

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02013/118761

発行日 平成27年5月11日 (2015.5.11)

(43) 国際公開日 平成25年8月15日 (2013.8.15)

(51) Int.Cl.
GO1N 23/20 (2006.01)

F I
GO1N 23/20

テーマコード (参考)
2G001

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 31 頁)

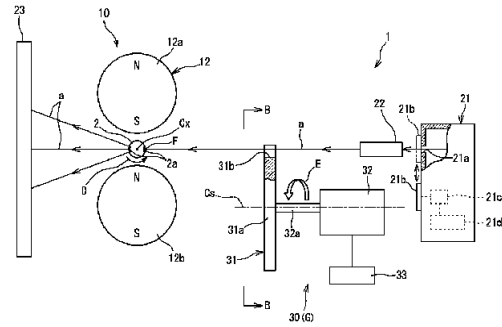
出願番号	特願2013-557542 (P2013-557542)	(71) 出願人	504132272 国立大学法人京都大学 京都府京都市左京区吉田本町36番地1
(21) 国際出願番号	PCT/JP2013/052704	(74) 代理人	110000280 特許業務法人サンクレスト国際特許事務所
(22) 国際出願日	平成25年2月6日 (2013.2.6)	(72) 発明者	木村 恒久 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院農学研究科内
(31) 優先権主張番号	特願2012-23212 (P2012-23212)	(72) 発明者	木村 史子 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院農学研究科内
(32) 優先日	平成24年2月6日 (2012.2.6)	(72) 発明者	坪井 千明 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農学研究科内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微結晶構造解析装置、微結晶構造解析方法及びX線遮蔽装置

(57) 【要約】

擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる微結晶構造解析装置、微結晶構造解析方法及びX線遮蔽装置を提供する。本発明の微結晶構造解析装置1は、磁場発生部12と、微結晶3を懸濁させた試料を収容した試料容器2に時間的に変動する磁場を印加して微結晶3を三次元配向させるように、磁場発生部12に対して試料容器2を回転させる試料駆動部13と、試料駆動部13により回転している試料容器2に対してX線aを照射するX線源21と、試料容器2を透過して回折したX線aを検出可能なX線検出部23と、試料容器2の回転方向の一部である特定部位2aの回転位置に応じて、X線検出部23によるX線aの検出が不能な状態と、X線検出部23によるX線aの検出を可能な状態とする状態切換装置Gとを備えている。



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

磁場発生部と、

微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように、前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、

前記試料駆動部により回転している前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、

前記試料を透過して回折した X 線を検出可能な X 線検出部とを備えた微結晶構造解析装置であって、

前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、前記 X 線検出部による X 線の検出が不能な状態と、前記 X 線検出部による X 線の検出を可能な状態とに切り換える状態切換装置を備えていることを特徴とする微結晶構造解析装置。

10

【請求項 2】

前記状態切換装置は、前記特定部位が所望の方向を向いていないときは X 線の照射を遮蔽し、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは X 線の照射を許容する X 線遮蔽装置からなる請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 3】

前記 X 線遮蔽装置は、X 線の照射を遮蔽する遮蔽位置と X 線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、

前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、

前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備えている請求項 2 に記載の微結晶構造解析装置。

20

【請求項 4】

前記遮蔽部は、円板状に形成されるとともに一方の面で X 線の照射を遮蔽する遮蔽部本体と、この遮蔽部本体に形成されるとともに X 線を通過させることにより X 線の照射を許容するスリットとを有し、

前記遮蔽駆動部は、前記遮蔽部本体をその軸線回りに回転駆動可能であり、

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部本体の回転を前記試料の回転と同期させるように、前記遮蔽駆動部を駆動制御する請求項 3 に記載の微結晶構造解析装置。

30

【請求項 5】

前記スリットは、前記遮蔽部本体の周方向 2 箇所、互いに略 180 度の角度差をもって形成されている請求項 4 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 6】

前記遮蔽部は、前記 X 線源と前記試料との間に配置されている請求項 4 又は 5 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 7】

前記遮蔽部は、前記 X 線の照射方向と交差する方向に移動することで、前記遮蔽位置と前記許容位置とに切り換え可能である請求項 3 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 8】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記遮蔽位置及び前記許容位置にそれぞれ切り換えるタイミングを調整可能である請求項 7 に記載の微結晶構造解析装置。

40

【請求項 9】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記許容位置に保持する時間を調整可能である請求項 7 又は 8 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 10】

前記遮蔽部は、前記試料と前記 X 線検出部との間に配置されている請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 11】

前記 X 線源は、発生した X 線を前記試料に向けて放射するための X 線窓部と、前記 X 線

50

窓部を開閉するシャッタとを有し、

前記シャッタが、前記遮蔽部とされている請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 1 2】

前記試料駆動部は、前記試料を所定回数回転させるたびにその回転を所定時間停止させており、

前記磁場の磁場方向は、前記試料駆動部が前記試料の回転を停止したときに前記特定部位が前記所望の方向を向くように、調整可能である請求項 3 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 1 3】

前記状態切換装置は、前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部からなる請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 1 4】

前記特定部位は、前記試料の回転方向に沿って複数設定されており、

前記状態切換装置は、前記複数の特定部位がいずれも前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記複数の特定部位のいずれかが前記所望の方向を向いているときは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部からなり、

前記 X 線検出部が検出した X 線から得られる X 線回折像を前記特定部位毎に記憶する複数の記憶領域を有する記憶部と、

前記 X 線検出部が前記特定部位毎に X 線を検出するたびに、その X 線から得られる X 線回折像を、前記記憶部の対応する特定部位の前記記憶領域に記憶させる記憶制御部とをさらに備えている請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 1 5】

微結晶を懸濁させた試料を磁場発生部に対して回転させることにより、前記試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させ、前記試料を回転させながら当該試料に向けて X 線を照射し、当該試料を透過して回折した X 線を検出する微結晶構造解析方法であって、

前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、X 線の検出が不能な状態と、X 線の検出を許容する状態とに切り換えることを特徴とする微結晶構造解析方法。

【請求項 1 6】

磁場発生部と、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、前記試料駆動部により回転している前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、前記試料を透過して回折した X 線を検出可能な X 線検出部とを備えた微結晶構造解析装置に設けられる X 線遮蔽装置であって、

X 線の照射を遮蔽する遮蔽位置と X 線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、

前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、

前記試料の回転方向の一部である特定部位が所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備えていることを特徴とする X 線遮蔽装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、微結晶構造解析装置、微結晶構造解析方法及び X 線遮蔽装置に関する。

【背景技術】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 2 】

物体の結晶構造を解析するものとして、X線構造解析が知られている。このX線構造解析は、通常100 μ m程度以上の単結晶又は微結晶粉末（以下、単に「微結晶」という）を用いて行う。近年、試料中に懸濁した微結晶を三次元配向させ、擬単結晶化した状態で解析を行う方法が開発されている。

この方法に関しては、従来、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して微結晶を三次元配向（擬単結晶化）させた後、懸濁媒体を紫外線硬化させて微結晶の配向を固定した状態で解析を行う方法が知られている（例えば、特許文献1及び非特許文献1参照）。

【先行技術文献】

10

【特許文献】

【 0 0 0 3 】

【特許文献1】特開2006-57055号公報

【非特許文献】

【 0 0 0 4 】

【非特許文献1】木村恒久、「強磁場を用いた微結晶粉末の配向制御 - 回折法，分光法への応用 - 」、「日本中性子科学会誌」、2007年 VOL17 No1 55～58頁

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 5 】

20

従来の前記解析方法にあっては、懸濁媒体を硬化させているため、解析後に懸濁媒体内の微結晶を回収するのが困難となる。また、懸濁媒体は硬化する際に収縮するため、この収縮作用によって微結晶の配向が乱れてしまうという問題があった。

そこで、本出願人は、懸濁媒体を硬化させずに、X線構造解析を行う方法を提案している（特願2011-033264。以下、「先願発明」という）。この先願発明は、微結晶が懸濁した試料を回転させることにより、時間的に変動する磁場を印加して微結晶を三次元配向させて擬単結晶化した後、微結晶の配向が乱れないように試料を回転させながらX線を照射して構造解析を行っている。

【 0 0 0 6 】

しかし、先願発明の解析方法にあっては、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を連続的に照射しているため、試料が特定の回転位置にあるときのみX線を照射することができず、良好なX線回折像を得ることができないという問題があった。

30

本発明は、前記問題点に鑑みてなされたものであり、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる微結晶構造解析装置、微結晶構造解析方法及びX線遮蔽装置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】

【 0 0 0 7 】

本発明の微結晶構造解析装置は、磁場発生部と、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように、前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、前記試料駆動部により回転している前記試料に対してX線を照射するX線源と、前記試料を透過して回折したX線を検出可能なX線検出部とを備えた微結晶構造解析装置であって、前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、前記X線検出部によるX線の検出が不能な状態と、前記X線検出部によるX線の検出を許容する状態とに切り換える状態切換装置を備えていることを特徴とする。

40

【 0 0 0 8 】

また、本発明の微結晶構造解析方法は、微結晶を懸濁させた試料を磁場発生部に対して回転させることにより、前記試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させ、前記試料を回転させながら当該試料に向けてX線を照射し、当該試料を透過して回折したX線を検出する微結晶構造解析方法であって、前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、X線の検出が不能な状態と、X線の検出を許容する状態

50

とに切り換えることを特徴とする。

【0009】

本発明の微結晶構造解析装置及び微結晶構造解析方法によれば、微結晶を懸濁させた試料を磁場発生部に対して回転させることにより、微結晶が三次元配向（擬単結晶化）される。そして、試料の回転を継続しながら試料に対してX線を照射し、その試料を透過して回折したX線を検出することで、擬単結晶のX線回折像を得ることができる。その際、特定部位の回転位置に応じてX線の検出が不能な状態と、X線の検出を許容する状態とに切り換えることで、前記特定部位が所望の方向を向いた状態の試料に対してX線を断続的に照射し続けることができる。これにより、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる。

10

【0010】

前記状態切換装置は、前記試料の回転方向の一部である特定部位が所望の方向を向いていないときはX線の照射を遮蔽し、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときはX線の照射を許容するX線遮蔽装置からなることが好ましい。

この場合、試料の特定部位が所望の方向を向いているときにのみX線の照射が許容されるため、前記特定部位が所望の方向を向いた状態の試料を透過して回折したX線を、X線検出部で断続的に検出することができる。これにより、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる。

【0011】

前記X線遮蔽装置は、X線の照射を遮蔽する遮蔽位置とX線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備えていることが好ましい。

20

この場合、試料の特定部位が所望の方向を向いているときにのみ、遮蔽部を遮蔽位置から許容位置に切り換えているため、前記特定部位が所望の方向を向いた状態の試料を透過して回折したX線を、X線検出部で断続的に検出することができる。これにより、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる。

【0012】

前記遮蔽部は、円板状に形成されるとともに一方の面でX線の照射を遮蔽する遮蔽部本体と、この遮蔽部本体に形成されるとともにX線を通過させることによりX線の照射を許容するスリットとを有し、前記遮蔽駆動部は、前記遮蔽部本体をその軸線回りに回転駆動可能であり、前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部本体の回転を前記試料の回転と同期させるように、前記遮蔽駆動部を駆動制御することが好ましい。

30

この場合、遮蔽駆動部により遮蔽部本体を回転駆動する前に、試料の特定部位が所望の方向を向いているときにのみ、遮蔽部のスリットがX線を通過させる回転位置となるように、遮蔽部本体の回転開始位置を予め設定しておけば、円板状の遮蔽部本体を試料の回転と同期させて回転させることにより、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときにのみ、X線を照射させることができる。これにより、前記特定部位が所望の方向を向いた状態の試料を透過して回折したX線を断続的に検出することができるため、簡単な構成によって良好なX線回折像を得ることができる。

40

【0013】

前記スリットは、前記遮蔽部本体の周方向2箇所に、互いに略180度の角度差をもって形成されていることが好ましい。

この場合、遮蔽部本体が1回転する間に、X線を2つのスリットからそれぞれ通過させることにより試料に2回照射することができるため、スリットが1箇所のみ形成されている場合に比べて、遮蔽部本体の1回転当たりの照射時間を増加させることができる。したがって、試料を180度回転させる前の状態でX線を照射して得られるX線回折像と、180度回転した後の状態でX線を照射して得られるX線回折像とが同一である場合には

50

、短時間で良好な X 線回折像を得ることができる。

【 0 0 1 4 】

前記遮蔽部は、前記 X 線源と前記試料との間に配置されていることが好ましい。

この場合、遮蔽部は散乱前の X 線の照射を遮蔽及び許容することになるため、遮蔽部を試料と X 線検出部との間に配置する場合、すなわち散乱後の X 線の照射を遮蔽及び許容するように遮蔽部を配置する場合に比べて、遮蔽部を小型化することができる。

【 0 0 1 5 】

前記遮蔽部は、前記 X 線の照射方向と交差する方向に移動することで、前記遮蔽位置と前記許容位置とに切り換え可能であることが好ましい。この場合、簡単な構成によって良好な X 線回折像を得ることができる。

【 0 0 1 6 】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記遮蔽位置及び前記許容位置にそれぞれ切り換えるタイミングを調整可能であることが好ましい。

この場合、遮蔽部を遮蔽位置及び許容位置にそれぞれ切り換えるタイミングを調整することにより、試料の特定部位の位置を、試料の回転方向に沿って任意の位置に変更することができる。これにより、特定部位の再設定を容易に行うことができる。

【 0 0 1 7 】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記許容位置に保持する時間を調整可能であることが好ましい。

この場合、遮蔽部を許容位置に保持する時間を調整することにより、試料の特定部位の大きさを任意の大きさに変更することができる。これにより、試料の種類に応じて特定部位の大きさを容易に変更することができる。

前記遮蔽部は、前記試料と前記 X 線検出部との間に配置されていることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

前記 X 線源は、発生した X 線を前記試料に向けて放射するための X 線窓部と、前記 X 線窓部を開閉するシャッタとを有し、前記シャッタが、前記遮蔽部とされていることが好ましい。

この場合、X 線源のシャッタを遮蔽部として兼用することができるため、微結晶構造解析装置の構成を簡略化することができる。

【 0 0 1 9 】

前記試料駆動部は、前記試料を所定回数回転させるたびにその回転を所定時間停止させており、前記磁場の磁場方向は、前記試料駆動部が前記試料の回転を停止したときに前記特定部位が前記所望の方向を向くように、調整可能であることが好ましい。

この場合、前記磁場の磁場方向を調整することで、試料駆動部が試料の回転を停止したときに、試料の特定部位を所望の方向に向けることができる。この状態において、遮蔽部は遮蔽制御部によって許容位置に切り換えられるため、試料の回転を停止している間に試料に対して X 線が照射されることになる。これにより、試料を回転させている間に試料に対して X 線を照射する場合に比べて、単位時間当たりの照射時間を増加させることができるため、さらに短時間で良好な X 線回折像を得ることができる。

【 0 0 2 0 】

前記状態切換装置は、前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部を備えていることが好ましい。

この場合、X 線の照射を遮蔽する遮蔽部やシャッタを設ける必要がないため、微結晶構造解析装置の構成を簡略化することができる。

【 0 0 2 1 】

前記特定部位は、前記試料の回転方向に沿って複数設定されており、前記状態切換装置は、前記複数の特定部位がいずれも前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記複数の特定部位のいずれかが前記所望の方向を向いていると

10

20

30

40

50

きは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部からなり、前記微結晶構造解析装置は、前記 X 線検出部が検出した X 線から得られる X 線回折像を前記特定部位毎に記憶する複数の記憶領域を有する記憶部と、前記 X 線検出部が前記特定部位毎に X 線を検出するたびに、その X 線から得られる X 線回折像を、前記記憶部の対応する特定部位の前記記憶領域に記憶させる記憶制御部とをさらに備えていることが好ましい。

この場合、試料が 1 回転する間に複数の特定部位の X 線回折像を得ることができるため、X 線構造解析を効率的に行うことができる。

【 0 0 2 2 】

他の観点からみた本発明の X 線遮蔽装置は、磁場発生部と、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、前記試料駆動部により回転している前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、前記試料を透過して回折した X 線を検出可能な X 線検出部とを備えた微結晶構造解析装置に設けられる X 線遮蔽装置であって、X 線の照射を遮蔽する遮蔽位置と X 線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、前記試料の回転方向の一部である特定部位が所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備えていることが好ましい。

本発明によれば、上述した微結晶構造解析装置と同様の作用効果を奏する。また、X 線遮蔽装置は、微結晶構造解析装置における X 線の照射径路の途中に配置するだけでよいため、既存の微結晶構造解析装置に容易に装着することができる。

【発明の効果】

【 0 0 2 3 】

本発明によれば、擬単結晶化した試料を回転させながら X 線を照射しても、良好な X 線回折像を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 4 】

【図 1】本発明の第 1 の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

【図 2】微結晶の磁化軸を示す斜視図である。

【図 3】試料制御部による試料駆動部の制御方法を示す模式図である。

【図 4】微結晶の三次元配向を説明する斜視図である。

【図 5】試料容器に X 線が照射されている状態を示す図 1 の A 矢視図である。

【図 6】試料容器に対する X 線の照射を遮蔽している状態を示す図 1 の A 矢視図である。

【図 7】図 5 の B - B 矢視図である。

【図 8】図 5 に示す試料容器の拡大図である。

【図 9】上記微結晶構造解析装置により X 線遮蔽装置を用いて行ったときの擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。

【図 10】上記微結晶構造解析装置により X 線遮蔽装置を用いずに行ったときの擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。

【図 11】本発明の第 2 の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

【図 12】図 11 の微結晶構造解析装置における試料制御部による試料駆動部の制御方法を示す模式図である。

【図 13】(a) は図 11 に示す試料容器の拡大図であり、(b) は時間変動磁場の磁場方向を調整した状態を示す上記試料容器の拡大図である。

【図 14】本発明の第 3 の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

【図 15】本発明の第 4 の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

【図 16】本発明の第 5 の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 5 】

以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

図1は、本発明の第1の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。図1において、微結晶構造解析装置1は、所定位置に配置された試料容器2に時間的に変動する磁場（以下、時間変動磁場という）を印加する微結晶配向装置10を備えている。試料容器2は、例えば有底円筒状に形成されており、医薬分野、バイオテクノロジー分野、高分子材料分野等における有機化合物、無機化合物、生体物質等の微結晶3（図2参照）を懸濁させた試料を収容している。

【0026】

前記微結晶3は、互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる二軸結晶からなり、磁氣的に二軸異方性を有する。図2は、微結晶3の磁化軸を示す斜視図である。微結晶3は、図2に示すように、三軸方向それぞれに3つの異なる磁化率 μ_1 、 μ_2 及び μ_3 を有し、 $\mu_1 > \mu_2 > \mu_3$ の大小関係にある。以下、磁化率 μ_1 の軸を磁化容易軸、磁化率 μ_2 の軸を中間軸、磁化率 μ_3 の軸を磁化困難軸という。

10

【0027】

図1において、前記微結晶配向装置10は、磁場発生部12と、この磁場発生部12に対して試料容器2を回転させる試料駆動部13と、この試料駆動部13を駆動制御する試料制御部14とを備えている。

【0028】

磁場発生部12は、ケーシング（図示省略）に固定された上下一対の永久磁石12a、12bからなる。各永久磁石12a、12bは、球状に形成されており、互いにN極とS極とが向かい合うように配置されている。これらの永久磁石12a、12bの間には、試料容器2を配置するための空間Sが形成されている。

20

【0029】

試料駆動部13は、例えばステッピングモータからなり、その出力軸13aの先端には、試料容器2を保持するチャック15が取り付けられている。これにより、試料駆動部13を駆動させると、出力軸13a及びチャック15を介して試料容器2が、固定された磁場発生部12に対して一方向（矢印D方向）に回転するようになっている。その際、試料容器2の回転速度は、回転磁場を形成するのに必要な速度に設定されている。

【0030】

試料制御部14は、試料容器2が略 $180 \times n$ 度（ n は任意の自然数）回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間 t_s の間、その回転を一時的に略停止させるように試料駆動部13を駆動制御している。その際、試料容器2は、所定時間 t_r をかけて、略 $180 \times n$ 度回転するようになっている。ここで、本明細書において「略停止」とは、完全に停止している状態だけでなく、実質的に静磁場が形成されるように局所的にゆっくりと回転している状態も含む意味である。

30

【0031】

図3は、試料制御部14による試料駆動部13の制御方法を示す模式図である。本実施形態では、図3に示すように、試料制御部14によって x - y 平面上に時間変動磁場を印加するようになっている。以下、例えば z 軸より見て図3の紙面上側の x 軸を基準（0度）として、試料容器2を z 軸を中心に図3の時計回り方向に回転させる場合について説明する。なお、 x 軸は磁場方向 B と平行に配置されている。

40

【0032】

まず、5度の位置から175度の位置までの y 軸を含む170度の範囲（回転角度 q ）では、所定の角速度 q （例えば25rpm）により試料容器2を高速回転させる。そして、175度の位置から185度の位置までの x 軸を含む10度の範囲（回転角度 s ）では、所定の角速度 s （例えば5rpm）により、試料容器2を低速回転させて略停止状態とする。

【0033】

その後、185度の位置から355度の位置までの y 軸を含む170度の範囲（回転角度 q ）では、前記角速度 q により試料容器2を高速回転させ、さらに355度の位置

50

から5度(365度)の位置までのx軸を含む10度の範囲(回転角度 s)では、前記角速度 s により試料容器2を低速回転させて略停止状態とする。このように、試料容器2が170度高速回転するたびに、一時的に低速回転(略停止)させるように、試料制御部14により試料駆動部13を駆動制御することにより、時間変動磁場が印加される。

【0034】

このように時間変動磁場が印加されると、試料容器2内において懸濁された微結晶3は、高速回転中に回転磁場が形成されることにより、微結晶3の磁化困難軸がx-y平面(回転面)に対して垂直なz軸方向に配向される。そして、低速回転中に静磁場が形成されることにより、微結晶3の磁化容易軸が試料容器2とともに回転するx'-y'回転座標のx'軸方向と平行に配向されるとともに、残りの軸も自動的にy'軸方向と平行に配向される。これにより、微結晶3は、図4(a)に示すようにランダムに配置された状態から、図4(b)に示すように三次元配向された状態、すなわち擬単結晶化した状態となる。

10

【0035】

図1において、微結晶構造解析装置1は、微結晶3を擬単結晶化した状態でX線構造解析を行うために、試料容器2を回転させながら、図1の紙面垂直方向にX線aを照射するようになっている。図5は、試料容器2にX線aが照射されている状態を示す図1のA矢視図である。図5において、微結晶構造解析装置1は、試料容器2にX線aを照射するX線源21と、試料容器2を透過して回折したX線aを検出するX線検出部23とを備えている。X線検出部23は、例えばイメージングプレートからなる。

20

【0036】

X線源21は、図5に示すように、発生したX線aを試料容器2に向けて放射するためのX線窓部21aと、このX線窓部21aを開閉するシャッタ21bと、このシャッタ21bを開閉駆動するシャッタ駆動部21cと、このシャッタ駆動部21cを駆動制御するシャッタ制御部21dとを有している。

シャッタ21bは、X線窓部21aの外側において上下方向に往復動可能に配置されている。具体的には、シャッタ21bは、X線窓部21aを閉鎖してX線aの放射を遮断する閉鎖位置(図の二点鎖線で示す位置)と、X線窓部21aを開放してX線aの放射を許容する開放位置(図の実線で示す位置)との間で往復動可能に配置されている。

30

【0037】

シャッタ駆動部21cは、例えばロータリソレノイドからなり、このロータリソレノイドを駆動することでシャッタ21bが上下方向に往復動するようになっている。シャッタ制御部21dは、X線構造解析を開始するときにシャッタ21bを開放位置とし、X線構造解析を終了するときにシャッタ21bを閉鎖位置とするように、シャッタ駆動部21cの駆動を制御している。

X線源21から放射されたX線aは、コリメータ22を通過し、試料駆動部13に保持された状態で回転している試料容器2に対して、その回転軸線 C_x と略直交する方向から照射される。そして、試料容器2を透過して回折したX線aをX線検出部23が検出することにより、X線回折像を得ることができる。

40

【0038】

微結晶構造解析装置1は、X線aの照射を断続的に遮蔽するX線遮蔽装置30をさらに備えている。図6は、X線遮蔽装置30により試料容器2に対するX線aの照射を遮蔽している状態を示す図1のA矢視図である。図5及び図6において、X線遮蔽装置30は、X線aの照射を遮蔽する遮蔽位置(図6参照)とX線aの照射を許容する許容位置(図5参照)とに切り換え可能な遮蔽部31と、この遮蔽部31を切り換え駆動する遮蔽駆動部32と、この遮蔽駆動部32を試料容器2の回転と同期して駆動制御する遮蔽制御部33とを有している。

【0039】

遮蔽部31は、試料駆動部13に保持された試料容器2とX線源21との間において一方向(矢印E方向)に回転可能に配置されている。図7は、遮蔽部31の正面図を示す図

50

5のB-B矢視図である。図7において、遮蔽部31は、例えば鉛材料により円板状に形成されているとともに一方(図6の右側)の面でX線aの照射を遮蔽する遮蔽部本体31aと、この遮蔽部本体31aの外周部に形成されるとともにX線aを通過させることにより試料容器2に対するX線aの照射を許容する一対のスリット31bとを有している。遮蔽部本体31aの回転軸線 C_s は、試料容器2の回転軸線 C_x と略直交して配置されている。

【0040】

各スリット31bは、凹溝からなり、遮蔽部本体31aの外周部の周方向2箇所に、互いに略180度の角度差をもって形成されている。また、各スリット31bの周方向両側の側面31cは、遮蔽部本体31aの回転軸線 C_s を中心として径方向外側に延びて形成されており、両側面31c同士のなす角度 θ_s は、試料容器2の後述する特定部位2aの所定角度 θ_{xn} と同一角度に設定されている。これにより、遮蔽部31は、遮蔽部本体31aをその回転軸線 C_s 回りに一方向へ回転させると、遮蔽部本体31aによりX線aが遮蔽される回転位置(遮蔽位置)と、スリット31bからX線aが通過する回転位置(許容位置)とに交互に切り換わるようになっている。

10

【0041】

図5及び図6において、遮蔽駆動部32は、例えばステッピングモータからなり、遮蔽駆動部32の出力軸32aの先端には、遮蔽部本体31aの中心部が取り付けられている。したがって、遮蔽駆動部32を駆動させることにより、出力軸32aを介して遮蔽部31をその回転軸線 C_s 回りに回転させることができる。

20

【0042】

図8は、図5の試料容器2を示す拡大図である。図8において、試料容器2の外周の周方向(回転方向)の一部には、X線aが照射される特定部位2aが設定される。本実施形態において試料容器2内で擬単結晶化された微結晶3は、試料容器2を180度回転させる前の状態でX線aを照射して得られるX線回折像と、180度回転した後の状態でX線aを照射して得られるX線回折像とが同一となる。したがって、本実施形態の特定部位2aは、試料容器2の外周部の2箇所に略180度の角度差をもって設定される。

【0043】

また、各特定部位2aは、回転軸線 C_x を中心とする所定角度 θ_{x1} (例えば10度)に設定される。そして、この所定角度 θ_{x1} についてX線aを照射してX線回折像を得た後は、当該所定角度 θ_{x1} に隣接する同一角度 θ_{x2} について各特定部位2aが新たに設定し直される。このように、特定部位2aの再設定を繰り返すことにより、回転軸線 C_x を中心とする所定の角度範囲($\theta_{x1} + \theta_{x2} + \dots + \theta_{xn}$)について、複数個(n個)のX線回折像を得ることができる。

30

【0044】

遮蔽制御部33は、前記特定部位2aが所望の方向を向いていないときは、遮蔽部31を前記遮蔽位置としてX線aの照射を遮蔽し(図6参照)、前記特定部位2aが所望の方向を向いているときは、遮蔽部31を前記許容位置としてX線aの照射を許容するように(図5参照)、遮蔽駆動部32の回転駆動を制御している。

したがって、本実施形態におけるX線遮蔽装置30は、特定部位2aの回転位置に応じて、X線検出部23によるX線aの検出が不能な状態と、X線検出部23によるX線aの検出を可能な状態とに切り換える状態切換装置Gとされている。

40

【0045】

前記所望の方向は、適宜任意の方向に設定されるが、例えば本実施形態では、特定部位2aが所望の方向を向いている状態を、特定部位2aが試料容器2に対するX線aの照射位置Fにあって、X線源21の方向を向いている状態としている。

遮蔽制御部33は、遮蔽部31の回転を試料容器2の回転と同期させるように、遮蔽駆動部32の回転駆動を制御している。すなわち、試料容器2が高速回転するときは、遮蔽部31を試料容器2と同一の角速度 q で高速回転させ、試料容器2が低速回転するときは、遮蔽部31を試料容器2と同一の角速度 s で低速回転させるように、遮蔽駆動部3

50

2の回転駆動を制御している。

【0046】

したがって、上述のように試料容器2の特定部位2aを設定して遮蔽部31を回転させるときに、その回転開始位置を、図5に示すように、試料容器2の特定部位2aが所望の方向を向いている状態、すなわち特定部位2aがX線aの照射位置Fに存在しているときに、遮蔽部31のスリット31bがX線aを通過させる回転位置となるように予め設定しておけばよい。このようにすれば、遮蔽部31を試料容器2と同期して回転させた後は、特定部位2aがX線aの照射位置Fと一致する回転位置となるたびに、遮蔽部31のスリット31bがX線aを通過させる回転位置となる。

【0047】

これにより、試料容器2の特定部位2aが所望の方向を向いた状態で、当該試料容器2に対してX線aが断続的に照射される。したがって、所定時間 t_x （例えば5分）の間、試料容器2に対してX線aを断続的に照射し、試料容器2を透過して回折したX線aをX線検出部23が検出することで、擬単結晶化した試料のX線回折像を得ることができる。

【0048】

以上、本実施形態の微結晶構造解析装置1及び微結晶構造解析方法によれば、微結晶3を懸濁させた試料容器2を磁場発生部12に対して回転させると、微結晶3が三次元配向（擬単結晶化）される。そして、その回転を継続しながら試料容器2に対してX線aを照射し、試料容器2を透過して回折したX線aを検出することで、擬単結晶化した試料のX線回折像を得ることができる。その際、試料容器2の特定部位2aが所望の方向を向いているときにのみ、遮蔽部31を遮蔽位置から許容位置に切り換えることでX線aの照射が許容されるため、特定部位2aが所望の方向を向いた状態の試料容器2に対してX線aを断続的に照射することができる。これにより、擬単結晶化した試料を回転させながらX線aを照射しても、良好なX線回折像を得ることができる。

【0049】

また、遮蔽駆動部32により円板状の遮蔽部本体31aを回転駆動する前に、試料容器2の特定部位2aが所望の方向を向いているときにのみ、遮蔽部31のスリット31bがX線aを通過させる回転位置となるように、遮蔽部本体31aの回転開始位置を予め設定しておけば、遮蔽部本体31aを試料容器2の回転と同期させて回転させることにより、前記特定部位2aが前記所望の方向を向いているときにのみ、X線aを照射させることができる。これにより、前記特定部位が所望の方向を向いた状態の試料に対してX線aを断続的に照射することができるため、簡単な構成によって良好なX線回折像を得ることができる。

【0050】

また、遮蔽部31のスリット31bは、遮蔽部本体31aの周方向2箇所、互いに略180度の角度差をもって形成されているため、遮蔽部本体31aが1回転する間に、X線aを2つのスリット31bからそれぞれ通過させることにより、試料容器2に2回照射することができる。これにより、スリット31bが1箇所だけに形成されている場合に比べて、遮蔽部本体31aの1回転当たりの照射時間を増加させることができる。したがって、試料容器2を180度回転させる前の状態でX線aを照射して得られるX線回折像と、180度回転した後の状態でX線aを照射して得られるX線回折像とが同一である場合には、短時間で良好なX線回折像を得ることができる。

【0051】

また、遮蔽部31は、X線源21と試料容器2との間に配置されているため、遮蔽部31は散乱前のX線aの照射を遮蔽及び許容することになる。したがって、遮蔽部31を試料容器2とX線検出部23との間に配置する場合、すなわち散乱後のX線aの照射（図5参照）を遮蔽及び許容するように遮蔽部31を配置する場合に比べて、遮蔽部31を小型化することができる。

また、X線遮蔽装置30は、微結晶構造解析装置1におけるX線aの照射径路の途中に配置するだけでよいため、既存の微結晶構造解析装置に容易に装着することができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 2 】

図 9 は、本発明の上記微結晶構造解析装置により X 線遮蔽装置を用いて行ったときの擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。具体的には、図 9 (a) は、試料容器の周方向の一部である任意の 1 0 度の角度について特定部位を設定したときの X 線回折像であり、図 9 (b) は、図 9 (a) の角度範囲と異なる 1 0 度の角度について特定部位を設定したときの X 線回折像である。試料容器内の試料は、L - アラニンの微結晶 (粒径 < 8 0 μ m) を懸濁媒体である紫外線硬化モノマーに約 1 0 w t % 含ませた懸濁液からなる。

【 0 0 5 3 】

図 1 0 は、本発明の微結晶構造解析装置により X 線遮蔽装置を用いずに行ったときの擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。図 1 0 で用いた微結晶構造解析装置は、回転している試料に常に X 線が照射されるため、試料の全周に亘る各回転位置に X 線が照射されることになる。このため、図 1 0 の X 線回折像は、試料の全周に亘る各回転位置で回折された全ての回折スポット (図中の白い点) が観察される。これに対して、図 9 (a) 及び (b) の X 線遮蔽装置を用いた各 X 線回折像を比較すると、観察される回折スポットの位置が異なっており、試料の各特定部位に対応する回折スポットのみがそれぞれ観察されるのが分かる。すなわち、本発明の X 線遮蔽装置を用いれば、擬単結晶化した試料について、良好な X 線回折像が得られることが分かる。

【 0 0 5 4 】

図 1 1 は、本発明の第 2 の実施形態に係る微結晶構造解析装置 1 を示す概略構成図である。また、図 1 2 は、その微結晶構造解析装置 1 の微結晶配向装置 1 0 において、試料制御部 1 4 による試料駆動部 1 3 の制御方法を示す模式図である。本実施形態の微結晶構造解析装置 1 は、微結晶配向装置 1 0 における試料駆動部 1 3 の駆動制御方法及び磁場発生部 1 2 の構成がそれぞれ異なる点で、第 1 の実施形態と相違している。

【 0 0 5 5 】

図 1 2 において、本実施形態の微結晶配向装置 1 0 における試料制御部 1 4 は、試料容器 2 を所定回数回転させるたびに、その回転を所定時間停止するように試料駆動部 1 3 を駆動制御している。すなわち、試料制御部 1 4 は、静磁場を形成する際に、試料容器 2 を低速回転させずに、完全に停止させることによって略停止状態としている。以下、試料制御部 1 4 の制御方法について、例えば z 軸より見て図 1 2 の紙面上側の x 軸を基準 (0 度) として、試料容器 2 を z 軸を中心に図 1 2 の時計回り方向に回転させる場合について説明する。

【 0 0 5 6 】

まず、0 度の位置から 1 8 0 度の位置までの y 軸を含む 1 8 0 度の範囲 (回転角度 q) では、所定の角速度 q (例えば 2 5 r p m) により試料容器 2 を回転させる。そして、x 軸上である 1 8 0 度の位置では、試料容器 2 を所定時間 t_s (例えば 1 秒) の間、完全に停止させる。

【 0 0 5 7 】

その後、1 8 0 度の位置から 0 度 (3 6 0 度) の位置までの y 軸を含む 1 8 0 度の範囲 (回転角度 q) では、前記角速度 q により試料容器 2 を再び回転させる。そして、0 度の位置である x 軸上では、試料容器 2 を所定時間 t_s (例えば 1 秒) の間、完全に停止させる。このように、試料容器 2 が 1 8 0 度回転するたびにその回転を一時的に停止させるように、試料制御部 1 4 が試料駆動部 1 3 を駆動制御することにより、時間変動磁場が印加される。

【 0 0 5 8 】

このように時間変動磁場が印加されると、試料容器 2 内において懸濁された微結晶 3 は、回転中に回転磁場が形成されることにより、微結晶 3 の磁化困難軸が x y 平面 (回転面) に対して垂直な z 軸方向に配向される。そして、停止中に静磁場が形成されることにより、微結晶 3 の磁化容易軸が試料容器 2 とともに回転する x ' y ' 回転座標の x ' 軸方向と平行に配向されるとともに、残りの軸も自動的に y ' 軸方向と平行に配向される。こ

10

20

30

40

50

れにより、微結晶 3 は、ランダムに配置された状態（図 4（a）参照）から、三次元配向された状態（図 4（b）参照）、すなわち擬単結晶化した状態となる。

【0059】

なお、本実施形態では、略 180 度毎に回転を略停止させているが、360 度（1 回転）毎や 540 度（1 回転半）毎など複数回転毎に回転を略停止させたり、毎回異なる回転角度で略停止させるようにしてもよい。要するに、略 180 度の任意の自然数倍まで回転させたときに略停止させるようにすればよい。

【0060】

図 11 において、本実施形態の微結晶構造解析装置 1 は、時間変動磁場の磁場方向 B（図 13（a）及び（b）参照）を調整可能としている。具体的には、磁場発生部 12 の永久磁石 12a, 12b は、試料容器 2 の回転軸線 C_x を中心として回転自在とされ、かつ所定の回転位置に保持されるようになっている。これにより、永久磁石 12a, 12b を回転させて時間変動磁場の磁場方向 B を調整することで、試料容器 2 に対して X 線 a を照射する際に、試料容器 2 の回転が停止したときに、試料容器 2 の特定部位 2a を所望の方向に向けることができる。以下、時間変動磁場の磁場方向 B の調整方法について説明する。

10

【0061】

図 13（a）は図 11 に示す試料容器 2 の拡大図であり、図 13（b）は時間変動磁場の磁場方向 B を調整した状態を示す試料容器 2 の拡大図である。図 13（a）において、磁場発生部 12 の永久磁石 12a, 12b は、磁場方向 B が鉛直上方向を向いた状態となる回転位置に保持されている。この状態において、試料容器 2 の回転が停止したときに、X 線 a の照射位置 F 及びその照射位置 F に対して 180 度の角度差のある位置に存在する所定角度 α_1 を試料容器 2 の特定部位 2a として設定すれば、試料容器 2 が 180 度回転して停止するたびに、試料容器 2 の各特定部位 2a を X 線 a の照射位置 F に存在させることができる。

20

【0062】

所定角度 α_1 の特定部位 2a に X 線 a を照射して X 線回折像を得た後は、図 13（b）に示すように、第 1 の実施形態と同様に、所定角度 α_1 に隣接する同一角度 α_2 について各特定部位 2a が新たに設定し直される。その際、永久磁石 12a, 12b を、図 13（a）の回転位置から回転軸線 C_x を中心として例えば反時計回り方向に所定角度 α_1 だけ回転させ、その回転位置に保持させる。これにより、図 13（b）の磁場方向 B は、図 13（a）の磁場方向 B に対して所定角度 α_1 だけ傾斜した状態となる。そして、この磁場方向 B が変更されることによって、図 13（b）に示すように、試料容器 2 の直前の特定部位 2a である所定角度 α_1 の部分が、X 線 a の照射位置 F に対して反時計方向にずれるとともに、再設定された特定部位 2a である所定角度 α_2 の部分が、X 線 a の照射位置 F に存在することになる。

30

【0063】

以上のように、試料容器 2 の特定部位 2a を設定するときに、永久磁石 12a, 12b を回転させて時間変動磁場の磁場方向 B を変更することにより、試料容器 2 の回転が停止したときに、試料容器 2 の特定部位 2a を、所望の方向に向いた状態、すなわち X 線 a の照射位置 F に存在させることができる。この状態において、試料容器 2 と同期して回転する遮蔽部 31 のスリット 31b は、X 線 a を通過させる回転位置（許容位置）となるため、試料容器 2 の回転を停止している間に試料容器 2 に対して X 線 a を照射させることができる。

40

なお、本実施形態のその他の構成については、第 1 の実施形態と同様であるためその説明を省略する。

【0064】

以上、本実施形態の微結晶構造解析装置 1 及び微結晶構造解析方法においても、試料容器 2 の特定部位 2a が所望の方向を向いているときにのみ、X 線 a の照射が許容されるため、特定部位 2a が前記所望の方向を向いた状態の試料に対して X 線 a を断続的に照射す

50

ることができる。これにより、擬単結晶化した試料を回転させながら X 線 a を照射しても、良好な X 線回折像を得ることができる。

【0065】

また、本実施形態の微結晶構造解析装置 1 によれば、時間変動磁場の磁場方向 B を調整することで、試料駆動部 1 3 が試料容器 2 の回転を停止したときに、試料容器 2 の特定部位 2 a を所望の方向に向けることができる。この状態において、遮蔽部 3 1 のスリット 3 1 b は X 線 a を通過させる回転位置となるため、試料容器 2 の回転を停止している間に試料容器 2 に X 線 a が照射されることになる。これにより、試料容器 2 を回転させている間に試料容器 2 に X 線 a を照射する場合に比べて、単位時間当たりの照射時間を増加させることができるため、さらに短時間で良好な X 線回折像を得ることができる。

10

【0066】

図 1 4 は、本発明の第 3 の実施形態に係る微結晶構造解析装置 1 を示す概略構成図である。本実施形態の微結晶構造解析装置 1 は、X 線遮蔽装置 3 0 の各構成がそれぞれ異なる点で、第 1 の実施形態と相違している。

図 1 4 に示すように、本実施形態における X 線遮蔽装置 3 0 の遮蔽部 3 1 は、試料容器 2 と X 線検出部 2 3 との間に配置された平板状のシャッタ 3 1 d からなる。このシャッタ 3 1 d は、X 線 a の照射方向と交差する方向である上下方向に移動することで、遮蔽位置（図の二点鎖線で示す位置）と許容位置（図の実線で示す位置）とに切り換え可能である。

【0067】

20

X 線遮蔽装置 3 0 の遮蔽駆動部 3 2 は、例えばロータリソレノイドからなり、このロータリソレノイドを駆動することでシャッタ 3 1 d が上下方向に往復動するようになっている。

X 線遮蔽装置 3 0 の遮蔽制御部 3 3 は、特定部位 2 a が所望の方向を向いていないときは、シャッタ 3 1 d を遮蔽位置として X 線 a の照射を遮蔽し、特定部位 2 a が所望の方向を向いているときは、シャッタ 3 1 d を許容位置として X 線 a の照射を許容するように、遮蔽駆動部 3 2 を試料容器 2 の回転と同期して駆動制御している。具体的には、遮蔽制御部 3 3 は、特定部位 2 a の回転位置が照射位置 F と一致した状態から、試料容器 2 が回転して次に前記回転位置が照射位置 F と一致するまでの所要時間を、試料容器 2 の回転速度等から算出し、その所要時間に基づいて遮蔽部 3 1 を許容位置と遮蔽位置とに切り換える。

30

【0068】

また、遮蔽制御部 3 3 は、シャッタ 3 1 d を遮蔽位置及び許容位置にそれぞれ切り換えるタイミングを調整可能である。これにより、例えば図 8 に示すように、特定部位 2 a の角度 α_1 をこれに隣接する角度 α_2 に再設定する場合、遮蔽制御部 3 3 は、シャッタ 3 1 d を許容位置及び遮蔽位置にそれぞれ切り換えるタイミングを少し遅らせることになり、特定部位 2 a を前記角度 α_2 に再設定することができる。

【0069】

さらに、遮蔽制御部 3 3 は、シャッタ 3 1 d を許容位置に保持する時間を調整可能である。これにより、前記保持する時間を短くすることで、特定部位 2 a の角度範囲 α_n （図 8 参照）を小さくすることができる。また、逆に前記保持する時間を長くすることで、特定部位 2 a の前記角度範囲 α_n を大きくすることができる。

40

なお、本実施形態のその他の構成については、第 1 の実施形態と同様であるためその説明を省略する。

【0070】

以上、本実施形態の微結晶構造解析装置 1 によれば、遮蔽部 3 1 は、X 線 a の照射方向と交差する方向に移動することで、遮蔽位置と許容位置とに切り換え可能であるため、簡単な構成によって良好な X 線回折像を得ることができる。

また、遮蔽制御部 3 3 は、遮蔽部 3 1 を遮蔽位置から許容位置に切り換えるタイミングを調整することができるため、試料容器 2 の特定部位 2 a の位置を、試料容器 2 の回転方

50

向Dに沿って任意の位置に変更することができる。これにより、特定部位2 aの再設定を容易に行うことができる。

【0071】

さらに、遮蔽制御部33は、遮蔽部31を許容位置に保持する時間を調整することができるため、試料容器2の特定部位2 aの大きさを任意の大きさに変更することができる。これにより、試料の種類に応じて特定部位2 aの大きさを容易に変更することができる。

【0072】

図15は、本発明の第4の実施形態に係る微結晶構造解析装置1を示す概略構成図である。本実施形態の微結晶構造解析装置1は、X線源21がX線遮蔽装置30を兼用している点で、第1の実施形態と相違している。すなわち、本実施形態におけるX線遮蔽装置30は、X線源21のシャッタ21bが遮蔽部31とされ、シャッタ駆動部21cが遮蔽駆動部32とされ、シャッタ制御部21dが遮蔽制御部33とされている。

10

【0073】

シャッタ制御部21dは、特定部位2 aが所望の方向を向いていないときは、シャッタ21bを遮蔽位置（閉鎖位置）としてX線aの照射を遮蔽し、特定部位2 aが所望の方向を向いているときは、シャッタ31dを許容位置（開放位置）としてX線aの照射を許容するように、シャッタ駆動部21cを試料容器2の回転と同期して駆動制御している。

なお、シャッタ制御部21dの具体的な駆動制御方法は、第3の実施形態における遮蔽制御部33が行う駆動制御方法と同様であるためその説明を省略する。また、本実施形態のその他の構成については、第1の実施形態と同様であるためその説明を省略する。

20

以上、本実施形態の微結晶構造解析装置1によれば、X線源21がX線遮蔽装置30を兼用しているため、微結晶構造解析装置1の構成を簡略化することができる。

【0074】

図16は、本発明の第5の実施形態に係る微結晶構造解析装置1を示す概略構成図である。本実施形態の微結晶構造解析装置1は、X線aを遮断することなく、良好なX線回折像を得ることができるようにしている点で、第1の実施形態と相違している。具体的には、本実施形態の微結晶構造解析装置1は、X線遮蔽装置30を設けていない点と、X線検出部23の構成が異なる点で、第1の実施形態と相違している。

【0075】

図16において、本実施形態のX線検出部23は、例えばCCDイメージセンサからなる。また、本実施形態の微結晶構造解析装置1は、X線検出部23のX線検出を制御するX線検出制御部24を備えている。X線検出制御部24は、試料容器2の特定部位2 aが所望の方向を向いていないときはX線検出部23のX線検出を不能とし、試料容器2の特定部位2 aが所望の方向を向いているときはX線検出部23のX線検出を許容する。

30

したがって、本実施形態におけるX線検出制御部24は、特定部位2 aの回転位置に応じて、X線検出部23によるX線aの検出が不能な状態と、X線検出部23によるX線aの検出を可能な状態とに切り換える状態切替装置Gとされている。

【0076】

また、本実施形態の微結晶構造解析装置1は、試料容器2の回転方向Dに沿って特定部位2 aを予め複数個（n個）設定した状態でX線構造解析を行うようになっている。これに伴い、微結晶構造解析装置1は、X線検出部23が検出したX線aから得られるX線回折像を特定部位2 a毎に記憶する複数の記憶領域25aを有する記憶部25と、X線検出部23が特定部位2 a毎にX線aを検出するたびに、そのX線aから得られるX線回折像を、記憶部25の対応する特定部位2 aの記憶領域に記憶させる記憶制御部26とをさらに備えている。記憶領域25aの個数は、特定部位2 aの設定個数に合わせて設定されており、本実施形態では第1～第n記憶領域からなる。

40

【0077】

X線検出制御部24は、試料容器2が1回転をする間に、各特定部位2 aが順次、所望の方向を向いたとき、X線検出部23により各特定部位2 aのX線aを検出させる。そして、記憶制御部26は、X線検出部23が検出した各特定部位2 aのX線aから得られる

50

X線回折像を、その都度、記憶部25の対応する特定部位2aの記憶領域に記憶させる。

【0078】

例えば、各特定部位2aの角度範囲 x_n (図8参照)を 10° とし、試料容器2の全周(360°)に亘って特定部位2aを36個設定した場合、記憶部25には、第1記憶領域から第36記憶領域まで合計36個の記憶領域が設定される。そして、試料容器2が1回転をする間に、一の特定部位2aの角度範囲 x_1 が所定の方向を向いたとき、X線検出制御部24は、X線検出部23が検出した当該角度範囲 x_1 のX線aから得られるX線回折像を、記憶部25の第1記憶領域に記憶させる。その際、第1記憶領域に過去のX線回折像が存在する場合、X線検出制御部24は、新たに記憶させようとするX線解析像を、過去に記憶されたX線回折像に積層するように第1記憶領域に記憶させる。

10

【0079】

そして、次の特定部位2aの角度範囲 x_2 が所定の方向を向いたとき、X線検出制御部24は、X線検出部23が検出した当該角度範囲 x_2 のX線aから得られるX線回折像を、記憶部25の第2記憶領域に記憶させる。その際、第2記憶領域に過去のX線回折像が存在する場合、X線検出制御部24は、新たに記憶させようとするX線解析像を、過去に記憶されたX線回折像に積層するように第2記憶領域に記憶させる。

このようにして、X線検出制御部24は、試料容器2が1回転をする間に、特定部位2aの角度範囲 $x_1 \sim x_{36}$ の各X線aから順次得られるX線回折像を、その都度、記憶部25の対応する第1～第36記憶領域にそれぞれ記憶させる。

なお、本実施形態のその他の構成については、第1の実施形態と同様であるためその説明を省略する。

20

【0080】

以上、本実施形態の微結晶構造解析装置1によれば、特定部位2aが所望の方向を向いていないときはX線検出部23のX線検出を不能とし、特定部位2aが所望の方向を向いているときはX線検出部23のX線検出を許容するように、X線検出部23のX線検出を制御するX線検出制御部24を備えているため、第1～第4実施形態のように、X線aの照射を遮蔽する遮蔽部31やシャッタ31d等を設ける必要がなく、微結晶構造解析装置1の構成を簡略化することができる。

【0081】

また、X線検出制御部24は、X線検出部23が各特定部位2a毎にX線aを検出するたびに、そのX線aから得られるX線回折像を、記憶部25の対応する特定部位2aに記憶させることができる。これにより、試料容器2が1回転する間に複数の特定部位2aのX線回折像を得ることができるため、X線構造解析を効率的に行うことができる。

30

【0082】

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、第1及び第2の実施形態(図5, 図11参照)における遮蔽部31は、X線源21と試料容器2との間に配置されているが、試料容器2とX線検出部23との間に配置されていてもよい。

また、試料駆動部13及び遮蔽駆動部32の駆動は、それぞれ試料制御部14及び遮蔽制御部33によって個別に制御されているが、単一の制御部によって制御されるようにしてもよい。

40

また、遮蔽部31のスリット31bは、凹溝以外の任意形状の溝や、遮蔽部本体31aをその厚み方向に貫通して形成された貫通孔であってもよい。

また、上記実施形態における永久磁石12a, 12bは、球状に形成されているが、棒状等の他の形状に形成されていてもよい。また、上記実施形態の磁場発生部12は、永久磁石12a, 12bを用いているが、電磁石など磁場を発生させるものを用いればよい。

【0083】

また、第2の実施形態における磁場発生部12の永久磁石12a, 12bは、X線aを照射する際に、回転調整した状態に保持されているが、所定角度 x_n だけ揺動させながらX線aを照射するようにしてもよい。この場合、X線aを照射する際に、試料容器2の

50

所定角度 α_n について設定された特定部位 2 a 全体に X 線 a を照射することができるため、さらに良好な X 線回折像を得ることができる。

また、時間変動磁場の磁場方向 B は、磁場発生部 1 2 の永久磁石 1 2 a , 1 2 b を回転させることによって調整可能としているが、磁場発生部 1 2 の永久磁石 1 2 a , 1 2 b を固定した状態で、X 線源 2 1、コリメータ 2 2、X 線検出部 2 3 及び X 線遮蔽装置 3 0 を、試料容器 2 の回転軸線 C_x を中心として回転させることによって、磁場方向 B を調整するようにしてもよい。

【 0 0 8 4 】

また、第 2 の実施形態における磁場方向 B の調整は、第 3 及び第 4 の実施形態 (図 1 4 , 図 1 5) における微結晶構造解析装置 1 にも適用することができる。

また、第 3 及び第 4 の実施形態における遮蔽部 3 1 は、上下移動させることによって切り換えているが、図 1 4 , 図 1 5 の各紙面に対して垂直方向に移動させることによって切り換えるようにしてもよい。

また、第 3 の実施形態における遮蔽部 3 1 は、試料容器 2 と X 線検出部 2 3 との間に配置されているが、X 線源 2 1 と試料容器 2 との間に配置されていてもよい。

また、第 3 の実施形態の遮蔽制御部 3 3 による遮蔽部 3 1 を切り換えるタイミング調整や遮蔽部 3 1 を許容位置に保持する時間調整は、第 4 の実施形態のシャッタ制御部 2 1 d (遮蔽制御部 3 3) の駆動制御にも適用することができる。

また、第 4 の実施形態における X 線源 2 1 のシャッタ 2 1 b、シャッタ駆動部 2 1 c 及びシャッタ制御部 2 1 d は、X 線遮蔽装置 3 0 の遮蔽部 3 1、遮蔽駆動部 3 2 及び遮蔽制御部 3 3 を兼用しているが、少なくともシャッタ 2 1 b が遮蔽部 3 1 を兼用していればよい。

【 0 0 8 5 】

また、第 1 ~ 第 4 の実施形態における X 線遮蔽装置 3 0 は、遮蔽部 3 1 を許容位置と遮蔽位置との切り換えるために、遮蔽駆動部 3 2 及び遮蔽制御部 3 3 を用いているが、リンク機構等の機械的伝達手段を用いて、試料容器 2 の回転と連動して遮蔽部 3 1 を切り換えるようにしてもよい。

また、試料駆動部 1 3 は、磁場発生部 1 2 に対して試料容器 2 を回転させているが、試料容器 2 に対して磁場発生部 1 2 を回転させるようにしてもよい。この場合、X 線源 2 1、コリメータ 2 2、X 線検出部 2 3 及び X 線遮蔽装置 3 0 を、試料容器 2 の回転軸線 C_x を中心として回転させればよい。

【 符号の説明 】

【 0 0 8 6 】

- 1 微結晶構造解析装置
- 2 a 特定部位
- 3 微結晶
- 1 2 磁場発生部
- 1 3 試料駆動部
- 2 1 X 線源
- 2 1 a X 線窓部
- 2 1 b シャッタ
- 2 3 X 線検出部
- 2 4 X 線検出制御部 (状態切換装置)
- 2 5 記憶部
- 2 5 a 記憶領域
- 2 6 記憶制御部
- 3 0 X 線遮蔽装置
- 3 1 遮蔽部
- 3 1 a 遮蔽部本体
- 3 1 b スリット

10

20

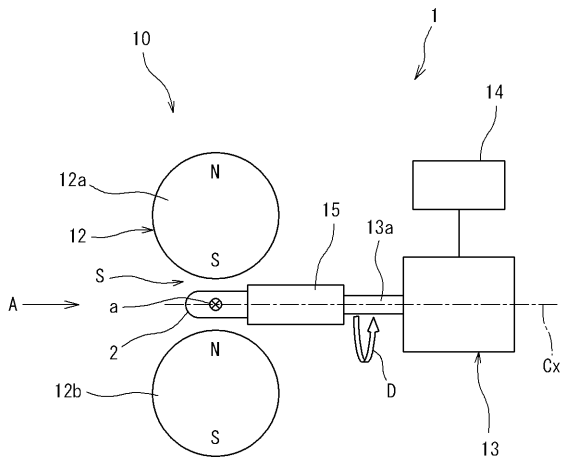
30

40

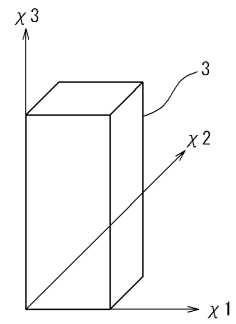
50

- 3 2 遮蔽駆動部
- 3 3 遮蔽制御部
- a X線
- B 磁場方向
- C x 回転軸線
- G 状態切換装置

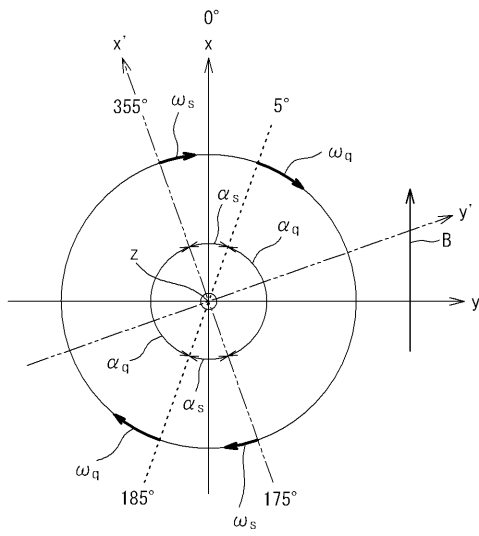
【図1】



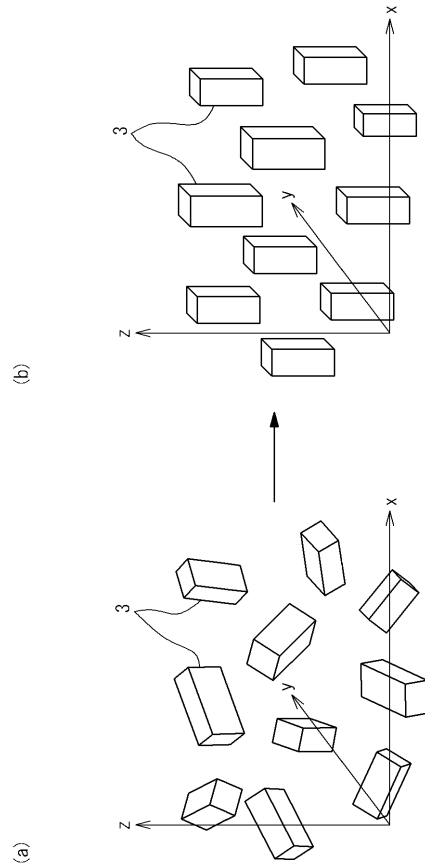
【図2】



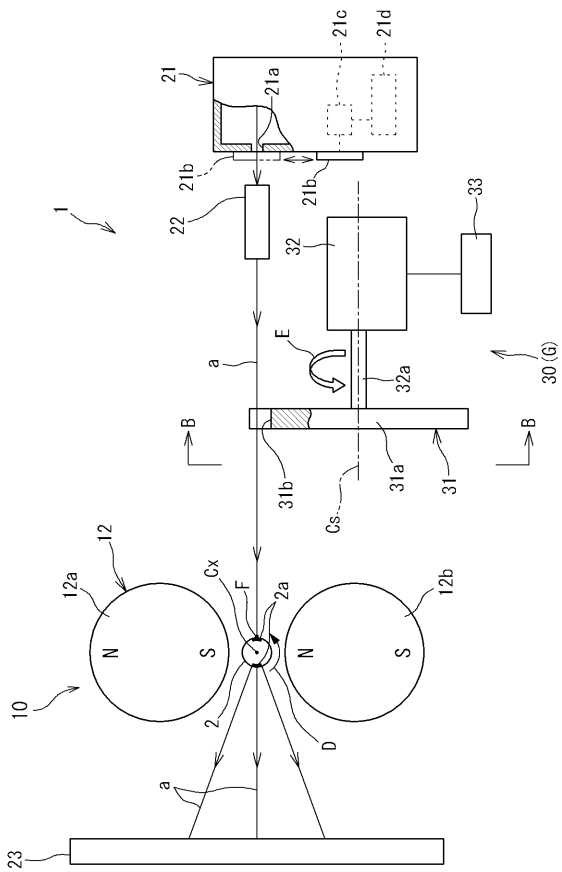
【 図 3 】



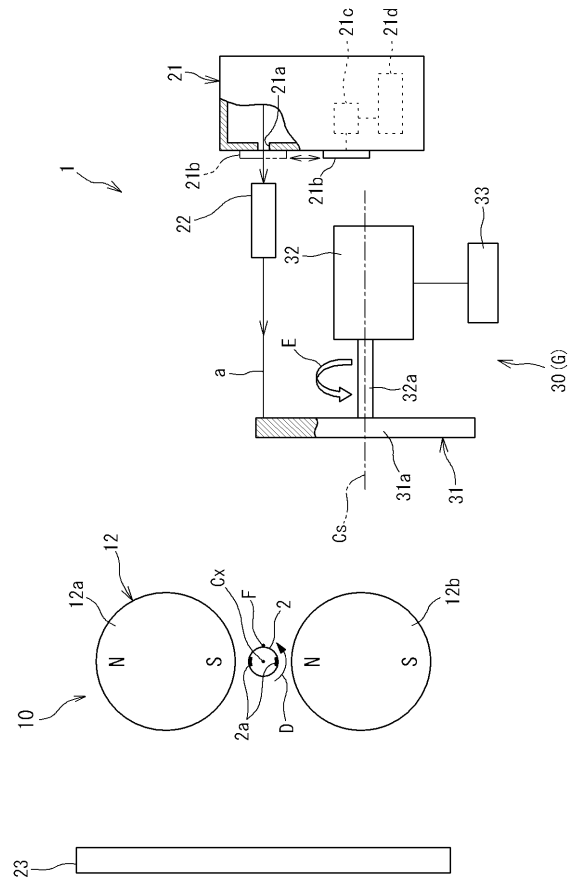
【 図 4 】



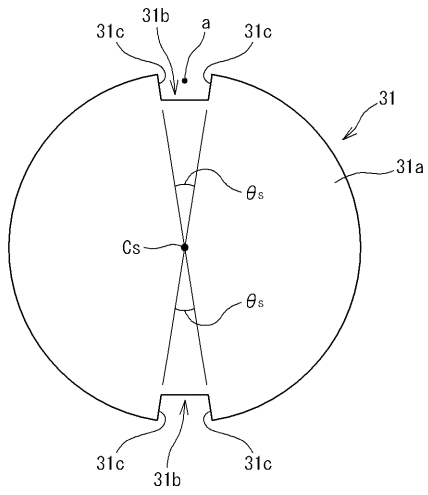
【 図 5 】



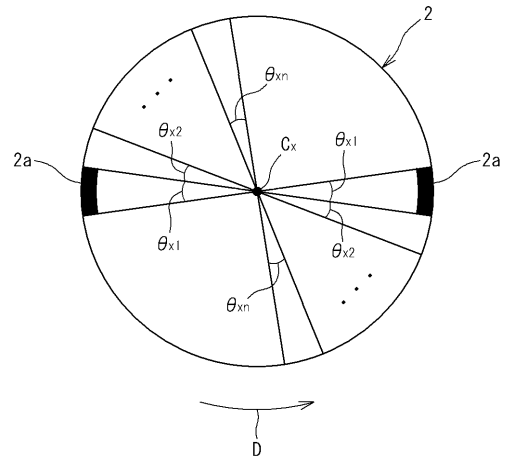
【 図 6 】



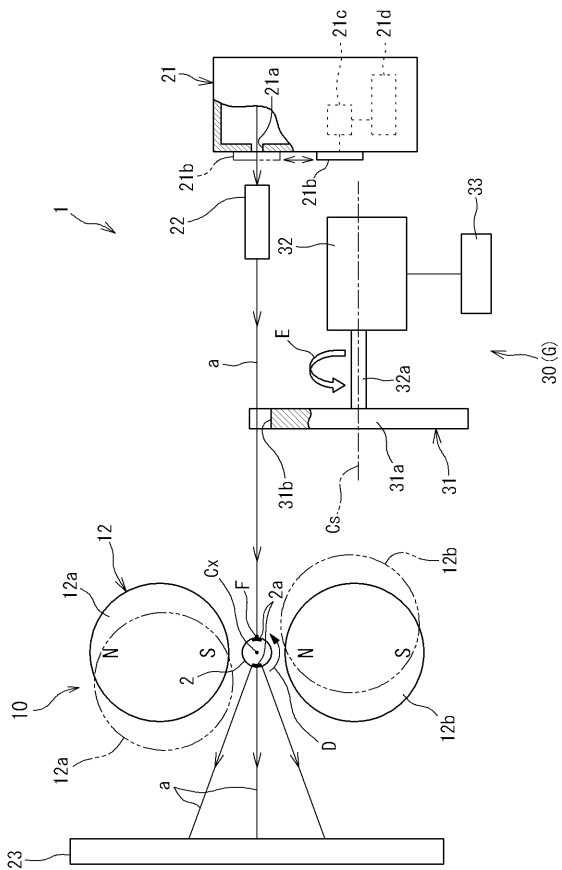
【 図 7 】



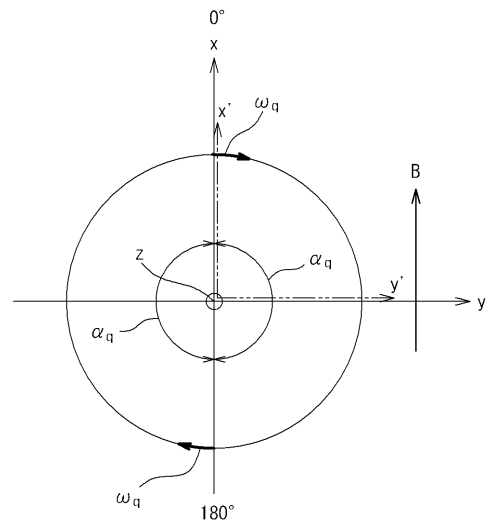
【 図 8 】



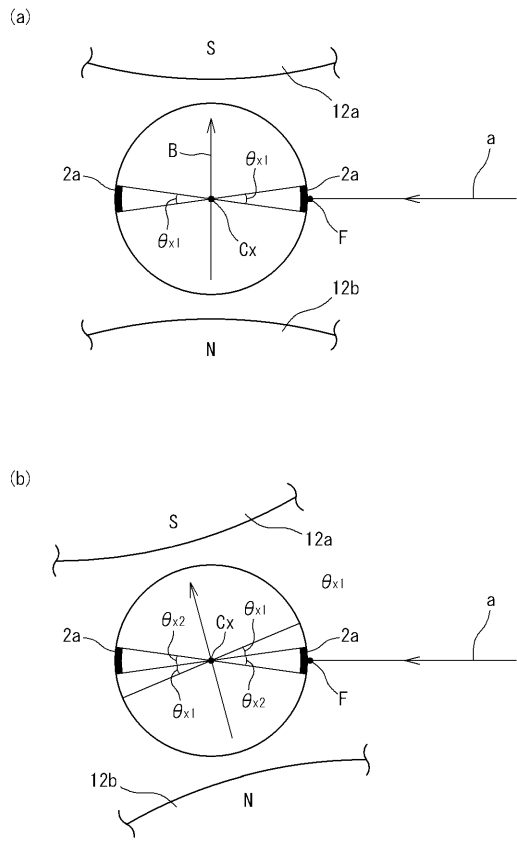
【 図 1 1 】



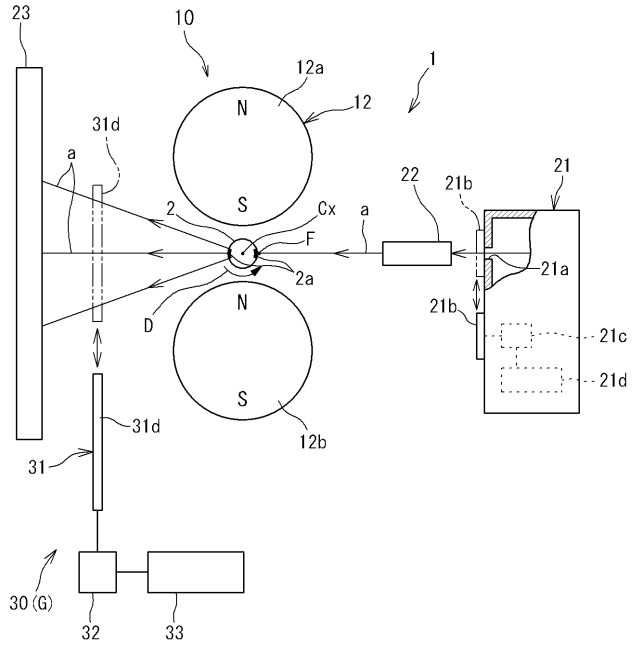
【 図 1 2 】



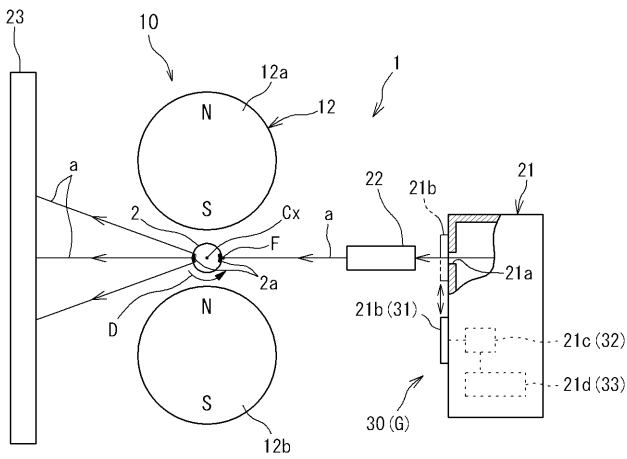
【 図 1 3 】



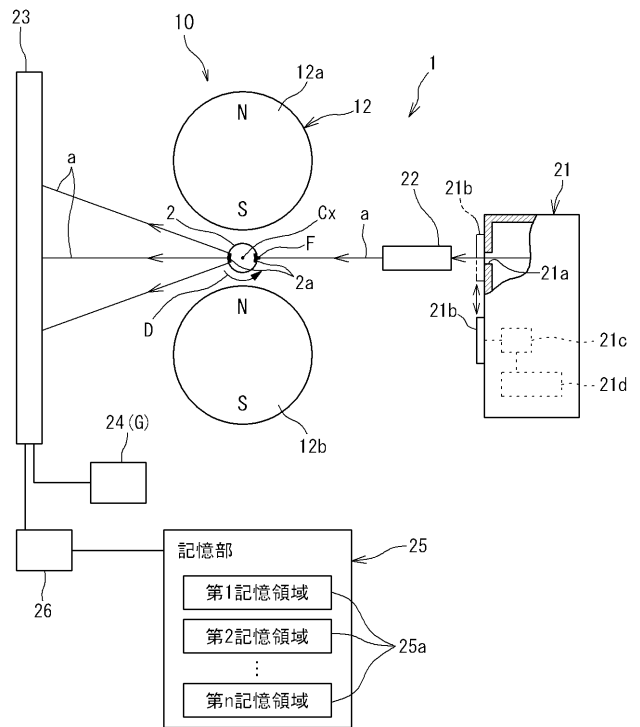
【 図 1 4 】



【 図 1 5 】

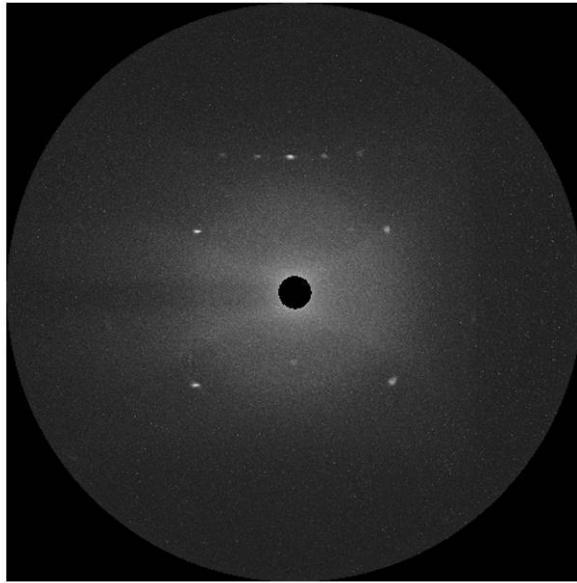


【 図 1 6 】

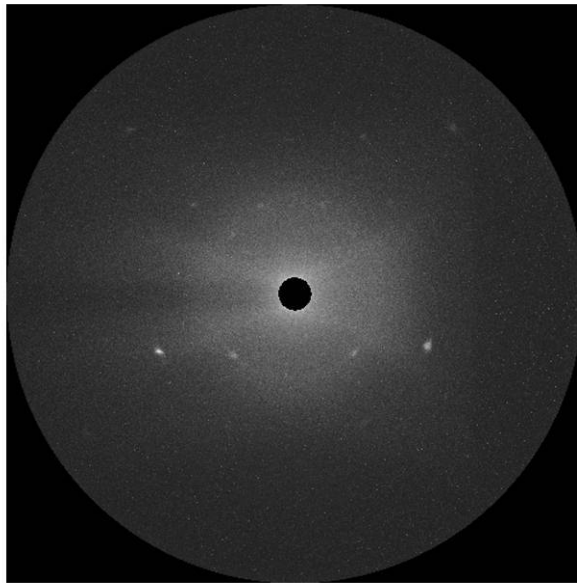


【 図 9 】

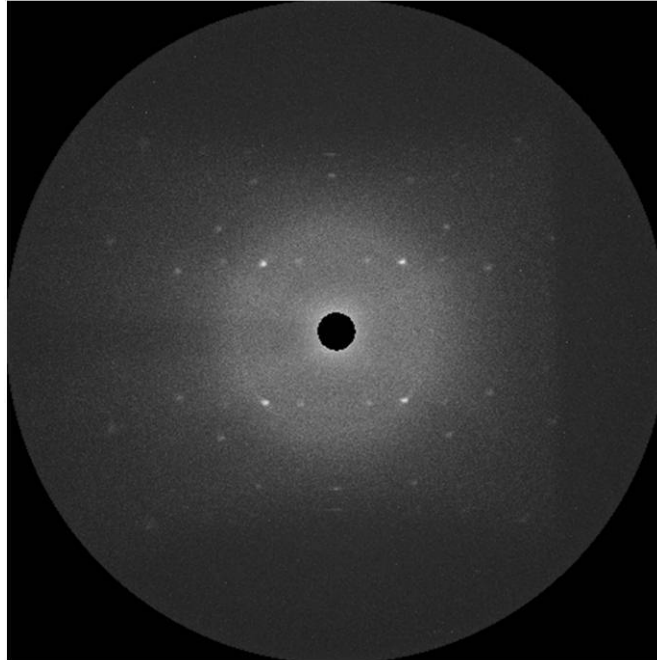
(a)



(b)



【 図 1 0 】



【 手続補正書 】

【 提出日 】 平成25年8月9日 (2013.8.9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

磁場発生部と、

微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように、前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、

前記試料駆動部により回転している前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、

前記試料を透過して回折した X 線を検出可能な X 線検出部とを備えた微結晶構造解析装置であって、

前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、前記 X 線検出部による X 線の検出が不能な状態と、前記 X 線検出部による X 線の検出を可能な状態とに切り換える状態切換装置を備えていることを特徴とする微結晶構造解析装置。

【請求項 2】

前記状態切換装置は、前記特定部位が所望の方向を向いていないときは X 線の照射を遮蔽し、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは X 線の照射を許容する X 線遮蔽装置からなる請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 3】

前記 X 線遮蔽装置は、X 線の照射を遮蔽する遮蔽位置と X 線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、

前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、

前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備えている請求項 2 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 4】

前記遮蔽部は、円板状に形成されるとともに一方の面で X 線の照射を遮蔽する遮蔽部本体と、この遮蔽部本体に形成されるとともに X 線を通過させることにより X 線の照射を許容するスリットとを有し、

前記遮蔽駆動部は、前記遮蔽部本体をその軸線回りに回転駆動可能であり、

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部本体の回転を前記試料の回転と同期させるように、前記遮蔽駆動部を駆動制御する請求項 3 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 5】

前記スリットは、前記遮蔽部本体の周方向 2 箇所、互いに略 180 度の角度差をもって形成されている請求項 4 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 6】

前記遮蔽部は、前記 X 線源と前記試料との間に配置されている請求項 4 又は 5 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 7】

前記遮蔽部は、前記 X 線の照射方向と交差する方向に移動することで、前記遮蔽位置と前記許容位置とに切り換え可能である請求項 3 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 8】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記遮蔽位置及び前記許容位置にそれぞれ切り換えるタイミングを調整可能である請求項 7 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 9】

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部を前記許容位置に保持する時間を調整可能である請求項 7 又は 8 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 10】

前記遮蔽部は、前記試料と前記 X 線検出部との間に配置されている請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 11】

前記 X 線源は、発生した X 線を前記試料に向けて放射するための X 線窓部と、前記 X 線窓部を開閉するシャッタとを有し、

前記シャッタが、前記遮蔽部とされている請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 12】

前記試料駆動部は、前記試料を所定回数回転させるたびにその回転を所定時間停止させており、

前記磁場の磁場方向は、前記試料駆動部が前記試料の回転を停止したときに前記特定部位が前記所望の方向を向くように、調整可能である請求項 3 ~ 11 のいずれか一項に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 13】

前記状態切換装置は、前記特定部位が前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部からなる請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 14】

前記特定部位は、前記試料の回転方向に沿って複数設定されており、

前記状態切換装置は、前記複数の特定部位がいずれも前記所望の方向を向いていないときは前記 X 線検出部の X 線検出を不能とし、前記複数の特定部位のいずれかが前記所望の方向を向いているときは前記 X 線検出部の X 線検出を許容するように、前記 X 線検出部の X 線検出を制御する X 線検出制御部からなり、

前記 X 線検出部が検出した X 線から得られる X 線回折像を前記特定部位毎に記憶する複数の記憶領域を有する記憶部と、

前記 X 線検出部が前記特定部位毎に X 線を検出するたびに、その X 線から得られる X 線回折像を、前記記憶部の対応する特定部位の前記記憶領域に記憶させる記憶制御部とをさらに備えている請求項 1 に記載の微結晶構造解析装置。

【請求項 15】

微結晶を懸濁させた試料を磁場発生部に対して回転させることにより、前記試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させ、前記試料を回転させながら当該試料に向けて X 線を照射し、当該試料を透過して回折した X 線を検出する微結晶構造解析方法であって、

前記試料の回転方向の一部である特定部位の回転位置に応じて、X 線の検出が不能な状態と、X 線の検出を許容する状態とに切り換えることを特徴とする微結晶構造解析方法。

【請求項 16】

磁場発生部と、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、前記試料駆動部により回転している前記試料に対して X 線を照射する X 線源と、前記試料を透過して回折した X 線を検出可能な X 線検出部とを備えた微結晶構造解析装置に設けられる X 線遮蔽装置であって、

X 線の照射を遮蔽する遮蔽位置と X 線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、

前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、

前記試料の回転方向の一部である特定部位が所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備え、

前記遮蔽部は、円板状に形成されるとともに一方の面でX線の照射を遮蔽する遮蔽部本体と、この遮蔽部本体に形成されるとともにX線を通過させることによりX線の照射を許容するスリットとを有し、

前記遮蔽駆動部は、前記遮蔽部本体をその軸線回りに回転駆動可能であり、

前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部本体の回転を前記試料の回転と同期させるように、前記遮蔽駆動部を駆動制御することを特徴とするX線遮蔽装置。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

ができるため、X線構造解析を効率的に行うことができる。

[0022]

他の観点からみた本発明のX線遮蔽装置は、磁場発生部と、微結晶を懸濁させた試料に時間的に変動する磁場を印加して前記微結晶を三次元配向させるように前記磁場発生部に対して前記試料を回転させる試料駆動部と、前記試料駆動部により回転している前記試料に対してX線を照射するX線源と、前記試料を透過して回折したX線を検出可能なX線検出部とを備えた微結晶構造解析装置に設けられるX線遮蔽装置であって、X線の照射を遮蔽する遮蔽位置とX線の照射を許容する許容位置とに切り換え可能な遮蔽部と、前記遮蔽部を切り換え駆動する遮蔽駆動部と、前記試料の回転方向の一部である特定部位が所望の方向を向いていないときは前記遮蔽部を前記遮蔽位置とし、前記特定部位が前記所望の方向を向いているときは前記遮蔽部を前記許容位置とするように、前記遮蔽駆動部の切り換え駆動を制御する遮蔽制御部とを備え、前記遮蔽部は、円板状に形成されるとともに一方の面でX線の照射を遮蔽する遮蔽部本体と、この遮蔽部本体に形成されるとともにX線を通過させることによりX線の照射を許容するスリットとを有し、前記遮蔽駆動部は、前記遮蔽部本体をその軸線回りに回転駆動可能であり、前記遮蔽制御部は、前記遮蔽部本体の回転を前記試料の回転と同期させるように、前記遮蔽駆動部を駆動制御することが好ましい。

本発明によれば、上述した微結晶構造解析装置と同様の作用効果を奏する。また、X線遮蔽装置は、微結晶構造解析装置におけるX線の照射径路の途中に配置するだけでよいため、既存の微結晶構造解析装置に容易に装着することができる。

発明の効果

[0023]

本発明によれば、擬単結晶化した試料を回転させながらX線を照射しても、良好なX線回折像を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0024]

[図1] 本発明の第1の実施形態に係る微結晶構造解析装置を示す概略構成図である。

[図2] 微結晶の磁化軸を示す斜視図である。

[図3] 試料制御部による試料駆動部の制御方法を示す模式図である。

[図4] 微結晶の三次元配向を説明する斜視図である。

[図5] 試料容器にX線が照射されている状態を示す図1のA矢視図である。

[図6] 試料容器に対するX線の照射を遮蔽している状態を示す図1のA矢視図

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2013/052704
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 1996-2013 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013 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	JP 4-301800 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 26 October 1992 (26.10.1992), paragraph [0013]; fig. 1 (Family: none)	16
A	Kenji MATSUMOTO et al., "Anisotropic Magnetic Susceptibility of Biaxial Crystal Determined by X-ray Diffraction Measurement", The Magneto-Science Society of Japan Nenkai Program Yoshishu, 26 September 2011 (26.09.2011), pages 18 to 19	1-16
<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 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "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) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"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 "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 "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 "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 08 April, 2013 (08.04.13)		Date of mailing of the international search report 16 April, 2013 (16.04.13)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/052704

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Keiji FUJITA et al., "Determination of Anisotropic Magnetic Susceptibility Ratio by X-ray Measurements", The Magneto-Science Society of Japan Nenkaï Program Yoshishu, 26 September 2011 (26.09.2011), pages 114 to 115	1-16

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2013/052704									
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2013年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2013年	日本国実用新案登録公報	1996-2013年	日本国登録実用新案公報	1994-2013年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2013年										
日本国実用新案登録公報	1996-2013年										
日本国登録実用新案公報	1994-2013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	JP 4-301800 A (住友金属工業株式会社) 1992.10.26, 【0013】, 図1 (ファミリーなし)	16									
A	松本賢司, 外, X線回折法を利用した二軸性微結晶の磁化率異方性 測定, 日本磁気科学会年会プログラム・要旨集, 2011.09.26, P. 18-19	1-16									
<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		の日の後に公表された文献									
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの									
「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		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの									
「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)		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「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 08.04.2013		国際調査報告の発送日 16.04.2013									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 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 3292									

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2013/052704
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
A	藤田敬士, 外, X線回折測定による二軸性結晶の異方性磁化率比の 導出, 日本磁気科学会年会プログラム・要旨集, 2011.09.26, P. 114-115	1-16

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, 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, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC

Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 FA18 GA10 JA08 KA08 MA04 PA12 QA02

(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。