

De Jong-Bouman Camera를 이용한 振動寫眞을

撮影하기 爲하여

結晶方向을 速히 맞추는 方法

徐日煥, 李珍昊, 林星秀, 柳保盈, 朴晶蘭
忠南大學校 物理學科, 大田 305-764

A Quick Adjustment Method for Crystal Orientation in Oscillation Photography using de Jong-Bouman Camera

Il-Hwan Suh, Jin-Ho Lee, Sung-Su Lim, Bo-Young Ryu and Jeong-Ran Park
Department of Physics, Chungnam National University, Daejeon 305-764

抄 錄

De Jong-Bouman camera를 이용한 振動寫眞術에서 試料의 方向修正方法의 理論이 論議되었다. 赤道線으로부터 0th layer의 回折斑點들의 偏差를 재어서 加하고 減하면 그들의 各各이 水平 및 垂直 arc의 修正分이다.

Abstract

A convenient crystal orientation method for oscillation photography using de Jong-Bouman camera is presented. The method involves the measurement of the deviations of reflection spots of 0th layer from the equator. These deviations are added or subtracted

to give the horizontal and vertical arc corrections.

1. 序 論

1960年代初에 4-軸 單結晶 回折計가 出現하기 前에는¹⁻²⁾ 모든 結晶構造가 寫眞法으로 測定된 回折強度로써 研究되었으며 現在도 結晶質의 調査, 單位胞常數의 決定, 消滅法則, 空間群의 決定等 豫備實驗에 寫眞法이 널리 使用되고 있다.

De Jong-Bouman camera(Fig. 1)와 Buerger precession camera(Fig. 2)를 聯合한 것이 reciprocal lattice explorer 인데 이 裝備를 利用하면 goniometer에 設置한 一個의 單結晶을 가지고 그의 空間群을 決定하는데 必要한 모든 寫眞을 撮影할 수 있어 매우 有用하며³⁻⁵⁾ de Jong-Bouman

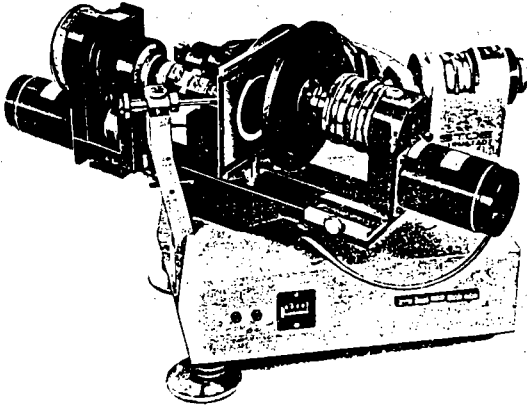


Fig. 1. De Jong-Bouman camera

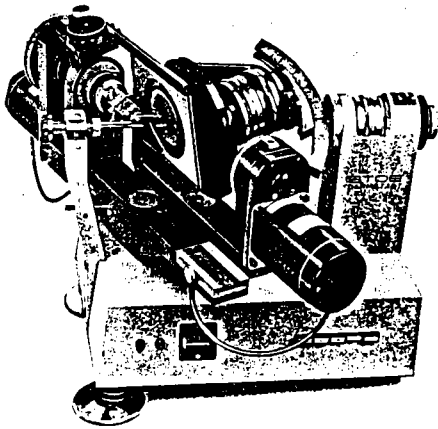


Fig. 2. Buerger Precession camera

寫眞이나 Buerger寫眞은 逆格子面의 똑바른 像을 주기 때문에 寫眞의 說明이 容易하다.

Reciprocal lattice explorer를 利用하여 de Jong-Bouman X-線 寫眞을 撮影하기 爲하여는 第一먼저 結晶의 方向을 맞추어야하므로 이에 對한 많은 方案이 發表되었다^{3,6)}.

本 論文에서는 de Jong-Bouman 寫眞을 撮影하기위하여 結晶方向을 맞추는 보다 便利한 方法을 提示하였다.

2. 結晶方向의 修正

De Jong-Bouman 寫眞을 撮影하기 爲하여는 結晶의 軸이 回轉軸과 一致하여야한다. Goniometer에 固定시킨 結晶의 方向의 작은 偏差의 效果는 Figs. 3a와 3c에서 보인 바와같이

回轉軸을 包含하며 X-線 beam에 나란한 面(A)와 X-線 beam에 垂直한 面(B)의 方向偏差 때문이라고 생각할 수 있다. Arc角의 修正計算을 簡單하게 하기 爲하여는 먼저 goniometer의 arc들이 이 面에 나란하도록 設置되어야 한다.

萬一, 結晶이 한軸(例 a-軸)에 對하여 振動한다면 逆格子의 定義에 依하여 (0k) 點들은 振動軸에 垂直하며 한 Ewald圓의 平面 L內에 配列되어있다.

De Jong-Bouman camera에서는 film桶이 flat plate形態이고 film의 半徑은 60mm이며 機械的인 制限때문에 試料로부터 film까지의 距離를 30mm 보다 더 가까이 할 수 없으므로 film에 記錄되는 0th layer의 回折點點들은 逆格子의 原點을 基準하여 direct beam으로부터 63.4° [$=\tan^{-1}(60/30)$]에 該當하는 Ewald圓의 弧를 지나는 逆格子點들이다.

逆格子는 恒常 結晶과 提携되어 있기 때문에 結晶이 기울어지면 逆格子도 기울어 진다. "-" 符號는 反時計方向이고 "+" 符號는 時計方向이라 約定하면, Figs. 3a와 3c는 0th layer의 Ewald圓이 正確한 位置인 L面으로부터 $-\Delta^\circ$ 만큼 偏差되어 있는 K面에 있는것을 보이는데, 이 그림에서 OMN面만이 X-線 beam에 垂直하므로 K面과 L面の 사이角은 $\Delta rad = (MN/R)$ 로 計算되며 direct beam으로부터 45° 位置에 있는 OM'N'面에 對하여는 $M'N' = MN/2$ 이므로 $(M'N'/R) = (\Delta/2)rad$ 의 關係가 成立한다. 여기서 半徑을 $R = 57.3mm$ 로 擇하면 mm單位로 進M'N' 값은 그 값에 角度單位를 붙인것과 같은데 이 값은 K面과 L面 사이角의 半이다:

$$\frac{M'N' \text{ mm}}{57.3 \text{ mm}} \times \frac{57.3^\circ}{rad} = M'N'^\circ = \left(\frac{\Delta}{2}\right)^\circ$$

Figs. 3b와 3d의 P點은 試料의 位置를 基準하여 X-선 beam과 45° 를 이룬 film內의 點이다. 試料로부터 P點까지의 距離를 57.3mm로 하기 爲하여는 試料로부터 film까지의 距離와 Figs. 1b와 1d의 OP距離가 共히 40.5172mm 이어야한다.

2.1. 垂直 arc 誤差補正

垂直(V) arc가 $-\Delta_v^\circ$ 만큼 偏差되었다면 작은 角度(約 30°)의 振動寫眞인 그림 3b의 中心 O에서 40.5mm 떨어진 點 P에서 進 上半의 PQ는 $+(\Delta_v/2)mm = +(\Delta_v/2)^\circ$, 下半의 PQ는 $-(\Delta_v/2)mm = -(\Delta_v/2)^\circ$ 일것이다.

이를 修正하기 爲하여 다음같이 計算한다.

$$\begin{aligned} (+\Delta_v/2)^\circ + (-\Delta_v/2)^\circ &= 0 \\ (+\Delta_v/2)^\circ - (-\Delta_v/2)^\circ &= \Delta_v^\circ \end{aligned}$$

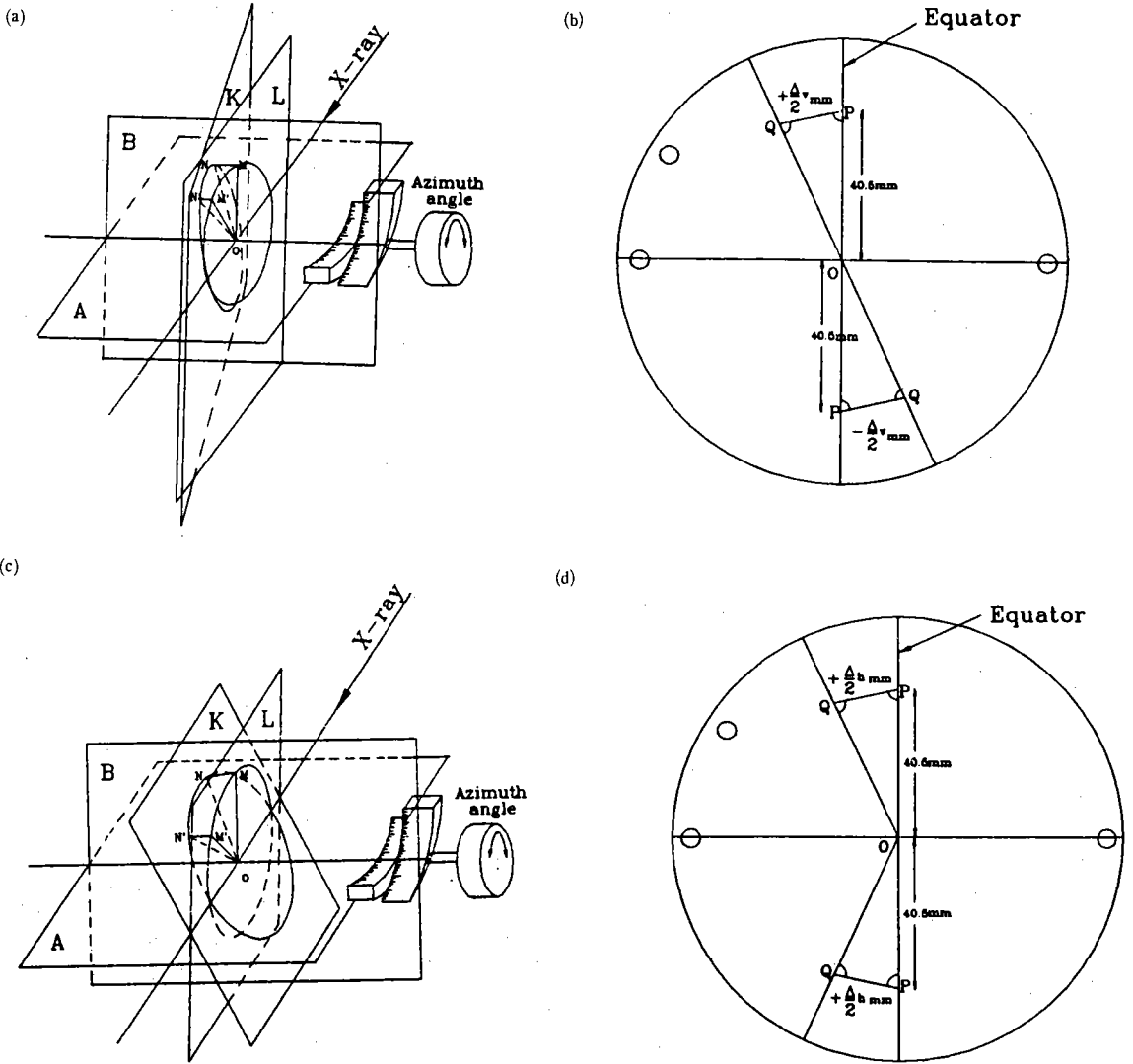


Fig. 3(a). 垂直 arc가 $-\Delta_v^\circ$ 만큼 偏差되어있는 狀態 (b). (a) 狀態에서 撮影한 寫眞임. Film內의 3의 구멍은 觀察 方向이 X-線 beam의 反對方向임을 確認 하는表示임.

(c). 垂直 arc가 $-\Delta_h^\circ$ 만큼 偏差되어있는 狀態 (d). (c) 狀態에서 撮影한 寫眞

이 結果는 Δ_v° 角度만큼 垂直 arc를 時計方向으로 돌려야함을 意味한다.

萬一, 垂直(V) arc가 $+\Delta_v^\circ$ 만큼 틀려있다면 film의 上半에는 $-(\Delta_v/2)^\circ$, 下半에는 $+(\Delta_v/2)^\circ$ 만큼 偏差가 날것이다.

따라서 垂直 arc를 Δ_v° 角度만큼 反時計方向으로 돌리면 修正된다.

2.2. 水平 arc 偏差補正

水平(H) arc가 $-\Delta_h^\circ$ 만큼 틀려있다면 그림 3d의 上半에서나 下半에서 똑같이 中心 O에서 40.5mm 떨어진 點 P에서 電

PQ는 $+(\Delta_h/2)\text{mm} = +(\Delta_h/2)^\circ$ 일 것이다.

이를 修正하기 爲하여 다음같이 計算한다

$$+(\Delta_h/2)^\circ + (+\Delta_h/2)^\circ = \Delta_h^\circ$$

$$+(\Delta_h/2)^\circ - (-\Delta_h/2)^\circ = 0$$

水平 arc를 Δ_h° 角度만큼 時計方向으로 돌리면 修正된다.

萬一, 水平(H) arc가 $+\Delta_v^\circ$ 만큼 틀려있었다면 film의 上半에서 나 下半에서 $-(\Delta_h/2)^\circ$ 만큼 偏差가 生길 것이다.

이를 修正하기 爲하여는 水平 arc를 Δ_v° 角度만큼 反時計方向으로 돌리면 修正된다.

2.3. 水平 및 垂直 arc의 偏差가 섞여있을때 補正

結晶의 方向偏差는 一般의 兩arc의 偏差에 依하는 것이므로 振動寫眞에서는 垂直arc의 偏差 $\pm\Delta_v^\circ$ 와 水平arc의 偏差 $\pm\Delta_h^\circ$ 의 結合을 보이는 것이다.

垂直 arc의 偏差 $\pm\Delta_v^\circ$ 는 Fig. 3b에서와 같이 上半의 P點에서는 $\mp(\Delta_v/2)\text{mm}$ 의 偏差를, 그리고 下半에서는 $\pm(\Delta_v/2)\text{mm}$ 의 偏差를 일으킨 것이며, 水平 arc의 偏差 $\pm\Delta_h^\circ$ 는 Fig. 3d에서와 같이 film의 上半의 P點에서 같은 符號를 갖는 $\mp(\Delta_h/2)\text{mm}$ 의 偏差를 일으킨다.

따라서 다음式에서 보는 바와 같이 film에 나타난 上半 및 下半의 偏差를 合하면 水平arc의 補正分이 되며 上半의 偏差에서 下半의 偏差를 減하면 垂直 arc의 補正分이 나온다.

上半偏差

下半偏差

$$[(\mp\Delta_v/2)^\circ + (\mp\Delta_h/2)^\circ] + [(\pm\Delta_v/2)^\circ + (\mp\Delta_h/2)^\circ] = \mp\Delta_h^\circ$$

$$[(\mp\Delta_v/2)^\circ + (\mp\Delta_h/2)^\circ] - [(\pm\Delta_v/2)^\circ + (\mp\Delta_h/2)^\circ] = \mp\Delta_v^\circ$$

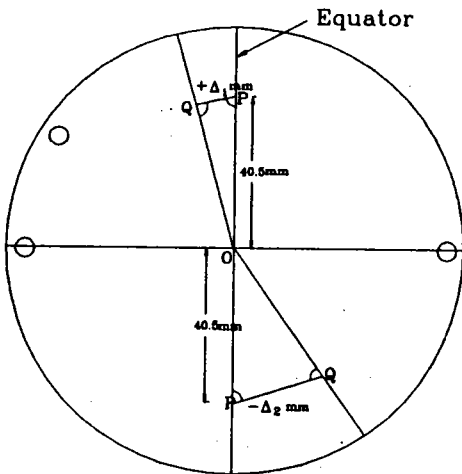


Fig. 4

한 例로써 Fig. 4에는 $+\Delta_h^\circ$ 와 $-\Delta_v^\circ$ 의 混合된 偏差에 의하여 生긴 上半 및 下半의 P點에서의 偏差가 $\Delta_1\text{mm}$ 와 $\Delta_2\text{mm}$ ($|\Delta_1| < |\Delta_2|$ 라 假定함)임을 보이고 있다.

上記한 規則에 따라 arc 角을 補正하기 爲하여 上半 및 下半의 偏差를 加하면 다음과같이 되는데 이 結果는 水平 arc를 反時計方向으로 Δ_h° 만큼 돌려야함을 意味한다:

$$(+\Delta_1) + (-\Delta_2) = -\Delta_h\text{mm}$$

다음에 上半의 偏差에서 下半의 偏差를 減하면 다음이 되는데 이 結果는 垂直 arc를 Δ_v° 만큼 時計方向으로 돌려야함을 意味한다.

$$(+\Delta_1) - (-\Delta_2) = +\Delta_v\text{mm}$$

따라서 이 理論은 Weissenberg camera를 利用한 振動寫眞術에서의 補正理論과 매우 類似하다¹⁷⁾.

3. 結論

Reciprocal lattice explorer의 goniometer에 있는 二個의 arc中 한個를 collimator에 水平되게 設置한 後 振動寫眞을 撮影한다. Film을 觀察하는 方向은 X-線 beam의 反對方向이어야한다. Film의 中心 O點을 지나는 赤道線上에서 上下 모두 40.5mm 되는 點으로부터 0th layer의 回折斑點까지의 偏差를 mm單位로 測定하는데 赤道線에 對하여 왼쪽의 偏差는 "+", 오른쪽의 偏差는 "-" 符號를 붙인다.

上半에 있는 偏差에 下半에 있는 偏差를 加하여 그 값이 "+Δ mm"이면 水平(H) arc를 時計方向으로 Δ_h° 만큼 돌리고, "-Δ mm"가 나오면 反時計方向으로 Δ_h° 만큼 돌려 補正한다.

上半의 偏差에서 下半의 偏差를 減하여 그 값이 "+Δ mm"이면 垂直(V) arc를 時計方向으로 Δ_v° 만큼 돌려 補正하고, "-Δ mm"가 나오면 反時計方向으로 Δ_v° 만큼 돌려 補正하면 된다.

이러한 節次를 되풀이하여 0th layer line이 film의 中心線에 對하여 90° 가 되도록한다.

感謝의 글

本 研究는 韓國科學財團 優秀研究센터 支援研究 費에 依한것임

References

- [1] U.W.Arndt and D.C.Phillips, *Acta Cryst.* 14, 807-818 (1961)
- [2] J.P.Cowan, W.M.Macintyre and G.J.Werkema, *Acta Cryst.* 16, 221-225 (1968)
- [3] M.J.Buerger, *X-Ray Crystallography*, pp.331-346(1942).
- [4] M.J.Buerger, *The Precession method*, pp.7-9, John Wiley and Sons, Inc (1964)
- [5] *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. II, p. 198, p. 201, p. 267 (1985)
- [6] *Instruction Manual for STOE Reciprocal Lattice Explorer*, STOE & CIE GHBH D-6100 Darmstadt Hilpertstr.10 postfach 4110 Germany
- [7] (a) I.H.Suh, J.M. Suh, T.S.Ko, K. Aoki and H. Yamazaki, *J. Appl. Cryst.* 21, 521-523 (1988). (b) I.H.Suh, J.M. Suh, T.S.Ko, K. Aoki and H. Yamazaki, *J. Appl. Cryst.* 22, 183 (1989)