

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 1)

(11)特許番号

第2976029号

(45)発行日 平成11年(1999)11月10日

(24)登録日 平成11年(1999) 9月10日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

G 2 1 K 1/06

G 2 1 K 1/06

B

D

M

請求項の数8 (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平10-325189

(22)出願日

平成10年(1998)11月16日

審査請求日

平成10年(1998)11月16日

(73)特許権者 391012361

筑波大学長

茨城県つくば市天王台1丁目1番地の1

(72)発明者

坂部 知平

茨城県つくば市春日2丁目37 つくば春

日住宅3-101

(72)発明者

渡邊 信久

茨城県つくば市並木2-124-205

(74)代理人

弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

審査官 村田 尚英

(58)調査した分野(Int.Cl.⁶, DB名)

G21K 1/06

(54)【発明の名称】 モノクロメータ及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 中心軸線を有する円柱体から、中心軸線と直交する面に対して最大非対称角 θ_0 で切り出したベース部材と、このベース部材の前記切り出しにより形成された楕円形の非対称カット面を湾曲成形することにより得られる非対称カット湾曲面に結合したモノクロメータ結晶とを具え、前記ベース部材の非対称カット湾曲面が、半径 R_0 の仮想円筒体の円周に沿って整形され、前記ベース部材をその中心軸線のまわりで回転することにより所望の波長に対する非対称角及び曲率半径を同時に得られるように構成したことを特徴とするモノクロメータ。

【請求項2】 前記仮想円筒体の中心軸線が、前記ベース部材の中心軸線と交差すると共に、ベース部材の中心軸線の上方から投影して見た場合、 θ を $0 < \theta < 90^\circ$

の範囲のオフセット角とした場合に、前記楕円形の非対称カット面の長軸と角度 $(90 - \theta)$ をなすことを特徴とする請求項1に記載のモノクロメータ。

【請求項3】 前記角度 θ をほぼ 20.9° としたことを特徴とする請求項2に記載のモノクロメータ。

【請求項4】 前記最大非対称角 θ_0 をほぼ 19.7° としたことを特徴とする請求項2に記載のモノクロメータ。

【請求項5】 前記モノクロメータ結晶を、 (111) 面から最大非対称角 θ_0 で切り出したシリコンウェハで構成したことを特徴とする請求項2に記載のモノクロメータ。

【請求項6】 前記ベース部材に冷却手段を設け、モノクロメータの温度上昇を低減するように構成したことを特徴とする請求項1に記載のモノクロメータ。

【請求項7】 反射面として非対称カット湾曲面を有するモノクロメータを製造するに当たり、円柱体を、その中心軸線と直交する面に対して θ_0 の最大非対称角でカットする工程と、

カットされた非対称面を、半径 R_0 の仮想円筒体の円周に沿って成形して非対称湾曲面を形成する工程と、前記非対称湾曲面にモノクロメータ結晶を結合する工程とを具え、

前記 θ_0 の非対称角を決定する工程が、線源からモノクロメータまでの距離を L とし、モノクロメータから集光点までの距離を F とした場合に、 $b = L / F$ で規定される非対称因子 b を決定する工程と、使用波長範囲 λ を規定する工程と、

モノクロメータ結晶及びその反射面を決定する工程と、ブラッグの式に基づいて、使用波長範囲の最長波長 λ_{\max} に対応するモノクロメータ結晶の最大回折角 θ_{\max} を決定する工程と、

モノクロメータ結晶の回折角とし、 θ_0 を非対称角とした場合に、式

$$b = \sin(\theta_0 + \theta_{\max}) / \sin(\theta_0 - \theta_{\max}) = L / F$$

から前記最大回折角 θ_{\max} に対応する非対称角 θ_0 を決定し、得られた θ_0 の値から前記最大非対称角 θ_0 を決定する工程とを有することを特徴とするモノクロメータの製造方法。

【請求項8】 請求項7に記載の方法において、前記半径 R_0 の仮想円筒体により非対称カット面を成形する工程が、

R を仮想円筒体の半径とした場合に、式、
$$2 / R = \{ \sin(\theta_0 + \theta_{\max}) \} / L + \{ \sin(\theta_0 - \theta_{\max}) \} / F$$

を用いて前記最長波長 λ_{\max} に対応する仮想円筒体の最小半径 R_{\min} を決定し、決定した最小半径 R_{\min} に基づいて成形すべき仮想円筒体の半径 R_0 を決定する工程と、

理想的な非対称角 θ_0 に対応する方位角 α と理想的な仮想円筒体の半径 R に対応する方位角 β との差からオフセット角 ϕ を求める工程とを有し、求めた仮想円筒体の半径 R_0 とオフセット角を用いて前記非対称カット面を湾曲整形することを特徴とするモノクロメータの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は非対称度一湾曲率同時制御型X線モノクロメータ、特に高い集光能力を有すると共に1～2の波長域に対して1個の結晶で単色化できるX線モノクロメータに関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、放射光の出現により、任意の波長を選択できるX線モノクロメータの重要性が強くなり、多くの開発が行なわれている。現在使用されているX線

モノクロメータとして、2結晶モノクロメータと非対称カット三角ベントモノクロメータ（湾曲非対称三角結晶分光器）が挙げられる。2結晶モノクロメータは、波長にかかわらず出射X線の方向が不変であるため、使用上極めて便利であるが、集光能力が低く高輝度が得られない欠点がある。このため、筑波市に設置されている放射光実験施設（PF）のBL6Aのような偏向電磁石から来る放射光を利用する多くのタンパク質結晶学用ビームラインでは非対称カット三角ベントモノクロメータが使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】非対称カット三角ベントモノクロメータは、高輝度を得ることができる利点があり、種々のX線分析への応用が期待される。しかしながら、この形式のモノクロメータは非対称角によるビームの圧縮率が波長に依存するためカバーできる波長範囲が狭く、例えば1～2オングストロームの波長範囲のX線を発生させるためには10種類の非対称カットの異なる結晶が必要となってしまう。このため、広い波長範囲でビームの圧縮及び集光を行うためには非対称角の異なる分光結晶をいくつも用意し、それらを波長毎に交換して使用する必要がある。従って、異常分散を効率的に使用したい場合のように、さまざまな波長で測定しようとする分光結晶の交換に時間を要し実用的ではなかった。さらに、放射光のように強力なX線源を用いると、従来の非対称カット三角ベントモノクロメータは冷却が困難であるため、熱負荷の問題が生じてしまう。特に、結晶が熱により溶解しないまでも、熱負荷に起因して出射X線の輝度が時間と共に変化する不具合が指摘されている。

【0004】従って、本発明の目的は、高輝度の単色X線を効率よく取り出すことができると共に、1個のモノクロメータ結晶を用いるだけで広い波長域をカバーできるX線モノクロメータを提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上述した目的を達成するため、本発明によるモノクロメータは、中心軸線を有する円柱体から、中心軸線と直交する面に対して最大非対称角 θ_0 で切り出したベース部材と、このベース部材の前記切り出しにより形成された楕円形の非対称カット面を湾曲成形することにより得られた非対称カット湾曲面に結合したモノクロメータ結晶とを具え、前記ベース部材の非対称カット湾曲面が、半径 R_0 の仮想円筒体の円周に沿って整形され、前記ベース部材をその中心軸線のまわりで回転することにより所望の波長に対する非対称角及び曲率半径を同時に得られるように構成したことを特徴とする。このように構成することにより、ベース部材の中心軸線（軸）のまわりで回転するだけで所望の波長に対して最適な非対称角及び集光条件に必要な曲率半径の両方を同時に得ることができる。さらに、台座で

あるベース部材に冷却手段を設けることができ、動作中にモノクロメータの温度が過剰に上昇するのを防止することができ、この結果測定中に強度変動が生ずる不具合を防止することができる。

【0006】

【発明の実施の形態】図1は本発明によるX線モノクロメータの一例の構成を示す線図である。X線源1から放出されたX線ビームは本発明のモノクロメータ(分光器)2に入射する。モノクロメータ2の反射面2aは円筒状の湾曲面とし、この湾曲面により入射X線ビームを集束性ビームに変換して焦点3に集束させる。

【0007】モノクロメータ2は、例えば銅から成るベース部材である台座4と台座4の円筒面上に結合したシリコンのモノクロメータ結晶5とを具え、このシリコンのモノクロメータ結晶が集束面を形成して入射したX線ビームを集光点3に集束させる。銅の台座4の円筒面は超微細加工技術を用いて加工処理を行なう。シリコンのモノクロメータ結晶は、例えば5インチのインゴットから切り出された1mmの厚さのシリコンウエハで構成する。このシリコンウエハはシリコンのインゴットから(111)面から例えば19.7°の非対称角で切り出され機械化学研磨により研磨する。このモノクロメータ結晶5は鉱油を用いて銅の円筒面上に整合するように結合する。尚、鉱油の表面張力を用いる方法以外の方法として、例えば拡散接合方法や静電接合方法を用いること

$$b = \sin(\theta + \alpha) / \sin(\theta - \alpha) \dots (1)$$

ここで、 θ はシリコン結晶(111)による回折角である。

【0010】次に、このカット面を、 R_0 の半径を有する仮想の円筒Bの円周に沿って整形する。尚、円柱体Aの中心軸線の周りの方位角を ϕ として定義し、集束用の湾曲面の傾斜が最大となる方位(最大非対称角 θ_0 でカットされた楕円面の楕円の長軸の方向)を θ_0 と定義し、この方位($\phi = 0$)を原点として規定する。また、仮想円筒体Bの中心軸線1と円柱体Aの中心軸線と直交する関係にあるが、円柱体の中心軸線の上方から投影して見た場合、 $\phi = 0$ の軸線(楕円形の非対称カット面の

$$x^2 + y^2 \cos^2 \theta_0 = r^2 \dots (2)$$

また、その曲率半径Rは次式により与えられる。

$$R = (1 + (dx/dy)^2)^{3/2} / (d^2x/dy^2) \dots (3)$$

【0012】ビームに沿う結晶面の曲率半径は、図4に示す楕円の $y = 0$ における曲率半径となる。従って、図

$$R = R_0 / \cos^2(\theta - \theta_0) \dots (4)$$

【0013】さらに、角度 θ における非対称角 θ_0 は以下のようにして決定される。図5に示すように、半径rの仮想の円筒体の中心軸線と直交するxy面に対して角度

$$z = r \cdot \cos \theta \cdot \tan \theta_0 \dots (5)$$

従って、方位角 θ と非対称角 θ_0 との間の関係は以下の式

$$\tan \theta = \tan \theta_0 \times \cos \theta_0 \dots (6)$$

【0014】非対称角 θ_0 の最適値は、(1)式において

もできる。

【0008】次に、本発明のモノクロメータの設計思想について説明する。本発明では、非対称角 θ と曲率半径Rの2個のパラメータを同時に満たすため、表面が円筒状に湾曲することにより集光能力が得られる傾斜面集光モノクロメータについて検討する。

【0009】図2及び図3は本発明のモノクロメータの設計思想を説明するための線図である。台座の集光用の円筒状湾曲面の設計について説明する。例えば銅から成る円柱体Aを用意する。この円柱体Aをその中心軸線と直交する面に対して最大非対称角 θ_0 、すなわちブラック面と結晶面との間でなす非対称角 θ についての最大角よりも2~5°大きな角度でカットする。光学系をローランドサークルに乗せる必要があり、そのためには $b = L/F$ (図1)を満足する必要がある。例えば、 $b = 16.7$ とする。さらに、(1)式で示される非対称カットによる入射X線束と出射X線束の変化の割合である非対称因子bが上記のbと同一の値であることが最適である。一例として、最長波長を2.40μmまでカバーするモノクロメータを設計する場合、 θ_0 の最大は波長2.40μmにあり、(1)式の $b = 17.6$ を満足するためには $\theta_0 = 20.16^\circ$ である。従って、この値よりも若干大きな角度 22.0° を最大非対称角 θ_0 として設定することができる。

楕円の長軸に対応する)に対して $90^\circ - \theta_0$ の角度をなすように設定する。この状態は図3の上側の図面から理解できる。ここで、 θ_0 はオフセット角と称し、このオフセット角 θ_0 は、非対称角 θ と非対称カット湾曲面の曲率半径の2個のパラメータを θ_0 軸回転だけで同時に満足するために必要である。

【0011】非対称カット湾曲面の曲率半径Rは以下のようにして計算することができる。図4に示すように、半径rの円筒体Aを中心軸線と直交する面に対して角度 θ で切り出すものとすると、この面は以下の式で規定される楕円となる。

2及び図3に示すオフセット角 θ_0 が存在する場合、曲率半径は以下の式で規定される。

θ_0 だけ傾斜している面を考える。xy面からの傾斜面に対する軸方向の距離をzとすると、zは以下の式により規定される。

により規定される。

非対称因子bを例えば16.7とし、非対称角 θ_0 の最適

値を(1)式より求めることができる。この値をモノクロメータ上で得るための方位角 θ は(6)式から計算できる。さらに、この θ に対応する曲率半径Rは(4)式から得ることができる。

$$2/R = [\sin(\theta + \alpha)]/L + [\sin(\theta - \alpha)]/F \dots (7)$$

ここで、 α はモノクロメータによる反射角である。

【0016】以上説明した関係に基づき、所望の波長に対する非対称角 θ 及び曲率半径Rが最適になるようにオフセット角 α を決定する。

【0017】最後に、円柱体Aの円筒状に湾曲成形されたカット面に、非対称角 θ_0 でカットしたモノクロメータ用結晶5を接着する。この際、結晶の非対称角 θ_0 を示す方向が θ_0 と一致するように接着する。

【0018】このように、本発明によるモノクロメータでは、反射面の軸を θ 軸に一致させ、 θ 軸まわりの回転により非対称角 θ を(6)式に従って変化させることができると共に集光用湾曲面の曲率半径Rも θ 軸の回転により(4)式に基づいて可変とすることができるため、広い波長範囲を1個のモノクロメータ結晶によりカバーすることができる。さらに、モノクロメータ結晶を台座に固定しているため、冷却水等を台座に循環させることができる。熱負荷の問題も大幅に解消することができる。

【0019】次に、本発明によるX線モノクロメータを放射光実験施設BL6Bステーションに使用する場合を例として本発明の設計アルゴリズムについて説明する。設計条件は以下の通りである。

・モノクロメータ結晶：Si(111)，(D=3.136)

・X線源からモノクロメータまでの距離L：L=23m

・モノクロメータ結晶から集光して欲しい距離(集光距離)：F

F=1.38m

・ローランドサークルに乗せるための条件： $b = 23m / 1.38m = 16.7$

【0020】工程1

線源からモノクロメータ結晶までの距離L及びモノクロメータから結晶から集光点までの距離Fを用いて非対称因子bの値を、 $b = L/F$ から決定する。例えば、L=23m、F=1.38mとすると、 $b = 16.7$ となる。

【0021】工程2

使用する波長範囲を決定する。この波長範囲は、例えば0.87~1.9とすることができる。

【0022】工程3

モノクロメータとして使用する結晶及びその反射面を決定する。例えば、反射面をシリコンの111面とすると、面間隔 $d_{111} = 3.136$ となる。

【0023】工程4

【0015】X線源からモノクロメータ結晶までの距離L及びモノクロメータ結晶から集光点までの距離Fと湾曲面の曲率半径Rとの関係は以下の式によりえられる。

次に、使用する波長範囲の最長波長 λ_{max} に対応するモノクロメータ結晶の最大回折角 θ_{max} を決定する。具体的には、Braggの式、 $2d \cdot \sin \theta = n$ を用いて使用する波長範囲の最長波長 λ_{max} に対する θ_{max} を計算する。尚、上記Braggの式において $n = 1$ とする。例として、反射面をシリコンの(111)面とし、最長波長を1.9としてBraggの式に代入すると、 $2 \times 3.136 \sin \theta_{max} = 1.9$ 故に、 $\theta_{max} = 17.63 \text{ deg}$ が得られる。

【0024】工程5

次に、最大非対称角 α_0 を決定する。(1)式より、 $b = \sin(\theta + \alpha) / \sin(\theta - \alpha)$
 $= L/F$

この式に $\theta_{max} = 17.63$ を代入して対応する α_{max} を求める。上記式から $\alpha_{max} = 15.74 \text{ deg}$ が得られる。この値を最大非対称角 α_0 とすることも可能である。設計の余裕度を考慮しこの値よりも僅かに大きな値に設定することが望ましい。このため、一例として $\alpha_0 = 19.7$ とすることができる。

【0025】工程6

次に、反射面を円筒状に成形する際の仮想円筒の半径 R_0 を決定する。使用する波長 λ と仮想円筒の半径Rとの関係を(7)式から計算する。使用波長範囲の最長波長 λ_{max} が仮想円筒の最短半径 R_{min} に対応するので、(7)式から最短半径 R_{min} を求める。すなわち、 $2/R_{min} = [\sin(\theta + \alpha)]/L + [\sin(\theta - \alpha)]/F$

ここで、 $\theta = 17.63 \text{ deg}$ 、 $\alpha = 15.74 \text{ deg}$ 、 $L = 23m$ 、 $F = 1.38m$ を使用して数値計算する。この結果として、 $R_{min} = 41.72m$ が得られる。一方、測定中において θ 軸の回転により波長を変化させ、 θ の回転量が大きくなるにしたがってモノクロメータの反射面の曲率半径は大きくなる。従って、反射面の成形の際の仮想円筒の最小半径は R_{min} に等しいか又はこの値よりも小さく設定しなければならない。本例の場合、3m短くして $R_0 = 38.7m$ とする。

【0026】工程7

次に、オフセット角 α を求める。(1)式から理想的な非対称角 α を求めることができ、さらに(6)式から理想的な θ に対応する方位角 θ を求めることができる。従って、(6)式から求めた θ の値は理想的な θ であるから、ここでこの θ を θ_a と定義する。一方、(7)式から理想的なRが求められ、(4)式から理想的なRを求めるために必要な R を求めることができる。そして、この θ_a と R との差がオフセット角 α となる。一方、

使用波長に応じて 値は変化するので、使用波長の範囲内で 値の平均をとり、平均値を 値とすることができる。以下に計算例を示す。

【0027】(a) と の関係を求める。上述した計算例から 、 、及び を求める。次に、(6)式から、 $\cos a = \tan / \tan \theta$ となる。これま

波長 ()	(deg)	(deg)	a (deg)
1.0	9.17	8.15	66.43
1.2	11.03	9.81	61.13
1.4	12.89	11.47	55.49
1.6	14.77	13.17	49.20
1.8	16.67	14.88	42.10
1.9	17.63	15.74	38.09

【0029】

(b)次に、(7)式から理想的なRの値を計算する。この場合、L=23m、F=1.38mとし、及び は表1の値を代入する。さらに、この理想的なRを得るための R は(4)式、 $R = R_0 / \cos^2 R$ (ただし、 $R = -$)に $R_0 = 38.7m$ を代入することにより得られる。すなわち、 $\cos^2 R = 38.7 / R$

()	(deg)	(deg)	a (deg)	R(m)	R (deg)	(deg)	(deg)
1.0	9.17	8.15	66.43	77.39	45.00	21.43	-0.37
1.2	11.03	9.81	61.13	64.73	39.36	21.94	0.14
1.4	12.89	11.47	55.49	55.73	33.56	21.93	0.13
1.6	14.77	13.17	49.20	49.26	27.58	21.62	-0.18
1.8	16.67	14.88	42.10	44.07	20.43	21.67	-0.13
1.9	17.63	15.74	38.09	41.83	15.88	22.21	0.41

【0031】表2の計算値から、 の平均値は21.8 deg となり、この結果より = 21.8 deg に決定することができる。尚、表2の は平均値からのずれであり、すなわち = -21.8となる。尚、最小2乗法を用い、R₀、 θ 及び を精密化すれば、さらに精度を高くすることができる。上記例を最小2乗法により精密化すれば

$\theta = 19.7 \text{ deg}$ 、 $R_0 = 37.9m$ 、 $\theta = 20.9 \text{ deg}$ が得られた。

【0032】次に、上述した設計条件で実際のモノクロ

波長 ()	(°)	(°)	R (m)	R _{opt} (m)	(%)
1.07	8.73	64.6	72.5	72.3	0.28
1.38	11.3	56.0	56.7	56.5	0.35
1.74	14.4	44.3	45.0	45.4	0.88

ここで、R_{opt} は理想的な半径である。また、 $\theta = |R - R_{opt}| / R_{opt}$ である。

【0034】集光位置でのビーム形状を確認するため、各波長毎に0.2mmのスリットを水平面でスキャンした結果を図6、図7及び図8に示す。図6~8から明らかかなように、本発明のモノクロメータは各波長毎に

で得られた数値を代入すると、 $\theta = 19.7 \text{ deg}$ であるから、 $\cos a = \tan / 0.3581$ 各波長について以上の数値計算を行った結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

式 $R = -$ における θ は、実際には a である。従って、 $\theta = a - R$ として求めることができる。そして、 θ に対する a の変動が誤差を表すことになる。以上の数値計算を実行し表1に加えたものを表2に示す。

【0030】

【表2】

メータを設計製作し性能実験を行った結果について説明する。実際の試験は重原子同型置換法等に必要な波長範囲をカバーできるように、1.04、1.38、1.74 の3つの波長で行った。各波長はそれぞれAu、Cu、Feの吸収端である。表3に波長毎のモノクロメータのパラメータを示す。実際には、初めにBragg面を回転して波長を決め、次に 軸を回転して非対称角と曲率半径Rを同時に最適化して集光を行った。

【0033】

【表3】

軸の回転によって設計通りに圧縮集光されていることが確認された。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるX線モノクロメータの配置構成を示す線図である。

【図2】本発明によるX線モノクロメータの設計手順を

説明するための線図である。

【図3】本発明によるモノクロメータの設計思想を説明するための、回転軸とモノクロメータのパラメータとの間の関係を示す線図である。

【図4】本発明によるモノクロメータの設計思想を説明するための線図であり、方位角と曲率半径との関係を示す線図である。

【図5】本発明によるモノクロメータの設計思想を説明するための線図であり、方位角と非対称角との関係を示す線図である。

【図6】波長1.07における集光状態を示すグラフである。

【図7】波長1.38における集光状態を示すグラフである。

【図8】波長1.74における集光状態を示すグラフである。

【符号の説明】

1 X線源

2 モノクロメータ

3 集光点

4 台座

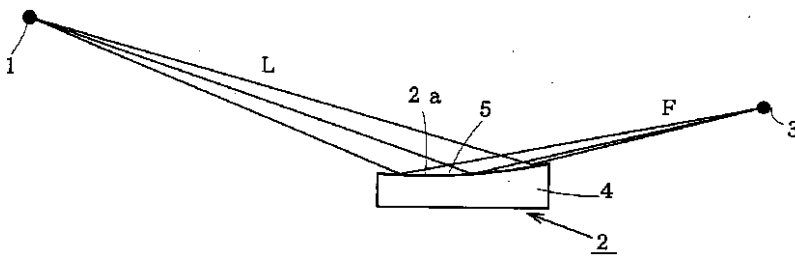
5 モノクロメータ結晶

【要約】

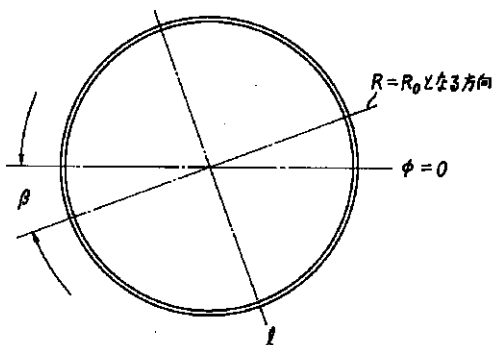
【課題】 高輝度のX線を発生させることができると共に、1個のモノクロメータ結晶を用いるだけで広い波長域をカバーできるX線モノクロメータを提供する。

【解決手段】本発明では、中心軸線を有する円柱体から、中心軸線と直交する面に対して最大非対称角 θ_0 で切り出したベース部材を用意する。次に、ベース部材の非対称カット面を半径 R_0 の仮想円筒体の円周に沿って整形し非対称カット湾曲面を形成する。そして、非対称カット湾曲面にモノクロメータ結晶を結合する。このように構成することにより、軸周りで回転調整するだけで所望の波長に対する非対称角 θ 及び曲率半径 R を同時に得ることができる。

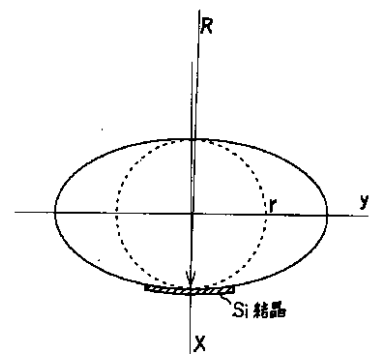
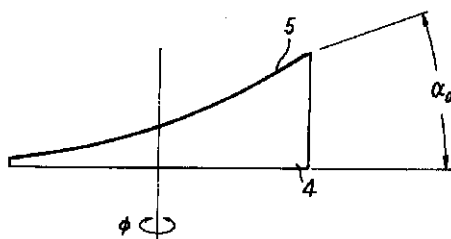
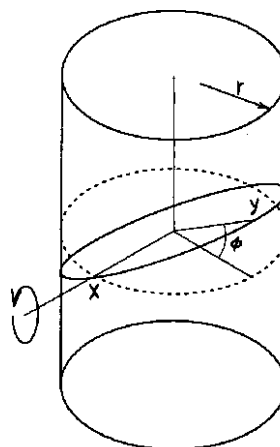
【図1】



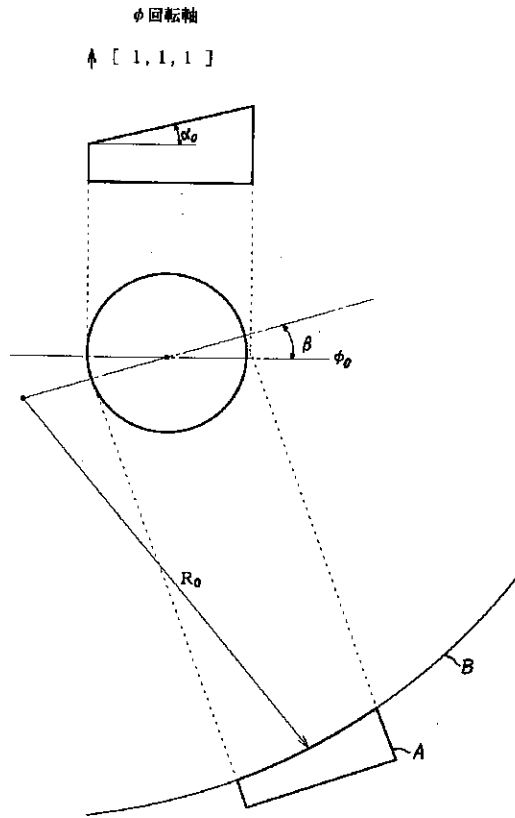
【図3】



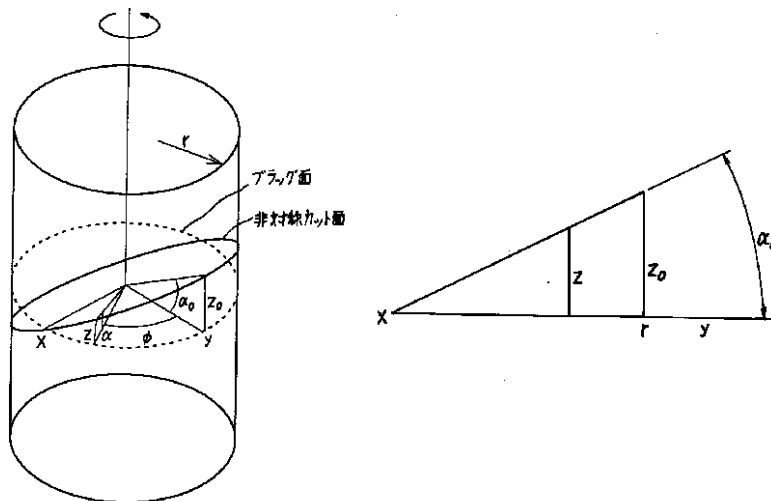
【図4】



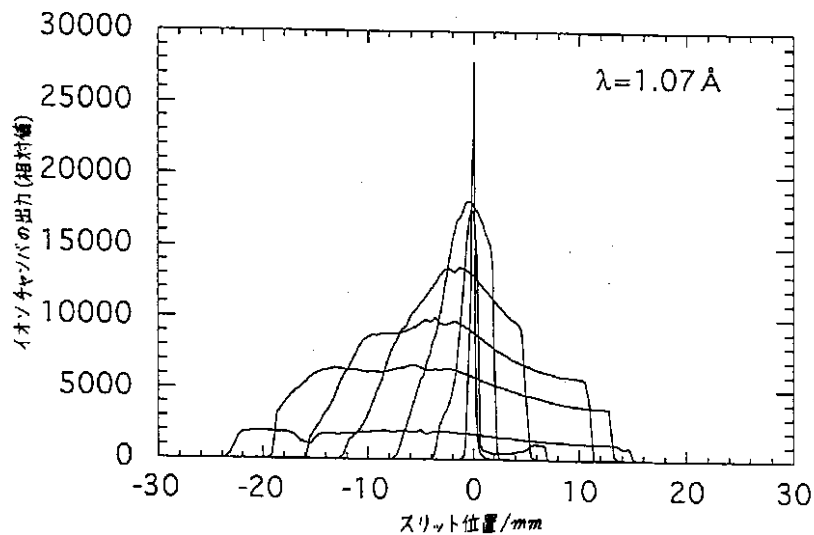
【図2】



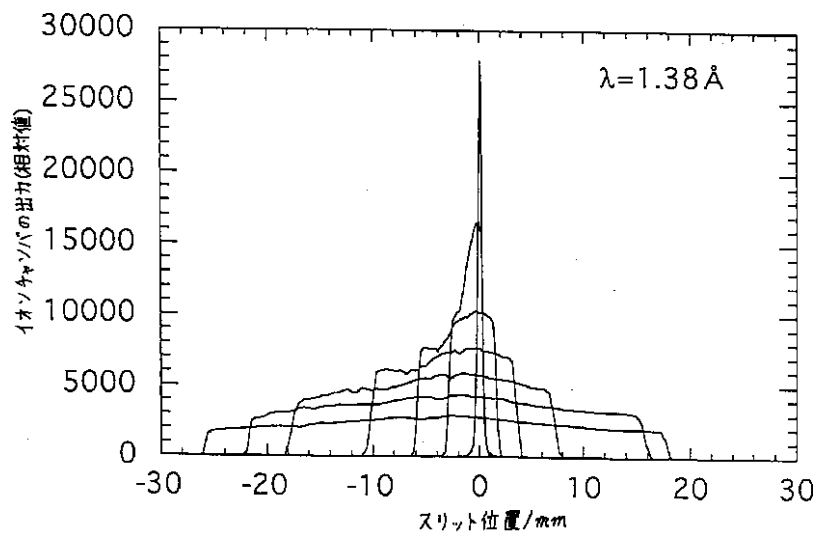
【図5】



【図6】



【図7】



【図8】

