軸穴にもレーザーが通るように調整する。

これらの調整によって、スリットは水平軸方向において光源の真正面にあり、光軸は水平にある。また、レーザー軸と光軸は同じである。以後のコンポーネント・結晶の調整ではレーザーを用いて行う。調整したスリットとレーザーは以後触らないように気をつける。

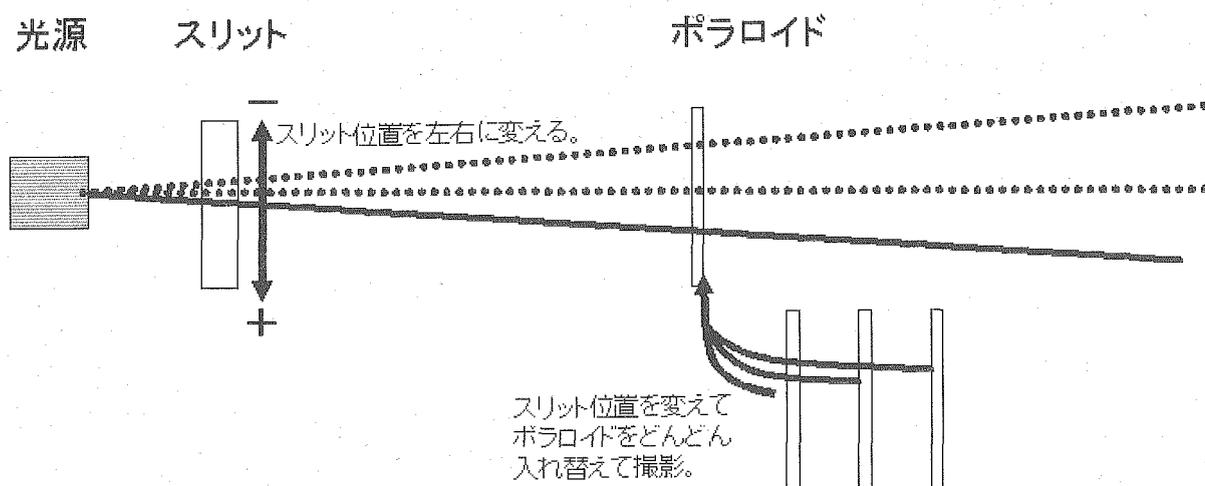


図 15 左右方向の光軸調整概略（系を上から見た図）

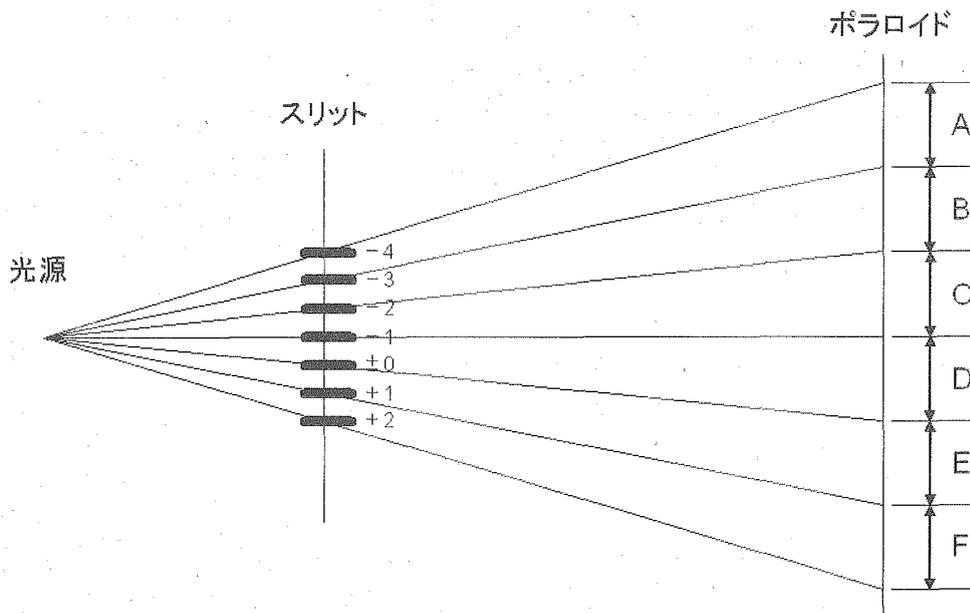


図 16 左右方向の光軸調整の考え方 (系を上から見た図)

現在のスリット位置を±0mmの点であると、理想のスリット位置を-1mmの点であるとする。スリットの位置が光源中心から外れるにつれて、ポラロイド上で光軸点は多く外へずれていくことになる。すなわち、スリットをどちらか1mm動かした時と動かす前のポラロイド上の光軸点の差の関係は $A=F > B=E > C=D$ となる。

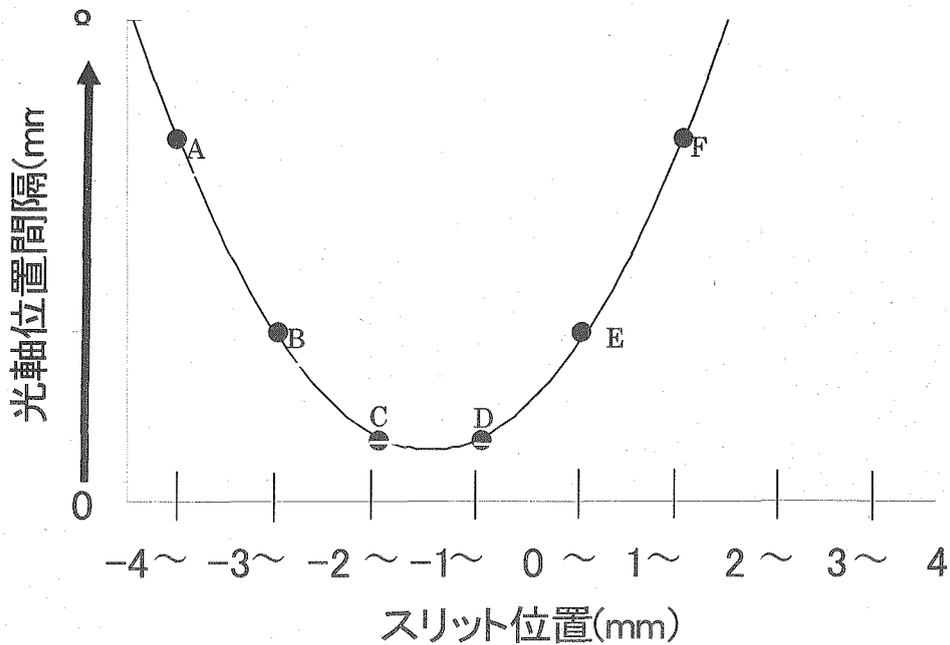


図 17 グラフ

スリット位置「-2~-1」と「-1~0」の間に最小がある。近似曲線から見てスリット位置が-1であるとき、スリット位置が光軸にあると考えることが出来る。

3. 2. 2 X線回折計の設置調整

試料薄片をのせるX線回折計（ステージ）の設置を行う。

- 1) 試料設置場所で水準器を置き、水平が保たれていることを確認する。
- 2) 回転ステージのセンターと光軸中心が合う様にX線回折計を設置する。
- 3) X線回折計下に取り付けられている水平移動ステージ(図18)によって光軸に対して水平横方向に微調整する。光軸の確認には上記で調整したレーザーを用いる。

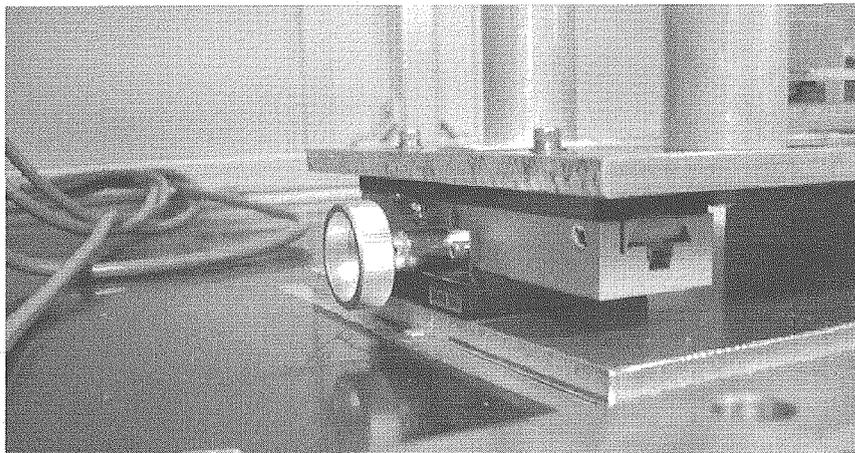


図18 X線回折計の左右方向位置の微調整

3. 3 結晶の切断・加工

3. 3. 1 試料の固定

ここでは結晶を試料と定義して説明を行う。試料はセラミックス板に固定ワックスを用いて固定する。セラミックスは日化精工製セラミックスペース台を用いた。これは SiO_2 と Al_2O_3 を主成分とするものである。固定ワックスは日化精工製ホットメルト系固定ワックスを用いた。この固形ワックスは 74°C で軟化する。ワックスはアルカリ洗浄剤やアルコール系有機溶剤で洗浄が可能である。

これら一連の作業は、高温になる物を扱うので、火傷防止のため必ず耐熱手袋を着用して行うこと。

- 1) ホットプレートにセラミック板と試料を置いて加熱する(図 19(a))。
- 2) 固定ワックスが溶ける温度になったら、セラミック板に固定ワックスをまんべんなく塗りつける(図 19(b))。固定ワックスが溶ける温度以上に加熱し続けるとワックスが乾燥してしまふので、ホットプレートを保温状態にするか、もしくは電源を切って加熱を中止する。
- 3) 試料を固定ワックスが塗られたセラミック板に載せる。試料とセラミックの間に気泡が入らないように試料を上から軽く押さえつける(図 19(c))。
- 4) 試料を乗せたセラミック板をホットプレートから下ろして、温度が下がるのを待つ(図 19(d))。急激な温度変化による体積変化の膨張による試料、セラミック板、ワックスの破損を防ぐために、水冷等の冷却作業は行わない。

(a)



(b)

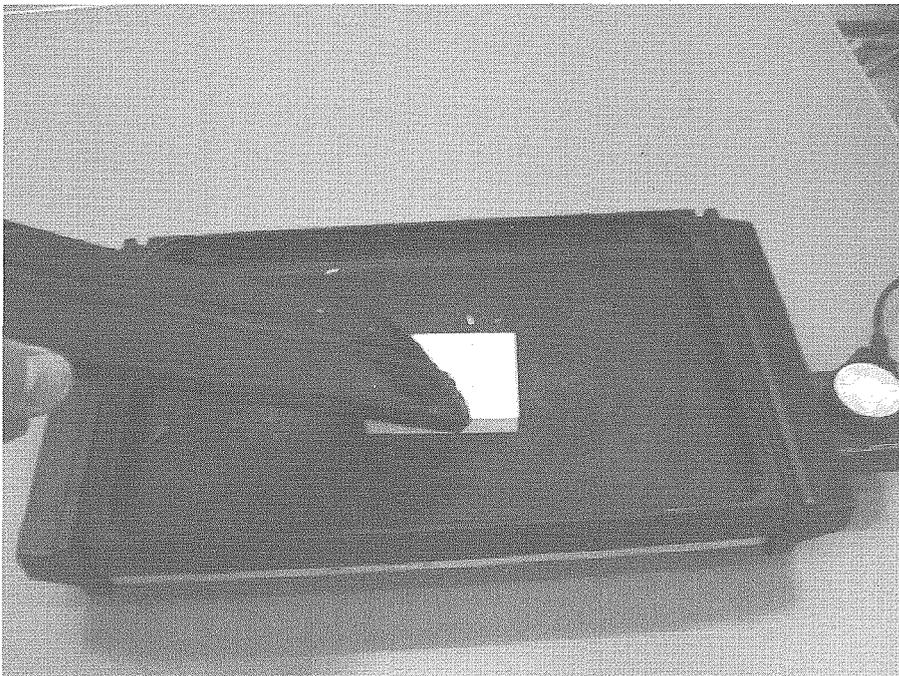
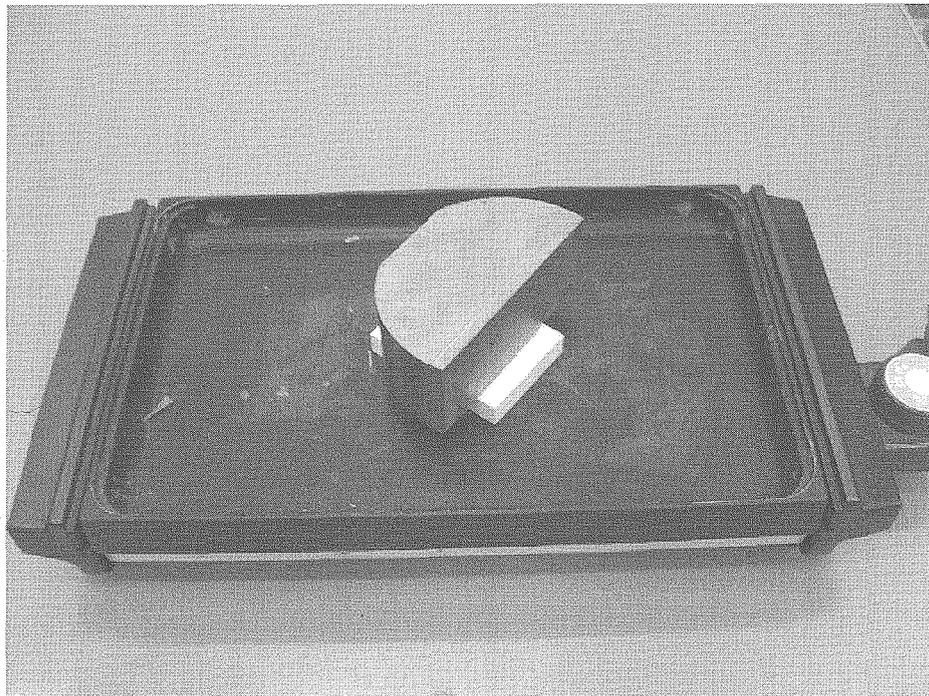


図 19 試料の固定

(a) ホットプレートでセラミックス板と結晶を加熱

(b) 固形ワックスをセラミックス板に塗る

(c)



(d)



図 19 試料の固定(続き)

(c) 試料をセラミックス板に載せる

(d) セラミックス板に固定された試料を冷す

3. 3. 2 試料の装着

- 1) 上項でセラミックス板に固定した試料を結晶方位調整装置上に取り付けられた試料ホルダーの溝に合わせて固定する。固定の際、ネジを1箇所ずつきつく締めると回転方向に合わせてセラミックス板が押されて試料ホルダーとセラミックス板の間に隙間ができることがあるので、試料を上から軽く押し付けながら、固定に必要とするネジ（複数ある場合はそれぞれ順番に）を徐々に均等に閉めていくこと。
- 2) 試料を固定した後、図 20、21 の要領で試料の平行を測定し、平行でない場合は回転ステージおよびスイベルステージを回して調整する。水平調整にはダイヤルゲージを用いる。アームに取り付けて、マグネットベースによって図 20 に示す辺りに取り付ける。その際、ダイヤルゲージ等がダイヤモンドカッターに当たると刃が欠ける恐れがあるので、接触しないように十分注意すること。ダイヤルゲージを試料の面に軽く当てて、テーブルを左右、前後、上下に動かして平行を出す。

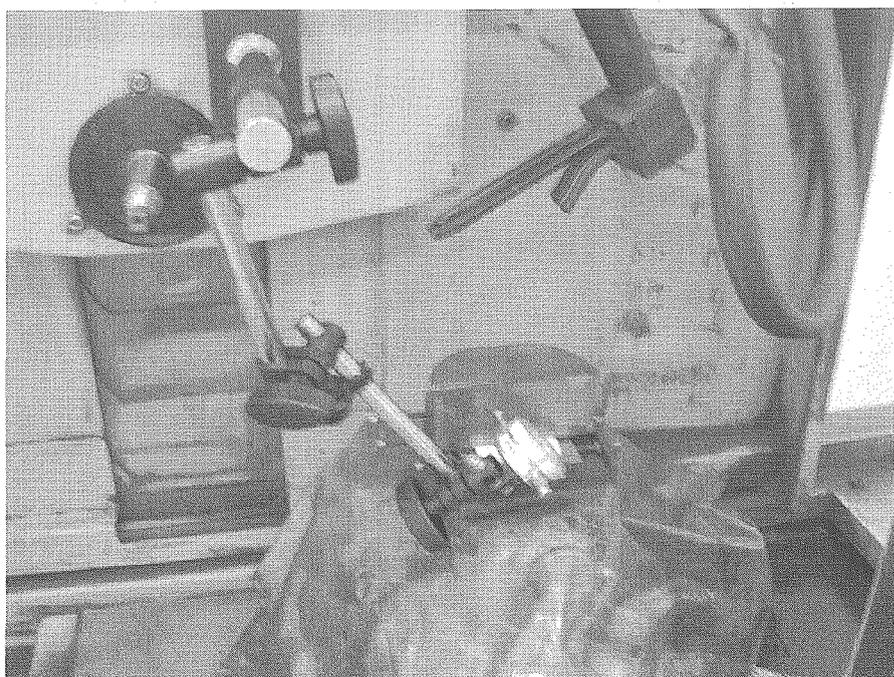


図 20 平行の確認・側面左右方向

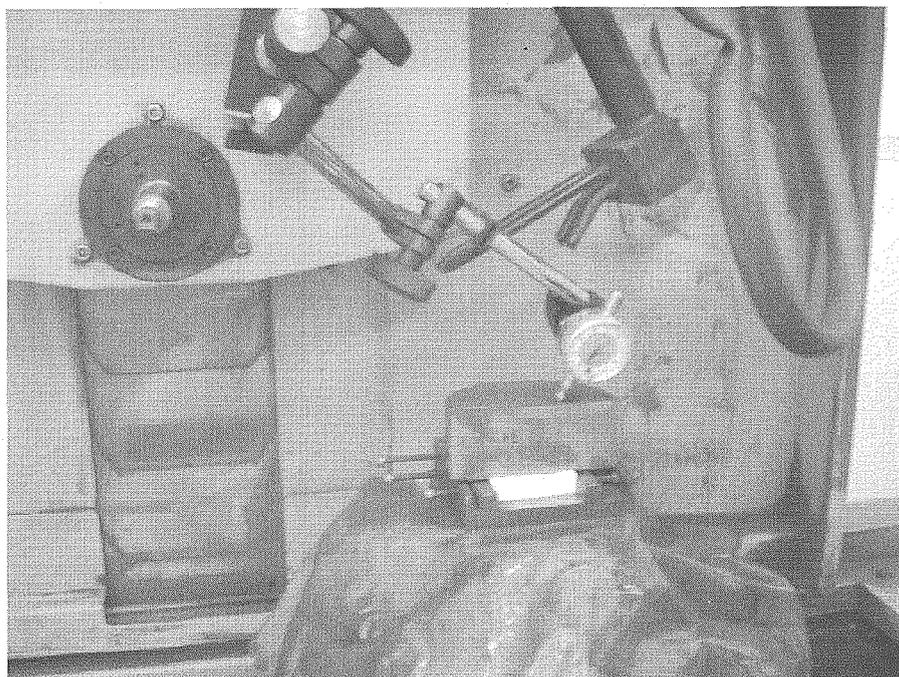


図 21 平行の確認・上面前後方向

3. 3. 3 試料の加工

試料の装着完了後、試料の切断および方位の調整を行う。切断のための結晶切断機の操作方法に関しては結晶切断機付属の取扱説明書を参考のこと。

- 1) 試料の表面から約 1 mm 程度送った部分をきる (図 22(a))。これはカッターと試料表面を平行にするためである。
- 2) 試料を表面より約 2~3mm 程度の厚さに切る (図 22(b))。これは方位測定用の試料薄片を作るためである。「希望する試料薄片厚さ+カッター厚さ」分だけ試料を前 (もしくは後) に移動させる。移動量はエンコーダにて確認する。試料薄片は試料本体との位置関係がわかるように印をつけておく (図 23)。
- 3) 試料薄片を回折計上の試料薄片ホルダーにセットする。(図 24、25)
- 4) 回折計の検出器は、希望する面方位に合わせて 2θ の角度位置に調整しておく。
- 5) 結晶のロックンクカーブを測定する。
- 6) 試料薄片の方向を残り 3 方向に変えて(図 26(a)~(c))、その都度ロックンクカーブを測定する。
- 7) 図 27 のように対の方向となる向きで測定したそれぞれのロックンクカーブのピーク位置の関係より、実際の面と希望している結晶面の差を算出する。立ち上げた回折計ではモータードライバーの設定により $1000\text{pls} = 1^\circ$ の関係がある。
- 8) 差分からの回転方向と回転量を決定する。
(例) 差分が 60pls の場合、 $60/1000 \div 2 = 0.03^\circ$ のずれ。

- 9) 上で決められた回転方向と回転量に従って結晶切断機に取り付けられている結晶方位調整装置の回転ステージおよびスイベルステージを調整する。回転・移動方向の決定は、「補足説明（結晶母材を回転させる方向の決定）」を参照のこと。
- 10) 1) ~ 7) を希望精度で希望結晶面が出るまで繰り返す。

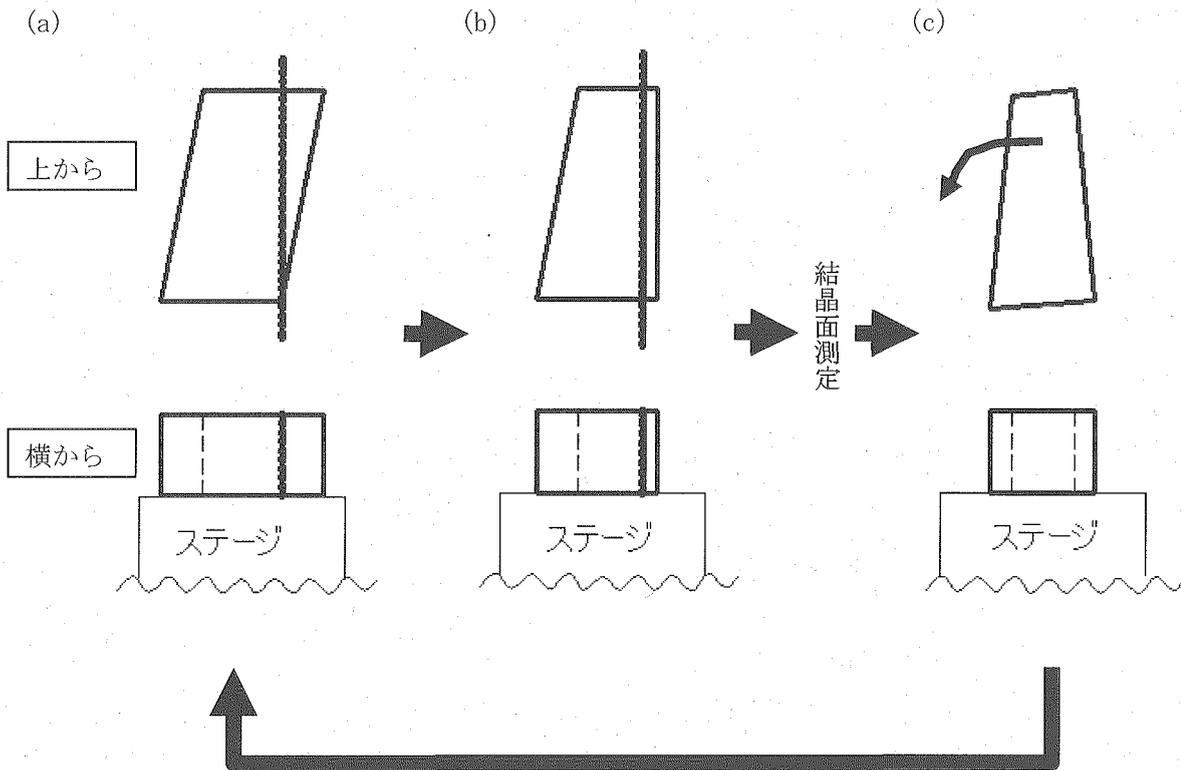


図 22 結晶切断・加工の模式図

太線：試料、点線：カッター切断位置

図ではθステージによる水平方向の回転のみ表記している。

実際にはスイベルステージによるあおり方向の動きも加わる。

- (a) 初期位置として試料表面の傾きがあるので、その部分をカッターで切り取る = 1)
- (b) カッターと試料表面を平行にしたところで、試料薄片を切り取る = 2)
- (c) X線によって方位を測定した後、その分だけ方位を合わせ直す = 9)

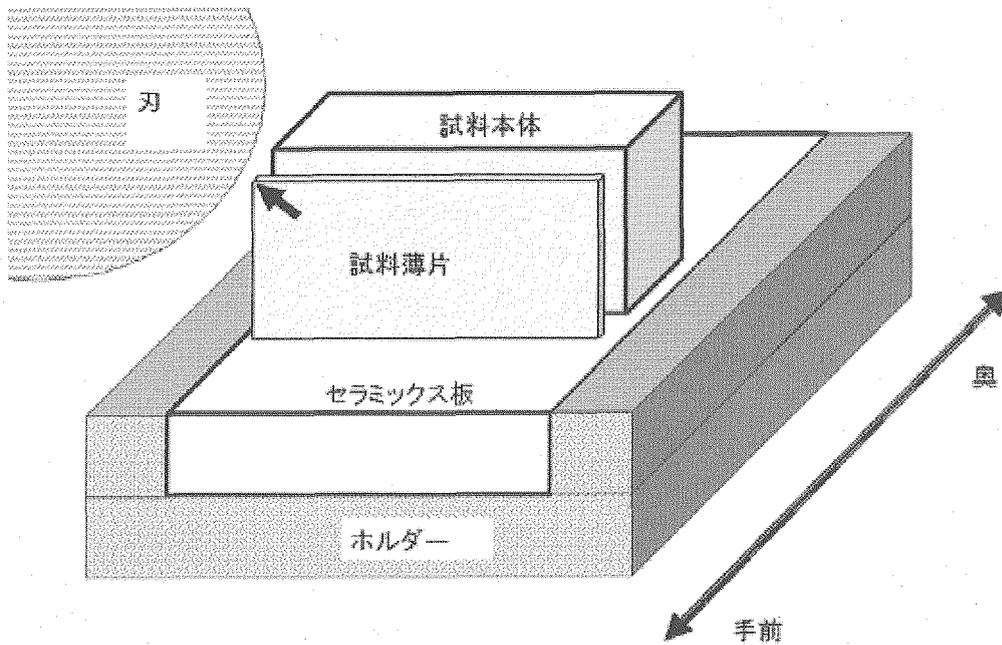


図 23 試料薄片と試料本体の位置関係 (概略)

試料薄片の図に示した位置に印として油性マジックもしくはダイヤモンドペンで矢印を記入する。後述の試料薄片の方位測定の際および試料切断方位の決定のために重要な指標となるため、記入し忘れないようにすること。矢印位置の角をヤスリ等で削り、それを指標としても良い。

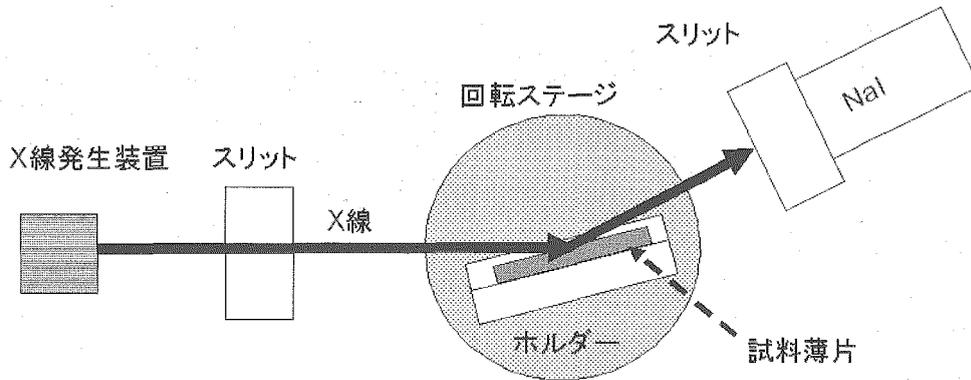


図 24 面方位測定時の光学系 (上から見た図)

ターゲットから出た X 線はスリットで 1mm×1mm に絞り、回折計上の試料薄片ホルダーに置かれた結晶で反射した X 線をシンチレーターによって検出する。X 線は図 22 に示す矢印を書き込んだ面を表として試料薄片の表面に当てる。

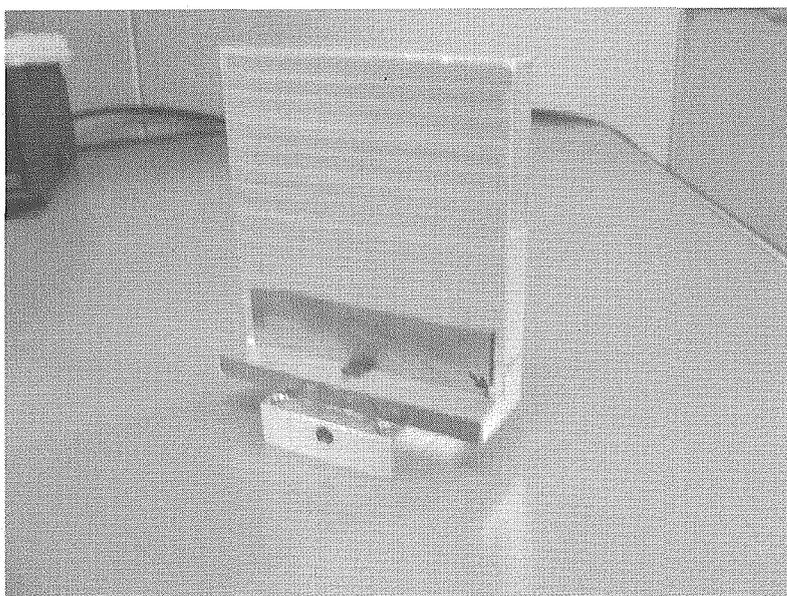


図 25 結晶面方位調整装置への試料薄片のセット（横置き of 正方向）
試料表面に書かれている矢印は、試料本体と図 23 に示す関係がある。

注：図中のホルダー部はステージより取り外してある。

実際は回折計上において X 線を試料にあてる。

(a)

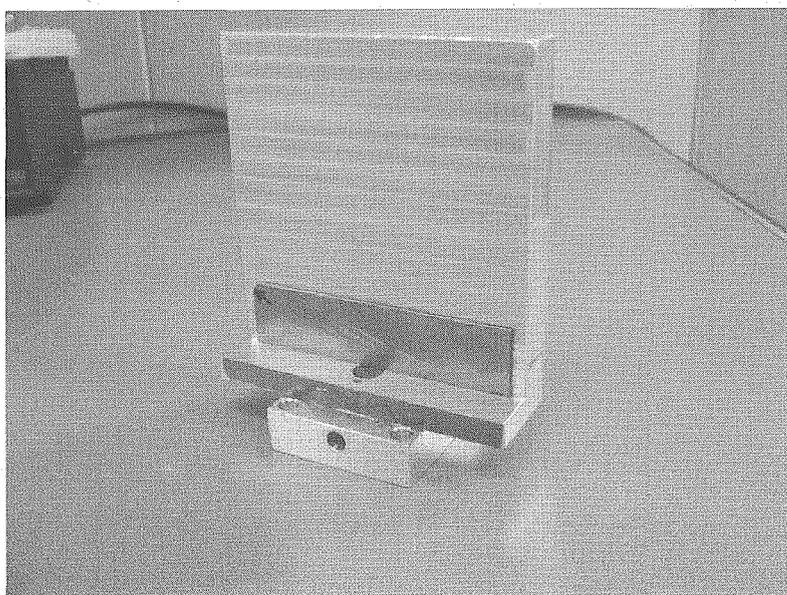
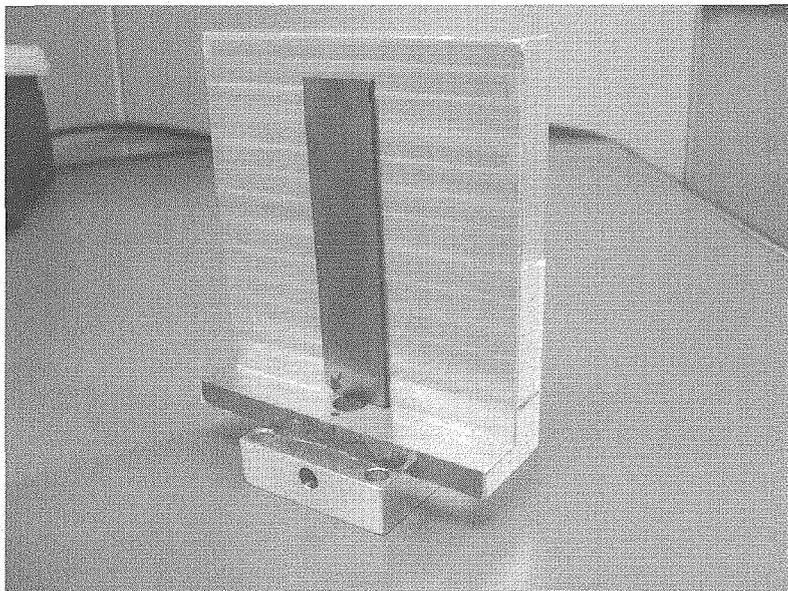


図 26 試料薄片の向きを変えて設置

(a) 横置き（図 25）の逆方向

(b)



(c)

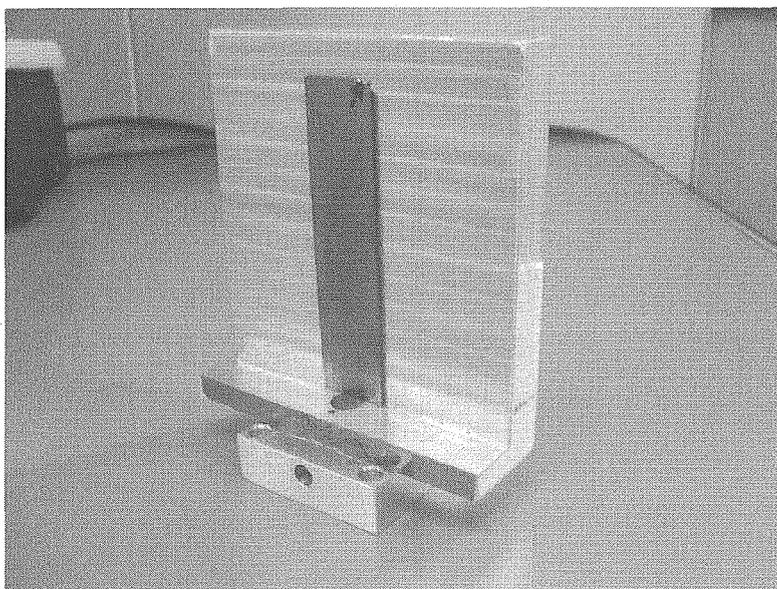


図 26 試料薄片の向きを変えて設置(続き)

(b) 縦置き of 正方向

(c) 縦置き of 逆方向

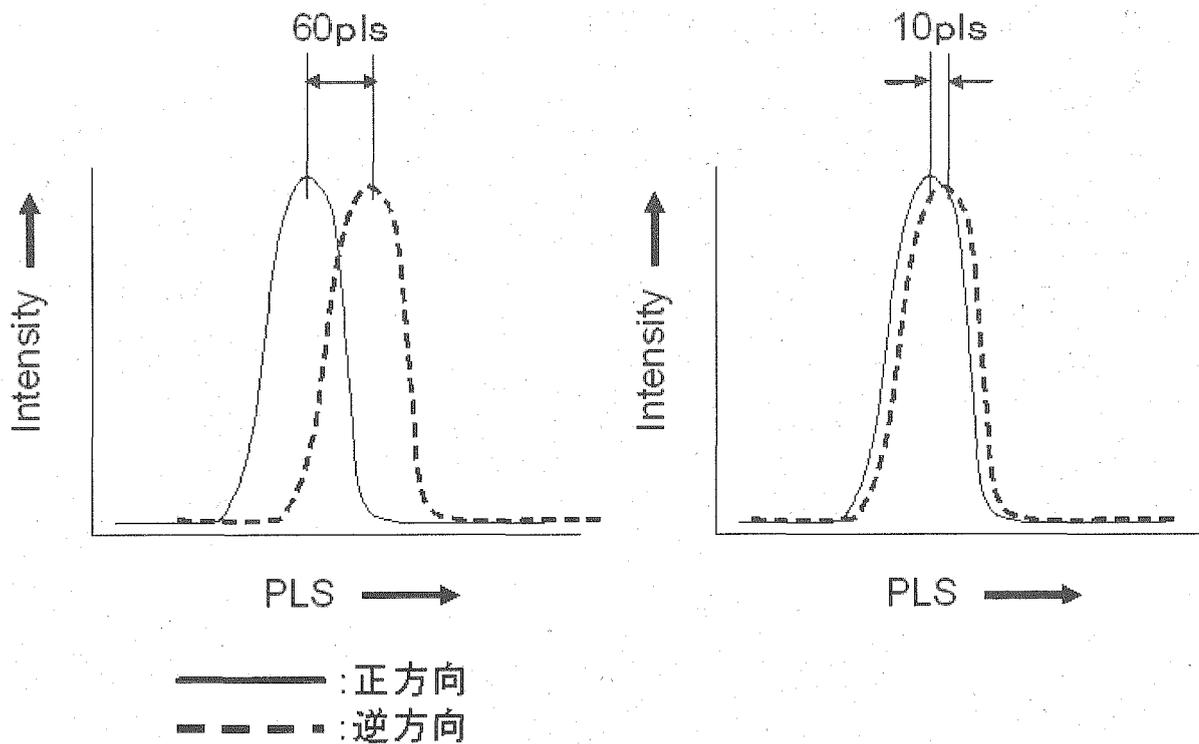


図 27 ロッキングカーブの比較

(a) 正逆方向でピークのパルスがずれている場合

(b) ずれが少ない場合

パルス値は角度に変換することが出来る。

図 25 と図 26 (a)、図 26 (b) と図 26 (c) を対にして

ロッキングカーブのピーク位置を比較する。ずれが少ないほど試料の方位は精度よく実際の試料表面の方位と整合していることを示す。

「補足説明（結晶母材を回転させる方向の決定）」

◎2回目測定のPLS値が1回目測定のPLS値より大きかった場合

（2回目測定時回転ステージを上から見てCW方向に回すと反射が出た場合）

< X線回折計で >

1) 1回目測定時の<X, Y, Z>軸を①とする。この状態で希望面の反射が得られたとする。（実際にはこの時点では判断できないが、<X, Y, Z>軸は希望の (X, Y, Z) 面に垂直ではない (CCW 方向にずれているとする)）。

2) その場合、1回目測定から上下逆にして試料薄片を置き直したときの<X, Y, Z> 軸は①' となる。

3) 2回目測定時に1回目測定と同じ反射を得るには、上から見てCW方向に試料薄片を回転させなければ、同じ角度関係で①と①' の<X, Y, Z>軸が一致しない。

4) 試料薄片の向きを上下反転させても同じ位置 (PLS 値) で希望面の反射を得るには、理想面と<X, Y, Z>軸が垂直にならないといけない。これらの条件を満たすには、現在の①と①' の関係より、

$$| \text{①の PLS 値} - \text{①' の PLS 値} | \div 2$$

だけ角度を変えるとよい。

< 結晶切断機で >

4) その角度を変える方向は、結晶加工器にある結晶の位置関係を考えると、上から見てCWの方向にまわすと実際の結晶面が希望の結晶面と合う。

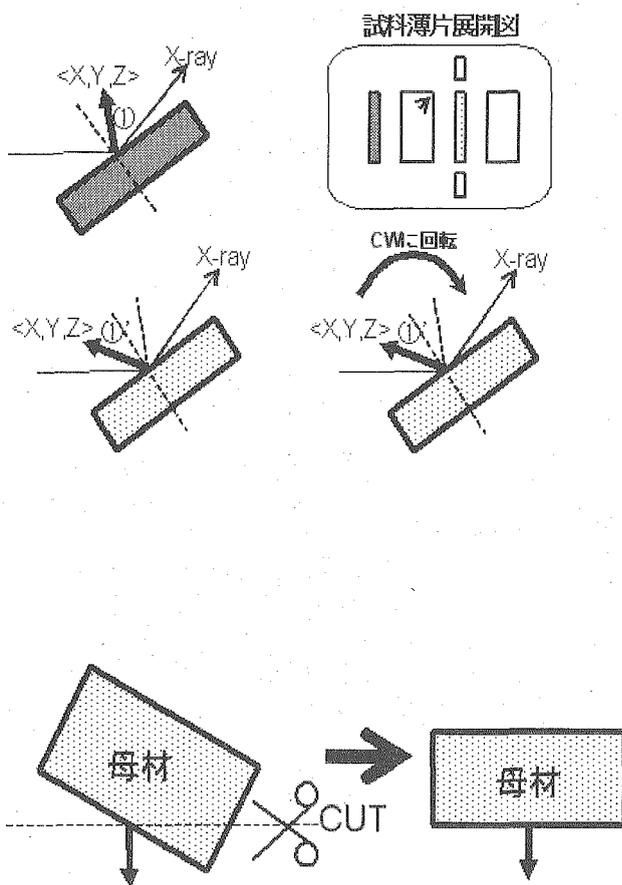
∴ 結晶母材を上から見てCW方向に | ①の PLS 値 - ①' の PLS 値 | ÷ 2 分だけ回す

◎2回目測定のPLS値が1回目測定のPLS値より小さかった場合

（2回目測定時回転ステージを上から見てCCW方向に回すと反射が出た場合）

上記と同様の考え方で、

∴ 結晶母材を上から見てCCW方向に | ①の PLS 値 - ①' の PLS 値 | ÷ 2 分だけ回す



- * : 図はわかりやすく傾きをつけているが、実際の傾き度合いは $< 1^\circ$ の微小な傾きである。
- * : もう一方の「試料薄片上下方向の2回の測定」もこの方法と同じく行う。PLS 値の関係が前者の場合は、結晶母材の上側を手前側に倒す。後者の場合は、結晶母材の上側を奥側に倒す。

4. 結論

日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・放射光科学研究ユニットでは、SPring-8の放射光を利用して行う高エネルギー分解能を要する特殊な実験に必要な結晶を製作するための技術的方法を確立させた。結晶の製作にあたっては、成形のための結晶加工装置と結晶面を測定するためのX線回折計を利用した。この製作法を用いて0.01度程度の角度精度を持って高分解能分光結晶やビームコリメーターなどを製作することができるようになったことで、ナノテクノロジー研究のような特殊な実験条件を必要とする放射光実験で利用できる環境が整備された。外注生産では仕様・精度・納期等の制限がある場合もあるが、本装置を導入したことによって放射光科学研究ユニット(SPring-8)においてオンデマンドに結晶製作できる環境が整備された意義は大きい。今後もさらに高精度の加工を行うためのシステム改良を継続して行く予定である。

謝辞

日本原子力研究機構・量子ビーム応用研究部門・放射光科学研究ユニット・塩飽秀啓氏には結晶加工及び評価に関して有意義な助言を多数いただきました。また、同ユニット・稲見俊哉氏、石井賢司氏、菖蒲敬久氏にはX線回折計の立上におきまして、ご協力と有意義な助言を多数いただきました。ここにお礼申し上げます。

参考文献

- [1] 菊田 惺志(1992)「7. X線の単色化とコリメーション」物理工学実験 15 X線回折・散乱技術(上)、東京大学出版会、p. 237-266.
- [2] 石川哲也(1996)「4.2 2 結晶分光器」シンクロトロン放射光の基礎(大柳宏之編)、丸善株式会社、p288-295.

国際単位系 (SI)

表1. SI 基本単位

基本量	SI 基本単位	
	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質の量	モル	mol
光の強度	カンデラ	cd

表2. 基本単位を用いて表されるSI組立単位の例

組立量	SI 基本単位		記号
	名称	記号	
面積	平方メートル	m ²	m ²
体積	立方メートル	m ³	m ³
速度	メートル毎秒	m/s	m/s
加速度	メートル毎秒毎秒	m/s ²	m/s ²
波数	毎メートル	m ⁻¹	m ⁻¹
密度 (質量密度)	キログラム毎立方メートル	kg/m ³	kg/m ³
質量体積 (比体積)	立法メートル毎キログラム	m ³ /kg	m ³ /kg
電流密度	アンペア毎平方メートル	A/m ²	A/m ²
磁界の強さ	アンペア毎メートル	A/m	A/m
(物質量の)濃度	モル毎立方メートル	mol/m ³	mol/m ³
輝度	カンデラ毎平方メートル	cd/m ²	cd/m ²
屈折率	(数の) 1	1	1

表5. SI 接頭語

乗数	接頭語	記号	乗数	接頭語	記号
10 ²⁴	ヨタ	Y	10 ⁻¹	デシ	d
10 ²¹	ゼタ	Z	10 ⁻²	センチ	c
10 ¹⁸	エクサ	E	10 ⁻³	ミリ	m
10 ¹⁵	ペタ	P	10 ⁻⁶	マイクロ	μ
10 ¹²	テラ	T	10 ⁻⁹	ナノ	n
10 ⁹	ギガ	G	10 ⁻¹²	ピコ	p
10 ⁶	メガ	M	10 ⁻¹⁵	フェムト	f
10 ³	キロ	k	10 ⁻¹⁸	アト	a
10 ²	ヘクト	h	10 ⁻²¹	ゼプト	z
10 ¹	デカ	da	10 ⁻²⁴	ヨクト	y

表3. 固有の名称とその独自の記号で表されるSI組立単位

組立量	SI 組立単位		他のSI単位による表し方	SI基本単位による表し方
	名称	記号		
平面角	ラジアン ^(a)	rad		m ² ・m ⁻² =1 ^(b)
立体角	ステラジアン ^(a)	sr ^(c)		m ² ・m ⁻² =1 ^(b)
周波数	ヘルツ	Hz		s ⁻¹
力	ニュートン	N		m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻²
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m ²	m ⁻¹ ・kg ⁻¹ ・s ⁻²
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	J	N・m	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻²
工率、放射束	ワット	W	J/s	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³
電荷、電気量	クーロン	C		s ⁻¹ ・A
電位差 (電圧)、起電力	ボルト	V	W/A	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ ・A ⁻¹
静電容量	ファラド	F	C/V	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁴ ・A ²
電気抵抗	オーム	Ω	V/A	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ ・A ⁻²
コンダクタンス	ジーメン	S	A/V	m ² ・kg ⁻¹ ・s ³ ・A ²
磁束	ウェーバ	Wb	V・s	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・A ⁻¹
磁束密度	テスラ	T	Wb/m ²	kg ⁻¹ ・s ⁻² ・A ⁻¹
インダクタンス	ヘンリー	H	Wb/A	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・A ⁻²
セルシウス温度	セルシウス度 ^(d)	°C		K
光学的長さ	ルーメン	lm	cd・sr ^(c)	m ² ・m ⁻² ・cd=cd
(放射核種の)放射能	ベクレル	Bq	lm/m ²	m ² ・m ⁻⁴ ・cd=m ⁻² ・cd
吸収線量、質量エネルギー当量、カーマ	グレイ	Gy	J/kg	s ⁻¹
線量当量、周辺線量当量、方向性線量当量、個人線量当量、組織線量当量	シーベルト	Sv	J/kg	m ² ・s ⁻²

- (a) ラジアン及びステラジアンの使用は、同じ次元であっても異なった性質をもった量を区別するときの組立単位の表し方として利点がある。組立単位を形作る際のいくつかの用例は表4に示されている。
- (b) 実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号“1”は明示されない。
- (c) 測光学では、ステラジアンの名称と記号srを単位の表し方の中にそのまま維持している。
- (d) この単位は、例としてミリセルシウス度m°CのようにSI接頭語を伴って用いても良い。

表4. 単位の中に固有の名称とその独自の記号を含むSI組立単位の例

組立量	SI 組立単位		SI 基本単位による表し方
	名称	記号	
粘着力のモーメント	パスカル秒	Pa・s	m ⁻¹ ・kg ⁻¹ ・s ⁻¹
表面張力	ニュートンメートル	N・m	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻²
角速度	ニュートン毎メートル	N/m	kg ⁻¹ ・s ⁻²
角加速度	ラジアン毎秒	rad/s	m ² ・m ⁻² ・s ⁻¹
熱流密度、放射照度	ラジアン毎平方秒	rad/s ²	m ² ・m ⁻² ・s ⁻²
熱容量、エントロピー	ワット毎平方メートル	W/m ²	kg ⁻¹ ・s ⁻³
質量熱容量 (比熱容量)、質量エントロピー	ジュール毎キログラム	J/K	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・K ⁻¹
質量エネルギー (比エネルギー)	ジュール毎キログラム	J/kg	m ² ・s ⁻² ・K ⁻¹
熱伝導率	ワット毎メートル毎ケルビン	W/(m・K)	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ ・K ⁻¹
体積エネルギー	ジュール毎立方メートル	J/m ³	m ⁻¹ ・kg ⁻¹ ・s ⁻²
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ ・A ⁻¹
体積電荷	クーロン毎立方メートル	C/m ³	m ⁻³ ・s ⁻¹ ・A
電気変位	クーロン毎平方メートル	C/m ²	m ⁻² ・s ⁻¹ ・A
誘透率	ファラド毎メートル	F/m	m ⁻³ ・kg ⁻¹ ・s ⁴ ・A ²
透磁率	ヘンリー毎メートル	H/m	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・A ⁻²
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・mol ⁻¹
モルエントロピー	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol・K)	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・K ⁻¹ ・mol ⁻¹
モル熱容量	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol・K)	m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻² ・K ⁻¹ ・mol ⁻¹
照射線量 (X線及びγ線)	クーロン毎キログラム	C/kg	kg ⁻¹ ・s ⁻¹ ・A
吸収線量	グレイ毎秒	Gy/s	m ² ・s ⁻³
放射線強度	ワット毎ステラジアン	W/sr	m ² ・m ⁻² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ =m ² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³
放射輝度	ワット毎平方メートル毎ステラジアン	W/(m ² ・sr)	m ² ・m ⁻² ・kg ⁻¹ ・s ⁻³ =kg ⁻¹ ・s ⁻³

表6. 国際単位系と併用されるが国際単位系に属さない単位

名称	記号	SI 単位による値
分	min	1 min=60s
時	h	1h=60 min=3600 s
日	d	1 d=24 h=86400 s
度	°	1°=(π/180) rad
分	'	1'=(1/60)°=(π/10800) rad
秒	"	1"=(1/60)'=(π/648000) rad
リットル	l, L	1l=1 dm ³ =10 ⁻³ m ³
トン	t	1t=10 ³ kg
ネーパ	Np	1Np=1
ベル	B	1B=(1/2)ln10(Np)

表7. 国際単位系と併用されこれに属さない単位でSI単位で表される数値が実験的に得られるもの

名称	記号	SI 単位であらわされる数値
電子ボルト	eV	1eV=1.60217733(49)×10 ⁻¹⁹ J
統一原子質量単位	u	1u=1.6605402(10)×10 ⁻²⁷ kg
天文単位	ua	1ua=1.49597870691(30)×10 ¹¹ m

表8. 国際単位系に属さないが国際単位系と併用されるその他の単位

名称	記号	SI 単位であらわされる数値
海里	海里	1海里=1852m
ノット	ノット	1ノット=1海里毎時=(1852/3600)m/s
アール	a	1a=1 dam ² =10 ² m ²
ヘクタール	ha	1ha=1 hm ² =10 ⁴ m ²
バール	bar	1bar=0.1MPa=100kPa=1000hPa=10 ⁵ Pa
オングストローム	Å	1Å=0.1nm=10 ⁻¹⁰ m
バ	b	1b=100fm ² =10 ⁻²⁸ m ²

表9. 固有の名称を含むCGS組立単位

名称	記号	SI 単位であらわされる数値
エルグ	erg	1 erg=10 ⁻⁷ J
ダイン	dyn	1 dyn=10 ⁻⁵ N
ポアズ	P	1 P=1 dyn・s/cm ² =0.1Pa・s
ストークス	St	1 St=1cm ² /s=10 ⁻⁴ m ² /s
ガウス	G	1 G=10 ⁴ T
エルステッド	Oe	1 Oe=(1000/4π) A/m
マクスウェル	Mx	1 Mx=10 ⁻⁸ Wb
スチルブ	sb	1 sb=1cd/cm ² =10 ⁴ cd/m ²
ホト	ph	1 ph=10 ⁴ lx
ガリ	Gal	1 Gal=1cm/s ² =10 ⁻² m/s ²

表10. 国際単位に属さないその他の単位の例

名称	記号	SI 単位であらわされる数値
キュリー	Ci	1 Ci=3.7×10 ¹⁰ Bq
レントゲン	R	1 R=2.58×10 ⁻⁴ C/kg
ラド	rad	1 rad=1cGy=10 ⁻² Gy
レム	rem	1 rem=1cSv=10 ⁻² Sv
X線単位	X unit	1 X unit=1.002×10 ⁻⁴ nm
ガンマ	γ	1 γ=1 nT=10 ⁻⁹ T
ジャンスキー	Jy	1 Jy=10 ⁻²⁶ W・m ⁻² ・Hz ⁻¹
フェルミ	fm	1 fermi=1 fm=10 ⁻¹⁵ m
メートル系カラット	metric carat	1 metric carat = 200 mg = 2×10 ⁻⁴ kg
トル	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa
標準大気圧	atm	1 atm = 101 325 Pa
カロリ	cal	
マイクロン	μ	1 μ=1μm=10 ⁻⁶ m