

実験技術

放射光粉末回折用長尺ソーラースリットの作製について

平野 誠一, 高田 昌樹

名古屋大学工学部

On the Construction of a Long Solar Slit for Synchrotron Powder Diffraction

Seiichi HIRANO and Masaki TAKATA

Department of Applied Physics, Nagoya University

We present the characteristics of a long solar slit, which has been constructed for synchrotron powder diffraction at BL-3A of the Photon Factory, KEK.

はじめに

共同利用の放射光実験施設(PF)は国の内外の研究機関および民間企業の研究者にとって有用な実験施設として近年益々利用者の増加があると言われている。放射光X線は単に強度の強いX線ではなく、非常に指向性が高いという点で通常の実験室で発生されるX線とは大きく異なっている。そのため、PFでの実験では、放射光ビームの特質をよりよく生かす測定を行うために、既製品の装置では十分でなく、PFでの実験のための独自の装置の作製が必要となる場合が多々ある。粉末X線回折実験では、装置の光学系のデザインも異なったものが必要となる。今回我々は、PF・BL-3Aで放射光による粉末回折実験を行う目的で、長さ300mmの長尺ソーラースリットを作製しその評価を行った。作製に当たってはかなり高度な工作精

度が要求される。現在のところ、このような高分解能の長尺ソーラースリットは製品としては存在しない。そこで名古屋大学工学部応用物理学科工作室で独自に製作を行った。本稿では作製方法、作製過程で派生した問題点、及び、放射光実験施設(PF)で行われた性能評価の結果について報告する。

1. デザイン及び作製方法

実験室系の粉末回折実験で用いられる光学系は集中光学系であるが、平行性の高い放射光をX線源とする粉末回折実験は、平行ビーム法に基づく光学系の回折装置を用いることになる。この平行ビーム光学系を作るのに重要な役割を果たすのがソーラースリットである。図1に光学系の概念図を示す。粉末回折装置の分解能はこのソーラース

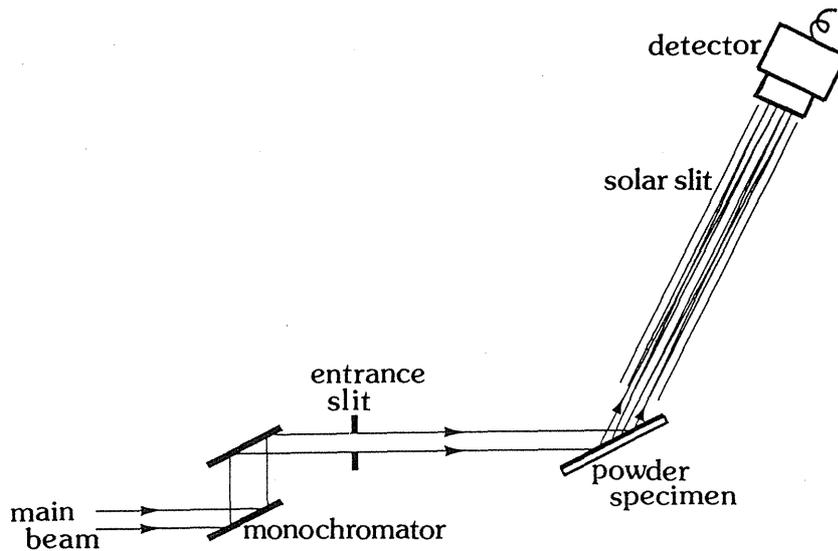


Fig.1 Plane view of an optical system with the use of a solar slit.

リットの開口角によって決まる単純な光学系であることがわかる。既に海外の放射光実験施設では実際に使われており、その開口角はいずれも0.1度以下のものである^{1, 2)}。このような小さな開口角を得るためには、例えば、スリットの間隔を0.1～0.2mm程度にし、スリットの長さを300mmと長くする必要がある。

今回ソーラーズリットをデザインするにあたって、以下の事について検討を行った。

1. 角度分解能の目標をいくらに設定するか
2. その際、十分な強度を得られるかどうか
3. 工作精度的に作製可能かどうか

これらの点について協議し検討した結果、次の2種類のソーラーズリットを作製することにした。

	スリット幅	スリット幅	開口角
スリットA	0.2mm	300mm	0.076°
スリットB	0.1mm	300mm	0.038°

スリットAは強度、分解能とも現実的なもの、そして、スリットBは工作精度限界に近いデザインで高分解能を目指すものである。

またスリット板の厚さはスリット幅より小さく、できるだけ測定強度のロスを少なくするため厚さを0.05mmとすることにした。

1) スリットの作製方式

ソーラーズリットの作製方法としては現在おもに次の2つの方式が行われている。

① 溝加工方式

枠組みされた箱の両側の板に、フライス盤及びワイヤー放電加工機により、溝加工を行い、スリット板を加工したその溝に挿入して、スリットを作る方式。

② 積み重ね方式

枠組みされた箱の中にスリット板と両側にスペーサを交互に重ね、最後に上部の蓋をする方式。

今回は②の積み重ね方式を用いた。理由はスリットの長さが長尺(300mm)であり、そのうえスリット板の厚さが0.05mmと薄いため、溝の機械加工が過去の経験から、きわめて困難であると予想されたこと。そのうえ溝の間隔が0.1mmと0.2mmと狭く仮に機械加工が出来たとしても薄いスリット板を無傷で溝の中に入れて組み立てることは非

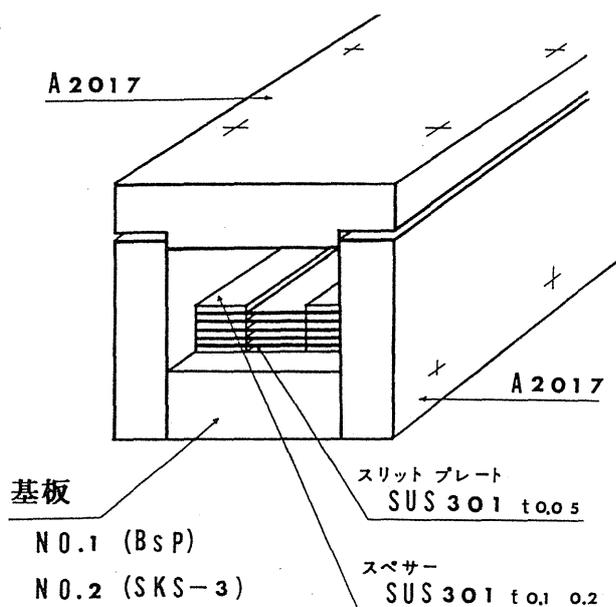


Fig. 2 Solar slit with piling up the plates.

常にむずかしいと判断したためである。図2に積み重ね方式の概略図を示す。

2) スリット板の加工

通常スリットの材質としてはタンタルがよく使われるが、タンタルの薄板は変形し易く今回の様な長尺のスリット板の平行性を保つのが困難である。そこで材料として延性のあるSUS301(ステンレス バネ鋼)を採用した。スリット板切り出しに際しては、足踏切断機で切断すると大きくバリが出て、積み重ねたスリット板の厚さ不均一の原因となる。そこでワイヤー放電加工機で切り出しを行ったところ、スリット板の厚さ誤差を $\pm 1 \mu\text{m}$ の精度で仕上げることが出来た。

3) 基板の加工

積み重ね方式のソーラー slit ではスリット板及びスペーサーの厚さ誤差も精度上重要であるが、スリットの基板の平行直線精度はスリットの性能を決定する最も重要なものである。スリット基板には加工性のよい真鍮板を使用し、フライス盤で慎重に加工した。最小目盛り $1 \mu\text{m}$ のダイヤ

ルゲージを用いて精度の計測を行ったところ最大 $7 \mu\text{m}$ 程度の凹面で仕上がっていることがわかった。

4) ソーラー slit の組立

以上のようにして作製したスリット板を基板の上にスペーサーと共に積み重ねてソーラー slit を組み立てた。スリット板の自重によるたわみ等を考慮しソーラー slit の有効窓は $8 \times 12\text{mm}$ とした。スリット及びスペーサーの数はスリットBの場合を例にとると合計242枚となる。最後に上蓋をネジ止めする際は、締めすぎると基板に曲げモーメントを与えることになり、スリットが平行に並ばなくなるので、それを防ぐためにネジの締付力を 8kg/cm に設定し、平均にネジが締まるようにトルクレンチを使用して組立を行った。

2. ソーラー slit の性能評価

作製したソーラー slit は高エネルギー物理学研究所放射光実験施設BL-3Aの大型6軸回折計³⁾に取りつけてテスト測定を行った。ソーラー slit は図1のように配置した。粉末試料にはNBSの強度標準試料である CeO_2 を用いた。図3に220反射のプロファイルを示す。一見してわかるように低角側でプロファイルが乱れサブピークの様なものが見れていることがわかる。この様なプロファイルでは精度のよい解析を行うことが出来ず、粉末回折装置としては使えない。このサブピークの原因を明らかにするため、ソーラー slit のユニットを上下逆にしてみたところ、サブピークが今度は高角側に現れた。よってソーラー slit の平行直線性の精度に問題があることが判明した。この精度を決める基板の平坦性は確かに凹型になっているが $7 \mu\text{m}$ 程度の収差では計算上サブピークはプロファイルに埋もれてしまい影響は明確に現れないはずである。そこで三豊製3次元測定機で基板の平坦性の高精度計測を行っ

た。その結果を図4に示す。横軸は基板の位置、縦軸は基板の凹凸を表している。図に見られるように最大40 μm もの凹型になっていることが分か

標準試料 CeO_2 (220) の測定

カウント (任意のスケール)

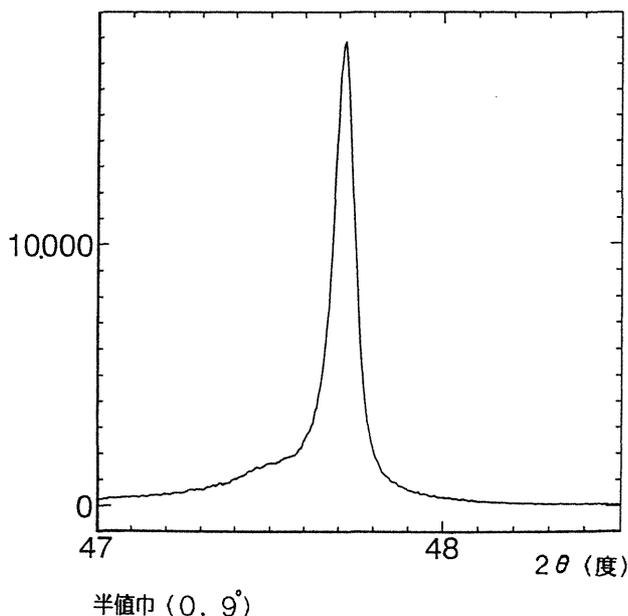


Fig.3 Intensity profile of (220) Bragg reflection from powder CeO_2 with the use of a solar slit which is made of the plates processed by a fraise.

った。この結果から予測されるサブピークの位置は図3の結果と一致し、プロファイルの乱れが基板の平行直線精度に起因することが明らかになった。フライス盤での計測結果が大ききずれを出した原因としては

- (i) 切削加工及び計測に使用した、フライス盤自身の持つ特性 (精度)
- (ii) 切削時に発生する熱の影響などによる変形が、考えられる。

3. ソーラーズリットの改良

1) 基板の再加工

ソーラーズリットを改良するためには基板の直線平行性の向上を図らなければならない。まず、基板の材質をSKS-3種 (合金, 工具鋼) に変更した。その理由は鋼の組織が緻密で、且つ加工性がよく経年変化が少ない点が挙げられる。加工方法については、基板の平行直線精度をスリット全長で数 μm 以下に仕上げるため下記の方法を新たに採用した⁴⁾。

- ④ 機械加工…仕上げ代0.5mmを残して加工。

基板の精度測定

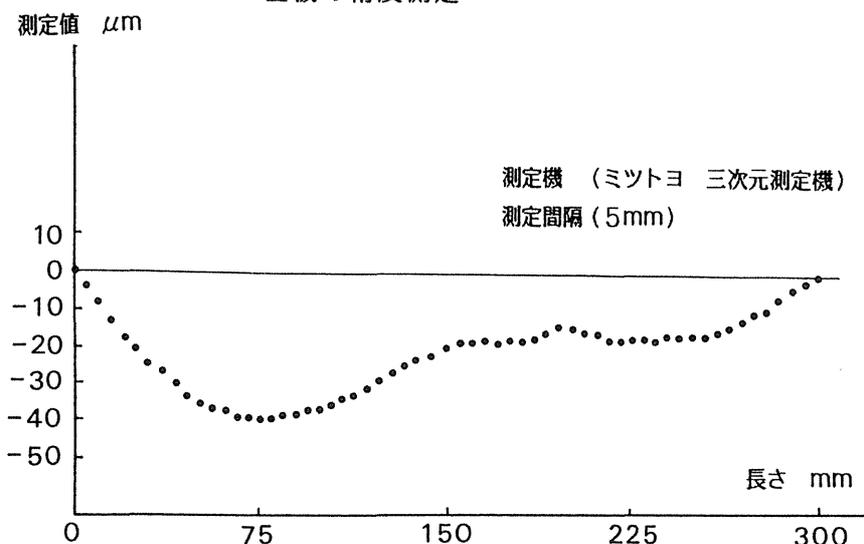


Fig.4 Measurement of an accuracy on parallel of a plate which was processed by a fraise.

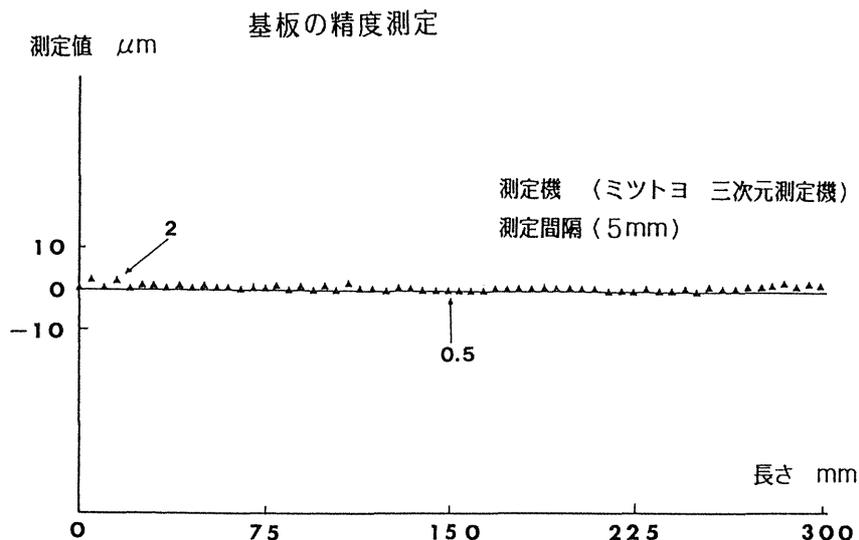


Fig.5 Measurement of an accuracy on parallel of a plate with subzero treatment and parallel grinding.

- ② 焼き入れ…850℃より油焼き入れ。
- ③ 焼き戻し…180℃の油中で3時間おき、1時間かけて室温に戻す。
- ④ サブゼロ処理……メタノールを入れた槽中に焼き入れ部品を浸漬し、ドライアイス投入し徐々に温度を-80℃程度まで冷却する。低温で約2時間保持し、その後2時間かけゆっくり室温に戻す。この処理により対摩耗性及び焼き入れ硬さが増し、部品の経年変化を小さく安定させることが出来る。
- ⑤ 平面研磨…平面研磨盤による研削加工。
- ⑥ ラップ仕上げ…ダイヤモンド微粉にて数μm程度の凹凸をとる。

以上の過程を経て製作したスリット基板を、再び3次元測定機にて計測したのが図5である。図より分かるように図4に比べて基板の直線平行性は格段に向上し、全長300mmで直線性のずれは2.5μm以下に仕上がっていた。長さ500mmのストレートエッジの平行直線性が5μmであることを考えれば満足のいく結果であるといえる。

2) 改良型ソーラスリットの評価

以上のようにして改良されたソーラスリットを用いて再び放射光実験施設で粉末回折実験を行い性能テストを行った。その結果を図6に示す。粉末プロファイルのサブピークは完全に消え、対称な美しいプロファイルが得られており改良が成功したことがわかる。スリットA、Bの性能評価の結果を比較のため単スリットの結果と共に積分強度、半値幅について表1に示した。まず単スリットとソーラスリットを比較すると半値幅は1/2以下になって、開口角とほぼ同程度になっており分解能は格段に向上しているのが分かる。スリット間隔0.2mmの場合は、ソーラスリットを用いると通常の単スリットを用いた場合よりも積分強度が増加する。それに対し0.1mmの場合は積分強度は0.2mmの結果から見積られる強度よりも大幅に減少している。これは、今回作製した0.1mmソーラスリットの平行性の精度の悪さ等の理由により、強度を失った結果と思われる。この点は今後改良の余地がある。しかしながら、放射光が非常に強度の高い線源であることにより、0.1mmソーラスリットでも十分な強度を観測でき実用

的には問題がない。むしろ、0.2mmソーラースリットでは、試料によってはカウンターによる数え落しの心配が生ずるほどである。

以上の結果、PF・BL-3Aの大型6軸回折計は、このソーラースリットを用いることにより、

粉末X線回折装置としても、世界的レベルに達した装置となることが判明した。本装置を用いて既にいくつかの試料によって測定が行われ成果が出つつある⁵⁾。写真1はソーラースリットによる測定の様子を写したものである。

今回作製してソーラースリットは分解能としては、一応満足の行くものとなったが、今後は更に高分解能で十分な強度が得られるソーラースリットの開発を続けていきたいと思っている。

標準試料CeO₂ (220)の測定

カウント (任意のスケール)

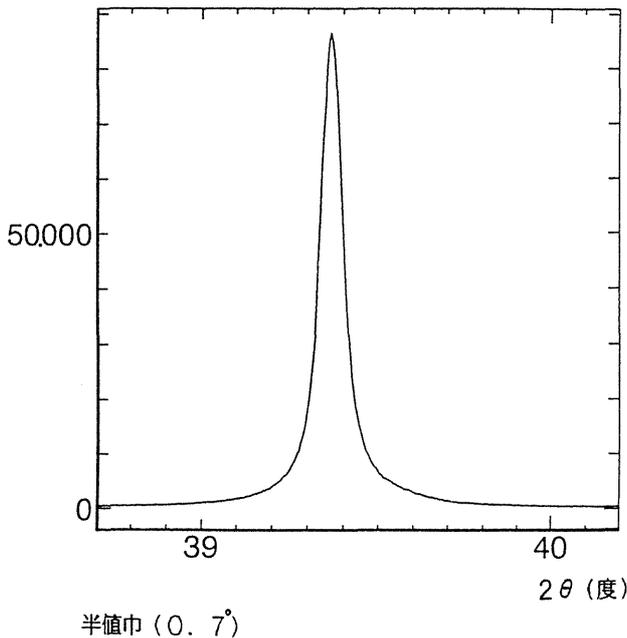


Fig.6 Intensity profile of (220) Bragg reflection from powder CeO₂ with the use of a solar slit which is made of the plates with subzero treatment and parallel grinding.

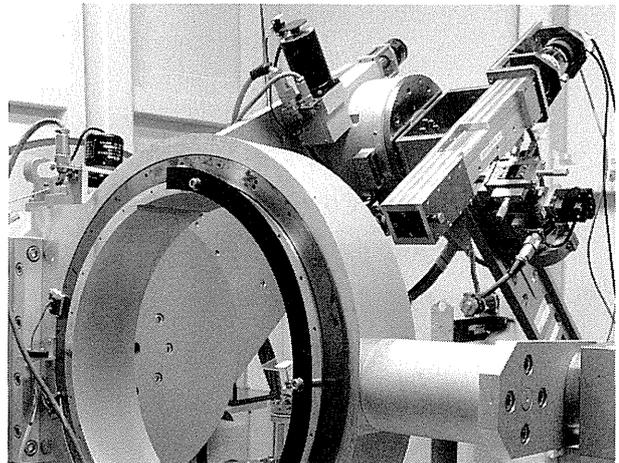


Photo 1 Solar slit installed on the six-circle diffractometer at BL-3A of the Photon Factory.

Table 1 Integrated intensity and full width at half maximum of (220) Bragg reflection from powder CeO₂ for four types of solar slits.

	間隔	積分強度	半値幅
単スリット	0.1 mm	894	0.14°
	0.2	1924	0.14
ソーラースリット	0.1 mm	227	0.05°
	0.2	2429	0.07

積分強度 (任意のスケール)

4. おわりに

今回のソーラースリットの開発は工作室の技術職員と研究者間の密接な議論により改良を行い成功した事例の一つである。最近の研究者は新しい装置作りに興味を持つ人が極端に少なくなり、実験装置は作るものではなく購入するものとの、考え方が広まっている様に思える。理論家でも実験装置を購入すれば、すぐに実験が出来る時代になってきていることも事実である。しかし、一工夫も二工夫も加えた独自の装置からは既成の装置には出せないオリジナルな成果が得られると、長年装置作りに携わってきた者として、現在も確信している。装置作りには10年、20年といった長い期間にわたる経験と、広範な専門的な知識が要求される。技術職員と研究者とが一丸となって新しい発想の実験装置作りに当たることが、大学の工作室の使命であると思う。そのためにも後継者としての若手技術職員の絶えまない育成が望まれる。

謝辞

スリット基板の平行直線性の精密測定は静岡理

工大学工作センターの三豊製3次元測定機を使わせて頂いた。ご協力頂いた同センターの技術課長行平憲一氏に感謝します。また、PF・BL-3Aでの実験に協力して頂いた佐々木聡氏（東京工業大学工材研）、森丈晴氏（放射光実験施設）に感謝致します。

最後にここに述べたソーラースリットを用いた粉末回折計の重要性を当初から指摘され終始貴重なご助言を頂いた坂田誠先生（名古屋大学工学部）に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) W. Parrish and M. Hart: Zeit. Krist., **179**, 161 (1987).
- 2) R. J. Cernik, P. K. Murray, P. Pattison & A. N. Fitch: J. Appl. Cryst., **23**, 292 (1990).
- 3) S. Sasaki, et al.: Rev. Sci. Inst., **63(1)** 1047 (1992).
- 4) 日本金属熱処理工業会：「新版熱処理技術入門」, 日本熱処理技術協会
- 5) 高田昌樹, 木曾野正篤, 平野誠一, 坂田誠, 佐々木聡, 森丈晴：第5回放射光学会予稿, 平成5年5月。

