

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)特許公報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3027361号

(P 3 0 2 7 3 6 1)

(45)発行日 平成12年 4 月 4 日 (2000.4.4)

(24)登録日 平成12年 1 月 28 日 (2000.1.28)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

G01N 23/20

G01N 23/20

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平10 - 202980

(22)出願日 平成10年 7 月17日 (1998.7.17)

(65)公開番号 特開2000 - 35407 (P 2000 - 35407 A)

(43)公開日 平成12年 2 月 2 日 (2000.2.2)

審査請求日 平成11年 7 月15日 (1999.7.15)

(73)特許権者 396020800
科学技術振興事業団
埼玉県川口市本町 4 丁目 1 番 8 号

(73)特許権者 000250339
理学電機株式会社
東京都昭島市松原町 3 丁目 9 番12号

(72)発明者 横沢 裕
東京都昭島市松原町 3 丁目 9 番12号 理
学電機株式会社拝島工場内

(72)発明者 大橋 裕二
東京都杉並区成田東 1 - 34 - 17

(74)代理人 100089635
弁理士 清水 守

審査官 居島 一仁

最終頁に続く

(54)【発明の名称】イメージングプレート X 線回折装置

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】(a) X 線光学系とゴニオメータを備え、
セットされた単結晶試料に X 線回折を起こさせる手段
と、

(b) 前記試料の X 線回折線を記憶できるように、鉛直
方向に配置され、かつ、 $-60^{\circ} \sim +144^{\circ}$ の 2 測
角範囲をカバーするとともに、CuK 線をを用いた X 線
回折線測定を可能にした円筒状イメージングプレート
と、

(c) 該円筒状イメージングプレートの裏面の全面を支持
する円筒状の移動台と、

(d) 該移動台に支持された前記円筒状イメージング
プレートを鉛直方向に移送する移送手段と、

(e) 移送された円筒状イメージングプレートと同軸状
に配置され、該円筒状イメージングプレートの内周面の

2

X 線回折線データを読み取る回転式読み取り装置とを備
え、

(f) 前記ゴニオメータが、前記円筒状イメージング
プレートの内側下部に X 線光学系やイメージングプレート
と機械的干渉なく配置され、試料の軸を立てることを特
徴とするイメージングプレート X 線回折装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、イメージングプレ
ート X 線回折装置に係り、特に、露光エリアが拡大さ
れ、高速、高分解能で、しかも使い勝手のよい省スペース
タイプのイメージングプレート X 線回折装置に関する
ものである。

【0002】

【従来の技術】従来、このような分野の技術としては、

10

例えば以下に開示されるようなものがあった。

【 0 0 0 3 】 一般的に有機物や無機物の結晶構造の解析には、単結晶を作製し、X線回折測定を行う方法がとられている。

【 0 0 0 4 】 しかし、今後の研究には、これまでに比べて、迅速で分解能の高いデータ測定を行える装置の開発が必要となっている。例えば、1台のX線回折装置でもって、Mo (モリブデン) K 線 (波長 0.710) の測定に止まらず、Cu (銅) K 線 (波長 1.542) の測定が必要になってきている。

【 0 0 0 5 】

【 発明が解決しようとする課題 】 そのような、単結晶のX線による構造解析装置として、

(1) 3次元スポットの測定を自在に行うことができる単結晶自動X線解析装置が開発されている。この単結晶自動X線解析装置は、X線発生装置と、4軸ゴニオメータと、このゴニオメータの2軸に搭載されたシンチレーションカウンタと、回折データの処理を行うコンピュータシステムを備えている。

【 0 0 0 6 】 この単結晶自動X線解析装置は、試料のあらゆるX線回折データ収集が可能である反面、3次元スポットの測定であるために、試料の全X線回折データ収集に、3日から4日を要するとともに、装置のスペースが大きくなるといった問題もあった。

【 0 0 0 7 】 (2) 更に、X線回折データ収集時間を短縮するために、円筒状のイメージングプレートを横方向に配置して、X線回折データを一度に取り込めるようにしたイメージングプレートX線回折装置が開発されている。

【 0 0 0 8 】 このイメージングプレートX線回折装置は、X線回折データ収集時間の短縮に寄与するところは大きであるが、2測角範囲は、±60度で、Mo K 線 (波長 0.710) の測定専用であった。つまり、Cu K 線 (波長 1.542) を使用すると、少なくとも0度から140度の2測角範囲が必要となり、この2測角範囲を確保するためには、結晶へのアクセススペースを著しく狭めざるを得ず、使い勝手に難があった。

【 0 0 0 9 】 したがって、上記したMo K 線 (波長 0.710) の測定と、Cu K 線 (波長 1.542) の測定との両方の測定を行うためには、上記した(1)の装置を用い、長いデータ収集時間を許容するか、使い勝手を犠牲にせざるを得ないという問題があった。

【 0 0 1 0 】 また、上記(2)の装置は横型であり、特に、幅方向のサイズが大きくなるといった問題があった。

【 0 0 1 1 】 本発明は、上記問題点を解決するために、2測角範囲が拡大され、高速、高分解能で、しかも使い勝手のよい省スペースタイプのイメージングプレート

X線回折装置を提供することを目的とする。

【 0 0 1 2 】

【 課題を解決するための手段 】 本発明は、上記目的を達成するために、

(1) イメージングプレートX線回折装置において、X線光学系とゴニオメータを備え、セットされた単結晶試料にX線回折を起こさせる手段と、前記試料のX線回折線を記憶できるように、鉛直方向に配置され、かつ、 $-60^{\circ} \sim +144^{\circ}$ の2測角範囲をカバーする とともに、Cu K 線を用いたX線回折線測定を可能にした円筒状イメージングプレートと、この円筒状イメージングプレートの裏面の全面を支持する円筒状の移動台と、この移動台に支持された前記円筒状イメージングプレートを鉛直方向に移送する移送手段と、移送された円筒状イメージングプレートと同軸状に配置され、この円筒状イメージングプレートの内周面のX線回折線データを読み取る回転式読み取り装置とを備え、前記ゴニオメータが、前記円筒状イメージングプレートの内側下部にX線光学系やイメージングプレートと機械的干渉なく配置され、試料の軸を立てるようにしたものである。

【 0 0 1 3 】

【 発明の実施の形態 】 以下、本発明の実施の形態について図を参照しながら詳細に説明する。

【 0 0 1 4 】 図 1 は本発明の実施例を示すイメージングプレートX線回折装置の全体構成図、図 2 はそのイメージングプレートX線回折装置の要部正面図、図 3 はそのイメージングプレートX線回折装置の上面図である。なお、以下に示す各 부품の仕様は、単なる 1 例に過ぎず、これに限定されるものではない。

【 0 0 1 5 】 これらの図において、1は試料としての結晶3をセットするゴニオメータであり、(1) は 360° 回転可能であり、 0.02° /ステップの駆動が可能である。(2) xは $-15 \sim 55^{\circ} : 0.002^{\circ}$ /ステップの駆動が可能である。(3) は $-85 \sim 265^{\circ} : 0.002^{\circ}$ /ステップの駆動が可能である。軸交差精度は、例えば、 $20 \mu\text{m}$ 程度である。(4) ゴニオメータヘッドはIUCr規格(49mmタイプ)アーケレスゴニオヘッド1個を設けている。

【 0 0 1 6 】 また、5はX線光学系であり、(1) カメラ部は縦型ワイセンベルグカメラ、カメラ長は127.38mm、測角範囲 $2 \theta = -60^{\circ} \sim +144^{\circ}$ 、軸方向は $\pm 45^{\circ}$ である。(2) モノクロメータは平板グラフィット結晶である。(3) コリメータは 0.3 mm , 0.5 mm , 0.8 mm ダブルである。(4) ビームストッパーは結晶直後に配置し、試料観察用として、例えば、CCDカメラ(倍率モニター上で約70倍)を備えている。(5) 層線スクリーンは0層線用スクリーン(幅5mm固定)である。

【 0 0 1 7 】 そこで、図 4 及び図 5 に示すように、ゴニオメータ1に試料としての単結晶3をセットし、X線光

学系 5 から X 線がその結晶 3 に照射されるようにすると、その単結晶 3 により X 線回折が起き、その X 線回折線がイメージングプレート 2 1 に記憶される。

【 0 0 1 8 】更に、図 1 に示した 7 は移動台 2 3 に搭載されるイメージングプレート 2 1 を鉛直方向の下部に移送するためのリニアガイド部、1 1 はそのイメージングプレート 2 1 の搬送のための駆動モータであり、1 2 は伝導機構部である。

【 0 0 1 9 】上記した主な装置は、読み取り装置のチャンパ 1 5 の上に配置され、そのチャンパ 1 5 の内部に回転式読み取り装置 2 0 が収納される。1 3 は X 線測定部の防 X 線を兼ねたカバー、2 3 はイメージングプレート 2 1 の裏面の全体を支持する円筒状の移動台（図 1 においてその縦断面が、図 3 においてその横断面がそれぞれ示されている）。

【 0 0 2 0 】そこで、その回転式読み取り装置 2 0 について説明すると、(1) 読み取り方式は内周読み取り（光学系回転）方式である。(2) イメージングプレート 2 1 は検出面積：4 6 0 mm × 2 5 5 mm、画素サイズ：1 0 0 × 1 0 0 μm、1 0 0 × 1 0 5 μm、2 0 0 × 2 0 0 μm、画素数：4 6 0 0 × 2 5 5 0、4 6 0 0 × 1 7 0 0、2 3 0 0 × 1 2 7 5 である。(3) カメラ半径は 1 2 7 . 3 8 mm である。(4) 検出器は光電子増倍管である。(5) 読み取り光源は半導体レーザー（最大定格出力 2 5 mW である。(6) ダイナミックレンジ 1 ~ 1 0⁶（0 ~ 1 0 4 8 4 8 0）である。(7) 読み取り感度は 1 - X 線ホトン / ピクセルである。(8) 出力データは約 2 3 . 5 MB / (1 0 0 × 1 0 0 μm) である。(9) IP 枚数は 1 枚である。(1 0) 読み取り時間は 1 5 0 0 ライン / 分、約 1 0 0 s e c / (1 0 0 × 1 0 0 μm) である。(1 1) 消去時間は 2 0 秒である。(1 2) デューティタイムは約 1 4 0 s e c である。

【 0 0 2 1 】この回転式読み取り装置 2 0 は、図 6 に示すように、既に、本願発明者等によって提案されている（特開平 6 - 1 9 0 1 4 号公報参照）ように、大別すると、レーザー光源 2 6 と、回転体 2 8 の内部に収納された読み取り光学系と、蛍光検出装置 3 0 とから構成されている。

【 0 0 2 2 】そこで、レーザー光源 2 6 で発生したレーザー光 4 0 は、ミラー 3 2、3 4 で反射して、移動台（図示なし）に搭載されたイメージングプレート 2 1 の記録面 2 2 に垂直な方向に向けられる。このレーザー光 4 0 は、選択ミラー 3 6 と集光レンズ 3 8 を通過して、イメージングプレート 2 1 の記録面 2 2 上に照射される。レーザー光 4 0 の当たった部分に潜像が記録されていると、そこから蛍光が発生する。

【 0 0 2 3 】この蛍光は、集光レンズ 3 8 で集められて、平行光線となり、選択ミラー 3 6 で反射して、中心線 2 4 に平行な方向に向けられる。蛍光 4 2 はレーザー光

源 2 6 の方向には戻らずに、レーザー光源 2 6 とは反対の側に配置されている蛍光検出装置 3 0 の方向に向けられる。この蛍光 4 2 は、フィルター 4 4 で赤色光をカットされて、蛍光検出装置 3 0 でその強度が検出される。2 5 は移動台（図示なし）に搭載されたイメージングプレート 2 1 の移動方向を示している。

【 0 0 2 4 】そこで、イメージングプレート 2 1 が読み取り装置のチャンパ 1 5 に移送されると、回転式読み取り装置 2 0 により、潜像としての試料の X 線回折線が読み取られる。

【 0 0 2 5 】したがって、図 4 及び図 5 に示すように、例えば、CuK 線による試料からの回折データが、イメージングプレート 2 1 の測角範囲 2 = - 6 0 ° ~ + 1 4 4 ° に記録される場合にも、回転式読み取り装置 2 0 の 1 回転により、測角範囲 2 = ± 6 0 ° の場合と同程度の高速で読み取ることができる。

【 0 0 2 6 】また、この装置では、読み取りが終了したイメージングプレート 2 1 の記録されたデータを消去して、駆動モータ 1 1 の駆動により、鉛直方向上方に移送して、再び、X 線回折線の記憶を行うために使用することができる。

【 0 0 2 7 】また、図示しないが、コントローラとして、(1) X 線露光、読み取り、データ転送のためのシーケンス制御と、(2) イメージングプレートデータ読み取り用として、高速 1 6 ビット A D C と、(3) 制御用 I / F として R S - 2 3 2 C と、(4) データ用 I / F として S C S I 2 が設けられる。

【 0 0 2 8 】更に、制御・データ処理用コンピュータを設けて、制御を行うとともに、X 線回折データの処理とその表示を行うことができる。

【 0 0 2 9 】本発明によれば、上記のように構成したので、以下のような利点がある。

【 0 0 3 0 】(1) 高速、高分解能で X 線回折データ収集・解析を行うことができる。例えば、上記した先行技術 (1) によれば、データ収集に、3 ~ 4 日要していたが、本発明によれば、3 ~ 4 時間でデータ収集を行うことができる。

【 0 0 3 1 】(2) X 線検出部にイメージングプレートを、試料の周囲に縦型に円筒状に設置することにより、多量の X 線回折データを 1 度に収集し、高速化を図るとともに、高分解能化を実現することができる。

【 0 0 3 2 】(3) また、イメージングプレートは 2 次元検出器（記憶媒体）として、高感度で、かつ、広いダイナミックレンジと大きな検出（記憶）面積を有し、更に、半永久的に繰り返し使用が可能である。

【 0 0 3 3 】(4) 従来品に比べて、X 線源と試料間の距離を約 4 0 % 短縮することで、X 線強度を向上させられる。また、CuK 線での測定を可能にしたことにより、高精度の測定が可能となる。

【 0 0 3 4 】(5) 例えば、軸：3 6 0 °、x 軸：-

15 ~ 55°、 軸： - 85 ~ 265°回転可能なゴニオメータとの組合せにより、広い測角範囲、つまり、2 = - 60° ~ + 144°を実現することができる。

【0035】なお、上記実施例では、図示していないが、試料としての結晶に向けて、例えば、上方に放射口を有する導入管を配置して、その導入管の放射口から冷却用ガス、例えば、窒素ガスを放出して、試料を冷却しながら、X線回折測定を行うことができる。更に、種々の試料の雰囲気の設定を行うようにすることもできる。

【0036】また、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨に基づいて種々の変形が可能であり、これらを本発明の範囲から排除するものではない。

【0037】

【発明の効果】以上、詳細に説明したように、本発明によれば、次のような効果を奏することができる。

【0038】(1) 2 測角範囲が拡大され、高速、高分解能で、しかも使い勝手のよい省スペースタイプのイメージングプレートX線回折装置を提供することができる。

【0039】(2) 上記したゴニオメータ(1/4__ゴニオメータ)によれば、試料としての結晶の軸を立てる場合、X線光学系やイメージングプレートとの機械的干渉がなく、結晶の軸を立てることができる。また、測角範囲は2 = - 60° ~ + 144°と広い測角範囲を有しており、放射X線がMoK 線の場合は言うまでもなく、CuK 線の場合でも、ほぼ全空間のデータ収集と処理が可能である。また、CuK 線で0.83 程度の分解能をカバーすることができる。

【0040】(3) 従来品に比べて、X線源と試料間の距離を約40%短縮することで、X線強度を向上させ、かつイメージングプレートの裏面の全面は円筒状の移動台により支持され、高精度の測定が可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を示すイメージングプレートX線回折装置の全体構成図である。

【図2】本発明の実施例を示すイメージングプレートX線回折装置の要部正面図である。

【図3】本発明の実施例を示すイメージングプレートX線回折装置の上面図である。

【図4】本発明の実施例を示す試料の測角範囲の説明図である。

【図5】本発明の実施例を示す試料のX線回折線検出(記憶)方法を示す模式図である。

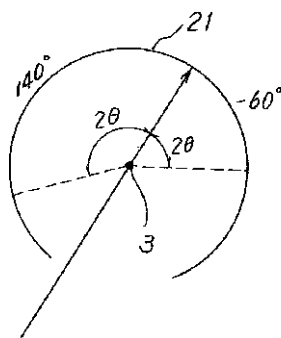
【図6】本発明の実施例を示す試料のX線回折線データの回転式読み取り装置の模式図である。

【符号の説明】

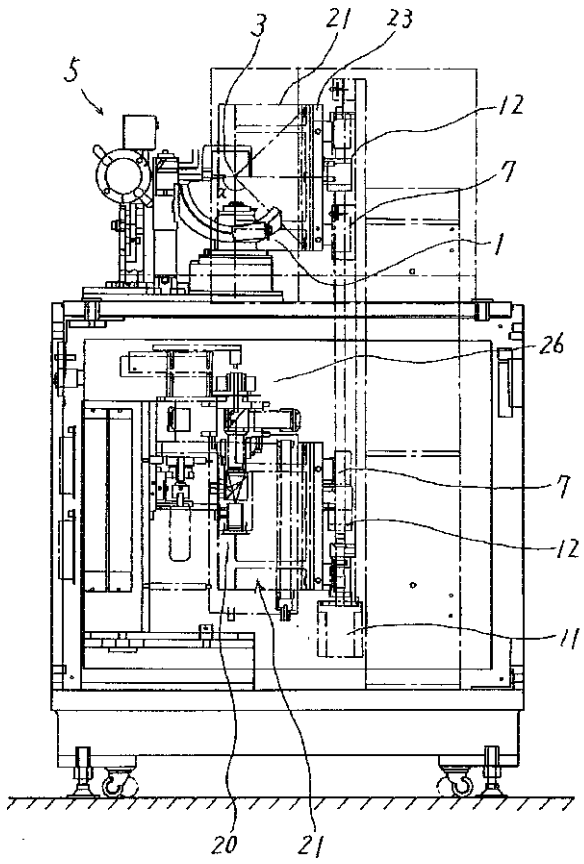
- 1 ギニオメータ
- 3 単結晶(試料)
- 5 X線光学系
- 7 リニアガイド部
- 11 駆動モータ
- 12 伝導機構部
- 13 X線測定装置の防X線を兼ねたカバー
- 15 読み取り装置のチャンバ(X線測定装置の架台)
- 20 回転式読み取り装置
- 21 イメージングプレート
- 22 イメージングプレートの記録面
- 23 移動台
- 24 中心線
- 25 イメージングプレートの移動方向
- 26 レーザ光源
- 28 回転体
- 30 蛍光検出装置
- 32, 34 ミラー
- 36 選択ミラー
- 38 集光レンズ
- 40 レーザ光
- 42 蛍光
- 44 フィルター

【図4】

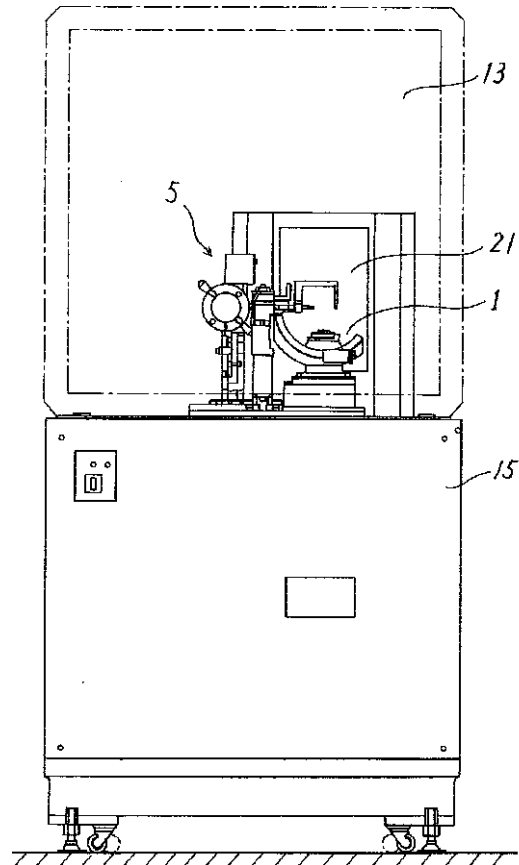
測定範囲(露光エリア)



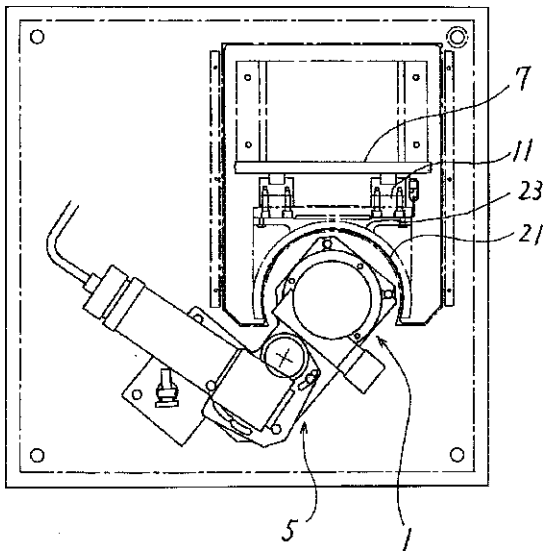
【図1】



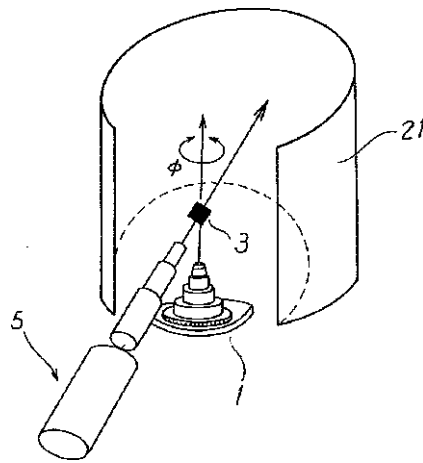
【図2】



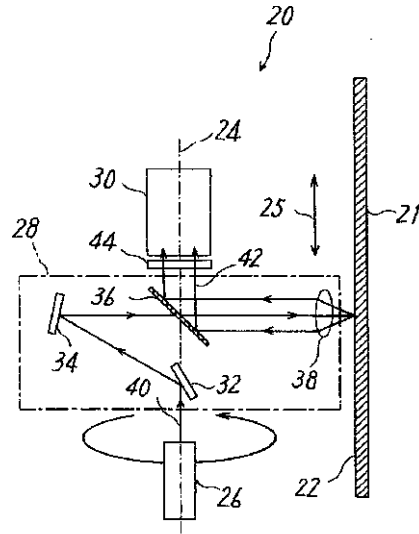
【図3】



【図5】



【 図 6 】



フロントページの続き

(72)発明者 佐々木 勝成
東京都昭島市松原町 3 丁目 9 番 12 号 理
学電機株式会社拜島工場内

(56)参考文献 特開 昭62 - 147858 (J P , A)
特開 平 6 - 180297 (J P , A)
特開 平 6 - 19014 (J P , A)
特開 昭58 - 162847 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷ , D B 名)
G01N 23/20 - 23/207