

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02016/152654

発行日 平成30年1月11日 (2018.1.11)

(43) 国際公開日 平成28年9月29日 (2016.9.29)

(51) Int.Cl.
G01N 23/207 (2018.01)

F I
G O I N 23/207

テーマコード (参考)
2 G O O 1

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)

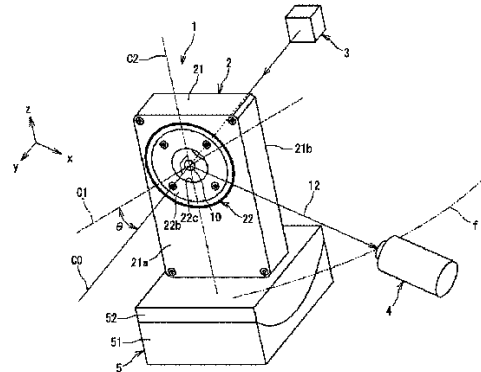
出願番号	特願2017-508258 (P2017-508258)	(71) 出願人	504132272 国立大学法人京都大学 京都府京都市左京区吉田本町36番地1
(21) 国際出願番号	PCT/JP2016/058151	(74) 代理人	110000280 特許業務法人サンクレスト国際特許事務所
(22) 国際出願日	平成28年3月15日 (2016.3.15)	(72) 発明者	河口 智也 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院工学研究科内
(31) 優先権主張番号	特願2015-61574 (P2015-61574)	(72) 発明者	松原 英一郎 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院工学研究科内
(32) 優先日	平成27年3月24日 (2015.3.24)	(72) 発明者	福田 勝利 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学産官学連携本部内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 X線回折測定装置及びX線回折測定方法

(57) 【要約】

試料を所望の形状でX線回折測定を行うことができ、且つその測定精度を向上させることができるX線回折測定装置及びX線回折測定方法を提供する。X線回折測定装置1は、所定の第1回転軸C1回りに回転することで試料10を所定平面内で回転させる試料回転部22と、回転中の試料10に対してX線を照射するX線源3と、X線の光軸C0に対して直交した第2回転軸C2を中心とする円弧軌跡f上を移動することで試料10を透過して回折した回折X線12を検出する回折X線検出部4と、光軸C0と第2回転軸C2とを含む仮想平面において、試料10を中心として、第1回転軸C1を光軸C0に対して所定の鋭角度θで相対的に傾斜させる軸傾斜機構5とを備える。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

所定の第 1 回転軸回りに回転することで、試料を所定平面内で回転させる試料回転部と、
 前記試料回転部により回転する前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、
 X 線の光軸に対して直交した第 2 回転軸を中心とする円弧軌跡上を移動することで、前記試料を透過して回折した回折 X 線を検出する回折 X 線検出部と、
 前記光軸と前記第 2 回転軸とを含む仮想平面において、前記試料回転部により回転する前記試料を中心として、前記第 1 回転軸を前記光軸に対して所定の鋭角度で相対的に傾斜させる軸傾斜機構と、
 を備えることを特徴とする X 線回折測定装置。

10

【請求項 2】

前記軸傾斜機構は、前記鋭角度を調整可能である請求項 1 に記載の X 線回折測定装置。

【請求項 3】

前記鋭角度は、 $15 \sim 20^\circ$ の角度範囲に設定されている請求項 1 又は 2 に記載の X 線回折測定装置。

【請求項 4】

前記試料は錠剤形状とされている請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の X 線回折測定装置。

【請求項 5】

試料回転部が、所定の第 1 回転軸回りに回転することで、試料を所定平面内で回転させる回転工程と、
 X 線源が、前記試料回転部により回転する前記試料に対して X 線を照射する照射工程と、
 回折 X 線検出部が、X 線の光軸に対して直交した第 2 回転軸を中心とする円弧軌跡上を移動することで、前記試料を透過して回折した回折 X 線を検出する検出工程と、
 軸傾斜機構が、前記光軸と前記第 2 回転軸とを含む仮想平面において、前記試料回転部により回転する前記試料を中心として、前記第 1 回転軸を前記光軸に対して所定の鋭角度で相対的に傾斜させる軸傾斜工程と、
 を含むことを特徴とする X 線回折測定方法。

20

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、X 線回折測定装置及び X 線回折測定方法に関する。

【背景技術】

【0002】

試料の結晶構造、異物及び欠陥などの分析を行う分析手法として、多結晶体の試料に X 線を照射し、その試料からの散乱（回折）X 線を観測する X 線回折測定が知られている。このような X 線回折測定には、試料を封入した状態で回転するガラスキャピラリーに対してその回転軸と直交する方向から X 線を照射し、試料を透過して回折した X 線を回折 X 線検出部により観測する測定方法や、回転台上に載置された状態で回転する試料に X 線を照射し、試料から反射して回折した X 線を回折 X 線検出部により観測する測定方法などがある（例えば、特許文献 1 参照）。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2003 - 279506 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

50

上記のガラスキャピラリーを回転させる測定方法は、ガラスキャピラリーの回転軸に対して直交する方向からX線を照射するので、回折X線検出部による試料の観測領域が大きい。その結果、試料において入射X線を回折する粒子（回折条件を満たす粒子）の数が多くなるので、X線回折測定を高精度に行うことができる。

しかし、この測定方法では、直径が約1.0mm以下のガラスキャピラリーを用いるので、このガラスキャピラリーに試料を封入するために、試料を細かくすり潰す必要がある。このため、例えば板状の試料等を、細かくすり潰すことなくその形状のまま測定したい場合には、この測定方法によって測定することができない。

【0005】

一方、上記の回転台上で試料を回転させる測定方法は、試料を細かくすり潰す必要がないので、板状の試料等であってもその形状のままX線回折測定を行うことができる。しかし、この測定方法では、X線は回転台により所定平面で回転する試料に照射されるため、回折X線検出部による試料の観測領域が小さく、回折条件を満たす粒子の数は、ガラスキャピラリーを回転させる測定方法に比べて少なくなる。このため、回転台上で回転させる測定方法では、X線回折測定の測定精度が低下するという問題がある。

本発明は、前記問題点に鑑みてなされたものであり、試料を所望の形状でX線回折測定を行うことができ、且つその測定精度を向上させることができるX線回折測定装置及びX線回折測定方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明のX線回折測定装置は、所定の第1回転軸回りに回転することで、試料を所定平面内で回転させる試料回転部と、前記試料回転部により回転する前記試料に対してX線を照射するX線源と、X線の光軸に対して直交した第2回転軸を中心とする円弧軌跡上を移動することで、前記試料を透過して回折した回折X線を検出する回折X線検出部と、前記光軸と前記第2回転軸とを含む仮想平面において、前記試料回転部により回転する前記試料を中心として、前記第1回転軸を前記光軸に対して所定の鋭角度で相対的に傾斜させる軸傾斜機構と、を備えることを特徴とする。

【0007】

また、本発明のX線回折測定方法は、試料回転部が、所定の第1回転軸回りに回転することで、試料を所定平面内で回転させる回転工程と、X線源が、前記試料回転部により回転する前記試料に対してX線を照射する照射工程と、回折X線検出部が、X線の光軸に対して直交した第2回転軸を中心とする円弧軌跡上を移動することで、前記試料を透過して回折した回折X線を検出する検出工程と、軸傾斜機構が、前記光軸と前記第2回転軸とを含む仮想平面において、前記試料回転部により回転する前記試料を中心として、前記第1回転軸を前記光軸に対して所定の鋭角度で相対的に傾斜させる軸傾斜工程と、を含むことを特徴とする。

【0008】

本発明のX線回折測定装置及びX線回折測定方法によれば、試料にX線を照射する際に、試料回転部により試料を所定平面内で回転させるので、従来の回転台を回転させる測定方法と同様の方法により試料を回転させることができる。このため、従来のガラスキャピラリーを回転させる測定方法のように、試料を細かくすり潰す必要がないので、試料を所望の形状でX線回折測定を行うことができる。

【0009】

また、軸傾斜機構により、X線の光軸と回折X線検出部の第2回転軸とを含む仮想平面において、試料回転部により回転する試料を中心として、試料回転部の第1回転軸を上記光軸に対して所定の鋭角度で相対的に傾斜させることができる。これにより、第1回転軸が光軸に対して傾斜していない場合に比べて、回折X線検出部による試料の観測領域を拡大することができる。その結果、回折条件を満たす粒子の数を増加させることができるため、X線回折測定の測定精度を向上させることができる。

【0010】

10

20

30

40

50

前記軸傾斜機構は、前記鋭角度を調整可能であるのが好ましい。

この場合、試料に応じて光軸に対する第1回転軸の傾斜角度（鋭角度）を適切に調整することができる。

【0011】

前記鋭角度は、15～20°の角度範囲に設定されているのが好ましい。

この場合、試料によるX線の吸収量を抑えつつ、回折X線検出部による試料の観測領域を可及的に拡大することができる。

【0012】

前記試料は錠剤形状とされているのが好ましい。

この場合、X線の吸収量が多い試料を測定する場合には、その試料を、希釈剤を混合して成型した錠剤形状とすることで、X線の吸収量を調整することが可能となる。その結果、X線の吸収量の補正を行った正確なX線回折測定を行うことができる。

【発明の効果】

【0013】

本発明によれば、試料を所望の形状でX線回折測定を行うことができ、且つその測定精度を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の一実施形態に係るX線回折測定装置を示す概略構成図である。

【図2】試料回転装置を示す正面図である。

【図3】図2のA-A矢視断面図である。

【図4】X線回折測定方法を示すフローチャートである。

【図5】回折X線検出部による試料の観測領域を示す説明図である。

【図6】検証実験の実験結果を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

< X線回折測定装置 >

図1は、本発明の一実施形態に係るX線回折測定装置を示す概略構成図である。図1において、X線回折測定装置1は、試料10を回転可能に保持する試料回転装置2と、この試料回転装置2に保持された試料10に対してX線を照射するX線源3と、試料10を透過して回折した回折X線を検出する回折X線検出部4と、試料回転装置2の第1回転軸C1をX線の光軸C0に対して相対的に傾斜させる軸傾斜機構5とを備えている。

【0016】

図2は、試料回転装置2を示す正面図である。また、図3は、図2のA-A矢視断面図である。

図2及び図3において、試料回転装置2は、本体部21と、この本体部21に対して回転可能な試料回転部22と、この試料回転部22を回転駆動する回転駆動部23とを有している。

【0017】

本実施形態の本体部21は、その外形が直方体状に形成されたものであり、その前面21aから後面21bに向かって貫通する取付孔21cを有している。この取付孔21cには、その中心軸上に配置された第1回転軸C1回りに試料回転部22が回転可能に支持されている。本体部21の側面21dには、回転駆動部23の電源ケーブル等が接続されるコネクタ24が設けられている。

【0018】

回転駆動部23は、例えば電動モータからなり、試料回転部22を本体部21に対して、第1回転軸C1を中心として図2の矢印方向に高速で回転駆動させる。試料回転部22の回転速度は、例えば180rpmに設定されている。

試料回転部22は、本体部21の取付孔21cに転がり軸受25を介して回転可能に支

10

20

30

40

50

持された円筒部 2 2 a と、この円筒部 2 2 a に対して着脱自在に取り付けられた環状板部 2 2 b とを有している。

【 0 0 1 9 】

円筒部 2 2 a の内側には、その軸方向一方側（図 3 の上側）から軸方向他方側（図 3 の下側）に向けて X 線を通過させるための中空部 2 2 c が形成されている。円筒部 2 2 a の軸方向一端部（図 3 の下端部）にはフランジ部 2 2 d が形成されている。このフランジ部 2 2 d には、環状板部 2 2 b の外周部が複数（ここでは 4 個）のボルト 2 6 により着脱自在に取り付けられている。

【 0 0 2 0 】

環状板部 2 2 b は、X 線を透過可能な透明の合成樹脂製の部材である。環状板部 2 2 b の中心は、当該環状板部 2 2 b がフランジ部 2 2 d に取り付けられた状態で、第 1 回転軸 C 1 上に配置される。環状板部 2 2 b の外面の中心部には、試料 1 0 が固定されている。

10

【 0 0 2 1 】

本実施形態の試料 1 0 は、例えば、所定量の微粉末を圧粉して円板状に形成された圧粉体からなり、その中心が環状板部 2 2 b の中心と一致するように、つまり第 1 回転軸 C 1 上に配置されるように環状板部 2 2 b に固定されている。これにより、試料 1 0 は、円筒部 2 2 a の中空部 2 2 c の軸方向外側（図 3 の下側）に配置された状態で、試料回転部 2 2 と共に回転可能に保持されている。

【 0 0 2 2 】

図 1 に示すように、X 線源 3 は、試料回転装置 2 の本体部 2 1 の後面 2 1 b 側において、当該後面 2 1 b から y 軸方向に所定距離をおいて配置されている。また、X 線源 3 は、X 線の光軸 C 0 が、本体部 2 1 の後面 2 1 b 側から、y 軸方向に沿って試料回転部 2 2 の中空部 2 2 c、環状板部 2 2 b の中心部、及び試料回転部 2 2 に保持された試料 1 0 の中心部をそれぞれ通過する位置に配置されている。

20

【 0 0 2 3 】

以上の構成により、試料回転装置 2 の本体部 2 1 に対して試料回転部 2 2 を第 1 回転軸 C 1 回りに回転させることで、試料 1 0 を所定平面（環状板部 2 2 b の外面）内で回転させることができる。そして、X 線源 3 から放射された X 線を、本体部 2 1 の後面 2 1 b 側から試料回転部 2 2 の中空部 2 2 c 及び環状板部 2 2 b を通過させて、回転中の試料 1 0 の中心部に照射することができる。

30

【 0 0 2 4 】

図 1 において、回折 X 線検出部 4 は、光軸 C 0 に対して鉛直方向（z 軸方向）に直交する第 2 回転軸 C 2 回りに水平移動可能に配置されている。具体的には、回折 X 線検出部 4 は、第 2 回転軸 C 2 を中心とする円弧軌跡 f 上を移動するように配置されている。これにより、回折 X 線検出部 4 は、試料 1 0 を透過して回折した回折 X 線 1 2 を検出する。

【 0 0 2 5 】

図 1 において、軸傾斜機構 5 は、例えばゴニオメータステージからなる。このゴニオメータステージ 5 は、固定ステージ 5 1 と、この固定ステージ 5 1 に対して y 軸方向に移動可能な可動ステージ 5 2 とを有する。可動ステージ 5 2 の上面には、試料回転装置 2 が載置して固定されるようになっている。

40

【 0 0 2 6 】

可動ステージ 5 2 は、図示しないアクチュエータによって駆動され、試料回転装置 2 が保持している試料 1 0 を中心として y 軸方向に円弧移動する。これにより、試料回転装置 2 の第 1 回転軸 C 1 は、光軸 C 0 と第 2 回転軸 C 2 とを含む仮想平面（y z 平面）において、試料回転装置 2 に保持された試料 1 0 を中心として、光軸 C 0 に対して所定の鋭角度で傾斜させることができる。

【 0 0 2 7 】

ゴニオメータステージ 5 は、前記鋭角度 を例えば 0 ~ 2 5 ° の角度範囲で調整するために、可動ステージ 5 2 の移動量を調整できるようになっている。但し、試料 1 0 による X 線の吸収量を抑えるという観点では、前記鋭角度 は 1 5 ~ 2 0 ° の角度範囲に設定さ

50

れるのが好ましい。

【0028】

< X線回折測定方法 >

図4は、上記X線回折測定装置1を用いたX線回折測定方法を示すフローチャートである。以下、図4を参照しつつ、本実施形態のX線回折測定方法について説明する。

まず、試料回転装置2の試料回転部22に試料10を取り付ける(ステップS1)。具体的には、試料回転部22の環状板部22bの中心部に試料10を取り付け、その環状板部22bを円筒部22aのフランジ部22dにボルト26により固定する(図2及び図3参照)。これにより、試料10は、第1回転軸回りC1回りに回転可能となる。

【0029】

次に、図1に示すように、ゴニオメータステージ5の可動ステージ52上に試料回転装置2を載置して固定する(ステップS2)。その際、試料回転装置2は、その第1回転軸C1が光軸C0上に配置されるように固定される。

【0030】

次に、ゴニオメータステージ5を駆動して、試料回転装置2の第1回転軸C1を、上述の仮想平面において光軸C0に対して所定の鋭角度だけ傾斜させる(ステップS3、軸傾斜工程)。具体的には、ゴニオメータステージ5のアクチュエータを駆動させ、可動ステージ52を固定ステージ51に対してy軸方向(図1ではy軸の正方向)に所定量だけ円弧移動させる。

【0031】

次に、試料回転装置2の回転駆動部23を駆動し、本体部21に対して試料回転部22を試料10と共に第1回転軸C1回りに回転させる(ステップS4、回転工程)。そして、X線源3からX線を放射し、回転中の試料10に対してX線を照射する(ステップS5、照射工程)。そして、試料10を透過して試料回転装置2の前方へ回折した回折X線12を回折X線検出部4により検出する(ステップS6、検出工程)。

【0032】

< 試料の観測領域 >

図5(a)~(d)は、回折X線検出部4による試料10の観測領域を示す説明図である。

図5(a)において、X線回折測定では、無数の逆格子点の集合は、面間隔dの逆数 $1/d$ の半径で定義される球殻61(以下、逆格子球殻という)となる。この逆格子球殻のうち、入射X線の波長 λ の逆数 $1/\lambda$ の半径で定義されるエバルト球62との交線部分(デバイリング)63のみが回折条件を満たす。このため、入射X線(光軸C0)に対して、エバルト球62の中心を頂点とする円錐の母線64方向にX線回折が観測される。

【0033】

図5(b)は、静止している試料10に対して、逆格子球殻61及びデバイリング63を光軸C0方向から見た図である。一般的に回折X線検出部を円弧軌跡上で移動させる測定方法では、デバイリング63の一部しか観測されないため、観測できる逆格子点は、逆格子球殻61上におけるデバイリング63の線分65に含まれるもののみとなる。

【0034】

したがって、試料10を静止させている場合は、回折条件を満たす粒子の数が少なく、X線回折測定を高精度に行うことができない。

これに対して、試料10を回転させた場合には、逆格子球殻61上で観測できる逆格子点は、上記線分65が掃く曲面上に存在するので、回折条件を満たす粒子の数が増加し、測定精度を向上させることができる。

【0035】

図5(c)は、試料回転装置2の第1回転軸C1が回折X線検出部4の第2回転軸C2と一致している場合、つまり、第1回転軸C1が光軸C0に対して直交している場合における、回折X線検出部4による観測領域を示す図である。

図5(c)に示す観測領域は、従来のガラスキャピラリーを回転させるX線回折測定の

10

20

30

40

50

場合に対応している。この場合には、観測できる逆格子点は、逆格子球殻 6 1 上の赤道部分を 1 周した帯状の観測領域 6 7 (図中のハッチングで示す領域) となり、図 5 (b) に示す線分 6 5 に比べて観測領域を大幅に拡大することができる。

【 0 0 3 6 】

しかし、本実施形態のように板状の試料 1 0 を測定する場合には、ガラスキャピラリーを回転させる X 線回折測定のように、第 1 回転軸 C 1 を回折 X 線検出部 4 の第 2 回転軸 C 2 と一致させることはできない。そこで、本実施形態では、回折 X 線検出部 4 による観測領域を拡大するために、第 1 回転軸 C 1 を光軸 C 0 に対して傾斜させている。

【 0 0 3 7 】

図 5 (d) は、本実施形態の回折 X 線検出部 4 による試料 1 0 の観測領域を示す図である。図 5 (d) に示すように、本実施形態の第 1 回転軸 C 1 は光軸 C 0 に対して傾斜しているため、観測できる逆格子点は、逆格子球殻 6 1 上の赤道部分よりも緯度が少しずれた位置を含むように 1 周した帯状の観測領域 6 8 (図中のハッチングで示す領域) となる。この観測領域 6 8 は、図 5 (c) に示す観測領域 6 7 に比べて小さいが、図 5 (b) に示す線分 6 5 よりも大幅に拡大しているのが分かる。

10

【 0 0 3 8 】

< 検証実験 >

次に、本実施形態の X 線回折測定装置 1 により得られる効果を検証するために、本発明者らが行った検証実験について説明する。

この検証実験の実験方法としては、粉末 X 線回折に用いられる微粉末 S i を試料として、その 1 1 1 回折線を繰り返し測定し、その回折強度を求めた。

20

【 0 0 3 9 】

試料の測定は、下記 3 種類の条件でそれぞれ行った。

条件 A : 試料の回転軸が光軸に対して 20° 傾斜している場合 (本実施形態に相当)

条件 B : 試料の回転軸が光軸に対して傾斜していない場合

条件 C : 試料を回転させない場合

【 0 0 4 0 】

また、上記の繰り返し測定では、入射光エネルギーを変更し、試料中で回折条件を満たす粒子が測定毎に変わるようにした。このため、各測定での回折強度の揺らぎ (変動) は、この回折に起因する粒子数の揺らぎ、つまり測定精度に起因することになる。したがって、各測定の回折強度が一定であれば、測定精度が高い状態であることを意味する。

30

【 0 0 4 1 】

図 6 は、本検証実験の実験結果を示すグラフである。このグラフは、上記各条件 A ~ C の X 線回折測定の測定回数と回折強度との関係を示している。

図 6 に示すように、条件 A の回折強度の揺らぎは、他の条件 B , C の回折強度に比べて最も小さいのが分かる。特に、条件 A と条件 C とを比べると、条件 A の方が回折強度の揺らぎが顕著に小さくなっており、試料を回転させることで、静止試料の測定に比べて大幅に測定精度が向上していることが分かる。また、条件 A と条件 B とを比べても、条件 A の方が回折強度の揺らぎが小さくなっていることがグラフから読み取れる。

40

【 0 0 4 2 】

図 6 のグラフ中には、回折強度の揺らぎを定量的に評価するために、各条件 A ~ C における回折強度の揺らぎの標準偏差を示している。この標準偏差は、その値が小さいほど測定精度が高いことを示している。

図 6 に示すように、条件 B の標準偏差は 0.62% であり、条件 C の標準偏差は 2.2% であるのに対して、条件 A の標準偏差は 0.41% と最小の値を示している。すなわち、条件 A の場合に測定精度が最も高くなるのが、定量的にも示されていることが分かる。しかも、条件 A の場合は、条件 B の場合に比べて 1.5 倍以上の精度、条件 C の場合に比べて 5 倍以上の精度でそれぞれ測定することができ、本実施形態の効果を如実に表している。

【 0 0 4 3 】

50

さらに、図6に示すように、測定した光子の数の揺らぎ、すなわち光子統計という別の要因による誤差（標準偏差） σ は0.31%となっており、今回の検証実験における条件A～Cの回折強度の揺らぎの標準偏差 σ の値は、必ず光子統計による標準偏差 σ の値以上になっている。その中でも、条件Aの標準偏差（0.41%）は、光子統計による標準偏差 σ （0.31%）に非常に近い値を示しており、条件Aの場合は今回の検証実験で到達しうる最大精度に肉薄する精度で測定できていることが分かる。

【0044】

<効果について>

以上、本実施形態のX線回折測定装置1及びX線回折測定方法によれば、試料10にX線を照射する際に、試料回転装置2により試料10を所定平面内で回転させるので、従来の回転台を回転させる測定方法と同様の方法により試料を回転させることができる。このため、従来のガラスキャピラリーを回転させる測定方法のように、試料を細かくすり潰す必要がないので、試料を所望の形状でX線回折測定を行うことができる。

10

【0045】

また、軸傾斜機構5により、X線の光軸C0と回折X線検出部4の第2回転軸C2とを含む仮想平面において、試料回転装置2により回転する試料10を中心として、試料回転装置2の第1回転軸C1を光軸C0に対して所定の鋭角度 θ で傾斜させることができる。これにより、第1回転軸C1が光軸C0に対して傾斜していない場合に比べて、回折X線検出部4による試料10の観測領域を拡大することができる。その結果、回折条件を満たす粒子の数を増加させることができるため、X線回折測定の測定精度を向上させることができる。

20

【0046】

また、本実施形態のX線回折測定装置1は、試料10を透過して回折した回折X線12を検出する透過法を用いているので、X線回折測定とX線吸収分光測定との組み合わせであるDAFS（Diffraction Anomalous Fine Structure）法や、種々のX線共鳴散乱測定を簡便に行うことができる。さらに、X線回折測定装置1にスリッピング等による電極の回転機構を組み合わせれば、測定試料に電圧を印加しながらその場で測定を行うことも可能となる。

【0047】

また、軸傾斜機構5は、鋭角度 θ を調整可能であるため、試料10に応じて光軸C0に対する第1回転軸C1の傾斜角度（鋭角度 θ ）を適切に調整することができる。

30

また、鋭角度 θ を15～20°の角度範囲に設定することで、試料10によるX線の吸収量を抑えつつ、回折X線検出部4による試料10の観測領域を可及的に拡大することができる。

【0048】

なお、本発明は、上記の実施形態に限定されることなく適宜変更して実施可能である。例えば、上記実施形態の試料10は、板状に形成されているが、他の任意の形状に形成されていても良い。また、測定対象の試料10として、錠剤試料や、薄型ラミネートセルなどのデバイス試料を用いることも可能である。特に、錠剤試料を用いる場合には、X線の吸収量が大きい試料であっても、その試料を、希釈剤を混合して成型した錠剤形状とすることで、X線の吸収量を調整することが可能となる。その結果、X線の吸収量の補正を行った正確なX線回折測定を行うことが可能となる。

40

【0049】

また、上記実施形態の軸傾斜機構5は、第1回転軸C1を光軸C0に対して傾斜させているが、光軸C0を第1回転軸C1に対して傾斜させるようにしても良い。さらに、上記実施形態のX線回折測定装置1は、回折X線検出部4の第2回転軸C2を鉛直方向（z軸方向）に配置しているが、水平方向（x軸方向）に配置しても良い。この場合、第1回転軸C1は水平面（xy平面）上において光軸C0に対して傾斜させることになるので、第1回転軸C1を傾斜させる軸傾斜機構5は、ゴニオメータステージに替えて、z軸方向を中心軸として水平面上で回転するターンテーブル等により構成すればよい。

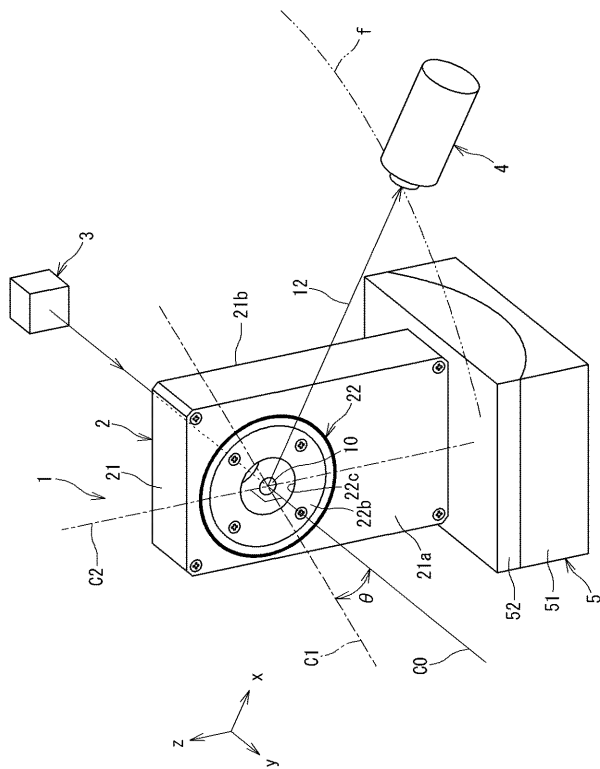
50

【符号の説明】

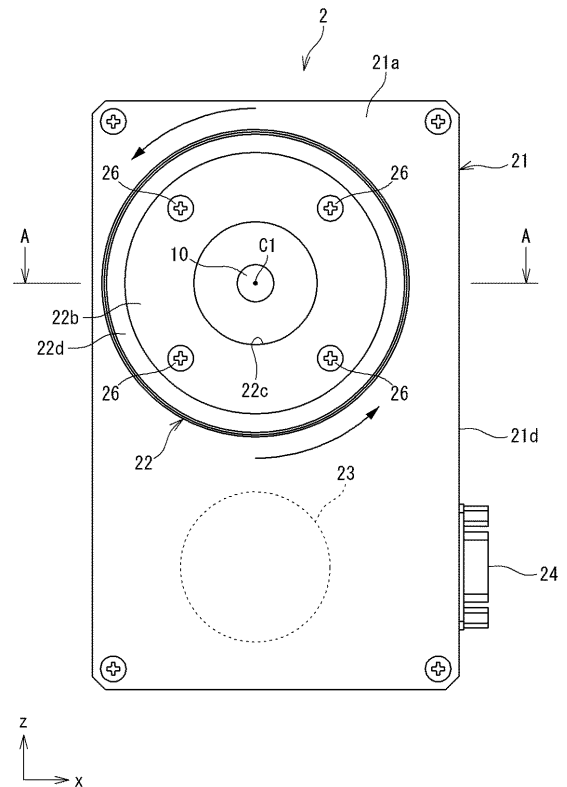
【0050】

- 1 X線回折測定装置
- 3 X線源
- 4 回折X線検出部
- 5 軸傾斜機構
- 10 試料
- 12 回折X線
- 22 試料回転部
- C0 光軸
- C1 第1回転軸
- C2 第2回転軸
- f 円弧軌跡
- 鋭角度

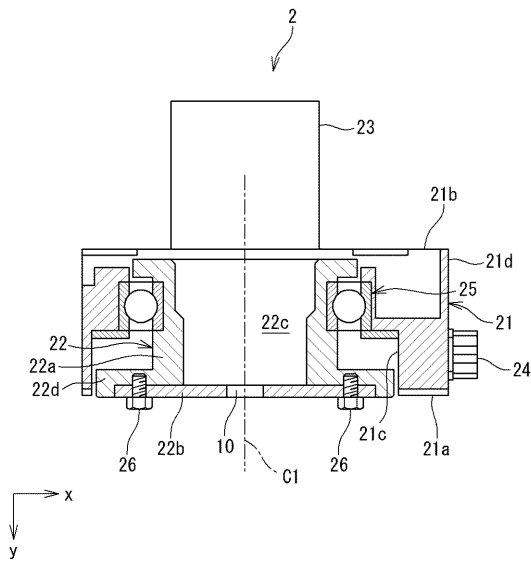
【図1】



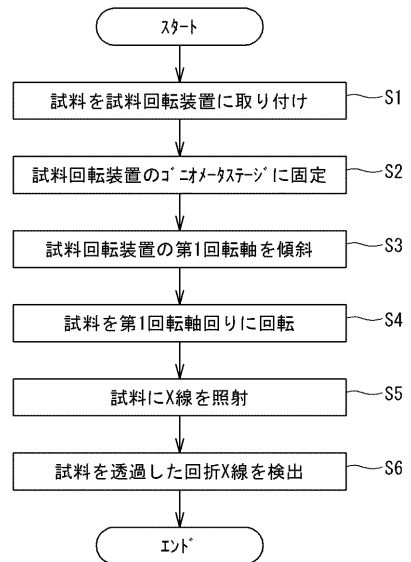
【図2】



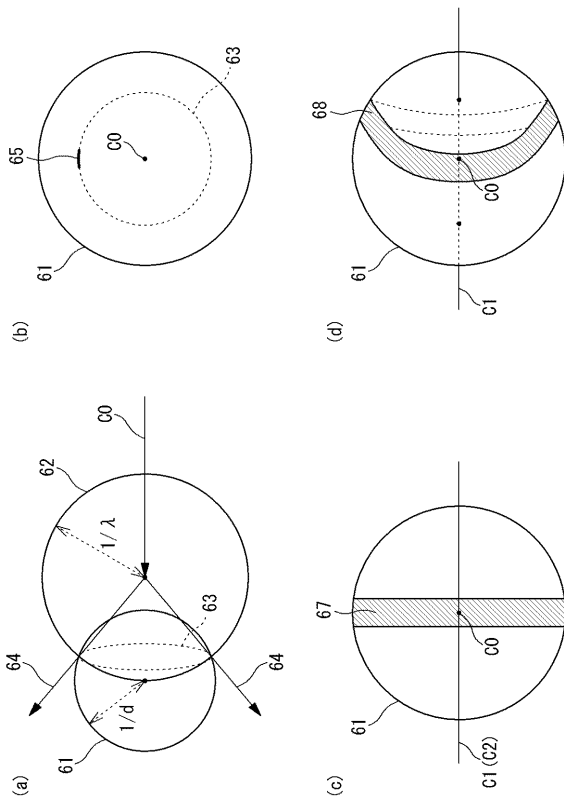
【 図 3 】



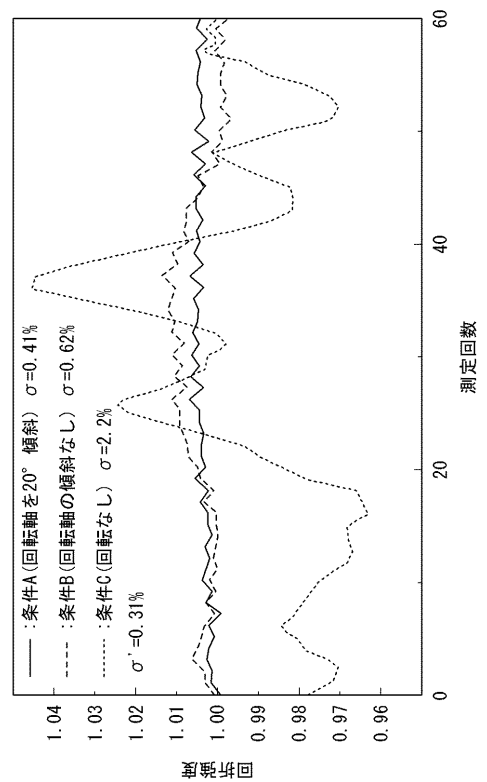
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2016/058151
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER G01N23/20(2006.01) i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G01N23/00-G01N23/227		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2016 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2016 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2016		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus (JDreamIII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2004-294136 A (Rigaku Corp.), 21 October 2004 (21.10.2004), fig. 2, 4 & US 2004/0190681 A1 fig. 2, 4 & EP 1462795 A2	1-4 1-5
Y	JP 6-229951 A (JEOL Ltd.), 19 August 1994 (19.08.1994), fig. 1 (Family: none)	1-5
Y	JP 2005-265566 A (Rigaku Corp.), 29 September 2005 (29.09.2005), fig. 2 to 3 (Family: none)	1-5
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents:		
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search 19 May 2016 (19.05.16)		Date of mailing of the international search report 31 May 2016 (31.05.16)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/058151

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 1-214747 A (MAC Science Co., Ltd.), 29 August 1989 (29.08.1989), fig. 1 (Family: none)	1-5
Y	JP 5-322806 A (Rigaku Denki Co., Ltd.), 07 December 1993 (07.12.1993), paragraph [0016]; fig. 1 (Family: none)	1-5
Y	JP 2002-39970 A (Rigaku Denki Co., Ltd.), 06 February 2002 (06.02.2002), fig. 1 to 2 (Family: none)	1-5

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 6 / 0 5 8 1 5 1	
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. G01N23/20(2006,01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. G01N23/00-G01N23/227			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2016年 日本国実用新案登録公報 1996-2016年 日本国登録実用新案公報 1994-2016年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) JSTPlus (JDreamIII)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
X Y	JP 2004-294136 A (株式会社リガク) 2004.10.21, 図2, 4 & US 2004/0190681 A1, 図2, 4 & EP 1462795 A2	1-4 1-5	
Y	JP 6-229951 A (日本電子株式会社) 1994.08.19, 図1 (ファミリーなし)	1-5	
Y	JP 2005-265566 A (株式会社リガク) 2005.09.29, 図2-3 (ファミリーなし)	1-5	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
国際調査を完了した日 19.05.2016		国際調査報告の発送日 31.05.2016	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 比嘉 翔一	2W 4005 電話番号 03-3581-1101 内線 3258

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 6 / 0 5 8 1 5 1
C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 1-214747 A (株式会社マックサイエンス) 1989.08.29, 図1 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 5-322806 A (理学電機株式会社) 1993.12.07, [0016], 図1 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 2002-39970 A (理学電機株式会社) 2002.02.06, 図1-2 (ファミリーなし)	1-5

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(出願人による申告) 国等との委託研究の成果に係る特許出願(平成26年度文部科学省「科学技術試験研究委託事業」、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願)

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 KA08 MA08 QA01

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。