

(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  
(P3027361)

(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.<sup>7</sup>  
G 0 1 N 23/20

識別記号

F I  
G 0 1 N 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(P2000-35407A)
(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

(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 $\alpha$ 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

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】

【従来技術】従来、このような分野の技術としては、

例えば以下に開示されるようなものがあった。

【0003】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。

【0004】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。

【0005】

【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。

【0006】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。

【0007】(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。

【0008】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であるが、2測角範囲は、±60度で、MoK線(波長0.710)の測定専用であった。つまり、CuK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。

【0009】したがって、上記したMoK線(波長0.710)の測定と、CuK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。

【0010】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。

【0011】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。

【0012】

【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、CuK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。

【0013】

【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。

【0014】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、以下に示す各部品の仕様は、単なる1例に過ぎず、これに限定されるものではない。

【0015】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、 $0.02^{\circ}/\text{ステップ}$ の駆動が可能である。(2)xは $-15 \sim 55^{\circ} : 0.002^{\circ}/\text{ステップ}$ の駆動が可能である。(3)は $-85 \sim 265^{\circ} : 0.002^{\circ}/\text{ステップ}$ 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)アークレスゴニオヘッド1個を設けている。

【0016】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 =  $-60^{\circ} \sim +144^{\circ}$ 、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0.3mm, 0.5mm, 0.8mm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。

【0017】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21に記憶される。

【0018】更に、図1に示した7は移動台23に搭載されるイメージングプレート21を鉛直方向の下部に移送するためのリニアガイド部、11はそのイメージングプレート21の搬送のための駆動モータであり、12は伝導機構部である。

【0019】上記した主な装置は、読み取り装置のチャンバ15の上に配置され、そのチャンバ15の内部に回転式読み取り装置20が収納される。13はX線測定部の防X線を兼ねたカバー、23はイメージングプレート21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)。

【0020】そこで、その回転式読み取り装置20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21は検出面積:460mm×255mm、画素サイズ:100×100 $\mu$ m, 100×105 $\mu$ m, 200×200 $\mu$ m、画素数:4600×2550, 4600×1700, 2300×1275である。(3)カメラ半径は127.38mm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25mWである)。(6)ダイナミックレンジ1~10<sup>6</sup>(0~1048480)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23.5MB/(100×100 $\mu$ m)である。(9)IP枚数は1枚である。(10)読み取り時間は1500ライン/分、約100sec/(100×100 $\mu$ m)である。(11)消去時間は20秒である。(12)デューティタイムは約140secである。

【0021】この回転式読み取り装置20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6-19014号公報参照)ように、大別すると、レーザー光源26と、回転体28の内部に収納された読み取り光学系と、蛍光検出装置30とから構成されている。

【0022】そこで、レーザー光源26で発生したレーザー光40は、ミラー32, 34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21の記録面22に垂直な方向に向けられる。このレーザー光40は、選択ミラー36と集光レンズ38を通過して、イメージングプレート21の記録面22上に照射される。レーザー光40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。

【0023】この蛍光は、集光レンズ38で集められて、平行光線となり、選択ミラー36で反射して、中心線24に平行な方向に向けられる。蛍光42はレーザー光

源26の方向には戻らずに、レーザー光源26とは反対の側に配置されている蛍光検出装置30の方向に向けられる。この蛍光42は、フィルター44で赤色光をカットされて、蛍光検出装置30でその強度が検出される。25は移動台(図示なし)に搭載されたイメージングプレート21の移動方向を示している。

【0024】そこで、イメージングプレート21が読み取り装置のチャンバ15に移送されると、回転式読み取り装置20により、潜像としての試料のX線回折線が読み取られる。

【0025】したがって、図4及び図5に示すように、例えば、CuK $\alpha$ 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21の測角範囲 $2\theta = -60^\circ \sim +144^\circ$ に記録される場合にも、回転式読み取り装置20の1回転により、測角範囲 $2\theta = \pm 60^\circ$ の場合と同程度の高速で読み取ることができる。

【0026】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21の記録されたデータを消去して、駆動モータ11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。

【0027】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16ビットADCと、(3)制御用I/FとしてRS-232Cと、(4)データ用I/FとしてSCSI2が設けられる。

【0028】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。

【0029】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。

【0030】(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。

【0031】(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。

【0032】(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。

【0033】(4)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線強度を向上させられる。また、CuK $\alpha$ 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。

【0034】(5)例えば、 $\theta$ 軸:360 $^\circ$ 、 $\omega$ 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。

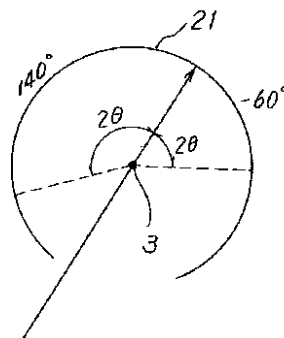
【図6】本発明の実施例を示す試料のX線回折線データの回転式読み取り装置の模式図である。

【符号の説明】

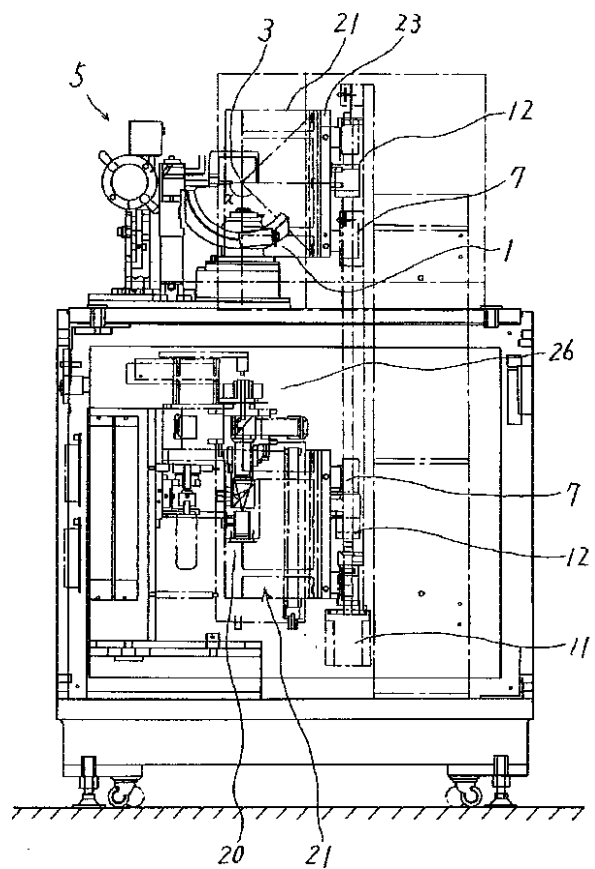
- 1 ゴニオメータ
- 3 単結晶(試料)
- 5 X線光学系
- 7 リニアガイド部
- 11 駆動モータ
- 12 伝導機構部
- 13 X線測定装置の防X線を兼ねたカバー
- 15 読み取り装置のチャンバ(X線測定装置の架
- 20 台)
- 20 回転式読み取り装置
- 21 イメージングプレート
- 22 イメージングプレートの記録面
- 23 移動台
- 24 中心線
- 25 イメージングプレートの移動方向
- 26 レーザ光源
- 28 回転体
- 30 蛍光検出装置
- 32, 34 ミラー
- 36 選択ミラー
- 38 集光レンズ
- 40 レーザ光
- 42 蛍光
-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

【図4】

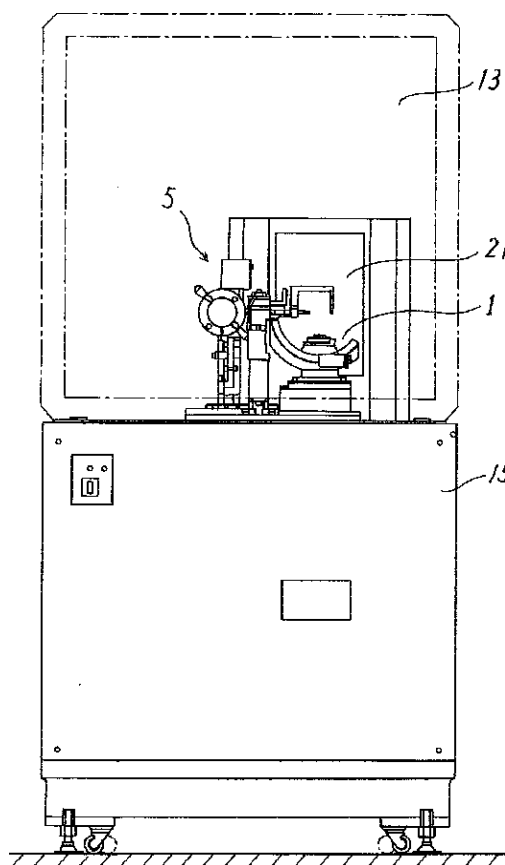
測定範囲(露光エリア)



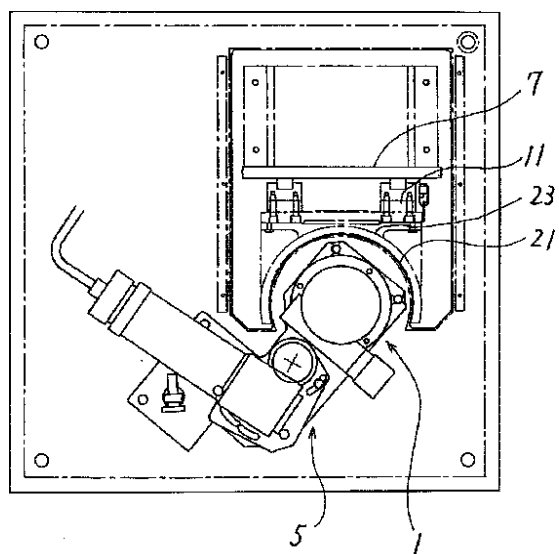
【図1】



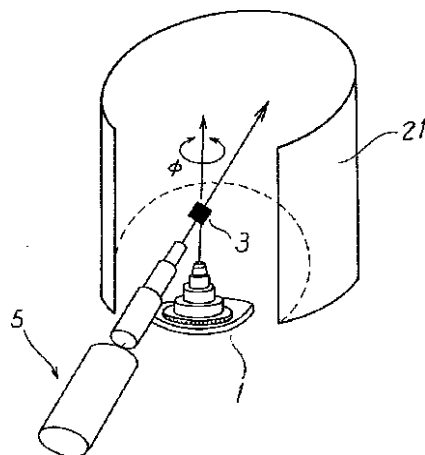
【図2】



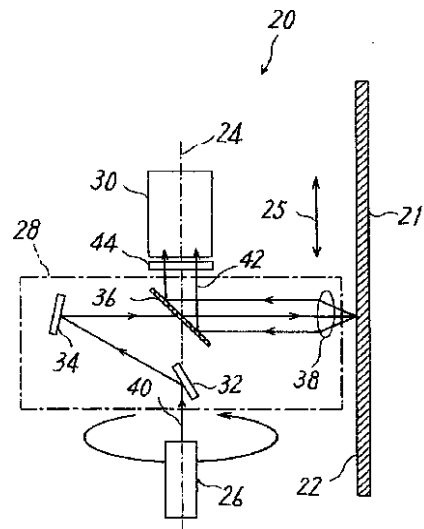
【図3】



【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  
学電機株式会社拝島工場内

(56)参考文献

特開 昭62-147858 (JP, A)

特開 平6-180297 (JP, A)

特開 平6-19014 (JP, A)

特開 昭58-162847 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)

G01N 23/20 - 23/207