

四連装 PILATUS の較正と二次元データの一次元化（1）

名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター

井田隆

1. はじめに

1-1 背景

AichiSR BL5S2 粉末回折実験ステーションの供用開始当初、半径 265.4 mm（弧長 0.005 mm が 0.01° に相当する）の円筒型デバイシェラーカメラと平面型半導体二次元検出器 PILATUS 100K 1 台が提供されていたが、2015 年度から PILATUS 100K 検出器が 3 台追加され、半導体二次元検出器が四連装化された。これらの検出器を調整、較正する手順を最適化することは重要である。しかしながら現時点で既にこの粉末回折測定装置の利用希望は多く、「装置スタディを進めるためのまとまった時間」を確保することが困難である。当面は暫定的に運用を進めながら合理的な解析手順について検討をしていくこととする。

1-2 調整と較正の考え方

PILATUS 検出器の調整および較正の際に重要となることは、検出器ごとに以下の 3 つの事項、4～6 パラメータを効率良く確実に求めることである。

- (1) カメラ長 R ：円筒型あるいは球面型検出器を用いるのではなく、平面型二次元検出器を採用したことの動機の一つが、カメラ長可変を前提とする考え方に基づくことを強調したい。本回折測定システムの基本デザインは、1000 mm から 170 mm までの範囲の任意のカメラ長を選択しうる環境を提供することにより、高角度分解能測定と迅速測定のいずれの要求にも対応することを目的としている。カメラ長を変更した場合には、原則的になんらかの方法でこれを較正することが必要となる。しかし円錐面と平面との交線は円あるいは楕円、直線、放物線、双曲線のいずれかになり、解析幾何学的な表現が二次式でしかないのが容易に解ける。これと比較すると円筒面や球面では方程式の次数が高くなり、二次元検出器による測定を実施する際に最も基本的な情報となる「カメラ長」の較正でさえもかなり困難になるということを知るべきである。
- (2) 原点位置 X_0, Y_0 ：仮想的に検出器が 0° の位置に置かれた場合に、ダイレクトビームの中心が検出器のどの位置にあたるかを知る必要がある。また位置の精度としては当面の目標として 0.1 pixel 程度の精度を要求することとする。これは半導体素子の製造プロセスで用いられるステッパと呼ばれるマシンの精度、あるいはモノリシック素子をアSEMBルする際の現状の精度の限界なども考慮して、これ以上の精度を要求しても経済的なコストが見合わないであろうという推測に基づく。

(3) 検出器の傾き：正方格子状にピクセルが配置された PILATUS 検出器の場合，回折角 90° 付近ではデバイシェラー環が検出面上に直線状に投影され，検出器を厳密に水平あるいは垂直に設置するとピクセルの間隔の隙間に対応する特定の回折角に対応するデータが欠落する。BL5S2 装置の PILATUS 四連装化の際には，これを避けるために意図的に検出器を傾（かし）げて使用すること *intensional inclination* を想定した機械設計を行った。この傾げ角 Ψ も，適宜較正実験に基づいた補正值を求めて使用することを前提とする。ただし，平面ピクセル型検出器の傾きには Fig. 1.1 に模式的に示すように 3 通りの要素 (i) 頷き *nodding*, (2) 振り *shaking*, (3) 傾げ *inclination* があることには注意しておくべきである。この 3 つの回転は立体の向きを表現する 3 つのオイラー角 *Eulerian angles* として理解することもできる。このうちで二次元粉末回折強度データ処理の際に最も影響の強い（一次のずれとして現れる）のが傾げ角 *angle of inclination* Ψ である。頷き角 *nodding angle* $\Delta 2\Theta$ は，ゴニオメーター角度 2Θ と検出器原点位置 (X_0, Y_0) とに従属する関係にある。振り角 *shaking angle* Φ_P は影響が最も弱いと予想される。これは概ね Debye-Scherrer 環の接線方向に沿ったずれに対応し，一次元化されたデータへの影響は副次的なものではないとみなせるからである。

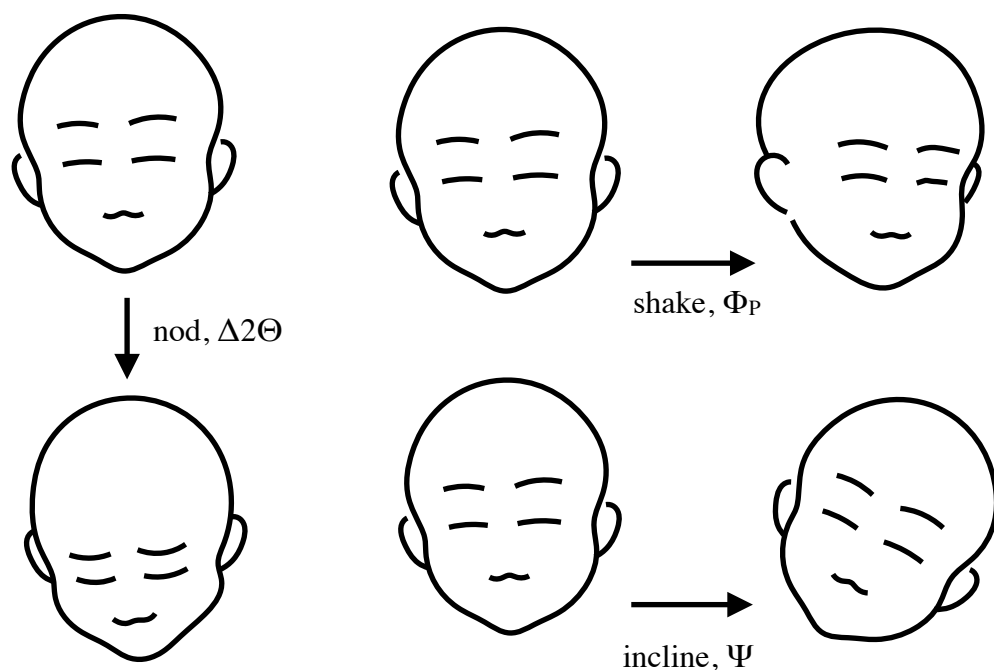


Fig. 1.1 Schematic illustration of the three types of rotation by Eulerian angles.