

# Bragg-Brentano 型粉末回折装置の試料位置ずれの実測

## 1. はじめに

Bragg-Brentano 型粉末回折測定では、粉末試料あるいは平板状の焼結体試料の表面は厳密にゴニオメータの回転軸と一致させなければならない。ゴニオメータ半径  $R$ 、回折角  $2\Theta$  のとき、試料面の法線方向に沿った位置が正しい位置から  $\Delta S$  ずれていれば、

$$\Delta 2\Theta = \frac{2\Delta S \cos \Theta}{R} \quad (1.1)$$

と表される角度のずれが生じる（参考資料）。例えば、 $R = 150 \text{ mm}$ 、 $2\Theta = 20^\circ$ 、 $\Delta S = 0.1 \text{ mm}$  とすれば、

$$\Delta 2\Theta = \frac{360^\circ}{\pi} \times \frac{0.1 \text{ mm} \times \cos(20^\circ \times \pi/360^\circ)}{150 \text{ mm}} \approx 0.075^\circ$$

となり、十分に検出可能なずれとなる。粉末試料の性状によっては、試料ホルダに充填して圧力を解放した時に、粉末の嵩が膨れて表面の位置を正確に合わせづらい場合もある。調製した試料表面の位置がどの程度ずれているかは、実測によって求めることが望ましい。

## 2. 装置

小型赤色レーザー (STI, MMP-670-1-D) を光源として使い、画像の撮影には 200 万画素 ( $1600 \times 1200 \text{ pixel}$ ) の USB カメラ (ELECOM, UCAM-C520 FBBK) を用いた。

Figure 1 にレーザー光源を粉末回折装置 (Rigaku MiniFlex 600-C) の「散乱プロテクタ」に固定して撮影した写真を示す。Figure 1 中の角度値は画像から求めた目安の値であり、仕様上は X 線の入射視射角  $6^\circ$ 、出射視射角  $6^\circ$ 、試料面は水平とされる。Figure 1 から、赤色レーザー光の試料に対する入射視射角は概ね  $15^\circ$  と見積もられる。

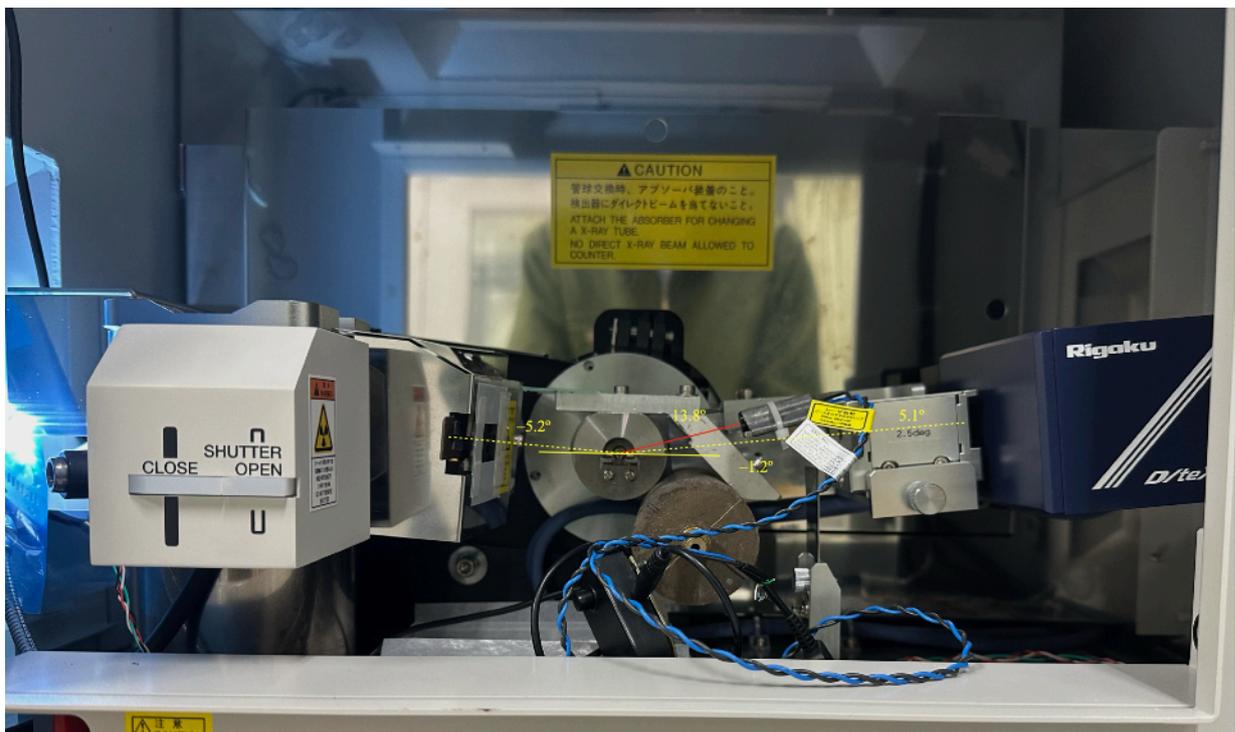


Figure 1 散乱プロテクタに装着された小型赤色レーザー光源

### 3. 画像解析

装置 (Rigaku MiniFlex 600-C) の付属品である Si 焼結体ディスクの装着された「セッティング治具」を「標準試料台」に設置した。「標準試料台」と「セッティング治具」の組み合わせでは横方向に可動域が存在するが、「セッティング治具」は下流側の端に寄せた。

試料を面直方向にずらすために、隙間ゲージ (Niigata Seiki, Thickness Gauge, S172MA) の 0.10 mm, 0.20 mm リーフを「標準試料台」の基準面と「セッティング治具」の間に挿入しスペーサとして用いた。

MS Windows 10 の「カメラ」アプリにより USB カメラの画像を JPEG ファイル (\*.jpg) として記録した。macOS の「プレビュー」アプリで開き、「スクリーンショット」アプリで必要な範囲を選択して PNG ファイルとして保存した。スペーサを挿入しない状態と 0.10 mm, 0.20 mm スペーサを挿入した状態で記録された画像を Figure 2 に示す。

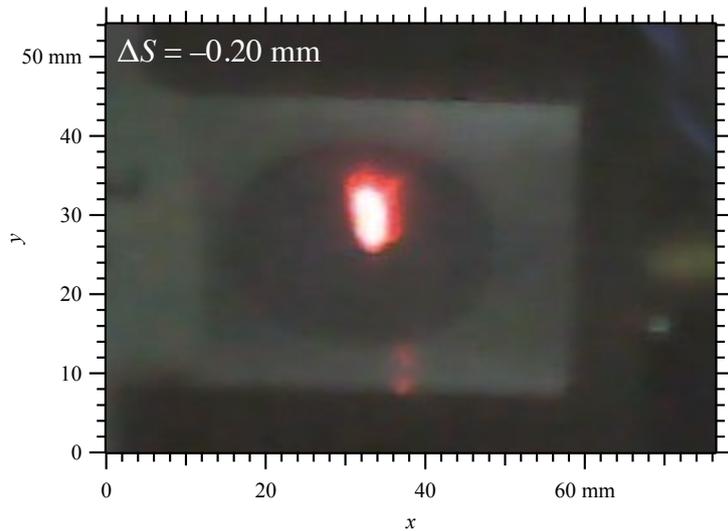
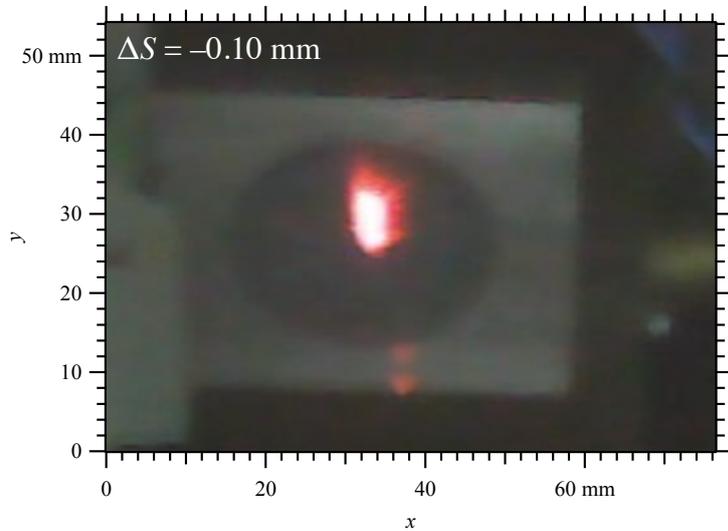
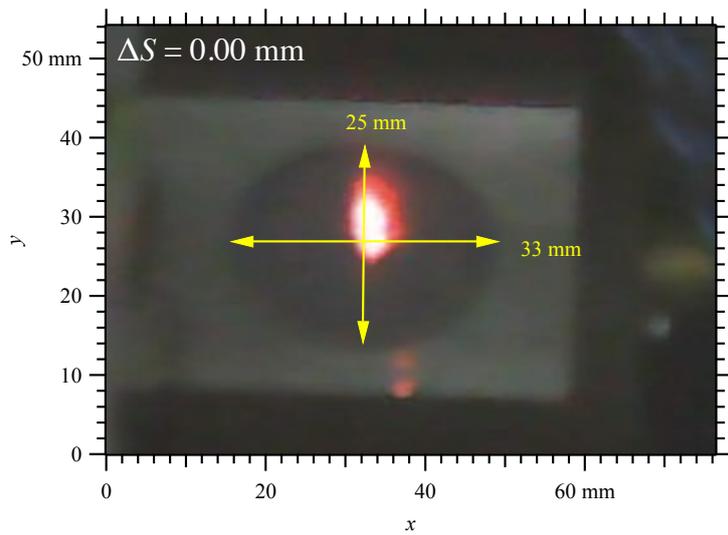


Figure 2 スペーサを挿入せずに赤色レーザーを投射して撮影されたセッティング治具の画像と、0.10 mm, 0.20 mm スペーサを挿入して撮影された画像

Si 焼結体ディスクは直径約 24 mm の円筒形状だが、スクリーン画像では左右方向に 33 mm、上下方向に 25 mm の楕円状に見える。このことからカメラから焼結体を見下ろす

角度（俯角）は  $(180^\circ/\pi) \arcsin(25/33) \approx 49^\circ$  と推定され、画像の倍率は  $33/24 \approx 1.375$  倍と見積もられる。

以下の作業はグラフ描画ソフトウェア (Wavemetrics, Igor Pro 9) を用いて行った。

画像を PNG 形式で読み込み、RGB チャンネルのうち R チャンネルの強度に以下の数式で表される二次元ガウス型関数を当てはめた。ただし  $b$  は背景強度、 $s$  はピーク強度、 $x_0$  と  $y_0$  はピーク中心位置の  $x, y$  座標、 $w_x$  と  $w_y$  は  $x, y$  軸方向に沿った広がりを意味する。

$$f_{2D-G}(x, y) = b + s \exp \left[ -\frac{(x - x_0)^2}{w_x^2} - \frac{(y - y_0)^2}{w_y^2} \right]$$

最適化されたパラメータの値を [Table 1](#) に示す。

Table 1 レーザースポット強度に当てはめた二次元ガウス型関数の最適化されたパラメータ

$\Delta S$ (mm)	$b$	$s$	$x_0$ (mm)	$y_0$ (mm)	$w_x$ (mm)	$w_y$ (mm)
0.00	64.11	231.36	33.75	30.16	3.63	6.05
-0.10	65.18	228.86	33.75	30.51	3.71	5.84
-0.20	60.90	234.22	33.68	30.93	3.93	5.64

[Figure 3](#) に当てはめ処理の結果を示す。

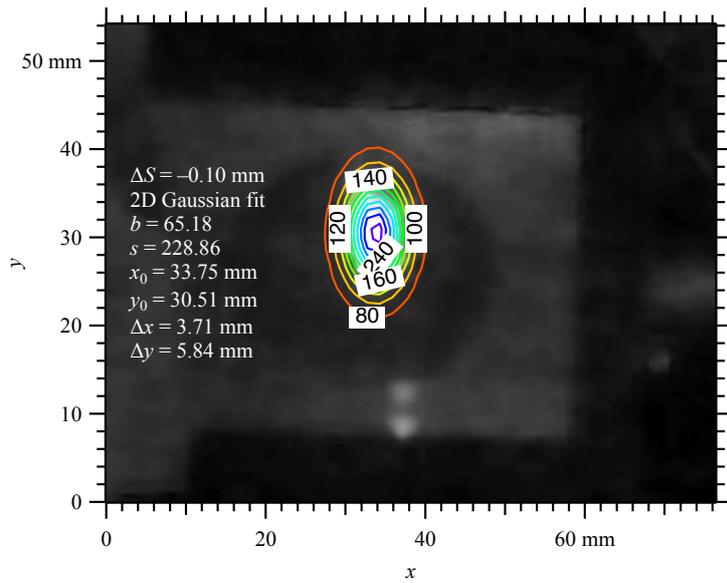
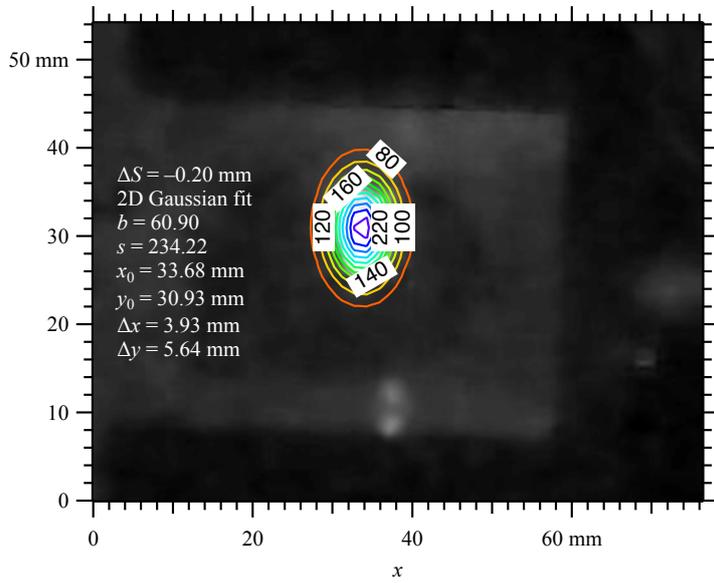
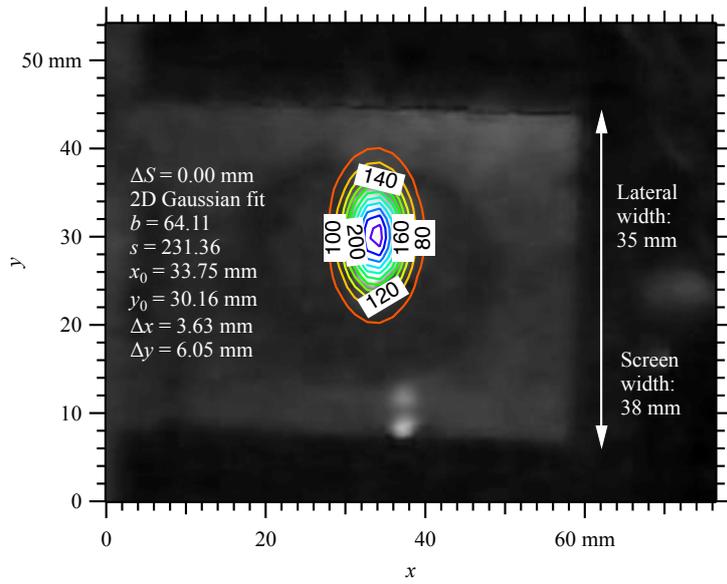


Figure 3 二次元ガウス型関数の当てはめの結果

Figure 4 にフィッティングにより得られた二次元ガウス型関数の画像上下方向の中心位置  $y_0$  を試料位置ずれ  $\Delta S$  に対してプロットしたグラフを示す。Figure 4 中の  $\Delta S$  方向へのエラー・バーは  $\pm 0.01$  mm に相当する長さを表す。

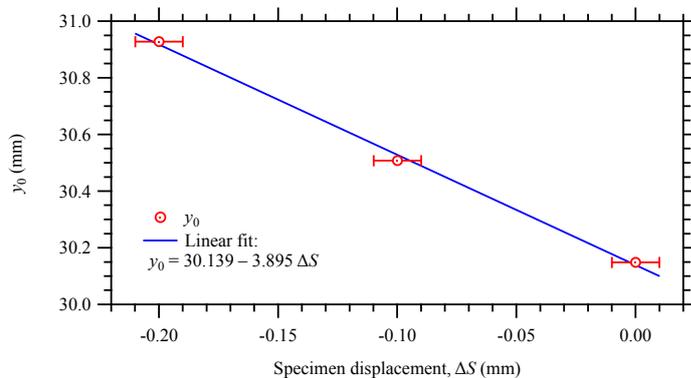


Figure 4 試料位置ずれ  $\Delta S$  による二次元ガウス型関数の画像上の中心位置  $y_0$  の変化

Figure 4 は直線を当てはめた結果であり、小型レーザーと USB カメラを用いて 0.01 mm 程度の精度で試料位置のずれを計測できることが期待される。

レーザーの入射視射角  $15^\circ$ 、カメラの俯角  $49^\circ$ 、倍率 1.375 倍とすれば、試料位置ずれの  $\Delta S = 0.10$  mm は画像上では  $(0.10 \text{ mm}) / \tan 15^\circ \times \sin 49^\circ \times 1.375 \approx 0.387$  mm となると予想され、線形フィッティングの係数が 3.895 となったことと矛盾しない。

コード1：二次元ガウス型関数の Igor Macro コード

```
Function fFitGaussian2D(w,x,y):FitFunc
    wave w
    variable x,y
    variable back = w[0]
    variable stren = w[1]
    variable locx = w[2]
    variable locy = w[3]
    variable wx = w[4]
    variable wy = w[5]
    variable ans
    ans = exp(-((x-locx)/wx)^2-((y-locy)/wy)^2)
    ans *= stren
    ans += back
    return ans
End Function // fFitGaussian2D(w,x,y):FitFunc
```

コード2：RGB チャンネルから R チャンネルを二次元配列として取り出す Igor Macro コード

```
Function PickRed(wave w,string sWave)
    variable nx=dimsize(w,0),ny=dimsize(w,1)
    variable dx=dimdelta(w,0),dy=dimdelta(w,1)
    variable offsetx=dimoffset(w,0),offsety=dimoffset(w,1)
    MAKE/D/O/N=(nx,ny) $sWave
    WAVE wxy=$sWave
    SetScale/p x offsetx,dx,"m",wxy
    SetScale/p y offsety,dy,"m",wxy
    variable ix,iy
    For(ix=0;ix<nx;ix+=1)
        For(iy=0;iy<ny;iy+=1)
```

```
        wxy[ix][iy]=w[ix][iy][0]
    EndFor //(iy=0;iy<ny;iy+=1)
EndFor //(ix=0;ix<nx;ix+=1)
End Function // PickRed(wave w,string sWave)
```