

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000 - 35407

(P 2 0 0 0 - 3 5 4 0 7 A)

(43)公開日 平成12年2月2日(2000.2.2)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード [*] (参考)
G01N 23/20		G01N 23/20	2G001
G21K 1/06		G21K 1/06	G

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全9頁)

(21)出願番号	特願平10 - 202980	(71)出願人	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
(22)出願日	平成10年7月17日(1998.7.17)	(71)出願人	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

最終頁に続く

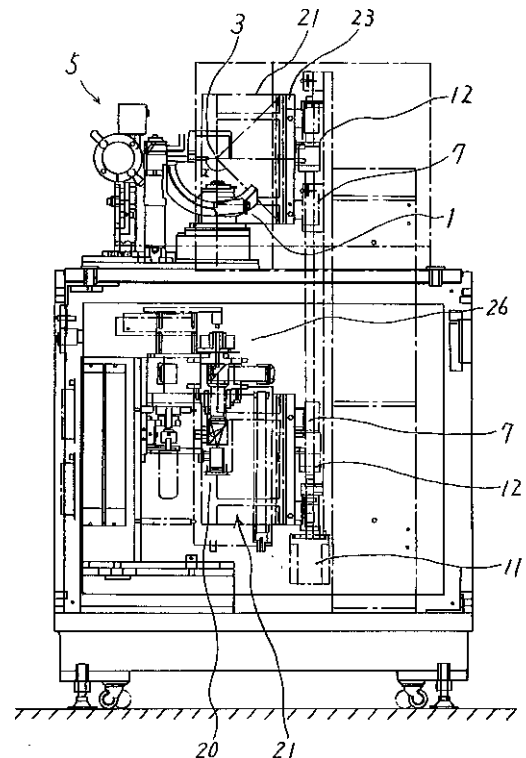
(54)【発明の名称】イメージングプレートX線回折装置

(57)【要約】

【課題】 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。

【解決手段】 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5とゴニオメータ1を備え、セットされた単結晶試料3にX線回折を起こさせるX線測定装置と、前記試料3からの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円筒状イメージングプレート21と、この円筒状イメージングプレート21を鉛直方向に移送する駆動モータ11と、伝導機構部12と、移送された円筒状イメージングプレート21と同軸状に配置され、この円筒状イメージングプレート21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20とを設ける。



【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を鉛直方向に移送する移送手段と、(d) 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具備す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。

【請求項 2】請求項 1 記載のイメージングプレート X 線回折装置において、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。

【請求項 3】請求項 1 記載のイメージングプレート X 線回折装置において、放射 X 線に Cu K 線を用い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、例えば以下に開示されるようなものがあった。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。

【0003】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、銅 (Cu) K 線 (波長 1.542) の測定が必要になってきている。

【0004】

【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。

【0005】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。

(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。

【0006】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 10 大であるが、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。

【0007】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。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。

【0008】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。

【0009】

【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、前記試料からの 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設けるようにしたものである。

【0010】(2) 上記 (1) 記載のイメージングプレート X 線回折装置において、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。

(3) 上記 (1) 記載のイメージングプレート X 線回折装置において、放射 X 線に Cu K 線を用いる。

【0011】

【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。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線間接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。

【0012】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)は-15~55°:0.002°/ステップの駆動が可能である。(3)は-85~265°:0.002°/ステップの駆動が可能である。軸交差精度は、例えば、20μm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。

【0013】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0.3mm, 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。

【0014】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。更に、図1に示した7は移動台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。

【0015】上記した主な装置は、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線を兼ねたカバーである。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:100×100μm, 100×105μm, 200×200μm、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 $1 \sim 10^6$ (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/(100×100μm)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/(100×100μm)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。

【0016】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。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。

【0017】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。

【0018】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。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。

【0019】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。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。

【0020】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。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。

(1) 高速、高分解能で X 線回折データ収集・解析を行うことかできる。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。

【 0021 】 (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 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。

(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。

【 0022 】 (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 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。

(5) 例えば、 θ 軸 : 360°、 ω 軸 : - 15 ~ 55°、 ϕ 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、 $2\theta = - 60^\circ \sim + 144^\circ$ を実現することができる。

【 0023 】 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。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。

【 0024 】

【 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。

(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。

【 0025 】 (2) 上記したゴニオメータ (1 / 4 x 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 $2\theta = - 60^\circ \sim + 144^\circ$ 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。

【 0026 】 (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、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。

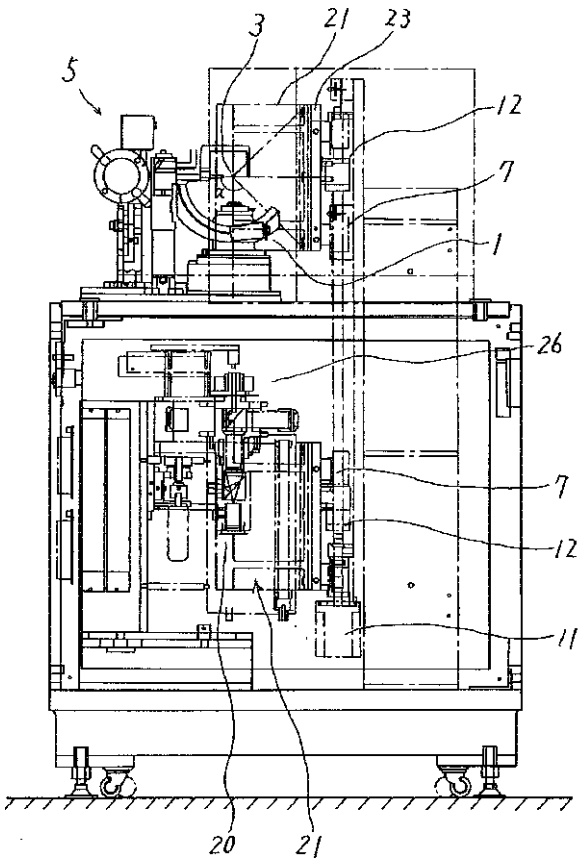
【 図 5 】 本発明の実施例を示す試料の X 線回折線検出 (記憶) 方法を示す模式図である。

【 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。

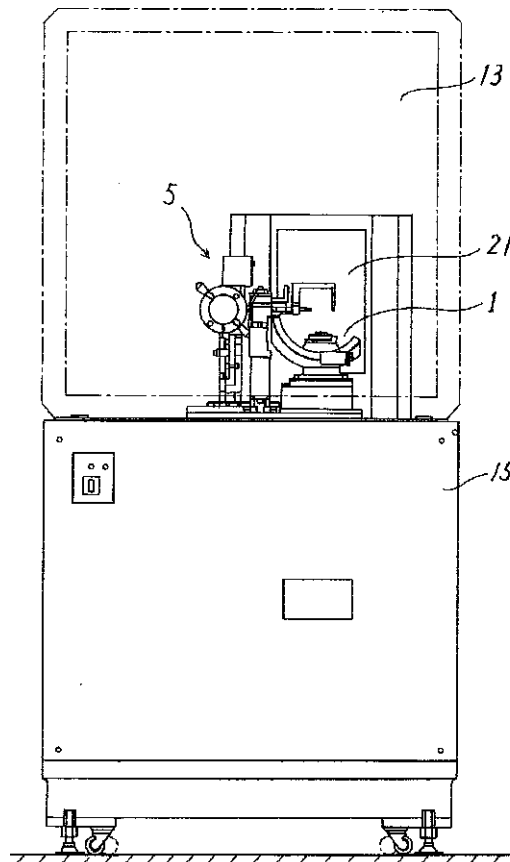
【 符号の説明 】

- 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

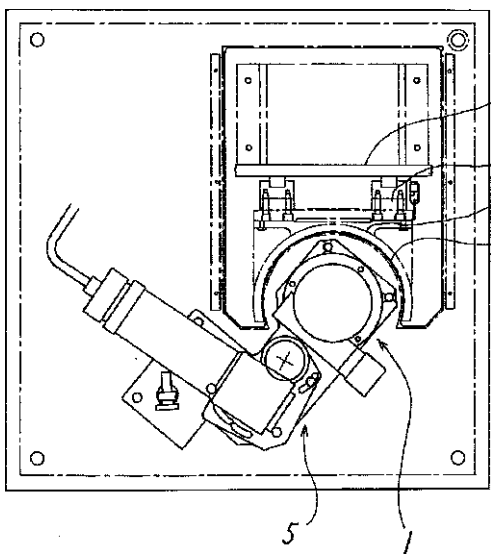
【図1】



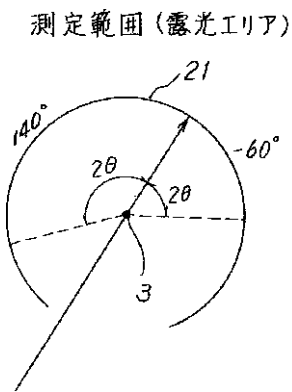
【図2】



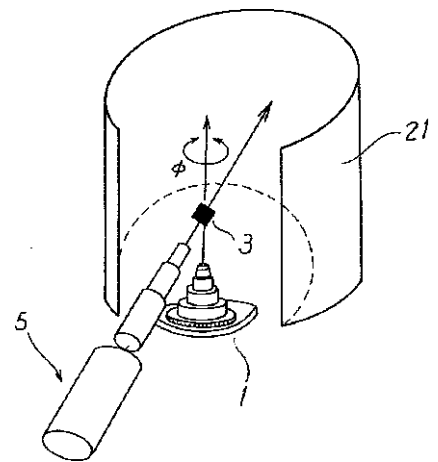
【図3】



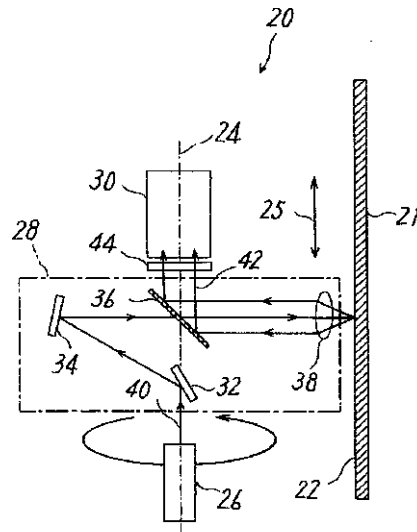
【図4】



【図5】



【図 6】



【手続補正書】

【提出日】平成 11 年 10 月 28 日 (1999 . 10 . 28)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】イメージングプレート X 線回折装置

【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】

【従来の技術】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 \AA) の測定に止まらず、銅 (Cu) K 線 (波長 1.542 \AA) 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きであるが、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 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。

【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° /ステップの駆動が可能である。(2)xは $-15 \sim 55^\circ$; 0.002° /ステップの駆動が可能である。(3)は $-85 \sim 265^\circ$; 0.002° /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： $460 \text{ mm} \times 255 \text{ mm}$ 、画素サイズ： $100 \times 100 \mu\text{m}$, $100 \times 105 \mu\text{m}$, 200

× 200 μm、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1~10⁶(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/(100×100μm)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/(100×100μm)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 = -60°~+144°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 = ±60°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、軸：360°、x軸：-15~55°、θ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 $2\theta = -60^\circ \sim +144^\circ$ と広い測角範囲を有しており、放射X線がMoK α 線の場合は言うまでもなく、CuK α 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 α 線で0.83程度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 |

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

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 DA09 EA01
GA06 GA08 GA13 HA13 JA08
KA08 MA05 PA12 QA01