



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1858583 B

(45) 授权公告日 2012. 07. 11

(21) 申请号 200610078610. 9

(22) 申请日 2006. 04. 26

(30) 优先权数据

05076024. 8 2005. 05. 02 EP

(73) 专利权人 弗·哈夫曼·拉罗切有限公司

地址 瑞士巴塞尔

(72) 发明人 O·格拉斯曼 M·亨尼格

R·A·霍彻特拉瑟尔 U·施维特

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

11247

代理人 吴鹏 马江立

(51) Int. Cl.

G01N 23/207(2006. 01)

G01N 23/20(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 2496018 Y, 2002. 06. 19, 全文.

US 2004208284 A1, 2004. 10. 21,

【0008】-【0009】，【0012】，【0026】【0034】-【0035】

以及图 1, 图 2.

CN 1534289 A, 2004. 10. 06, 全文.

US 2005002487 A1, 2005. 01. 06, 全文.

US 6388262 B1, 2002. 05. 14, 全文.

US 6163592 A, 2000. 12. 19, 全文.

审查员 刘婷婷

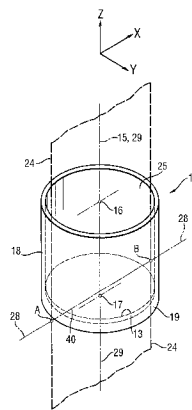
权利要求书 4 页 说明书 15 页 附图 12 页

(54) 发明名称

用于 X 射线衍射分析的方法和装置

(57) 摘要

本发明涉及用于 X 射线衍射分析的方法和装置。一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法, 该方法包括: (a) 将待分析样品放置在基底上; (b) 产生带形 X 射线射束, 该射束的中心部分沿平面延伸; (c) 将基底从而将样品定位在初始位置, 其中所述样品位于射束的路径中, 并且射束照射样品的薄片; (d) 使基底相对于上述初始位置作如下运动: (d. 1) 使基底从而使样品绕转动轴线转动, 该转动轴线垂直于基底, 该转动覆盖预定的转动角, 以及 (d. 2) 使基底从而使样品绕倾斜轴线在倾斜角的范围内倾斜; 以及 (e) 在使基底作上述运动的时段期间使用检测器检测透射穿过样品和被样品衍射的 X 射线辐射。



1. 一种用于利用包括 X 射线辐射源 (21) 和检测器 (22) 的装置对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法, 该 X 射线辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射, 该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射, 所述方法包括:

(a) 将待分析样品放置在适合于接纳并保持所述样品的基底 (19) 上, 所述基底对于 X 射线辐射是可透过的,

(b) 利用 X 射线辐射源 (21) 产生带形 X 射线射束 (24), 该射束的中心部分沿平面延伸,

(c) 将所述基底从而将所述样品定位在初始位置, 其中, 所述样品位于所述射束 (24) 的路径中, 并且所述射束 (24) 照射所述样品的薄片 (27),

(d) 使基底 (19) 相对于上述初始位置作如下运动:

(d. 1) 使所述基底 (19) 从而使所述样品绕转动轴线 (29) 转动, 该转动轴线垂直于所述基底, 所述转动覆盖预定的转动角, 以及

(d. 2) 使所述基底 (19) 从而使所述样品绕倾斜轴线 (28) 在倾斜角 (T) 的范围内倾斜, 该倾斜角定义为所述转动轴线 (29) 与所述射束 (24) 的中心部分延伸通过其中的所述平面形成的夹角, 所述倾斜轴线位于所述射束 (24) 的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线 (29), 所述倾斜覆盖倾斜角 (T), 该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化, 以及

(e) 在基底 (19) 作上述运动的时段期间使用所述检测器 (22) 检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射, 其中,

所述基底 (19) 是平的基底, 该平的基底 (19) 是样品容器 (11) 的底壁,

所述 X 射线射束 (24) 照射基本位于所述倾斜轴线 (28) 中的线段 (40),

所述线段 (40) 的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

2. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 同时并连续地进行所述基底 (19) 的所述转动和倾斜运动。

3. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 所述基底 (19) 分阶段进行所述倾斜运动, 每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定转动角。

4. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的方法, 其特征在于, 当所述平的基底 (19) 处于所述初始位置时, 所述射束 (24) 的中心轴线和所述转动轴线 (29) 通过所述平的基底 (19) 的中心 (17)。

5. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的方法, 其特征在于, 所述辐射源 (21) 是静止的。

6. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的方法, 其特征在于, 所述基底 (19) 的转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

7. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的方法, 其特征在于, 所述基底 (19) 的转动覆盖小于 360 度的角度。

8. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的方法, 其特征在于, 所述基底 (19) 的转动覆盖大于 360 度的角度。

9. 一种用于对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置, 所述装置包括 X 射线辐射源 (21) 和检测器 (22), 该辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射, 该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射, 所述装置包括

(a) 适于提供带形 X 射线射束 (24) 的 X 射线辐射源 (21), 该射束的中心部分沿平面延

伸，

(b) 适于接纳和保持待分析样品的基底 (19)，所述基底对于 X 射线辐射是可透过的，

(c) 用于将所述基底 (19) 从而将所述样品定位在初始位置的机构，其中，所述样品位于所述射束 (24) 的路径中，并且所述射束 (24) 照射所述样品的薄片 (27)，

(d) 用于使基底 (19) 相对于上述初始位置作如下运动的机构：

(d. 1) 使所述基底 (19) 从而使所述样品绕转动轴线 (29) 转动，该转动轴线垂直于所述基底，所述转动覆盖预定的转动角，以及

(d. 2) 使所述基底 (19) 从而使所述样品绕倾斜轴线 (28) 在倾斜角 (T) 的范围内倾斜，该倾斜轴线位于所述射束 (24) 的中心部分延伸通过其中的所述平面，并垂直于所述转动轴线 (29)，所述倾斜覆盖倾斜角 (T)，该倾斜角在由所述基底 (19) 的所述初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值之间变化，以及

(e) 用于在基底 (19) 作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射的检测器 (22)，其中，

所述基底 (19) 是平的基底，

所述平的基底 (19) 是样品容器 (11) 的底壁，

所述样品容器 (11) 的宽度近似等于所述 X 射线射束 (24) 的宽度，

所述装置还包括位于所述 X 射线射束 (24) 的路径中并位于所述源 (21) 和所述样品基底 (19) 之间的第一聚焦装置，

所述聚焦装置将所述 X 射线射束 (24) 聚焦在基本位于所述倾斜轴线 (28) 中的线段 (40) 内，

线段 (40) 的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

10. 根据权利要求 9 所述的装置，其特征在于，当所述平的基底 (19) 处于所述初始位置时，所述射束 (24) 的中心轴线和所述转动轴线 (29) 通过所述平的基底 (19) 的中心 (17)。

11. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述检测器 (22) 是可动检测器。

12. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述检测器 (22) 是位于球面的一部分中的静止检测器。

13. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述辐射源 (21) 是静止的。

14. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

15. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述转动覆盖小于 360 度的角度。

16. 根据权利要求 9 或 10 所述的装置，其特征在于，所述转动覆盖大于 360 度的角度。

17. 用于利用包括 X 射线辐射源 (21) 和检测器 (22) 的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法，该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射，所述方法包括：

(a) 将多个待分析样品放置在样品保持器 (12) 的各基底 (19) 上，

(b) 利用 X 射线辐射源 (21) 产生带形 X 射线射束 (24)，该射束的中心部分沿平面延伸，

(c) 将所述样品保持器 (12) 放置在包括用于移动和定位所述样品保持器 (12) 的机构的装置内，从而可将预先选择的样品定位在所述射束 (24) 的路径中，

(d) 将所述样品保持器 (12) 的预先选择的基底 (19) 从而将位于该基底上的样品定位

在初始位置,其中,所述样品位于所述射束(24)的路径上,并且所述射束(24)照射所述样品的薄片(27),

(e) 使所述预先选择的基底(19)相对于上述初始位置作如下运动:

(e.1) 使所述预先选择的基底(19)从而使所述样品绕转动轴线(29)转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定转动角,以及

(e.2) 使所述预先选择的基底(19)从而使所述样品绕倾斜轴线(28)在倾斜角(T)的范围内倾斜,该倾斜角定义为所述转动轴线(29)与所述射束(24)的中心部分延伸通过其中的所述平面形成的夹角,所述倾斜轴线位于所述射束(24)的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线(29),所述倾斜覆盖倾斜角(T),该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化,以及

(f) 在预先选择的基底(19)作上述运动的时段期间,使用所述检测器(22)检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的X射线辐射,其中,

所述基底(19)是平的基底,

所述X射线射束(24)聚焦在基本位于所述倾斜轴线(28)中的线段(40)内,

线段(40)的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

18. 根据权利要求17所述的方法,其特征在于,同时并连续地进行所述基底(19)的所述转动和倾斜运动。

19. 根据权利要求17所述的方法,其特征在于,所述基底(19)分阶段进行所述倾斜运动,每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定转动角。

20. 根据权利要求17-19中任一项所述的方法,其特征在于,当所述平的基底(19)处于所述初始位置时,所述射束(24)的中心轴线和所述转动轴线(29)通过所述平的基底(19)的中心(17)。

21. 根据权利要求17-19中任一项所述的方法,其特征在于,所述辐射源(21)是静止的。

22. 根据权利要求17-19中任一项所述的方法,其特征在于,所述基底(19)的转动覆盖等于或接近360度的角度。

23. 根据权利要求17-19中任一项所述的方法,其特征在于,所述基底(19)的转动覆盖小于360度的角度。

24. 根据权利要求17-19中任一项所述的方法,其特征在于,所述基底(19)的转动覆盖大于360度的角度。

25. 根据权利要求17所述的方法,其特征在于,该方法还包括为样品保持器中多个样品中的每一个重复步骤(d)和(e)。

26. 用于利用包括X射线辐射源(21)和检测器(22)的装置对多个样品进行透射模式X射线衍射分析的装置,该检测器用于检测透射穿过样品和被样品衍射的X射线辐射,所述装置包括

(a) 适于提供带形X射线射束(24)的X射线辐射源(21),该射束的中心部分沿平面延伸,

(b) 包括多个基底(19)的样品保持器(12),每个基底(19)适于接纳和保持待分析样品,每个所述基底对于X射线辐射是可透过的,

(c) 用于将预先选择的基底从而将放置在基底上的样品定位在初始位置的机构,其中,所述样品位于所述射束(24)的路径中,并且所述射束(24)照射所述样品的薄片(27),

(d) 用于使所述预先选择的基底(19)相对于上述初始位置作如下运动的机构:

(d.1) 使所述预先选择的基底(19)从而使所述样品绕转动轴线(29)转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定的转动角,以及

(d.2) 使所述预先选择的基底(19)从而使所述样品绕倾斜轴线(28)倾斜,该倾斜轴线位于所述射束(24)的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线(29),所述倾斜覆盖倾斜角(T),该倾斜角在由所述基底(19)的所述初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值之间变化,以及

(e) 用于在基底(19)作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的X射线辐射的检测器(22),其中,

每个所述基底(19)是平的基底,

每个所述平的基底(19)是样品容器(11)的底壁,

所述装置还包括位于所述X射线射束(24)的路径中并位于所述源(21)和一个所述样品基底(19)之间的第一聚焦装置,

所述聚焦装置将所述X射线射束(24)聚焦在基本位于所述倾斜轴线(28)中的线段(40)内,

线段(40)的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

27. 根据权利要求26所述的装置,其特征在于,所述样品容器(11)的宽度近似等于所述X射线射束(24)的宽度。

28. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,当所述平的基底(19)处于所述初始位置时,所述射束(24)的中心轴线和所述转动轴线(29)通过所述平的基底(19)的中心(17)。

29. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述检测器(22)是可动检测器。

30. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述检测器(22)是位于球面的一部分中的静止检测器。

31. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述辐射源(21)是静止的。

32. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述转动覆盖等于或接近360度的角度。

33. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述转动覆盖小于360度的角度。

34. 根据权利要求26或27所述的装置,其特征在于,所述转动覆盖大于360度的角度。

## 用于 X 射线衍射分析的方法和装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法,该 X 射线辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0002] 本发明还涉及一种用于对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置,所述装置包括 X 射线辐射源和检测器,该辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0003] 本发明还涉及一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法,该检测器用于检测透射穿过样品和被样品衍射的 X 射线辐射。

[0004] 本发明还涉及一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置,该检测器用于检测透射穿过样品和被样品衍射的 X 射线辐射。

### 背景技术

[0005] 组合化学是指为包含数十、数百乃至数千种不同的材料或化合物的材料库制造、测试和存储合成数据的技术。组合研究需要快速筛选技术以测试和评估材料库中成分、结构和特性的变化。X 射线衍射分析是最合适的固态特性的筛选技术之一,这是因为可从衍射图揭示丰富的信息,并且 X 射线衍射分析快速且非破坏性。

[0006] 衍射图分析在各种应用例如求解分子结构、识别化合物以及材料制造中起到重要作用。如果化合物可结晶成相当大的晶体,则单晶体的衍射图可提供很多关于化合物的晶体结构的信息。但是,许多化合物仅能作为粉末得到。尽管粉末衍射图提供的信息比由单晶体产生的信息少得多,但是粉末衍射图对于每种具有特定晶体结构的物质是唯一的,因此(粉末衍射图)对于识别非常有用。

[0007] 从材料样品散射的入射 X 射线辐射可产生关于材料的原子结构的信息。当这种辐射束撞击样品时会产生衍射辐射图,该图的空间强度分布取决于入射辐射的波长和材料的原子结构并且可被记录在合适的检测器例如点型检测器、1D 检测器或 2D 检测器上。衍射分析是选择用于研究晶体材料、结晶特性和材料的液相、凝胶相或固相、或相变的方法。

[0008] 在某些情况下,当测试薄的样品或处于液体环境中的样品时,由于多种原因 - 包括需要低角度衍射一和优点,希望使用透射模式 X 射线衍射分析对样品进行分析。

[0009] 已知的使用 2D 检测器的粉末衍射分析设备所遇到的问题是检测衍射辐射期间,尤其是当照射有机晶体材料(例如药物)时,经常观测到单衍射斑和衍射弧而不是衍射环。这可能是以下事实的结果,即:由于晶体不是随机取向或者仅有一些晶体随机取向,所以晶体粉末材料的所有晶格面并没有相同时间或者相同量地暴露或不暴露在 X 射线辐射下。结果,点型或 1D 检测器(一维检测器)记录的粉末衍射图的峰值强度不正确,并且没有生成有代表性的 1D 粉末衍射图(强度 - 衍射角  $2\theta$ )。这会在比较衍射图以便识别期间

产生问题。

### 发明内容

[0010] 本发明的第一目的是提供一种上述类型的具有显著改进的粒子统计学的能够进行 X 射线透射衍射分析的方法和装置。粒子统计学是本领域内已知的术语。取得“改进的粒子统计学”是指获得具有更可靠的衍射射束强度或者标准偏差减小的衍射射束强度的粉末衍射图。

[0011] 本发明的第二和附加目的是提供一种上述类型的能够以节省时间的方式对多个样品进行 X 射线透射衍射分析的方法和装置。

[0012] 根据本发明的第一方面,通过一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法实现上述第一目的。其中,该 X 射线辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射,所述方法包括:

[0013] (a) 将待分析样品放置在适合于接纳并保持所述样品的基底上,所述基底对于 X 射线辐射是可透过的,

[0014] (b) 利用 X 射线辐射源产生带形 X 射线射束,该射束的中心部分沿平面延伸,

[0015] (c) 将所述基底从而将所述样品定位在初始位置,其中,所述样品位于所述射束的路径中,并且所述射束照射所述样品的薄片,

[0016] (d) 使基底相对于上述初始位置作如下运动:

[0017] (d. 1) 使所述基底从而使所述样品绕转动轴线转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定的转动角,以及

[0018] (d. 2) 使所述基底从而使所述样品绕倾斜轴线在倾斜角的范围内倾斜,该倾斜角定义为所述转动轴线与所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面形成的夹角,所述倾斜轴线位于所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线,所述倾斜覆盖倾斜角,该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化,以及

[0019] (e) 在基底作上述运动的时段期间使用所述检测器检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射,其中,

[0020] 所述基底是平的基底,该平的基底是样品容器的底壁,

[0021] 所述 X 射线射束照射基本位于所述倾斜轴线中的线段,

[0022] 所述线段的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

[0023] 有利地,同时并连续地进行所述基底的所述转动和倾斜运动。

[0024] 有利地,所述基底分阶段进行所述倾斜运动,每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定转动角。

[0025] 有利地,当所述平的基底处于所述初始位置时,所述射束的中心轴线和所述转动轴线通过所述平的基底的中心。

[0026] 有利地,所述辐射源是静止的。

[0027] 有利地,所述基底的转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0028] 有利地,所述基底的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0029] 有利地,所述基底的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0030] 根据本发明的第二方面,通过一种用于对样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置实现上述第一目的。其中,所述装置包括 X 射线辐射源和检测器,该辐射源提供用于照射所述样品的 X 射线辐射,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射,所述装置包括

[0031] (a) 适于提供带形 X 射线射束的 X 射线辐射源,该射束的中心部分沿平面延伸,

[0032] (b) 适于接纳和保持待分析样品的基底,所述基底对于 X 射线辐射是可透过的,

[0033] (c) 用于将所述基底从而将所述样品定位在初始位置的机构,其中,所述样品位于所述射束的路径中,并且所述射束照射所述样品的薄片,

[0034] (d) 用于使基底相对于上述初始位置作如下运动的机构:

[0035] (d. 1) 使所述基底从而使所述样品绕转动轴线转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定的转动角,以及

[0036] (d. 2) 使所述基底从而使所述样品绕倾斜轴线在倾斜角的范围内倾斜,该倾斜轴线位于所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面,并垂直于所述转动轴线,所述倾斜覆盖倾斜角,该倾斜角在由所述基底的所述初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值之间变化,以及

[0037] (e) 用于在基底作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射的检测器,其中,

[0038] 所述基底是平的基底,

[0039] 所述平的基底是样品容器的底壁,

[0040] 所述样品容器的宽度近似等于所述 X 射线射束的宽度,

[0041] 所述装置还包括位于所述 X 射线射束的路径中并位于所述源和所述样品基底之间的第一聚焦装置,

[0042] 所述聚焦装置将所述 X 射线射束聚焦在基本位于所述倾斜轴线中的线段内,

[0043] 线段的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

[0044] 有利地,当所述平的基底处于所述初始位置时,所述射束的中心轴线和所述转动轴线通过所述平的基底的中心。

[0045] 有利地,所述检测器是可动检测器。

[0046] 有利地,所述检测器是位于球面的一部分中的静止检测器。

[0047] 有利地,所述辐射源是静止的。

[0048] 有利地,所述转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0049] 有利地,所述转动覆盖小于 360 度的角度。

[0050] 有利地,所述转动覆盖大于 360 度的角度。

[0051] 使用根据本发明的第一和第二方面的方法和装置获得的主要优点是这些方法和装置能使样品的 X 射线透射衍射分析获得显著改进的粒子统计学。

[0052] 根据本发明的第三方面,通过一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的方法实现上述第二目的。其中,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射,所述方法包括:

[0053] (a) 将多个待分析样品放置在样品保持器的各基底上,

[0054] (b) 利用 X 射线辐射源产生带形 X 射线射束,该射束的中心部分沿平面延伸,

[0055] (c) 将所述样品保持器放置在包括用于移动和定位所述样品保持器的机构的装置内,从而可将预先选择的样品定位在所述射束的路径中,

[0056] (d) 将所述样品保持器的预先选择的基底从而将位于该基底上的样品定位在初始位置,其中,所述样品位于所述射束的路径上,并且所述射束照射所述样品的薄片,

[0057] (e) 使所述预先选择的基底相对于上述初始位置作如下运动:

[0058] (e. 1) 使所述预先选择的基底从而使所述样品绕转动轴线转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定转动角,以及

[0059] (e. 2) 使所述预先选择的基底从而使所述样品绕倾斜轴线在倾斜角的范围内倾斜,该倾斜角定义为所述转动轴线与所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面形成的夹角,所述倾斜轴线位于所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线,所述倾斜覆盖倾斜角,该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化,以及

[0060] (f) 在预先选择的基底作上述运动的时段期间,使用所述检测器检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射,其中,

[0061] 所述基底是平的基底,

[0062] 所述 X 射线射束聚焦在基本位于所述倾斜轴线中的线段内,

[0063] 线段的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

[0064] 有利地,同时并连续地进行所述基底的所述转动和倾斜运动。

[0065] 有利地,所述基底分阶段进行所述倾斜运动,每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定转动角。

[0066] 有利地,当所述平的基底处于所述初始位置时,所述射束的中心轴线和所述转动轴线通过所述平的基底的中心。

[0067] 有利地,所述辐射源是静止的。

[0068] 有利地,所述基底的转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0069] 有利地,所述基底的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0070] 有利地,所述基底的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0071] 有利地,该方法还包括为样品保持器中多个样品中的每一个重复步骤 (d) 和 (e)。

[0072] 根据本发明的第四方面,通过一种用于利用包括 X 射线辐射源和检测器的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置实现上述第二目的。其中,该检测器用于检测透射穿过样品和被样品衍射的 X 射线辐射,所述装置包括

[0073] (a) 适于提供带形 X 射线射束的 X 射线辐射源,该射束的中心部分沿平面延伸,

[0074] (b) 包括多个基底的样品保持器,每个基底适于接纳和保持待分析样品,每个所述基底对于 X 射线辐射是可透过的,

[0075] (c) 用于将预先选择的基底从而将放置在基底上的样品定位在初始位置的机构,其中,所述样品位于所述射束的路径中,并且所述射束照射所述样品的薄片,

[0076] (d) 用于使所述预先选择的基底相对于上述初始位置作如下运动的机构:

[0077] (d. 1) 使所述预先选择的基底从而使所述样品绕转动轴线转动,该转动轴线垂直于所述基底,所述转动覆盖预定的转动角,以及

[0078] (d. 2) 使所述预先选择的基底从而使所述样品绕倾斜轴线倾斜,该倾斜轴线位于所述射束的中心部分延伸通过其中的所述平面并垂直于所述转动轴线,所述倾斜覆盖倾斜

角,该倾斜角在由所述基底的所述初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值之间变化,以及

[0079] (e) 用于在基底作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射的检测器,其中,

[0080] 每个所述基底是平的基底,

[0081] 每个所述平的基底是样品容器的底壁,

[0082] 所述装置还包括位于所述 X 射线射束的路径中并位于所述源和一个所述样品基底之间的第一聚焦装置,

[0083] 所述聚焦装置将所述 X 射线射束聚焦在基本位于所述倾斜轴线中的线段内,

[0084] 线段的长度被调整为等于或近似等于样品容器的内径。

[0085] 有利地,所述样品容器的宽度近似等于所述 X 射线射束的宽度。

[0086] 有利地,当所述平的基底处于所述初始位置时,所述射束的中心轴线和所述转动轴线通过所述平的基底的中心。

[0087] 有利地,所述检测器是可动检测器。

[0088] 有利地,所述检测器是位于球面的一部分中的静止检测器。

[0089] 有利地,所述辐射源是静止的。

[0090] 有利地,所述转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0091] 有利地,所述转动覆盖小于 360 度的角度。

[0092] 有利地,所述转动覆盖大于 360 度的角度。

[0093] 使用根据本发明的第三和第四方面的方法和装置获得主要优点是这些方法和装置能使多个样品的 X 射线透射衍射分析获得显著改进的粒子统计学并能节省时间。

## 附图说明

[0094] 下面将参照附图通过优选实施例对本发明进行说明。这些实施例用于帮助理解本发明,而不作为限制。

[0095] 图 1 示出图 10 所示的多样品保持器 12 的样品容器 11 和照射放置在基底 19 上的样品的带形 X 射线射束 24 的示意性透视图;

[0096] 图 2 示出沿一平面截取的样品容器 11 的示意性截面视图,该平面通过样品容器 11 的对称轴线 15(图 1 中所示)并且是 X 射线射束 24 在其中延伸的平面;

[0097] 图 3 示出样品容器 11 的示意性俯视图;

[0098] 图 4 示出沿一平面截取的样品容器 11 的示意性截面视图,该平面通过样品容器 11 的对称轴线 15 并且垂直于 X 射线射束 24 在其中延伸的平面,在该视图中,样品容器 11 处于初始位置,倾斜角等于零;

[0099] 图 5 示出图 1 到 4 中所示样品容器 11 的示意性截面视图,但是在该视图中,样品容器 11 处于倾斜位置,在样品容器 11 的对称轴线 15 和 X 射线射束在其中延伸的平面之间的倾斜角为  $T$ ;

[0100] 图 6 示出用于执行本发明方法的装置的第一实施例的结构示意性截面视图;

[0101] 图 7 示出用于执行本发明方法的装置的第二实施例的结构示意性截面视图;

[0102] 图 8 示出用于执行本发明方法的装置的第三实施例的结构示意性截面视图;

- [0103] 图 9 示出用于执行本发明方法的装置的第四实施例的结构示意性截面视图；
- [0104] 图 10 示出用于对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的本发明装置的示意性透视图；
- [0105] 图 11 示出作为用于评价利用不同方法获得的衍射图的质量的参考的 X 射线衍射图；
- [0106] 图 12 示出通过静止样品获得的 X 射线衍射图；
- [0107] 图 13 示出在检测被样品衍射的辐射期间通过使样品转动 360 度而获得的 X 射线衍射图；
- [0108] 图 14 示出在检测被样品衍射的辐射期间通过使样品倾斜一定倾斜角并且转动 360 度而获得的 X 射线衍射图；
- [0109] 图 15 为了比较而示出在以下条件下获得的 3 个 X 射线衍射图：下部衍射图通过静止样品获得，处于中间的衍射图在样品测量期间仅转动时获得，上部衍射图通过在测量期间转动并倾斜的样品获得；
- [0110] 图 16 示出样品容器 11 的一个实施例的示意性截面视图，其中箔片是样品容器的底壁。
- [0111] 附图中的标号
- [0112] 11 样品容器 / 单个孔 / 多孔托盘的孔
- [0113] 12 多样品保持器 / 多孔托盘
- [0114] 13 样品体积 (volume) / 样品层
- [0115] 14 样品容器 11 的底壁的内表面
- [0116] 15 样品容器 11 的对称轴线
- [0117] 16 样品容器 11 的顶部开口的中心
- [0118] 17 平的基底 19 的中心 / 底壁的中心
- [0119] 18 样品容器 11 的侧壁
- [0120] 19 样品保持基底 / 样品容器 11 的底壁 / 箔片
- [0121] 20 主 X 射线射束
- [0122] 21 X 射线源
- [0123] 22 检测器
- [0124] 23 用于将 X 射线射束聚焦在线段上的单色仪
- [0125] 24 被引导到样品上的带形 X 射线射束
- [0126] 25 室
- [0127] 26 被衍射的 X 射线射束
- [0128] 27 样品薄片 / 被射束 24 照射的体积 13 的薄片
- [0129] 28 倾斜轴线
- [0130] 29 转动轴线
- [0131] 30 检测器的圈
- [0132] 31 用于使多样品保持器 12 转动和倾斜的工作台
- [0133] 40 线段
- [0134] 41 X 射线管

[0135]	42	光闸
[0136]	43	Soller 狭缝
[0137]	44	弯曲的单色仪
[0138]	45	狭缝
[0139]	46	狭缝
[0140]	47	样品保持基底
[0141]	48	衍射的射束
[0142]	49	铍窗
[0143]	51	阳极丝
[0144]	52	延迟线
[0145]	53	位置灵敏检测器
[0146]	54	衍射仪的周面 / 聚焦圈
[0147]	61	安装板
[0148]	62	安装板的边缘
[0149]	63	安装板的边缘
[0150]	71	支承框架
[0151]	72	导轨
[0152]	73	导轨
[0153]	81	支承框架
[0154]	82	支承件
[0155]	83	支承件
[0156]	84	马达
[0157]	85	机械传动件
[0158]	86	机械传动件
[0159]	$\theta$	Bragg 角
[0160]	T	倾斜角

### 具体实施方式

[0161] 在下文的说明中,术语“样品”用于表示包括一个或多个晶体的样品以及粉末样品。“粉末样品”在此被定义为由将确定其衍射或结晶特性的化合物制成的粉末样品。这种化合物可以是化学物质或者是不同物质的混合物。化合物可包括有机或有机金属分子化合物,例如药物活性分子或催化剂配体复合物或其他的二聚体、盐、酯、溶剂合物或功能部分。本发明的粉末样品还可包括生物分子,例如核酸(例如 DNA、RNA 和 PNA)、多肽、肽、糖蛋白和其它蛋白质物质、脂蛋白、蛋白质-核酸复合物、碳水化合物、仿生或功能部分、这些分子的派生物和 / 或类似物。

[0162] 应指出,粉末样品确实可以是粉末的形式。但是,衍射分析领域中的技术人员应理解,“粉末样品”还包括包含在固体材料-例如金属、聚合体等-中的大量晶体。因此,在后一种情况下,粉末样品表现为单块固体材料。此外,衍射分析领域中的技术人员应理解,粉末样品可仅包含有限数量的晶体。

[0163] 示例 1:根据本发明的方法的第一实施例

[0164] 下面参照附图 1 到 5 说明用于对单个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的根据本发明的方法的第一实施例。

[0165] 图 1 示出样品容器 11 和带形 X 射线射束 24 的示意性透视图,该容器是例如单个孔或图 10 所示的多孔托盘 12 中的一个孔,该射线射束照射放置在基底 19 上的样品,该基底例如是样品容器 11 的底壁。在本发明的上下文中,术语“带形 X 射线射束”是指此射束沿平的、带形照射区域延伸,并且此射束的横截面近似为矩形。

[0166] 图 1 中示出相互正交的坐标轴 X、Y、Z 以供参考。

[0167] 被 X 射线射束照射的区域是 X 射线射束延伸过的体积。如果 X 射线射束具有近似为扁平条带的形状,则被照射区域的形状为带形,即被照射区域具有例如近似直角矩形棱柱的形状,该棱柱的长度远大于其宽度,并且该棱柱的宽度远大于其厚度。

[0168] 因此,术语“带形照射区域”是指该被照射区域的长度远大于其宽度,而该被照射区域的宽度远大于其厚度。

[0169] 在附图中并且尤其在图 1、2、4 和 5 中,带形 X 射线射束 24 被示意性地表示为平面,但是实际上仅有射束的中心部分沿平面延伸。

[0170] 图 2 示出沿一平面截取的图 1 的样品容器 11 的示意性截面视图,该平面平行于 X-Z 平面并通过样品容器 11 的对称轴线 15(图 1 所示),并且该平面是 X 射线射束 24 在其中延伸的平面。如图 2 所示,样品容器 11 限定了在样品容器 11 的底壁(基底 19)和上端之间延伸的室 25。室 25 例如为柱状并且具有圆形横截面。

[0171] 图 3 示出图 1 中的样品容器 11 的示意性俯视图。

[0172] 图 4 示出沿一平面截取的图 1 的样品容器 11 的示意性截面视图,该平面平行于 Y-Z 平面并通过对称轴线 15,并且该平面垂直于 X 射线射束 24 在其中延伸的平面。在该视图中,样品容器 11 处于初始位置,倾斜角等于零。

[0173] 图 5 示出类似于图 4 所示的视图的样品容器 11 的示意性截面视图,但是在该视图中,样品容器 11 处于倾斜位置,在样品容器 11 的对称轴线 15 和 X 射线射束 24 在其中延伸的平面之间倾斜角为 T。

[0174] 根据本发明的方法的第一实施例包括以下步骤:

[0175] (A1) 将待分析样品放置在平的基底 19 上,该基底适合于接纳并保持样品并且对于 X 射线辐射是可透过的;

[0176] (B1) 利用 X 射线辐射源 21(图 1-5 中未示出)产生带形 X 射线射束 24,如图 1、2、4 和 5 所示,射束 24 的中心部分沿平面延伸;

[0177] (C1) 通过合适的机电装置使基底 19 从而使放置在该基底上的样品定位在图 4 所示的初始位置,其中,样品位于 X 射线射束 24 的路径中,当基底 19 处于该初始位置时,射束 24 照射包含样品的体积单元(volume element)13 的薄片 27(图 3 所示),从而照射该样品本身的薄片;

[0178] (D1) 使基底 19 相对于上述初始位置作以下运动:

[0179] (D1.1) 使基底 19 从而使样品绕转动轴线 29 转动,以及

[0180] (D1.2) 使基底 19 从而使样品绕倾斜轴线 28 在倾斜角 T 的范围内倾斜,该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化;以及

[0181] (E1) 在基底 19 作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0182] 上述方法还包括分析检测到的辐射。

[0183] 上述方法是有利的,这是因为通过使用 X 射线射束照射样品薄片,可有更多晶体有助于衍射,并且与其中使用聚焦在一点的 X 射线射束照射样品的方法相比,这改进了粒子统计学。此外,通过使用 X 射线射束照射样品薄片,被照射区域大于当使用点聚焦射束时的区域,并且这可缩短测量时间,这是因为不需要使用点聚焦射束对样品进行费时的扫描。

[0184] 基底 19 是例如由例如 X 射线可透过的塑料材料例如 **Kapton**<sup>®</sup> (杜邦) 或 **Mylar**<sup>®</sup> (杜邦) 制成的壁或箔片。

[0185] 基底 19 优选地也是光可透过的,即对于可见辐射是可透过的。

[0186] 基底 19 是例如样品容器例如样品容器 11 的平面底壁,该样品容器具有例如柱状侧壁 18 并具有上部开口。

[0187] 将被分析的样品放置在体积单元 13 中,如图 1 所示该体积单元是例如位于样品容器 11 的底部并且位于基底 19 上的薄层。体积单元 13 在下文也被称为样品层 13。样品优选地占据体积单元 13 的主要部分或整个体积。

[0188] 带形 X 射线射束 24 照射沿倾斜轴线 28 的方向取向的线段 40。线段 40 优选地与倾斜轴线 28 重合,并且在图 1、2 和 3 中所示的点 A 和 B 之间延伸。

[0189] 在优选实施例中,线段 40 的长度被调整为等于或大约等于样品容器的内径。

[0190] 如图 1、2 和 3 所示,线段 40 位于 X 射线射束 24 与包含倾斜轴线 28 的平面的交叉处。如图 3 所示,包含倾斜轴线 28 的平面优选地通过样品层 13 的中心。

[0191] 基底 19 具有内表面 14。将被分析的样品放置在基底 19 的该表面上。

[0192] 如图 1 所示,样品容器 11 具有对称轴线 15,该对称轴线垂直于基底 19,并且通过基底 19 的中心 17 以及样品容器 11 的上部开口的中心 16。

[0193] 如图 1 和 4 所示,在优选实施例中,当倾斜角  $T$  为零时,射束 24 的中心轴线与样品容器 11 的对称轴线 15 和转动轴线 29 重合。

[0194] 如图 5 所示,倾斜角  $T$  是转动轴线 29 与射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面形成的夹角。

[0195] 如图 1-5 所示,倾斜轴线 28 位于射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面内,并且垂直于转动轴线 29。特别如图 2、4 和 5 所示,倾斜轴线 28 优选地通过样品层 13 的中心。

[0196] 在优选实施例中,基底 19 在倾斜角  $T$  的范围内倾斜,该倾斜角在由基底 19 的初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值例如 10 度之间变化。

[0197] 在优选实施例中,同时并连续地进行基底 19 的转动和倾斜运动。

[0198] 在另一优选实施例中,基底 19 分阶段进行倾斜运动,每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定的转动角。

[0199] 基底 19 优选地是平的壁或箔片。

[0200] 在优选实施例中,当倾斜角  $T$  为零时,射束 24 的中心轴线与样品容器 11 的对称轴线 15 和转动轴线 29 重合。

[0201] 在另一优选实施例中,当平的基底 19 处于上述初始位置时,射束 24 的中心轴线和

转动轴线 29 通过平的基底 19 的中心 17。

[0202] 在优选实施例中,辐射源 21 从而射束 24 是静止的,而基底 19 相对于射束 24 运动。

[0203] 在优选实施例中,基底 19 的转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0204] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0205] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0206] 示例 2:根据本发明的装置的第一实施例

[0207] 图 6 示出用于执行上述方法的装置的第一实施例的结构示意性截面视图。图 6 所示的截面是沿平行于图 1 的平面 YZ 且通过基底 19 的中心的平面截取获得的。图 6 所示的装置包括 X 射线辐射源 21 和检测器 22,该辐射源提供用于照射放置在基底 19 上的样品的 X 射线射束 24,该检测器用于检测透射穿过该样品和被该样品衍射的 X 射线辐射 26。图 6 示出衍射角  $2\theta$ 。 $\theta$  是 Bragg 角。

[0208] 图 6 中所示的装置是衍射仪,该衍射仪包括适于提供带形 X 射线射束 24 的 X 射线辐射源 21,如图 1、2、4 和 5 所示该射束的中心部分沿平面延伸。

[0209] 图 6 中示意性示出的装置还包括机电装置(图 6 中未示出),该机电装置用于:

[0210] - 将基底从而该基底上的样品定位在初始位置,其中样品位于射束 24 的路径中,并且射束 24 照射包含样品的体积单元 13 的薄片 27(如图 3 所示),从而照射样品本身的薄片,

[0211] - 使基底 19 相对于上述初始位置作以下运动:

[0212] 使基底 19 从而使样品绕垂直于基底的转动轴线 29 转动,该转动覆盖预定转动角,以及

[0213] 使基底 19 从而使样品绕倾斜轴线 28 倾斜,该倾斜轴线位于射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面内并且垂直于转动轴线 29,该倾斜覆盖倾斜角  $T$ ,该倾斜角在由基底 19 的初始位置限定的零度倾斜角和大于零的预定值例如 10 度之间变化。

[0214] 图 6 示意性示出的装置还包括检测器 22,该检测器用于检测在基底 19 作上述运动的时段期间透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0215] 如已参照图 1-4 说明的,在图 6 所示的实施例中,带形 X 射线射束 24 照射沿倾斜轴线 28 的方向取向的线段 40。线段 40 优选地与倾斜轴线 28 重合,并在图 1、2 和 3 中所示的点 A 和 B 之间延伸。

[0216] 在优选实施例中,线段 40 的长度被调整为等于或大约等于样品容器的内径。

[0217] 基底 19 是例如如上文参照图 1 到 5 所述(的基底)。

[0218] 基底 19 是例如样品容器例如样品容器 11 的平的底壁,该容器具有柱状侧壁 18 和上部开口。

[0219] 图 16 示出样品容器 11 的实施例的示意性截面视图,其中基底 19 为箔片、是该样品容器的底壁。图 16 所示的截面是沿平行于图 1 中的平面 XZ 并通过基底 19 的中心的平面截取获得的。

[0220] 如图 16 所示的样品容器 11 的实施例所示,样品容器 11 的底壁从而样品层 13 设置在其上的基底 19 优选地是箔片例如 **Kapton**<sup>®</sup> 箔片,其封闭图 1-5 所示类型的容器 11 的下部开口,并且对于 X 射线辐射是可透过的。在图 16 所示的实施例中,使用安装板 61 将箔片固定在样品容器 11 的下端上。为此,样品容器 11、箔片和安装板 61 如图 16 所示组装在

一起。安装板 61 具有例如圆形开口,该开口与样品容器 11 的室 25 的横截面对齐从而允许被设置在室 25 内的箔片上的样品衍射的射束通过。如图 16 所示,圆形开口具有边缘 62、63,每个边缘都与箔片所处平面形成例如大约 45 度角。边缘 62、63 的此形状允许增大衍射射束从中通过的区域。

[0221] 当基底 19 处于上述初始位置时,射束 24 的中心轴线和转动轴线 29 通过基底 19 的中心 17。

[0222] 在优选实施例中,检测器 22 是可动检测器。

[0223] 在另一优选实施例中,检测器 22 是位于球面的一部分中的静止检测器。

[0224] 在上述装置的优选实施例中,用于使样品基底 19 运动的机构适于使基底 19 转动,该转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0225] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0226] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0227] 示例 3:根据本发明的装置的第二实施例

[0228] 图 7 示出用于执行上述方法的装置的第二实施例的结构示意性截面视图。图 7 所示的截面是沿平行于图 1 中的平面 YZ 并且通过基底 19 的中心的平面截取获得的。图 7 所示的装置是衍射仪,该衍射仪基本包括上文参照图 6 所述的装置的构件,并且另外还包括用于聚焦 X 射线射束 24 的装置,例如位于射束 24 的路径中且位于 X 射线源 21 和保持待分析样品的基底 19 之间的锗 (111) 单色仪 23。在此实施例中,检测器 22 是位于球面 30 的一部分中的静止检测器。

[0229] 示例 4:根据本发明的装置的第三实施例

[0230] 图 8 示出用于执行上述方法的装置的第三实施例的结构示意性截面视图。图 8 所示的截面是沿平行于图 1 中的平面 YZ 并且通过基底 19 的中心的平面截取获得的。图 8 所示的装置包括上文参照图 7 所述的衍射仪的除了检测器之外的构件。在图 8 所示的实施例中,检测器包括至少一个可动检测器 22。

[0231] 示例 5:根据本发明的装置的第四实施例

[0232] 图 9 示出用于执行上述方法的装置的第四实施例的结构示意性截面视图。图 9 所示的截面是沿平行于图 1 中的平面 YZ 并且通过基底 19 的中心的平面截取获得的。图 9 所示的装置基本具有上文参照图 7 所述的装置的结构。

[0233] 根据该第四实施例的衍射仪包括如图 9 中所示地设置的以下构件:

[0234] X 射线管 41,

[0235] 安装在衍射仪的周面 54 上的弯曲锗 (111) 单色仪 44,

[0236] 位置灵敏检测器 53,

[0237] 光闸 42,

[0238] Sollar 狭缝 43,

[0239] 狭缝 45 和 46,

[0240] 保持样品的基底 47,以及

[0241] 铍窗 49。

[0242] 单色仪 44 接收 X 射线管 41 提供的 X 射线射束 20,并提供以  $2\theta$  聚焦在点 O 处的会聚的单色  $K\alpha_1$  X 射线射束 24。利用图 9 所示的设置,由放置在基底 47 上的样品衍射的衍

射束 48 聚焦在半径  $r = 130$  毫米的圈 54 上的约 40 度的范围  $2\theta$  内。这有利于使用静止并弯曲的位置灵敏检测器 (PSD) 53。检测器 53 包括延迟线 52。位置灵敏检测器 53 的阳极丝 51 位于与聚焦圈 54 的段相一致的圈段上, 并且衍射束 48 总是垂直地进入相对的表面, 这与传统的 Guinier 或 Seemann-Bohlin 技术不同。

[0243] 图 9 所示的装置包括用于定位和移动样品保持基底 47 的机电装置。该机电装置与上述的用于参照图 6 说明的实施例的机电装置相同。

[0244] 示例 6: 根据本发明的方法的第二实施例

[0245] 下文参照图 1-5 和 10 说明用于透射模式 X 射线衍射分析的根据本发明方法的第二实施例。该方法用于使用包括 X 射线辐射源 21 和检测器 22 的装置对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析, 所述检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0246] 带形 X 射线束 24、样品层 13、线段 40 和倾斜轴线 28 如上文参照图 1-5 所述的一样。

[0247] 图 10 示出用于执行根据本发明方法的第二实施例的装置的示意性透视图。

[0248] 根据本发明的方法的第二实施例包括以下步骤:

[0249] (A2) 将多个待分析样品放置在多样品保持器 12 的各个平的基底 19 上, 每个基底 19 适合于接纳并保持样品, 并且对于 X 射线辐射是可透过的;

[0250] (B2) 利用 X 射线辐射源 21 (图 10 所示) 产生带形 X 射线束 24, 如图 1、2、4 和 5 所示, 束 24 的中心部分沿平面延伸;

[0251] (C2) 将多样品保持器 12 放置在包括用于移动和定位多样品保持器 12 的机构的装置内, 从而可将预先选择的基底 19 定位在束 24 的路径中, 当预先选择的基底 19 处于初始位置时, 束 24 照射包含样品的体积单元 13 的薄片 27 (图 3 所示) 从而照射该样品本身的薄片;

[0252] (D2) 将所述多样品保持器 12 的预先选择的基底 19 定位在初始位置, 其中, 所述样品位于所述束 24 的路径上, 并且所述束 24 照射所述样品的薄片 27;

[0253] (E2) 使所述预先选择的基底 19 相对于上述初始位置作如下运动:

[0254] (E2.1) 使该预先选择的基底 19 从而使样品绕转动轴线 29 转动, 以及

[0255] (E2.2) 使该预先选择的基底 19 从而使样品绕倾斜轴线 28 在倾斜角  $T$  的范围内倾斜, 该倾斜角在第一预定值和第二预定值之间变化; 以及

[0256] (F2) 在预先选择的基底 19 作上述运动的时段期间检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0257] 上述方法还包括分析检测到的衍射。

[0258] 上述的步骤 (D2) 中的预先选择的基底 19 的定位通过多样品保持器 12 的合适的平移和 / 或转动运动实现, 该平移和 / 或转动运动使基底进入上述初始位置。

[0259] 上述步骤 (E2.1) 和 (E2.2) 中的运动由多样品保持器 12 的相应的运动实现。

[0260] 基底 19 是例如由 X 射线可透过的塑料材料例如 **Kapton**<sup>®</sup> (杜邦) 或 **Mylar**<sup>®</sup> (杜邦) 制成的壁或箔片。

[0261] 基底 19 优选地也是光可透过的, 即对于可见辐射是可透过的。

[0262] 如图 2、4 和 5 所示, 基底 19 是例如样品容器例如样品容器 11 的平的底壁, 该样品

容器具有例如柱状侧壁 18 并且具有上部开口。

[0263] 将被分析的样品放置在体积单元 13 中,如图 1 所示该体积单元是例如位于样品容器 11 的底部并且位于基底 19 上的薄层。体积单元 13 在下文也被称为样品层 13。样品可以但不必须占据体积单元 13 的整个体积。

[0264] 如图 1 所示,样品容器 11 具有对称轴线 15,该对称轴线垂直于基底 19,并且通过基底 19 的中心 17 以及样品容器 11 的上部开口的中心 16。

[0265] 如图 1、4 和 5 所示,在优选实施例中,转动轴线 29 与样品容器 11 的对称轴线 15 重合。

[0266] 如图 5 所示,倾斜角 T 是转动轴线 29 与射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面形成的夹角。

[0267] 如图 1-5 所示,倾斜轴线 28 位于射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面内,并且垂直于转动轴线 29。特别如图 2、4 和 5 所示,倾斜轴线 28 优选地通过样品层 13 的中心。

[0268] 在优选实施例中,基底 19 的倾斜覆盖倾斜角 T,该倾斜角在由基底 19 的初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值例如 10 度之间变化。

[0269] 在优选实施例中,同时并连续地进行基底 19 的转动和倾斜运动。

[0270] 在另一优选实施例中,基底 19 分阶段进行倾斜运动,每个倾斜阶段基底的转动覆盖预定的转动角。

[0271] 基底 19 优选地是平的壁或箔片。

[0272] 在优选实施例中,转动轴线 29 与样品容器 11 的对称轴线 15 重合。

[0273] 在另一优选实施例中,当平的基底 19 处于上述初始位置时,射束 24 的中心轴线和转动轴线 29 通过平的基底 19 的中心 17。

[0274] 在优选实施例中,辐射源 21 从而射束 24 是静止的,而基底 19 相对于射束 24 移动。

[0275] 在优选实施例中,基底 19 的转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0276] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0277] 在另一实施例中,基底 19 的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0278] 示例 7:根据本发明的装置的第五实施例

[0279] 图 10 示出用于对多个样品进行透射模式 X 射线衍射分析的装置的示意性截面视图。该装置包括 X 射线辐射源 21 和检测器 22,该辐射源 21 提供用于照射样品的 X 射线射束 24,该检测器用于检测透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射 26。

[0280] 图 10 所示的装置包括:

[0281] 适于提供带形 X 射线射束 24 的 X 射线辐射源 21,如图 1、2、4 和 5 所示,该射束的中心部分沿平面延伸。

[0282] 包括多个基底 19 的多样品保持器 12,每个基底都适合于接纳和保持待分析样品。每个所述基底 19 对于 X 射线辐射是可透过的,

[0283] 机电装置,该机电装置用于

[0284] 将多样品保持器 12 的预先选择的基底从而放置在该基底上的样品定位在初始位置,其中样品位于所述射束 24 的路径中,并且射束 24 照射包含样品的体积单元 13 的薄片 27(如图 3 所示),从而照射样品本身的薄片,以及

[0285] 使预先选择的基底 19 相对于上述初始位置作如下运动:

[0286] - 使预先选择的基底 19 从而使样品绕垂直于预先选择的基底的转动轴线 29 转动, 所述转动覆盖预定转动角, 以及

[0287] - 使预先选择的基底 19 从而使样品绕倾斜轴线 28 倾斜, 该倾斜轴线位于射束 24 的中心部分延伸通过其中的平面内并且垂直于转动轴线 29, 所述倾斜覆盖倾斜角 T, 该倾斜角在由所述基底 19 的初始位置限定的零度倾斜角和大于零度的预定值之间变化, 以及

[0288] 检测器 22, 该检测器用于检测在基底 19 作上述运动的时段期间透射穿过所述样品和被所述样品衍射的 X 射线辐射。

[0289] 上述机电装置包括例如用于使多样品保持器 12 转动和倾斜以便实现上述运动的工作台 31。如图 10 所示, 工作台 31 包括适合于接纳和保持多样品保持器 12 的可动支承框架 71, 沿 X 方向取向的导轨 72, 沿 Y 方向取向的导轨 73, 和用于使支承框架 71 在工作台 31 上分别沿导轨 72 和 73 运动的马达。图 10 所示的装置还包括用于使工作台 31 绕垂直于该工作台 31 的转动轴线 29 转动的机构。这些机构包括图 10 中没有详细示出的马达和机械传动机构。图 10 所示的装置还包括用于使工作台 31 绕倾斜轴线 28 倾斜的倾斜机构。这些倾斜机构包括承载工作台 31 的支承框架 81, 和用于使工作台 31 绕转动轴线转动的相关机构。如图 10 中示意性示出的一样, 支承框架 81 可转动地安装在支承件 82 和 83 上, 并且马达 84 以及机械传动件 85 和 86 允许支承框架 81 绕轴线 29 转动要求的角度, 并从而改变工作台 31 的倾斜角。

[0290] 如果不是对多样品保持器 12 上的多个样品而是对单样品保持器 11 中包含的样品执行根据本发明的方法, 则用于定位、转动和倾斜单样品容器所需的装置远小于上述装置; 并且 (所述用于定位、转动和倾斜单样品容器的装置) 包括样品容器保持器而不是工作台 31, 还包括用于定位、转动和倾斜该样品保持器的机电装置。

[0291] 多样品保持器 12 包括例如适合于接纳具有上述结构的各样品容器 11 的孔的矩阵阵列。

[0292] 基底 19 是例如上文参照图 1-5 所述的基底。

[0293] 基底 19 优选地是平的壁或箔片。

[0294] 基底 19 是例如样品容器例如样品容器 11 的平的底壁, 该容器具有例如柱状侧壁 18 和上部开口。

[0295] 如上文已参照图 1-4 说明的一样, 在图 10 所示的实施例中, 带形 X 射线射束 24 照射沿倾斜轴线 28 的方向取向的线段 40。线段 40 优选地与倾斜轴线 28 重合, 并且在图 1、2 和 3 中所示的点 A 和 B 之间延伸。

[0296] 在优选实施例中, 线段 40 的长度被调整为等于或大约等于样品容器的内径。

[0297] 当基底 19 处于上述初始位置时, 射束 24 的中心轴线和转动轴线 29 通过基底 19 的中心 17。

[0298] 在优选实施例中, 检测器 22 是可动检测器。

[0299] 在另一优选实施例中, 检测器 22 是位于球面的一部分中的静止检测器。

[0300] 在上述装置的优选实施例中, 用于移动样品基底 19 的机构适于使基底 19 转动, 该转动覆盖等于或接近 360 度的角度。

[0301] 在另一实施例中, 基底 19 的转动覆盖小于 360 度的角度。

[0302] 在另一实施例中, 基底 19 的转动覆盖大于 360 度的角度。

[0303] 在图 10 所示的优选实施例中,所述装置还包括用于聚焦 X 射线射束 24 的机构,例如位于射束 24 的路径中且位于 X 射线源 21 和保持待分析样品的基底 19 之间的锗 (111) 单色仪 23。

[0304] 在优选实施例中,辐射源 21 从而射束 24 是静止的,而预先选择的基底 19 相对于射束 24 移动。

[0305] 示出使用根据本发明的方法和装置获得的改进的测量结果

[0306] 可从图 11 到 15 所示的 X 射线衍射图中看到使用根据本发明的方法和装置获得的改进。这是在不同测量条件下针对一种相同的化合物获得的衍射图。在图 11-15 中,垂直轴线示出对应于任意单位 (arbitrary units) (简写成 a. u.) 的衍射射束的强度的参数。

[0307] 作为评估根据本发明的方法和装置带来的测量结果的改进的基础,图 11 所示的参考衍射图是通过测量包含在毛细管内的粉末形式的样品获得的。图 12 到 15 所示的衍射图是针对具有图 11 所示的衍射图的化合物的一个相同的样品获得的。

[0308] 图 11 示出作为用于评价利用不同方法获得的衍射图的质量的参考的 X 射线衍射图。

[0309] 图 12 示出通过静止样品获得的 X 射线衍射图。与图 11 的衍射图相比,图 12 的衍射图具有较少的辐射的衍射峰值,并且这些峰值中的一些的强度不相称地强。

[0310] 图 13 示出在检测被样品衍射的辐射期间通过使样品转动 360 度但没有倾斜样品而获得的 X 射线衍射图。与图 12 的衍射图相比,图 13 的衍射图的辐射的衍射峰值更多,但是并没有与图 11 的参考衍射图一样多,并且图 13 中的峰值的强度关系与图 11 的参考衍射图中的峰值的强度关系不同。

[0311] 图 14 示出在检测被样品衍射的辐射期间通过使样品倾斜一定倾斜角并转动 360 度而获得的根据本发明的 X 射线衍射图。该衍射图的辐射的衍射峰值近似地对应于图 11 的参考衍射图的那些峰值。

[0312] 图 15 为了比较而示出在以下条件下获得的 3 个 X 射线衍射图:

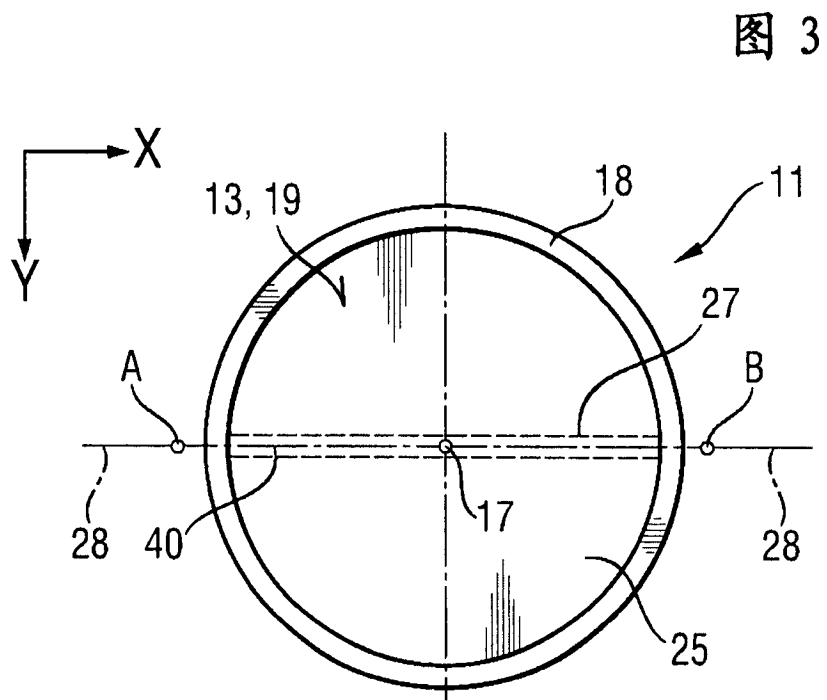
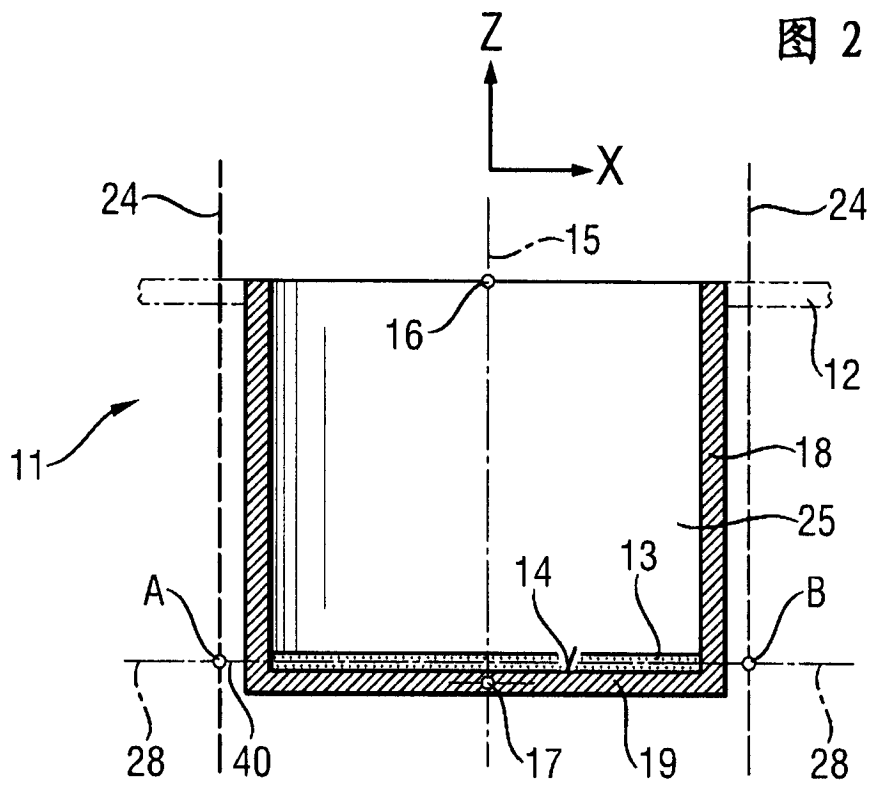
[0313] 图 15 中的下部衍射图是通过静止样品获得的,这与图 12 的衍射图的获得方式一样,

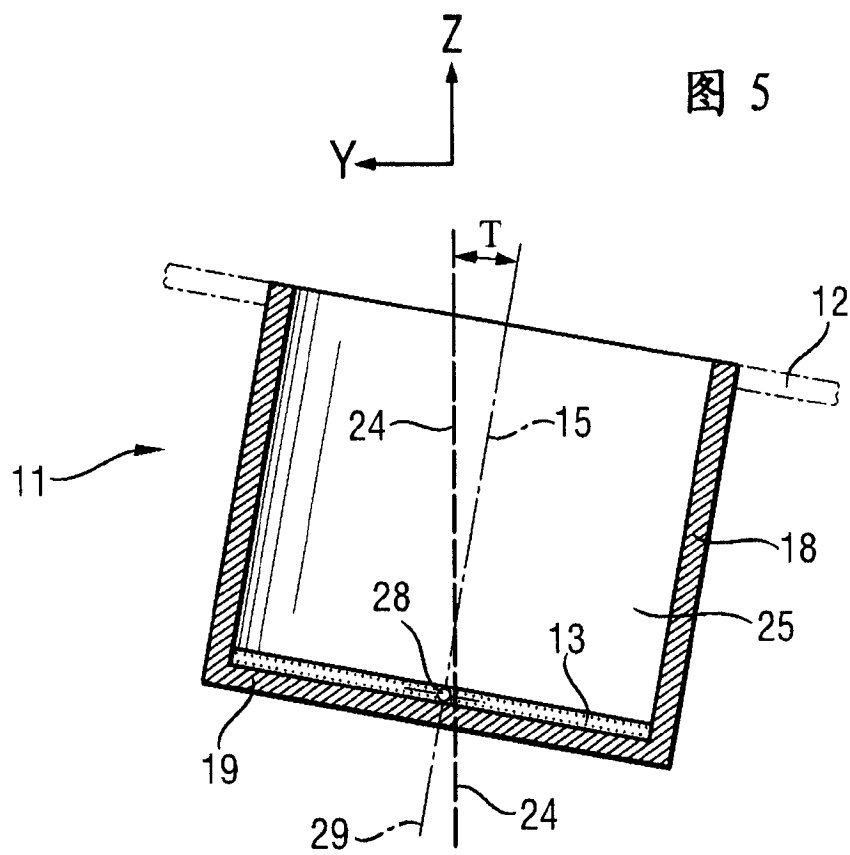
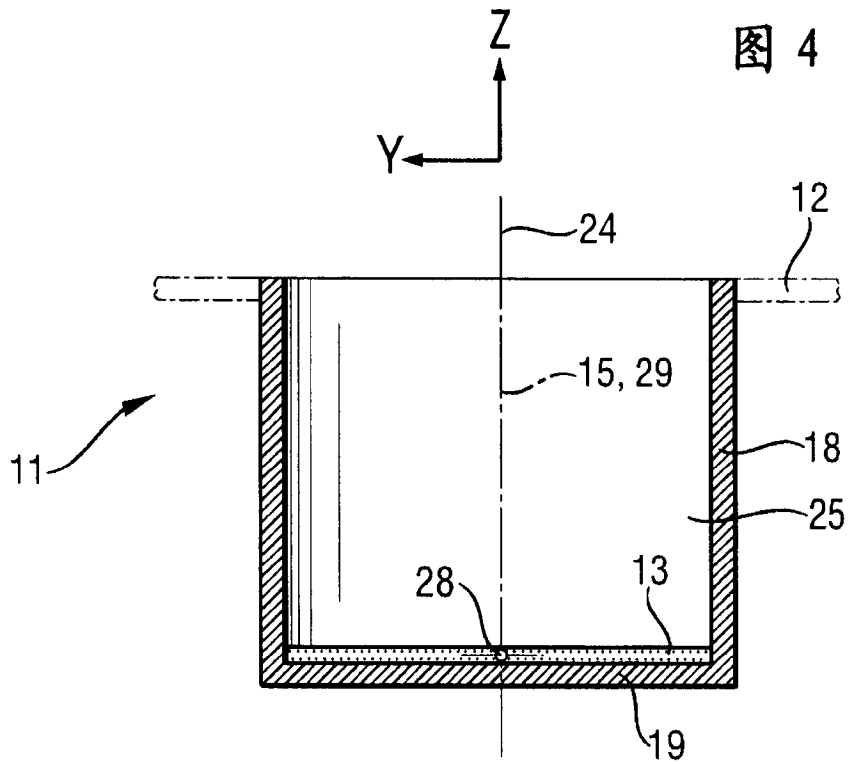
[0314] 图 15 的处于中间的衍射图是在测量期间样品仅转动不倾斜时获得的,这与图 13 的衍射图的获得方式一样,

[0315] 图 15 的上部衍射图是通过在测量期间转动并倾斜的样品获得的,这与图 14 的衍射图的获得方式一样。

[0316] 尽管已使用特定术语说明了本发明的优选实施例,但是这些说明仅用于说明目的,并且应理解可在不脱离下文权利要求书的精神和范围的前提下进行改变和变型。







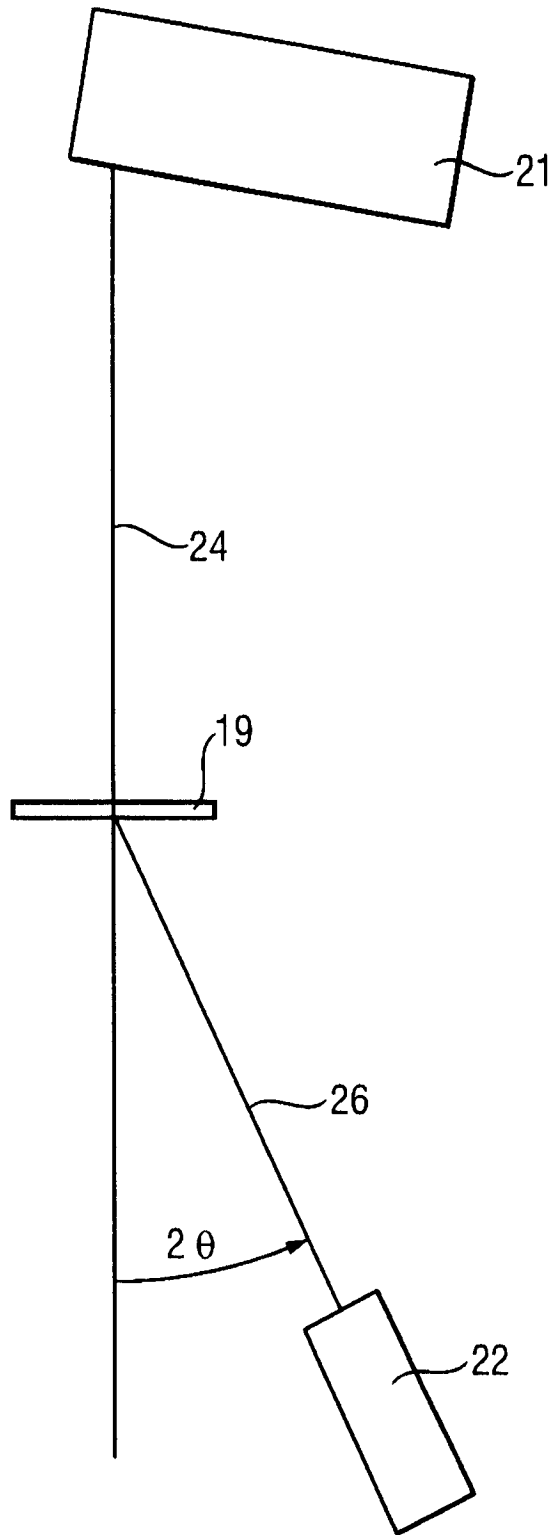


图 6

图 7

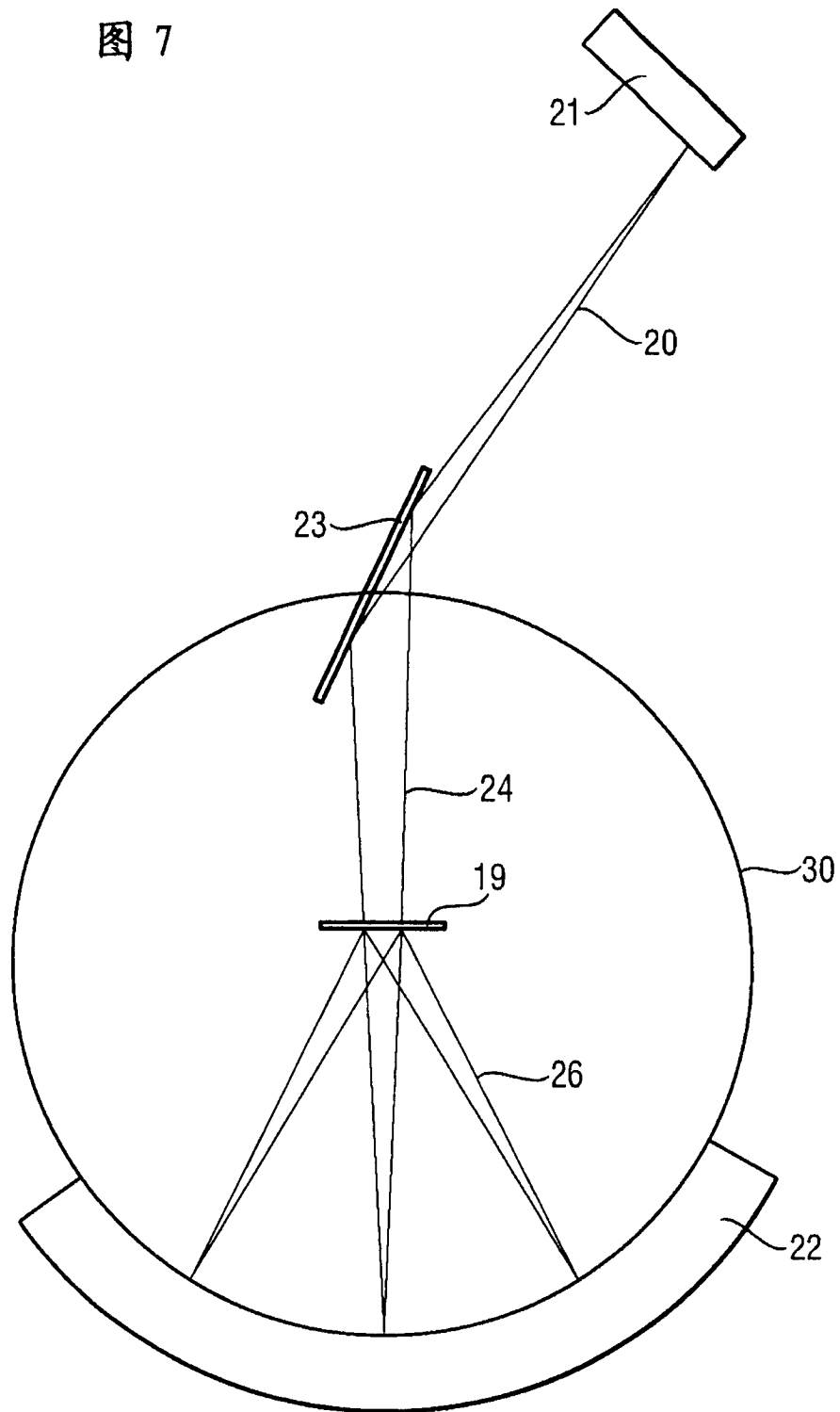
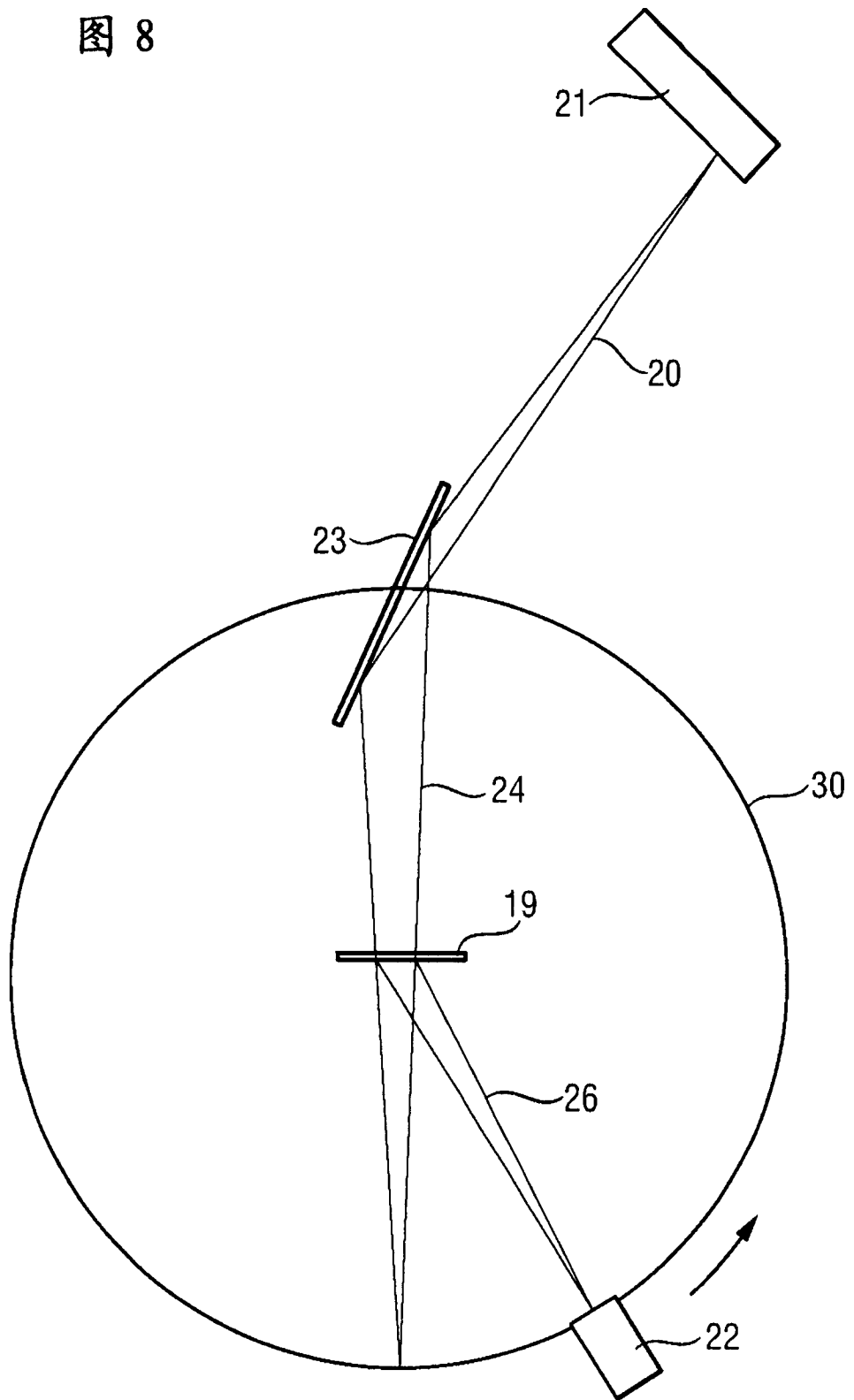


图 8



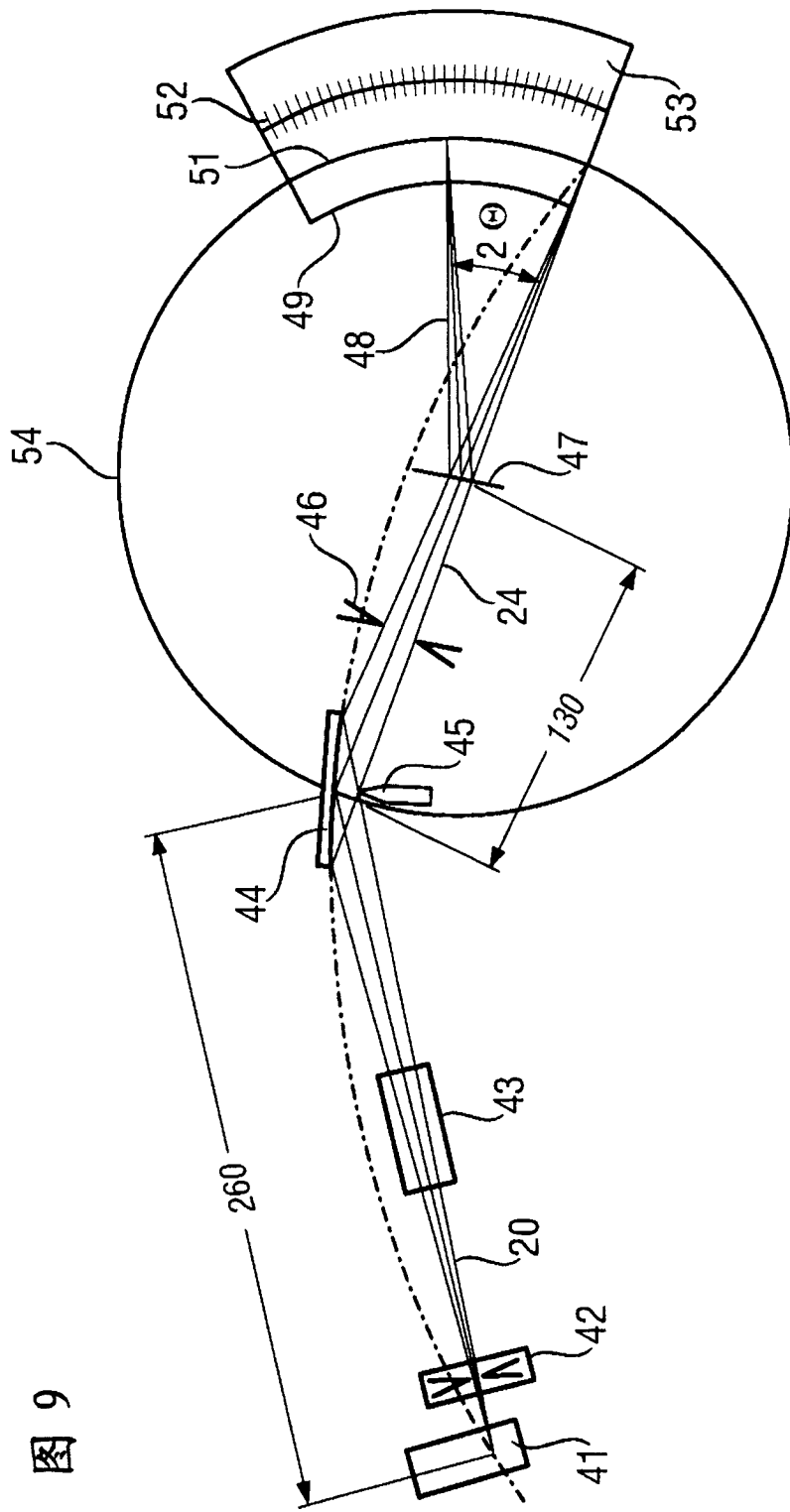
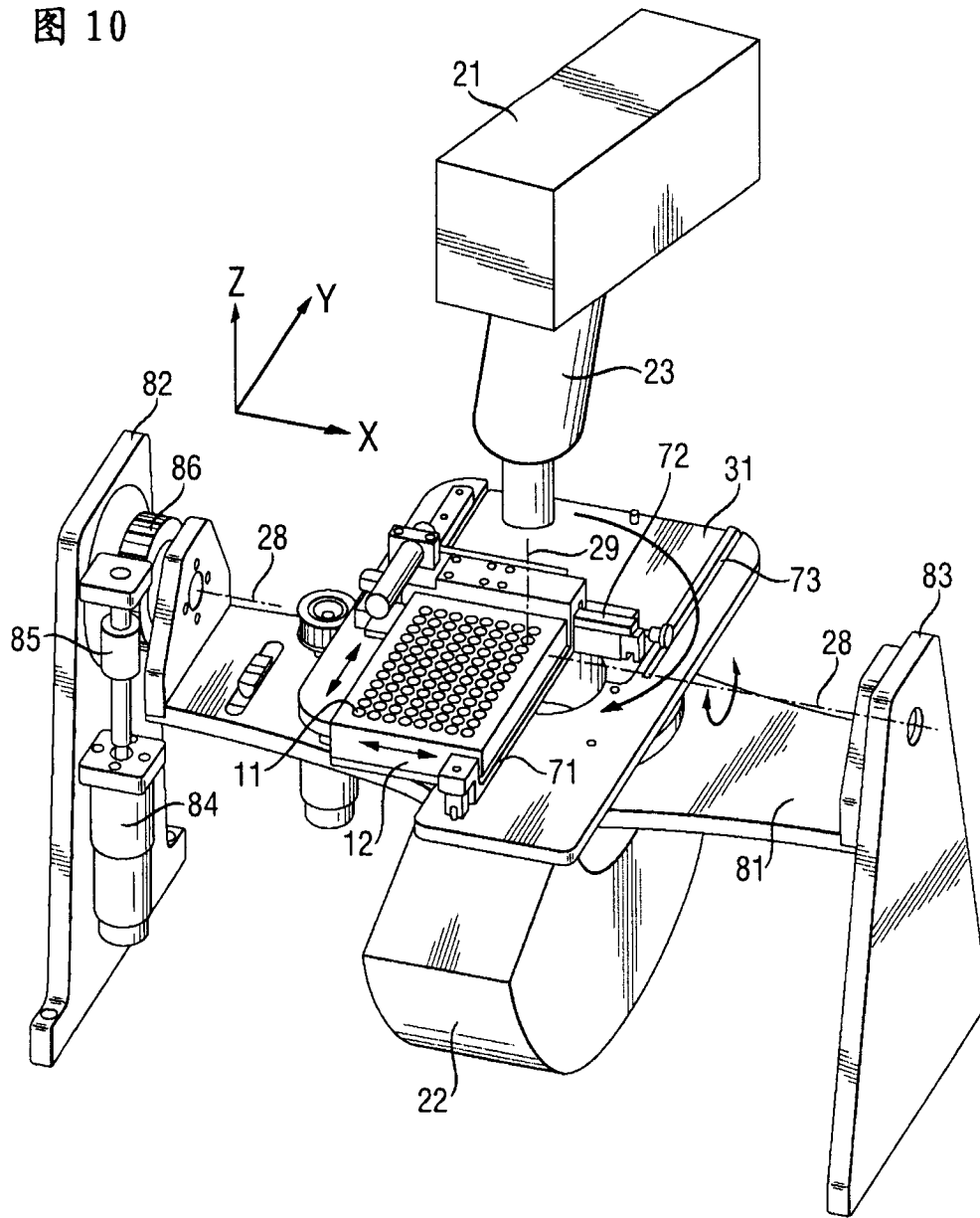
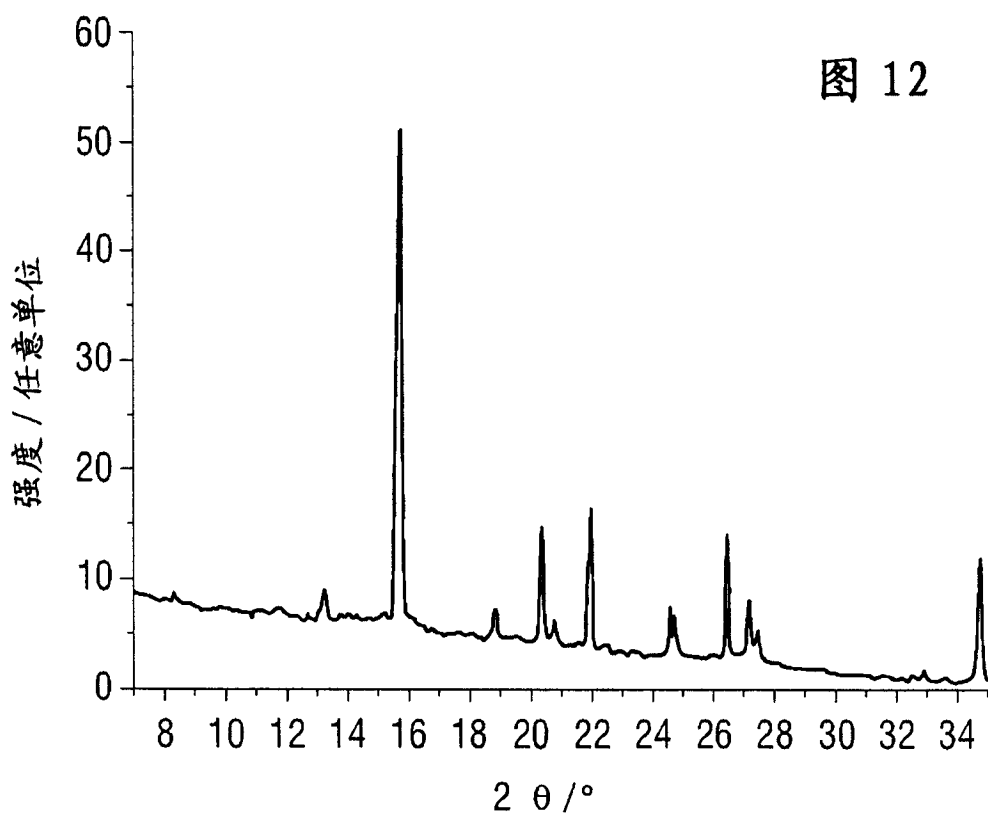
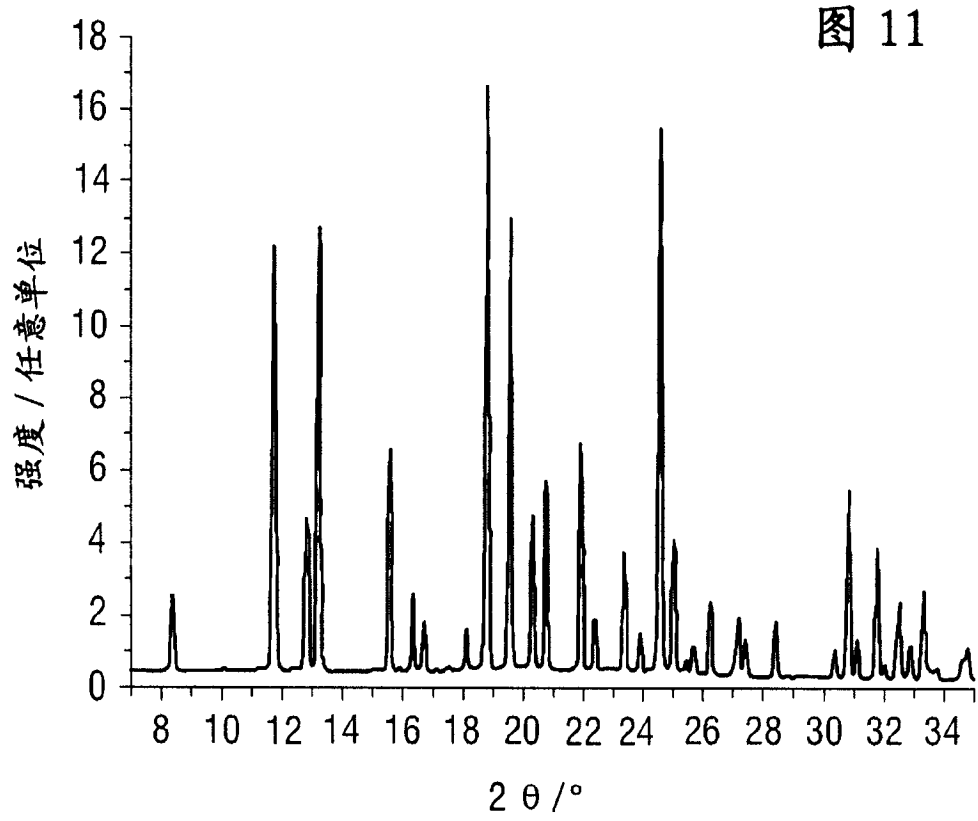
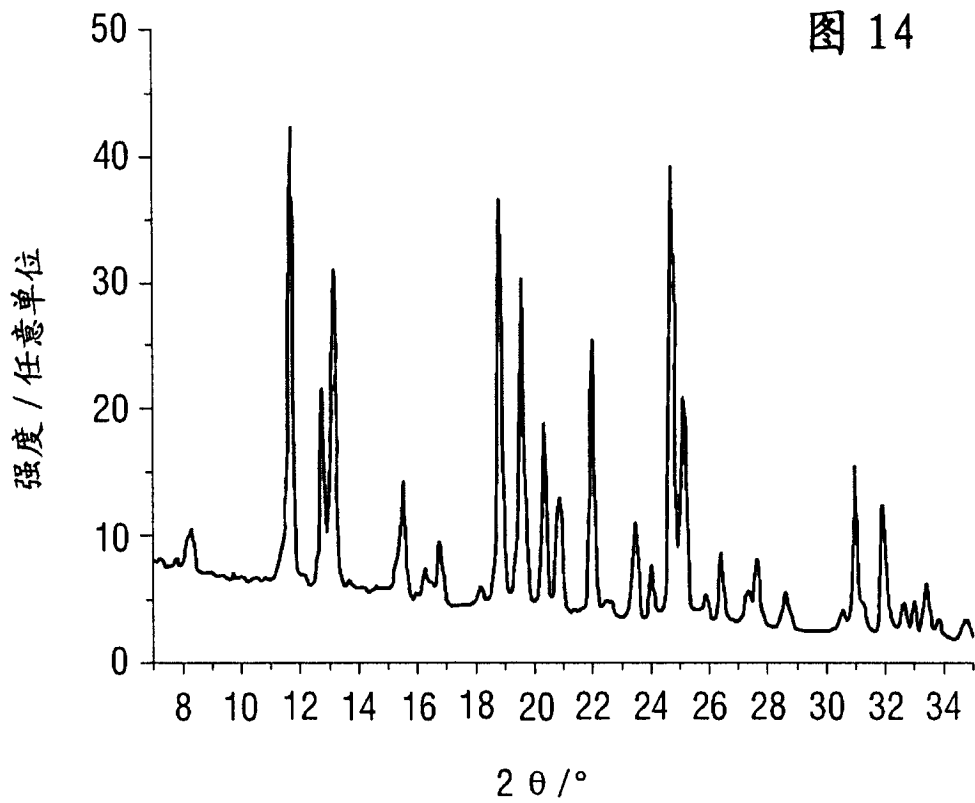
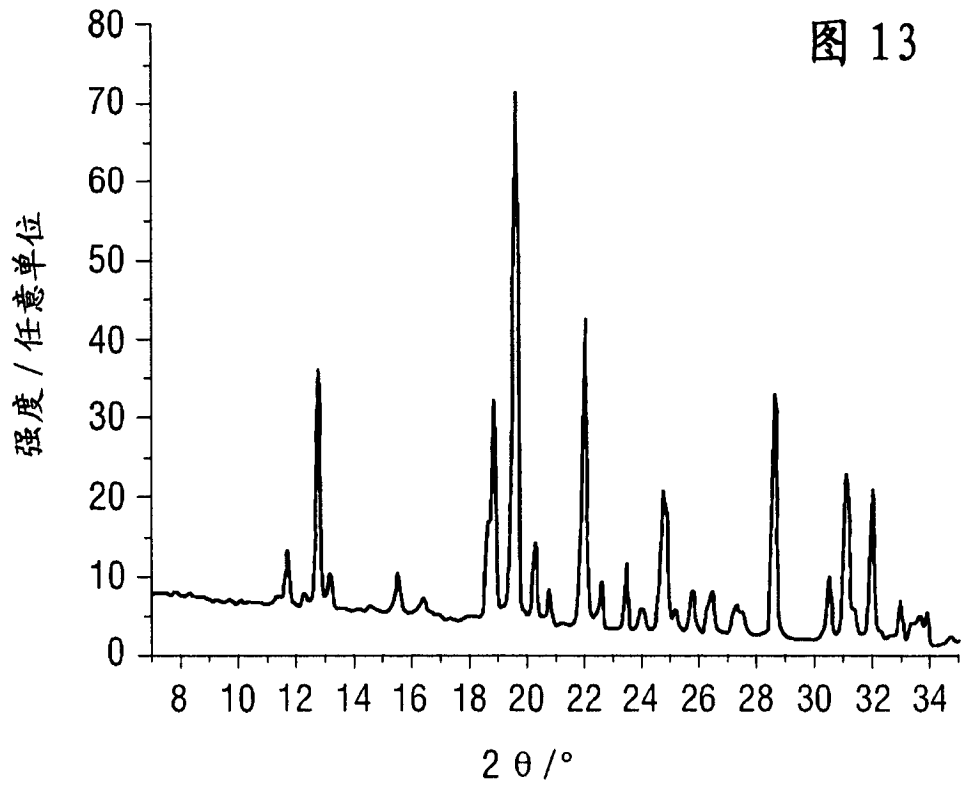


图 9

图 10







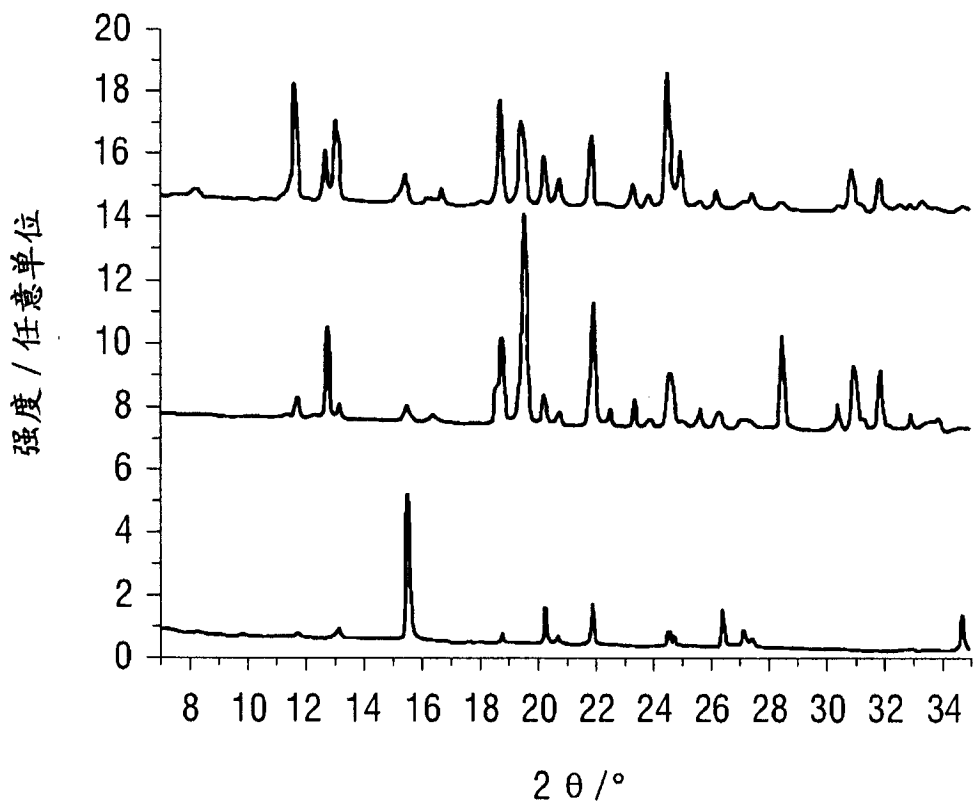


图 15

图 16

