

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5214442号
(P5214442)

(45) 発行日 平成25年6月19日(2013.6.19)

(24) 登録日 平成25年3月8日(2013.3.8)

(51) Int.Cl. F I
GO 1 N 23/201 (2006.01) GO 1 N 23/201

請求項の数 26 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2008-514618 (P2008-514618)	(73) 特許権者	504264849 オスミック、インコーポレイテッド アメリカ合衆国 48326 ミシガン、 オーバン ヒルズ、 テイラー ロード 1900
(86) (22) 出願日	平成18年1月4日(2006.1.4)	(74) 代理人	100066692 弁理士 浅村 皓
(65) 公表番号	特表2008-542751 (P2008-542751A)	(74) 代理人	100072040 弁理士 浅村 肇
(43) 公表日	平成20年11月27日(2008.11.27)	(74) 代理人	100123180 弁理士 白江 克則
(86) 国際出願番号	PCT/US2006/000290	(74) 代理人	100087217 弁理士 吉田 裕
(87) 国際公開番号	W02006/130182		
(87) 国際公開日	平成18年12月7日(2006.12.7)		
審査請求日	平成20年12月26日(2008.12.26)		
(31) 優先権主張番号	11/142, 862		
(32) 優先日	平成17年5月31日(2005.5.31)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 2次元小角X線散乱カメラ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料を分析するための2次元X線散乱カメラにおいて、
X線を放出する線源と、
平行な又は焦点に収束するX線のビームを形成するように、前記X線を2次元に反射し、
前記ビームを前記試料と相互作用するように導く2次元光学素子と、
寄生散乱のない領域において前記試料により散乱されたX線放射線を検出する検出器と

、
一対のコリメーション・ブロックであって、該一対のコリメーション・ブロックは、前記ビームを視準するために、前記光学素子と前記検出器との間に置かれ、前記寄生散乱のない領域を形成するために、1つのコリメーション・ブロックの第1の面は他のコリメーション・ブロックの前記第1の面とは反対を向いた第2の面とひとつの平面内で整列させられている、一対のコリメーション・ブロックとを含む2次元X線散乱カメラ。

【請求項2】

前記カメラの角度範囲が前記一対のコリメーション・ブロックの位置によって調節される、請求項1に記載された2次元X線散乱カメラ。

【請求項3】

回転軸線が前記一対のコリメーション・ブロックの間に設置され、前記コリメーション・ブロックは前記回転軸線の周りで前記ビームに対して回転可能である、請求項2に記載された2次元X線散乱カメラ。

【請求項 4】

回転軸線が前記一对のコリメーション・ブロックのうちの1つのコリメーション・ブロックの縁部に設置され、前記コリメーション・ブロックは前記回転軸線の周りで前記ビームに対して回転可能である、請求項 2 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 5】

前記光学素子が前記一对のコリメーション・ブロックと前記線源との間に設置される、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 6】

前記一对のコリメーション・ブロックが 2 つの分離した構造体である、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

10

【請求項 7】

前記一对のコリメーション・ブロックが単一の一体化されたユニットである、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 8】

ビーム・ストップをさらに含み、前記ビームが前記検出器に集束されるようになっている、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 9】

前記線源が微小焦点線源である、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 10】

前記 2 次元光学素子が、2 次元ビームを形成するように構成され、フラックスを増大させ、発散を低減させるようになっている、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

20

【請求項 11】

前記 2 次元光学素子が、前記ビームを視準させるように構成されている、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 12】

前記 2 次元光学素子が、前記ビームを集束させるように構成されている、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 13】

前記 2 次元光学素子が、前記ビームを単色化するように構成されている、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

30

【請求項 14】

前記 2 次元光学素子が、2 次元多層光学素子である、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 15】

前記一对のコリメーション・ブロックのうちの1つのコリメーション・ブロックが、U 型構造体により形成される、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 16】

前記一对のコリメーション・ブロックのうちの他のコリメーション・ブロックが、前記 U 型構造体に取り付けられる、請求項 15 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【請求項 17】

前記寄生散乱のない領域が、前記第 1 の面と前記第 2 の面に沿って延びる線の上方に形成される、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

40

【請求項 18】

2 次元 X 線ビームを用いて試料を分析する方法において、
線源から X 線を放出する段階と、
前記 X 線を、平行な又は焦点に収束する X 線のビームを形成するために、前記線源から前記試料の方へ 2 次元で反射する段階と、
一对のコリメーション・ブロックを前記線源と検出器との間に置き、寄生散乱のない領域を形成するために、1 つのコリメーション・ブロックの第 1 の面を他のコリメーション・ブロックの前記第 1 の面とは反対を向いた第 2 の面とひとつの平面内で整列させ、前記

50

一对のコリメーション・ブロックを用いて前記ビームを視準する段階と、

前記寄生散乱のない領域において前記検出器を用いて前記試料により散乱された X 線放射線を検出する段階と

を含む、試料分析方法。

【請求項 19】

2次元 X 線ビームを形成し、フラックスを増大させ、発散を低減させる段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 20】

前記ビームを視準させる段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 21】

前記ビームを集束させる段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 22】

回転軸線が前記一对のコリメーション・ブロックの間に設置される段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 23】

回転軸線が前記一对のコリメーション・ブロックのうちの 1 つのコリメーション・ブロックの縁部に設置される段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 24】

光学素子が前記一对のコリメーション・ブロックと前記線源との間に設置される段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 25】

前記ビームを前記検出器に集束させる段階をさらに含む、請求項 18 に記載された試料分析方法。

【請求項 26】

異方性の試料の全範囲のデータを得るために、試料を前記ビームの長手方向軸線の周りで回転させるように、試料が取り付けられる回転装置をさらに含む、請求項 1 に記載された 2 次元 X 線散乱カメラ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、広く言えば X 線散乱カメラに関するものであり、詳細には 2 次元 X 線散乱カメラに係るものである。

【背景技術】

【0002】

X 線散乱では、カメラの性能は一般的に、フラックス（輝度）、試料から検出器までの距離によって割り算される検出器位置におけるビーム径として定義される分解能、及び

【数 1】

$$Q_{\min} = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta_{\min}$$

として定義されるパラメータ Q_{\min} によって特徴づけられる。ここで、 λ は波長、 θ_{\min} は最小アクセス角（すなわち、主ビームに対して、有意の散乱を収集できる最小角）である。一般に、システムの分解能を増加させるとフラックス及び Q_{\min} が減少し、フラックスを増加させると分解能及び Q_{\min} が減少する。

【0003】

これらの課題に対処するために、コリメーション・ブロック及び X 線源を直線投影の配置で使用するクラツキ・カメラ（Kratky camera）として知られるカメラが開発された。クラツキ・カメラは、高分解能、良好なフラックス及び Q_{\min} を達成した

10

20

30

40

50

が、それは1次元カメラであり、それゆえにスミアの問題がある。多くのスミア除去手段が開発されてきたが、いくらかの情報量はなお不可避免的に失われる。さらに、その1次的性質のために、クラツキ・カメラは等方性の試料しか使用できない。クラツキ・カメラの欠点のいくつかを克服するために、3ピンホール・システム等のピンホール・カメラが開発された。ピンホール・カメラは、1次元ビームに起因する横方向のスミアを除去し、異方性の試料を研究するために使用できる。しかしながら、ピンホール・カメラは低フラックス、低分解能を有しており、その Q_{min} は約 0.005^{-1} に限定される。要するに、各タイプのカメラの基本的限界は克服されていなかった。すなわち、クラツキ・カメラは、異方性の試料を研究するために使用することができず、ピンホール・カメラは、非常に高い分解能及び低 Q_{min} を達成することができない。

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

上記のことから、高分解能及び低 Q_{min} を有する、改善された2次元カメラに対する必要性が存在することがわかる。

【課題を解決するための手段】

【0005】

2次元X線散乱カメラは、線源、光学素子、検出器、及び一对のコリメーション・ブロックを含む。線源は、光学素子によって試料の方へ反射されるX線ビームを放出する。検出器は、試料からの散乱を検出し、一对のコリメーション・ブロックは、ビームを視準(コリメーション)するために、光学素子と検出器との間に設置される。1つのブロックの底面は、他のブロックの上面と実質的に平行であり、これらのブロックは回転軸線の周りでビームに対して回転可能である。

20

【0006】

このシステムの際立った特徴は、検出器の位置におけるビーム強度分布が、もともと非対称であるブロック・コリメーションに依存しないということである。このようなビームは、2次元多層光学素子(μCMF)及び微小焦点線源を用いることによって形成できる。これらの2つの要素(ブロック・コリメーション及び高度に規定された2次元ビーム)の組合せにより、低 Q_{min} 及び高分解能を有するカメラが提供される。

【0007】

本発明のいくつかの具体例は1つ又は複数の以下の利点を有する。このカメラは、異方性の物質を研究するために使用することができ、高分解能反射率計、又は高分解能反射SAXSカメラに構成することができる。試料から検出器までの距離は、ピンホール・カメラの場合のように必ずしも長くはないので、このカメラは広い角度範囲を有し、そのカメラを広角散乱で使用できる。

30

【0008】

本発明のさらなる利点及び特徴は、以下の詳細な記述及び特許請求の範囲から明らかになるであろう。

【0009】

本出願書類の一部として採用され、それを形成している添付の図面は、本発明のいくつかの観点为例示し、記述と併せて本発明の原理を説明する働きをする。図中の構成要素は必ずしも原寸に比例しておらず、代わりに本発明の原理を例示することに重きが置かれている。さらに図では、同様の参照符号は、図面全体にわたって対応する部分を指定する。

40

【実施例】

【0010】

図1は、小角X線散乱に通常使用されるクラツキ・カメラ10を表す。カメラ10は検出器12及びX線源14を含む。X線源14は1次元の直線状の線源である。X線は、共通平面(すなわち、紙面)内に整列される一对のブロック16及び18によって視準される。コリメーション・ブロックはX線19を試料(S)に向け、そのX線の散乱は検出器12によって捕捉される。2つのブロック16及び18が適切に配置されると、点a-b

50

間を延びる線を越える寄生散乱は生じない。

【0011】

K 放射及び連続軟X線を抑制するために、Niフィルタを用いることができる。クラツキ・カメラ10は良好なフラックス及び Q_{min} を有するが、クラツキ・カメラ10の1次元の性質のために、使用に適するのは等方性の試料のみである。さらに、クラツキ・カメラは、スミアとして知られる大きなひずみを有する散乱X線パターンを生成する。多くのスミア除去の方法が提案され、実施されてきたが、いくらかの情報は不可避免的に失われ、そのために、分解能、特に d/d は犠牲にされる。ここで d は、固有の d における最小の分解可能な d 間隔である。

【0012】

最近、クラツキ・カメラは、カメラの性能を強化する集束多層光学素子を採用した。例えば、多層光学素子の使用によりフラックスを約40倍増加させることができる。さらに、K 放射及び熱制動放射 (Bremsstrahlung放射) に起因する背景ノイズが除去され、光学素子の集束能力が強化されるために、検出器におけるビーム幅 (B) を、試料と検出器との間の距離 (SD) で割り算することによって測定できる分解能が改善される。それでもなお、クラツキ・カメラに関する1次元の性質及びスミアの問題は依然として残る。

【0013】

次いで図2、図3、及び図4を参照すると、本発明による2次元カメラ20は、一对のコリメーション・ブロック22及び24、微小焦点線源30及び2次元多層光学素子(又は、 μ CMF光学素子)等の光学素子32を含む。光学素子32は、米国特許第6041099号又は米国特許第6014423号に記載されるタイプとすることができ、これらの内容全体を参照により本明細書に援用する。微小焦点線源30及び光学素子32の組合せは、よく規定された2次元ビーム36を形成する。コリメーション・ブロック22及び24による2次元ビーム36によって、カメラは高分解能及び低 Q_{min} を有する。カメラ20は、非常に優れた分解能(すなわち、良好な d/d)及び角度範囲(0.0003^{-1} から広角までの Q_{min})を有する。カメラ20からのフラックスは、同じ Q_{min} の回転陽極発生器及びCMF光学素子を備えるシステムよりも高い。 Q_{min} の範囲は、コリメーション・ブロック22及び24を例えば旋回軸線38の周りで回転させ、検出器40の下側に設置されるビーム・ストップ34(図4参照)を検出器から離す方へ及び検出器の方へ動かすことによって、容易に且つ連続的に変化させることができる。ある実施例では、コリメーション・ブロック22及び24の回転は、ブロック24の縁部39等の別の位置の周りで行うことができることに留意されたい。また、ビーム・ストップ34及び検出器40は、コリメーション・ブロック22及び24と共に回転する必要のないことにも留意されたい。角度変化が小さいために、検出器40の位置は、なんら再配置することなく固定することができ、ビーム・ストップ34の位置は、寄生散乱を遮断するために、又はより小さな角度領域へのアクセスを可能にするために、調節される。

【0014】

コリメーション・ブロック22及び24により、図2及び図3で特定されるa-b線の上方に、寄生散乱のない領域が形成される。ビーム36はよく規定され、主ビーム方向の周りで対称的であるから、散乱パターンの性質は2次元的である。ビームの集束からのずれは線源の強度分布によって決定され、この強度分布は主ビーム軸の周りで対称的と考えることができるので、ビームは対称的である。ビーム36が集束ビームであり、検出器40が光学素子40の焦点にあると、高分解能(すなわち、 B/SD が小さい)が達成できる。検出器40におけるビーム36のスポット径は、理想的な集束からのずれによって主に決定され、一方このずれは、非点状線源によって引き起こされるので、検出器40の位置におけるビーム形状は、コリメーション・ブロック22及び24の位置によっては影響されない。換言すると、検出器40におけるビーム形状は、所望の Q_{min} の設定に依存しない。検出器40の平面上に投影されるビームの形状は円形のままで、試料Sの位置におけるビーム36は、矩形の形状に切ることができる。このことは、散乱パターンには

10

20

30

40

50

コリメーションからのひずみがないことを保証している。「2分の1視野」は等方性の試料の測定に適しているけれども、異方性の試料に対しては、360°の視野にわたってデータを取得するために、あるメカニズムを用いて試料Sを回転させることができる。

【0015】

例えば、異方性の試料を研究するために、試料Sはカメラ20と一体化されたステージに取り付けることができ、それにより、ステージが試料Sを主ビーム36の長手方向軸線の周りで回転させ、研究者が完全な散乱パターンを得ることができる。カメラ20のフラックスはピンホール・カメラよりも少なくとも数倍大きく、そのために全積分時間はピンホール・カメラよりも短い。

【0016】

図3で例示するように、 Q_{min} は、ブロック22及び24のコリメーション・システムをコリメーション・システムの中心にある巡回軸線38の周りで揺り動かすことによって、容易に調節できる。また、上述したように、回転中心はコリメーション・ブロックのうちの1つのブロックの隅部とすることもできる。3ピンホール・システムの場合と異なり、ビーム・ストッパ34は、検出器34に対してそれを移動させることによって調節することもできる。

【0017】

ピンホール・カメラとは対照的に、カメラ20の Q_{min} 範囲ははるかに低い。この Q_{min} は 0.0003^{-1} に容易に達することができ、これは約2000の d_{max} （すなわち、最大の分解可能なd間隔）に相当する。対照的に、ピンホール・カメラは、許容範囲のフラックスを用いて約1000の d_{max} を達成することができるが、この d_{max} はカメラ20と比較して明らかに不利である。さらに、クラツキ・カメラとは異なり、カメラ20のフラックスは $1/r^2$ のようには減少しない。ここで、rは線源と検出器との間の距離である。したがって、カメラ20の有効長は、従来のクラツキ・カメラのものよりも長くすることができる。このより長い有効長によって、 Q_{min} 及び分解能B/S Dの両方が改善される。

【0018】

他の利点のうちでも特に、カメラ・システム20は、非常に柔軟で、使用しやすい。主ビームの強度及び試料の吸収を測定するために、小さな検出器をビーム・ストッパ34の前（試料側）に置くことができる。角度範囲は広角散乱に対して容易に拡張できる。さらに、 d/d はB/S Dに比例し、微小焦点線源の小さな径により優れた分解能が提供される。さらに、英国の会社であるBede Scientific社のMicro Source（商標）等の微小焦点線源のスポット径は、分解能をさらに改善するために調節することができる。

【0019】

このカメラ20は、医療の小角X線散乱で使用するのにとっても適しており、900近辺の1次のピークの観察を可能とする。平行ビーム光学素子を備えるので、カメラ20は反射率計としての使用にとっても適している。カメラ20は、例えば半導体計測学で実施されるような表面分析における、反射小角X線散乱に使用することができる。

【0020】

ブロック22及び24は単一のユニットとして一体化することができる。例えば、図5で示される2次元カメラ50の実施例は、コリメーション・ブロック24のうちの1つのブロックとして機能する上部分を備えるU型構造体52を含む。他のコリメーション・ブロック22は、2つのブロック22及び24が自然に整列するように構造体52の脚部54の上部に取り付けられる。代案として、ブロック22はU型構造体の一部分とすることができ、ブロック24はそれに取り付けられる。

【0021】

その他の具体例は特許請求の範囲内である。例えば、2次元ビームを形成することによって、フラックスを増大させることによって、およびビームを視準若しくは集束するか、又はビームを単色化してそのスペクトルを改善するか、又は前記の任意の組合せにより発

10

20

30

40

50

散を低減させることによって、ビームを調整することができる。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】クラツキ・カメラの概略説明図。

【図2】本発明による、2次元X線源を備えるカメラの概略説明図。

【図3】カメラの分解能及び Q_{min} を調節するために、回転軸線の周りで回転されるコリメーション・ブロックの概略説明図。

【図4】図2及び図3で示されるカメラの一部の斜視図。

【図5】本発明による、2次元X線源を備えるカメラの代替実施例の図。

【図1】

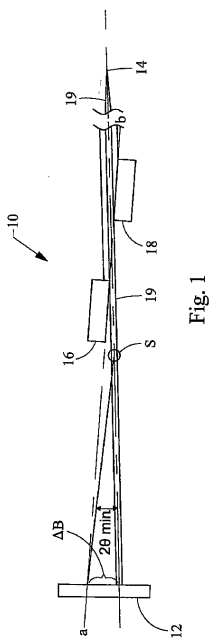


Fig. 1

【図2】

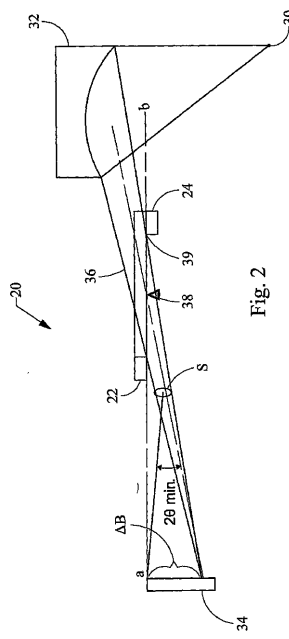


Fig. 2

【 図 3 】

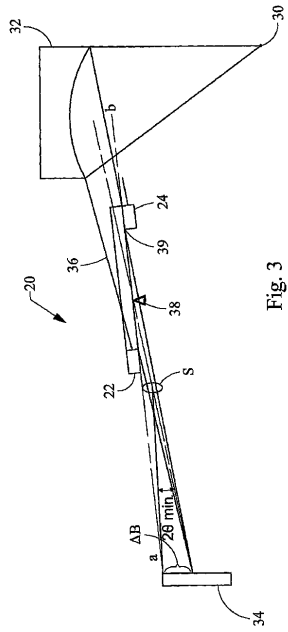


Fig. 3

【 図 4 】

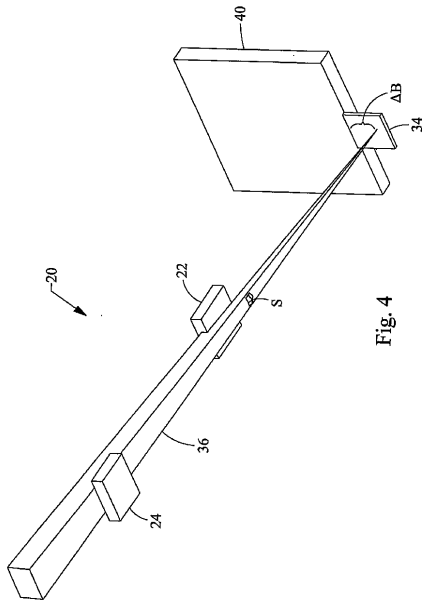


Fig. 4

【 図 5 】

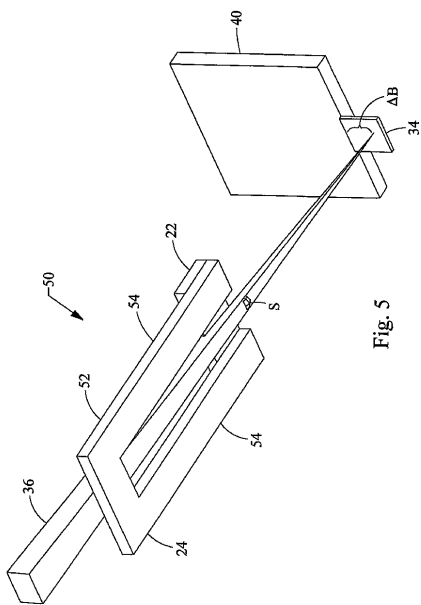


Fig. 5

フロントページの続き

(72)発明者 ジャン、リーカイ

アメリカ合衆国、ミシガン、ロチェスター ヒルズ、 ウェザーズフィールド コート 1690

審査官 比嘉 翔一

(56)参考文献 特表2003-517603(JP,A)
特表2003-517568(JP,A)
特表2002-504692(JP,A)
特開平11-064593(JP,A)
特開平09-054050(JP,A)
国際公開第01/044793(WO,A2)
特開2002-310947(JP,A)
特開2001-356197(JP,A)
特開2003-014895(JP,A)
実開昭58-016553(JP,U)
米国特許第06014423(US,A)
米国特許第06041099(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 23/00-23/227
JSTPlus(JDreamII)