

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5346421号
(P5346421)

(45) 発行日 平成25年11月20日(2013.11.20)

(24) 登録日 平成25年8月23日(2013.8.23)

(51) Int.Cl.

G 2 1 K 1/06 (2006.01)

F 1

G 2 1 K 1/06

T

請求項の数 3 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2000-592621 (P2000-592621)
 (86) (22) 出願日 平成12年1月7日 (2000.1.7)
 (65) 公表番号 特表2002-534675 (P2002-534675A)
 (43) 公表日 平成14年10月15日 (2002.10.15)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2000/000088
 (87) 国際公開番号 WO2000/040952
 (87) 国際公開日 平成12年7月13日 (2000.7.13)
 審査請求日 平成18年12月15日 (2006.12.15)
 (31) 優先権主張番号 199 00 346.7
 (32) 優先日 平成11年1月7日 (1999.1.7)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(73) 特許権者 500262197
 ヨーロピアン モレキュラー バイオロジ
 ー ラボラトリー
 ドイツ連邦共和国 ティー-69117ハ
 イデルベルク、マイヤーホフシュトラーゼ
 1
 (74) 代理人 100091096
 弁理士 平木 祐輔
 (74) 代理人 100099128
 弁理士 早川 康
 (72) 発明者 シプリアニ, フローレント
 フランス国 エフ-38640 クロア,
 アリー ドュ クロス デ ピエーレス,
 11

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】試料分析システムの光学装置及び試料位置の検出方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料測定位置に置かれた試料上に向けられたビームの回折により前記試料を分析するためのシステムで使用されるX線ビーム、シンクロトロン放射ビームおよび中性子ビームのいずれかのビームの位置を、検出するための光学装置であって、

前記試料測定位置に向けられたビデオ顕微鏡と、

前記試料の位置となる前記試料測定位置に位置することができる前記ビームの検出のためのシンチレータと、を含み、

前記シンチレータは、電動式変位テーブルに固定されていて、

前記ビデオ顕微鏡は、前記試料測定位置における前記試料の視認方向が前記いずれかのビームと同軸となるように前記試料測定位置に向けられていて、

前記ビデオ顕微鏡は、前記いずれかのビームに対して90°の配向で鏡に向けられており、該鏡が前記いずれかのビームに対して45°に配向されており、かつ、前記鏡に設けられた穴を通過する前記ビームは、前記鏡の反射面の反対側の面から前記穴に入射し、前記穴を通過した後に前記シンチレータに衝突する光学装置。

【請求項 2】

試料測定位置に置かれた試料上に向けられたビームの回折により前記試料を分析するためのシステムで使用されるX線ビーム、シンクロトロン放射ビームおよび中性子ビームのいずれかのビームの位置を、検出するための光学装置であって、

前記試料測定位置に向けられたビデオ顕微鏡と、

10

20

前記試料の位置となる前記試料測定位置に位置することができる前記ビームの検出のためのシンチレータと、を含み、

前記シンチレータは、電動式変位テーブルに固定されていて、

前記ビデオ顕微鏡は、前記試料測定位置における前記試料の視認方向が前記いずれかのビームと同軸となるように前記試料測定位置に向けられていて、

前記ビデオ顕微鏡のカメラ部分は、前記いずれかのビームに対して 90° の配向で鏡に向けられており、該鏡が前記いずれかのビームに対して 45° に配向されており、かつ、前記鏡に設けられた穴を通過する前記ビームは、前記鏡の反射面の反対側の面から前記穴に入射し、前記穴を通過した後に前記シンチレータに衝突し、

前記ビデオ顕微鏡の対物レンズは穴を備え、前記いずれかのビームは前記穴を通過して前記試料に到達する光学装置。 10

【請求項 3】

試料測定位置に置かれた試料を分析するための X 線ビーム、シンクロトロン放射ビームおよび中性子ビームのいずれかのビームの回折により試料を分析するためのシステムにおけるビームの位置および試料の位置を検出するための方法であって、

シンチレータを、前記試料測定位置において前記いずれかのビームを検出するに適した位置とし、前記いずれかのビームを発生して前記シンチレータに衝突させ、ビデオ顕微鏡を、前記試料の視認方向が前記いずれかのビームと同軸となるように、前記試料測定位置に向けるステップと、

前記シンチレータを、前記試料測定位置から退去するステップと、そして 20

前記試料測定位置に前記試料を配置するステップと、を含み、

前記ビデオ顕微鏡の視野は、前記いずれかのビームに対して 90° の配向で鏡に向けられており、前記鏡が前記いずれかのビームに対して 45° に配向されており、かつ、前記鏡に設けられた穴を通過する前記ビームは、前記鏡の反射面の反対側の面から前記穴に入射し、前記穴を通過した後に前記シンチレータに衝突する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(技術分野)

本発明は、特に X 線回折実験またはシンクロトロン放射回折実験用の回折計の試料精密回転装置に関する。 30

【0002】

(従来技術)

X 線の回折は長年知られた方法であり、凝縮材料の構造を調べるために世界中で利用されている。その際被験試料は、その波長分布、寸法、コヒーレンス特性等に関して予め定義された X 線ビーム内に導入され、試料によって回折された X 線放射の強度分布が X 線検出器を用いて調べられる。こうして例えば、正確に決定することのできる配向で入射 X 線に対して相対的に、やはり正確に決定することのできる出射方向に固体によって弾性回折されるブレーリング信号の位置と強度を測定することによって、固体の静的結晶構造は説明することができる。

【0003】

X 線装置で、または好ましくは、特別高エネルギーの X 線を供給することのできる最新シンクロトロン放射線源で、このような回折実験を実施するために、試料は一般に、回折計に固定される試料ホルダによって保持されている。このような回折計は一般に複数の線形変位・試料回転装置を含み、これらの装置は電動駆動することができ、例えばブレーリング信号を探すとき、測定操作中安全上の理由から実験者にとって一般に接近可能でない測定室内で試料の調節とビーム内での試料の回転とを可能とする。測定を実施するには、試料がビーム内で回転軸の回転軸線に対して極力厳密に中心に配置されていることが重要である。というのも、さもないと回転軸の回転時にビーム内で試料の付加的変位が起こることがあるからである。生物学的試料はしばしば $1 \mu\text{m}$ オーダの寸法でのみ調製することができ、それを調べるには伝搬方向を横切って相応に小さな寸法を有する X 線またはシンクロト 40

ロン放射ビームが利用されるのであり、まさにこのような生物学的試料ではこのような心出しが重要である。というのも、さもないと試料は回転軸の回転中にビームから外に回転進出することがあるからである。

【0004】

この理由から、回折計を組立てるとき、しばしばX-Yテーブルと称される付加的変位装置を試料回転装置上に固着することが一般に知られており、前記変位装置は、一般に電動式の互いに直交して変位することのできる2つの線形変位ユニットで構成される。これら2つの線形変位ユニットを一般に反復調節することによって、試料は回転軸線の実質中心に位置決めすることができる。

【0005】

しかしこのように構成された試料回転装置は、1μmオーダの代表的寸法を有する前記生物学的試料を試験する場合欠点を有する。例えば、このような線形変位ユニットを駆動する電動機がケーブルを備えており、これらのケーブルは試料の各回転時または変位時に回転軸の試料側末端に引張応力を加える。そのことから、軸が試料側末端で曲がり、または一定の遊びを有する軸全体が変位し、試料が回転軸線および/またはビームから外れてしまうことがある。さらに、線形変位ユニットに付属した、試料回転装置と一緒に回転する電動機ケーブルは、試料回転装置の自由な回転性を妨げ、試料の回転時に試料回転装置にケーブルが巻付くと間違って引きちぎれることさえある。ケーブルを避けるためにX-Yテーブルの変位ユニットの電動機駆動を省き、それに代えて前記変位ユニットを手動で調節すると、特にシンクロトロンビーム現場では、測定室への入室および退室時の安全規定のゆえに試料調節に必要な時間が著しく増加する。さらに、手動で調節可能な変位ユニットでも、特に回転軸が水平に取付けられている場合変位ユニットの重量が回転軸にかかるという問題が現れ、そのことからやはり回転軸の前記撓みまたは変位を生じることがある。

【0006】

そこで本発明の目的は、このような回折計においてビーム内で試料を測定操作の間持続的に簡単迅速に位置決めすることを可能とする試料回転装置を提案することである。

【0007】

(発明の開示)

本発明によればこの目的は、特にX線回折実験またはシンクロトロン放射回折実験用の回折計の試料精密回転装置であって、

- 電動式回転軸の一端で保持され、回転軸の回転軸線に直交する平面で変位することのできる心出し要素と、
- この心出し要素に固着されまたはそれと一体にされ、X線またはシンクロトロン放射ビーム内で回転軸線の実質中心で試料を保持するための試料ホルダと、
- 心出し要素の領域内に配置され、マイクロメータフィンガ駆動装置によって回転軸の回転軸線に直交して位置決めすることのできる少なくとも1つのマイクロメータフィンガとを含む試料精密回転装置によって達成される。

【0008】

回転軸線の実質中心に試料を位置決めするために、試料を保持する試料ホルダが固着されまたはそれと一体にされた心出し要素は、電動式回転軸のこの目的のために備えられた末端に取付けられている。その際、試料は一般に回転軸の回転軸線に対してまだ中心に配置されるのではない。そのことは、試料またはその中心が回転軸の回転時に固定位置に留まっていることから認めることができる。むしろ試料は回転軸の360°回転時に円軌道を描くことになる。この円軌道の中心が回転軸の回転軸線となる。マイクロメータフィンガを用いて心出し要素はいまや、事前に観測された円軌道の中心に試料が位置し、従つて回転軸線の中心に位置するまで、回転軸に対して変位させることができる。

【0009】

実際にはこのため例えば以下の如くに処理される：心出し要素を回転軸に取付け後、回転軸が360°回され、その際に試料の描く円軌道の半径rが測定される。次に回転軸は

10

20

30

40

50

、円軌道の中心に対する試料の配向が心出し要素に対するマイクロメータフィンガの配向に一致することになる回転位置に回される。例えば、実験室系内でマイクロメータフィンガが心出し要素の上に配置されていると、回転軸は、試料が円軌道の中心上に配置されることになる位置に回される。マイクロメータフィンガは次に、前記例において下向きに、試料が円の中心に、従って回転軸線の中心に配置されるまで変位される。試料のこのような位置決め後、マイクロメータフィンガは回転軸の自由回転を妨げないようにするために、場合によってはその駆動装置によって再び引き戻すことができる。従来の回折計とは異なり、本発明による試料精密回転装置では、一般に電動式の重い変位装置が回転軸に取付けられているのではなく、そうする代わりに心出し要素が取付けられているだけであり、この心出し要素は実質的に円板として構成しておくことができ、また回転軸の外側に配置されるマイクロメータフィンガによって変位させることができるので、回転軸が引張応力を受けておらず、また実質的に重量負荷を受けておらず、試料は持続的にマイクロメータの精度で回転軸線の中心に位置決めすることができる。10

【0010】

当初引き込まれて回転軸線に直交して位置決めすることのできるマイクロメータフィンガを用いて回転軸に対して心出し要素を変位させる当初、このマイクロメータフィンガを心出し要素上に極力穏やかに載置することを可能にするため、マイクロメータフィンガと心出し要素との間の瞬時内法距離、場合によってはゼロ距離、を検出するための装置を設けておくことができる。マイクロメータフィンガ駆動装置の速度は、検出装置によって検出されるマイクロメータフィンガと心出し要素との間の瞬時内法距離に応じて制御することができる。この制御は、望ましくは、内法距離の減少に伴ってマイクロメータフィンガ駆動装置の速度が低下するように行われる。20

【0011】

簡単に実施することのできる1実施形態では、検出装置が、マイクロメータフィンガの心出し要素に向き合う末端に配置される容量センサを含む。このような容量センサは測定学において知られており、電気容量を形成する2つの構成要素間の距離を一般に1 μm以下の分解能で測定することを可能にする。このようにして検出された内法距離に応じて、ゼロ距離に達するまで、すなわちマイクロメータフィンガと心出し要素が接触するまで、マイクロメータフィンガ駆動装置の速度を連続的に低下させることができ、または、マイクロメータフィンガ駆動装置は、例えば10 μmオーダの安全距離に達するまで高い第1速度でマイクロメータフィンガを心出し要素に向けて動かし、距離がこの安全距離を下まると、ゼロ距離に達するまで第2の一層低い速度に切り換えられる。30

【0012】

マイクロメータフィンガによって心出し要素を回転軸の回転軸線に直交する平面で変位させることができるようするために、本発明では好ましくは、心出し要素が回転軸で磁気保持されている。このために心出し要素と回転軸との間に必要となる磁力は、単数または複数の永久磁石を回転軸の末端または心出し要素に挿入し、それぞれ他方の部品を強磁性体、例えば鉄、から作製することによって、簡単にもたらすことができる。基本的に、磁力を発生するのに電磁石を使用することも当然に可能である。

【0013】

回折実験を最初に調節して引き続き実施するとき、軸の回転を極力良好に監視しえるようするために、本発明による試料精密回転装置では、回転軸の回転位置、場合によっては回転軸を駆動する電動機の回転位置、を測定するためのエンコーダをそれが含むようすることができる。回転軸または電動機の回転位置を検出するためにこのようなエンコーダを回折計で使用することは公知であり、それらの回転位置を1/1000度までの分解能で測定することを可能にすることができる。40

【0014】

マイクロメータフィンガ駆動装置に関してはさまざまな構成が可能であり、本発明による試料精密回転装置の簡単な実施形態では、マイクロメータフィンガ駆動装置が電気駆動式線形変位ユニットを含む。この実施形態は、マイクロメータフィンガ駆動装置に付属し50

た線形変位ユニットが一般に既存の回折計制御装置内に容易に一体化することができるという利点を有する。というのも、このような線形変位ユニットは大抵の場合元々設けられているからである。

【0015】

しかし選択的に、マイクロメータフィンガ駆動装置が圧電性結晶を含むことも可能である。外部電圧によって制御された圧電性結晶の膨張または収縮はマイクロメータフィンガのごく正確な位置決めを可能とし、このために、摩耗し易い機械部品を実質的に必要としない。

【0016】

しかし選択的に、マイクロメータフィンガ駆動装置が磁界の内部に通電コイルを含むことも可能である。加えて、例えば拡声器の方から知られているこの種の省スペース構造は、摩耗し易い部品を利用することなくマイクロメータフィンガの正確な位置決めを可能にする。

10

【0017】

回転軸線に直交して位置決めすることのできるマイクロメータフィンガによって心出し要素を変位させることができることが本発明では予定されているが、心出し要素がマイクロメータフィンガの移動方向に対して厳密に中心に配置されてはいないことがある。その場合、マイクロメータフィンガによって引き起こされる心出し要素の変位は本来希望する並進運動、すなわち直線的変位の他に、回転も有する。従って、この変位後にも試料が回転軸線の正確に中心に配置されていないことが起こり得る。そのことは、この調節ステップに続いて一般に実施される回転軸のモニタリング回転時に確認することができる。というのも、その場合試料がやはり円軌道上を移動するが、ただしこの円軌道の半径はこの調節ステップ前に観測された円軌道の半径よりも一般にかなり小さいからである。前記望ましくない試料回転の発生を殆ど防止し、またこうして試料を回転軸線の中心に位置決めするのに必要な調節ステップ数を減らすために、本発明による試料精密回転装置の1展開では、回転軸に実質直交して延びる案内ディスク、好ましくは円形案内ディスクが、心出し要素と回転軸の末端との間に設けられており、回転軸の末端と案内ディスクと心出し要素は、心出し要素が第1方向でのみ案内ディスクに対して相対的に変位することができ、また案内ディスクが第1方向に直交する第2方向でのみ回転軸に対して相対的に変位することができるよう案内手段を有する。この場合、まだ調節されていない試料の第1連続軌道から導き出された所要の心出し要素の変位は互いに直交する2つの変位に分解することができ、これらの変位は回転軸の2つの回転位置が相互に90°ずれている場合に実施され、その場合、一方の変位、例えば第1変位のときには心出し要素のみが案内ディスクに対して相対的に変位され、他方の変位、例えば第2変位のときには案内ディスクとそれに配置される心出し要素のみが回転軸に対して相対的に変位されることが案内手段によって確保される。

20

【0018】

この実施形態の具体的実現は、回転軸側と心出し要素側とで案内ディスクの実質中心に固着されるピンと、回転軸の末端と心出し要素の案内ディスク側領域内とに、ピンを受容するための溝とを含み、案内手段を取付けると溝が互いに直交しあつ回転軸に直交して延びていることによって行うことができる。この種の構成は簡単に製造できる利点を提供する。この実施形態では、磁気保持に必要な永久磁石を案内ディスク内に設けることも勿論可能である。

30

【0019】

上に述べたように、試料ホルダは心出し要素と一体に形成しておくことができる。利用可能な測定時間が大抵はごく短いので試料交換時にそれまで使用された試料ホルダに新しい試料を装着することによってシンクロトロン放射源で貴重な"ビーム時間"が失われてはならず、そうする代わりに一般に事前に試料を装着した試料ホルダが回折計に迅速に載置されねばならないので、測定時間およびコスト上の理由から、心出し要素を備えた試料ホルダが着脱可能に固着されていると有利である。このことは、心出し要素に結合されたポンプ装置によって発生される負圧によって心出し要素で試料ホルダが保持されていること

40

50

によって引き起こすことができる。試料を装着した試料ホルダの回折計へのこのような“吸引”は、または試料ホルダへの試料吸引も、回折実験のための数多くの測定現場の方から知られており、迅速な試料交換を可能にする。

【0020】

試料調節をさらに簡単にするために、本発明による試料精密回転装置では、試料精密回転装置がさらに、ビーム位置と試料位置とを検出するための光学装置を含み、この光学装置が、試料位置に選択的に設置することのできるシンチレータと、試料位置に向けられたビデオ顕微鏡とを含むようにすることができます。その際、試料がまだ装着されていないかまたは回折計によって運び去られていったときに試料位置に設置されたシンチレータが、ビームの衝突点でX線またはシンクロトロン放射ビームの作用時に閃光を放出することによって、ビーム位置は検出することができる。これらの閃光は、試料位置に向けられたビデオ顕微鏡で観測することができ、例えばビデオ顕微鏡に接続されたモニタ画面の座標内でビーム位置の定位を可能にする。次にシンチレータが試料位置から取り除かれ、試料は装着され、または回折計を用いて再び試料位置へと変位される。ビデオ顕微鏡は次に、回転軸の回転時に未調節試料の描く円軌道をモニタ画面上で拡大して観測することを可能とすることによって、回転軸線に関して試料の上記心出しを容易とする。この調節後、ビデオ顕微鏡はさらにビーム内で調節済み試料の迅速な位置決めを可能とする。というのもビデオ顕微鏡は、その座標系にビーム位置が最初に書き込まれたモニタ画面上で試料を絶えず表示することができるからである。

【0021】

調節済み試料のビーム内へのこの導入は、回転軸とこれに結合された構成要素が、回折計テーブルまたは電動式傾動装置に固着されていることによって行うことができる。多数の線形変位・回転装置を有することができるこのような回折計テーブルと、一般に少なくとも3つの伸縮可能な伸縮脚が設けられているこのような電動式傾動装置はそれ自体公知であり、ここでは詳しくは説明しない。

【0022】

本発明の有利な1展開では、シンチレータが電動式変位テーブルに固着されている。こうしてシンチレータはビーム内に移動させまたはビーム外に移動させることができ、そのため測定室に踏み込む必要がなく、またそれ相応の測定時間が失われることもない。

【0023】

本発明の有利な1展開では、シンチレータが光導波路によってホトダイオードに接続されている。このような構成は、ビデオ顕微鏡で観測される閃光を発生するのにシンチレータが使用されるだけでなく、同時に、それによって発生される光量と入射ビームの強度との間の関係を利用し、こうしてビームの強度を測定するのにそれを使用することも可能にする。

【0024】

試料位置の観測を可能とする位置にビデオ顕微鏡を試料位置に向けて設置することが基本的に可能である。しかし本発明の有利な1実施形態では、ビデオ顕微鏡がビームと同軸で試料位置に向けられている。ビームと同軸で行われるこの試料観測は、この幾何学内で視差が現れないので、ビーム内で試料の特別支障のない迅速な位置決めを可能にする。なお指摘しておくなら、調節時にビームと同軸で試料を観測する場合、試料が通過する円軌道全体ではなく、実質的にビデオ顕微鏡の対物レンズ平面へのその投影だけを見ることができる。従って、円軌道の代わりにビームと同軸で“側方から”観測する場合、未調節試料の上下動だけが見られる。その際、試料の2つの“極端な位置”の間の距離の半分として円軌道の半径を測定することは問題なく可能である。

【0025】

ビデオ顕微鏡のこのような設置は、ビデオ顕微鏡が前進方向でビームの延長上に配置されていることによって簡単に行うことができる。その際、ビデオ顕微鏡は調節のために、測定用に使用されるX線検出器の領域内に配置される。

【0026】

10

20

30

40

50

ビデオ顕微鏡が測定中も動作し続けることのできる本発明の有利な選択的実施形態では、ビデオ顕微鏡がビームに対して 90° の配向で鏡に向けられており、この鏡がビームに対して 45° に配向されており、かつ鏡に設けられた穴にビームを通過させる。この実施形態がもたらす利点として、鏡は例えば試料交換時に場合によっては迅速に取り外し、その後再び組むことができ、そのことから本発明による試料精密回転装置での試料交換およびその他の作業が容易となる。

【0027】

しかし選択的に、ビデオ顕微鏡の対物レンズが同軸穴を備えており、試料に到達する前にビームがこの穴を通過することも可能である。この構成はビデオ顕微鏡の対物レンズを試料のごく近傍に配置することを可能とする。これは、検出困難な特別小さい試料の場合に有利である。

10

【0028】

ビデオ顕微鏡によって記録される画像が自動ビーム定位と試料調節のためにコンピュータに供給されるとき、本発明による試料精密回転装置を用いた作業をさらに軽減することが可能である。この場合例えば、ビデオ顕微鏡によって記録される画像を、回折計の動作を制御する回折計制御プログラムと同じコンピュータモニタ画面上に表示することが可能である。適切にプログラミングした場合、ビームの定位、このために必要なビーム内へのおよびビーム外へのシンチレータの移動、回転軸線の中心への試料の調節、および / または調節済み試料のビーム内への移動を自動化することさえ可能である。こうして、これまで大抵の場合面倒で時間を要していた調節は簡素化し促進することができる。

20

【0029】

本発明による試料回転装置の 1 展開では、試料回転装置が、ビームストップ、ビーム管等をビーム内に導入するための他の電動式変位テーブルを含むようにすることができる。調節中にビームから検出器を保護するために例えば鉛円板の態様のこのようなビームストップを使用し、また空気散乱によって引き起こされる背景信号を限定するために例えば長手方向末端の開口したモリブデン小管の態様のビーム管を使用することは、X 線回折実験やシンクロトロン放射回折実験においてそれ自体公知である。

【0030】

本発明による試料回転装置において望ましくは、試料回転装置がさらに、試料囲繞体、例えば冷却装置、加熱装置または磁化装置、を装着するための手段を含む。最も単純な場合、試料囲繞体を取付けるためのこのような手段は、例えば、回折計用の従来の線形変位・回転装置の方から知られているようなねじ穴の規則的配置からなる。

30

【0031】

回転軸線の中心で前記試料調節を補足して、ビームに対するこの回転軸線の相対的安定性も確保されている場合、本発明による試料回転装置は当然に、ビームに対して試料の持続的に安定した位置を一層良好に保証することができる。これは、回転軸の極力安定した支承を必要とする。それゆえに、回転軸が玉軸受で支承されているようにすることができる。

【0032】

しかし選択的に、回転軸が空気軸受で支承されていることも可能である。このような空気軸受の場合、回転軸は軸受箱の円筒形くぼみ内で受容されて、この円筒形くぼみの壁の穴を通して圧縮空気を負荷されて、くぼみ壁と摩擦接触することなく自由に回転することができる。このように支承された軸の位置安定性は、玉軸受で達成可能な位置安定性よりも一般に高い。

40

【0033】

(発明を実施するための最良の形態)

以下、図面を基に好ましい 1 実施例について本発明が説明される。

【0034】

図 1、図 2 の全体図に認められるように、本発明による試料精密回転装置 10 は、電動式に伸縮可能な伸縮脚 14a、b、c を有する電動式傾動装置 12 を含む。伸縮脚の自由

50

端は垂直な保持板 16 に固着されており、これらの自由端に対して電動式、空気圧式または類似の仕方で変位可能な伸縮脚 14a、b、c の伸縮要素がハウジング 18 を担持している。従って、このハウジング 18 とこれに結合された部品は、伸縮脚 14a、b、c の少なくとも 1 つまたは複数を選択的に伸縮させることによって垂直保持板 16 に対して傾動させることができる。

【0035】

ハウジング 18 内で固着されている電動機 20 が回転軸 22 を駆動し、この回転軸は垂直保持板 16 に設けられた穴に挿通されている。回転軸 22 は玉軸受 24a、24b で支承されている。選択的に、玉軸受 24a、b に代えて空気軸受も使用することができる。ハウジング 18 に固着されたエンコーダ 21 が電動機 20 の回転位置を検出し、場合によっては電動機 20 の目標回転位置と実際回転位置との間の偏差は補正することができる。 10

【0036】

回転軸 22 の電動機 20 から離れた方の末端で心出し要素 26 が磁気保持されている。心出し要素 26 が強磁性体、例えば鉄、から作製され、永久磁石 28 が回転軸 22 の末端に挿入されていることによって、この磁気保持は確保される。こうして心出し要素は安定しており、なおかつ回転軸 22 と心出し要素 26 との間の接触平面で変位可能に保持されている。

【0037】

心出し要素 26 の回転軸 22 から離れた方の末端に固着された試料ホルダ 30 が試料 32 を保持する。このため試料 32 は例えば試料ホルダ 30 に貼付けられている。心出し要素 26 への試料ホルダ 30 の固着は、好ましくは、心出し要素 26 に結合された図示しないポンプ装置によって発生される負圧によって行われる。試料または試料ホルダを保持するためのこの負圧方法は、回折実験用回折計においてそれ自体公知である。 20

【0038】

図 1 と図 3 に破線で示唆した X 線またはシンクロトロン放射ビーム S 内で回転軸 22 の回転軸線の中心に試料 32 を調節できるようにするため、案内ハウジング 34 内で回転軸 22 の回転軸線に直交して位置決め可能なマイクロメータフィンガ 36 が心出し要素 26 の上に配置されている。図示しない駆動装置、例えば電気駆動式線形変位ユニット、圧電性結晶、または磁界内部の通電コイルによって、マイクロメータフィンガ 36 は上から心出し要素 26 に向けて下方に移動させることができ、心出し要素 26 に接触後、回転軸 22 の 360° 回転時にまだ未調節の試料が描く円軌道の半径に実質一致する距離だけ心出し要素を下方に変位させることができる。マイクロメータフィンガ 36 が心出し要素 26 に接近するとき 2 つの部品間の内法距離を検出できるようにするために、特に図 5 と図 6 に認めることができるよう、マイクロメータフィンガ 36 の心出し要素側末端に容量センサ 38 が配置されている。自明のことであるが、マイクロメータフィンガ 36 は例えば心出し要素 26 の下に配置して、場合によっては心出し要素を上方に変位させることができるようにすることもでき、またマイクロメータフィンガ 36 は図 6 に示す正面図において、電動機 20 の回転軸線に直交して心出し要素 26 に接近または離間させて位置決め可能なあらゆる任意の角度位置を占めることさえできる。必要なら、このように配置されたマイクロメータフィンガ 36 を複数設けておくことさえできる。 30

【0039】

図 6 の正面図に認められるように、マイクロメータフィンガ 36 は心出し要素 26 の実質中心に位置決め可能である。それゆえに、マイクロメータフィンガ 36 によって心出し要素 26 を図 6 で下方に変位させると、心出し要素 26 は希望する直線的運動を実施することになる。しかし、心出し要素 26 へのマイクロメータフィンガ 36 の載置が厳密に中心ではない場合、実行された変位は心出し要素 26 の望ましくない回転を含むことがあり、意図された試料調節を達成しないことがある。この理由から、本発明による第 2 実施形態では回転軸 22 に実質直交して延びる円形案内ディスク 40 が心出し要素 26 と回転軸 22 の末端との間に設けられている。図 7 に認められるように、案内ディスク 40 は回転軸側ピン 40a と心出し要素側ピン 40b とを有し、これらのピンはそれぞれ案内ディ 40

スクの中心に配置されている。回転軸側ピン 40a は回転軸 22 の末端に形成された溝内を延び、この溝は図 7 の図示平面を延び、破線で示唆されている。案内ディスク 40 が回転軸 22 に対して図 7 で上方または下方にのみ変位しえることが、これによって確保されている。心出し要素側ピン 40b は心出し要素 26 の案内ディスク側末端に形成された溝内で受容されており、この溝は図 7 で図示平面に直交して延びている。心出し要素 26 が案内ディスク 40 に対して図 7 で図示平面に直交してのみ変位しえることが、こうして確保されている。この実施形態において、2 つの溝の一方がマイクロメータフィンガ 36 の変位方向と平行に配向し、他方がこの変位方向に直交して配向することになる回転軸 22 の回転位置においてのみ心出し要素 26 を変位させることにマイクロメータフィンガ 36 が使用される場合、変位時に心出し要素 26 の前記望ましくない回転は防止することができる。10

【 0040 】

図 1 ~ 図 3 に認めることができるように、本発明による試料精密回転装置の第 1 実施形態ではビデオ顕微鏡 42 の対物レンズ 42a が穴を備えており、図 3 に破線で示唆したビーム S がこの穴を通過する。この配置はビーム S と同軸で試料位置の観測を可能にする。図 3 に示した配置においてビデオ顕微鏡 42 はとりあえずビーム S の位置を検出するのに役立つ。このため、電動式変位テーブル 44 に固着されたシンチレータ 46 は、試料 32 が電動式傾動装置 12 によって試料位置から引き戻されたのちにこの試料位置に移動している。例えば $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ 、 CdWO_4 またはその他のシンチレータ材料から作製しておくことのできるシンチレータ 46 はビーム S が衝突すると光を放出し、この光は図 3 に光円錐で概略示唆したようにビデオ顕微鏡 42 の対物レンズ 42a によって検出される。これは、シンチレータ 46 にビーム S が入射する個所を、ビデオ顕微鏡 42 に接続されたモニタ画面、特にコンピュータモニタ画面の座標系に表示することを可能にする。20

【 0041 】

このビーム位置検出時に必要ではない X 線検出器を保護するために、シンチレータ 46 と一緒に 2 つのビームストップ 48 もビーム S 内に動かすことができる。図 3 では、ビーム方向で最初のビームストップ 48 のホルダにさらに、末端が開口したモリブデンビーム小管 50 が固着されており、特に空気回折された X 線またはシンクロトロン放射ビームから対物レンズ 42a を保護するためにビーム S はシンチレータ 46 に到達する前にこのビーム小管を通る。30

【 0042 】

穴を備えた対物レンズ 42a が使用される図 3 に示す実施形態において、自明のことであるがこの対物レンズ 42a のビーム上流で、ビームに対して実質 45° に配向されてビーム用穴を備えた鏡が配置されており、この鏡は対物レンズ 42a によって捕捉された光をビデオ顕微鏡 42 の本来のカメラ部へと反射する。

【 0043 】

このようにして行われたビーム位置の検出後、シンチレータ 46 はその電動式変位テーブル 44 によって図 3 で下方に移動して外され、まだ未調節の試料 32 は電動式傾動装置 12 によってシンチレータ 46 がそれまで占めていた位置に移動される。図 3 に示すビデオ顕微鏡 42 の配置では、回転軸 22 の 360° 回転時、試料 32 の描く円軌道の対物レンズ 42a 平面への投影がビデオ顕微鏡で観測される。すなわち試料 32 の上下動が観測される。試料 32 のこの上下動の最高点と最低点との間の距離が円軌道の直径に一致する。こうして、ビデオ顕微鏡 42 で試料 32 を観測すると、試料が回転軸 22 の回転軸線に対してずれている距離を測定することができる。次に回転軸 22 は、観測された上下動の最高点に試料 32 が配置されることになる回転位置に回され、次に心出し要素 26 はマイクロメータフィンガ 36 によって所要区間だけ、すなわち円軌道の半径だけ、下方に変位される。引き続き安全上の理由から回転軸 22 の 360° 回転が再度行われ、その際に試料の描く軌道が観測され、場合によって再度補正が行われる。経験によればこのような反復調節ステップはごく迅速に収束し、調節済み試料は結局、回転軸 22 の回転時位置が安定している。40

【0044】

図8と図9は、本発明の他の実施形態におけるビデオ顕微鏡42に関する他の位置決めの可能性を概略示している。

【0045】

図8ではビデオ顕微鏡42が前進方向で、シンチレータ46に衝突するビームSの直接的延長上に配置されている。このような配置は、例えば、スペース上の理由から他に設置位置を見つけることのできないビデオ顕微鏡42を既存の回折計に追加装備しなければならない場合に選択することができる。図8に示す配置では、ビーム位置を検出し、試料32を心出しし、電動式傾動装置12によって試料32をビームS内に移動させたのち、試料32によって生成される回折信号を調べることができるようするためにビデオ顕微鏡42は取り除かれねばならない。

10

【0046】

それに対して、図9に概略示す配置ではビデオ顕微鏡42は測定中に設置して動作を維持することもできる。つまりその場合ビデオ顕微鏡42はビームSに対して90°で鏡52に向けられており、この鏡はビームSに対して45°に配向し、鏡52に設けられた穴にビームを通過させる。図9に示唆した光路が明らかとするように、この配置の場合にもビデオ顕微鏡42はビームと同軸で試料位置に向けられている。

【0047】

図9ではシンチレータ46が光導波路54を介して、ビームSの強度の定量検査を可能とするホトダイオード56等に接続されている。従って、測定装置のビーム上流側に配置される構成要素、またはX線装置またはシンクロトロン自体が正常に機能しているか否かは、すでにビーム位置検出時に点検することができる。

20

【0048】

以上述べた本発明による試料精密回転装置は、一般に、回転軸線の中心に試料を厳密に位置決めすることを可能にする。回折計へのこの応用は、例示的に挙げたX線回折実験またはシンクロトロン回折実験に限定されてはおらず、基本的に中性子回折実験およびその他の回折実験用の回折計にも利用することができる。その場合自明のことであるが、本発明による試料精密回転装置10は他の線形変位装置および/または回転装置と組合わせることができる。例えば、図1～図3に示す構造を既存の回折計に固着することができる。さらに、本発明による試料精密回転装置10の前記構成要素と同じ働きの構成要素に取り替える可能性が数多くあることを回折実験用回折計分野の当業者は認識する。例えば電動式傾動装置12は従来の昇降テーブルと多数の従来のオイラーバランスとの組合せ、すなわち線形変位装置と回転装置との組合せに取り替えることができる。同様に、心出し要素26を回転軸22で磁気保持するのではなく、回転軸22の末端から加えられる負圧によって心出し要素26で試料ホルダ30を保持するのと同様に保持することができる。このような固着も、回転軸22に対する心出し要素26の変位をそれら両方の構成要素間の接触平面内で可能にする。

30

【図面の簡単な説明】

【図1】 前景に試料とビームとを有する本発明による試料精密回転装置の第1実施形態の斜視図である。

40

【図2】 前景に電動式傾動装置を備えた図1に示す第1実施形態の斜視図である。

【図3】 図1に示す斜視図の試料領域の部分拡大図である。

【図4】 本発明による試料精密回転装置の第1実施形態の略断面側面図である。

【図5】 図4のうち心出し要素とマイクロメータフィンガの領域の略拡大部分図である。

【図6】 図5のV1-V1線に沿った断面の正面図である。

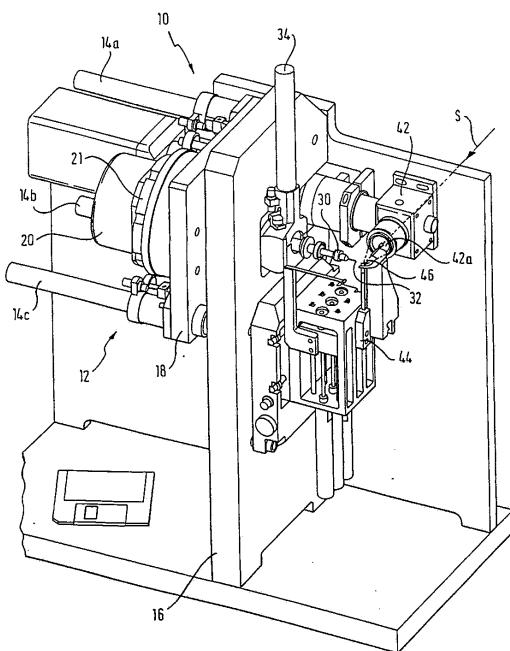
【図7】 本発明の第2実施形態において心出し要素と回転軸の末端との間に設けられる案内ディスクの略図である。

【図8】 本発明の第3実施形態のビデオ顕微鏡の位置決めを示す略図である。

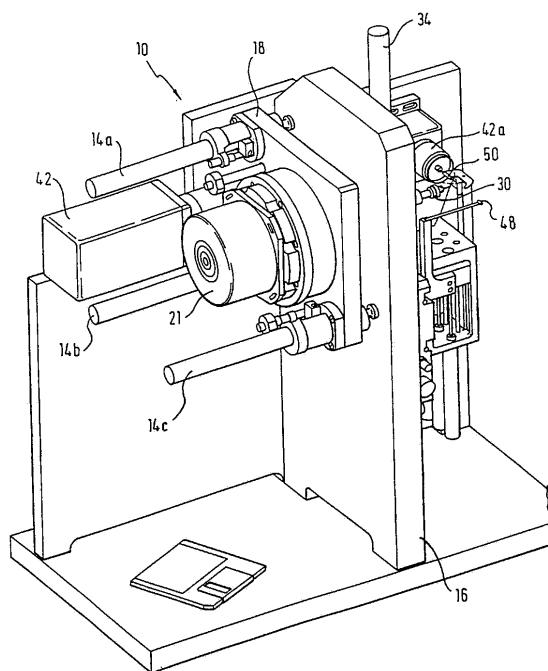
【図9】 本発明の第4実施形態のビデオ顕微鏡の位置決めを示す略図である。

50

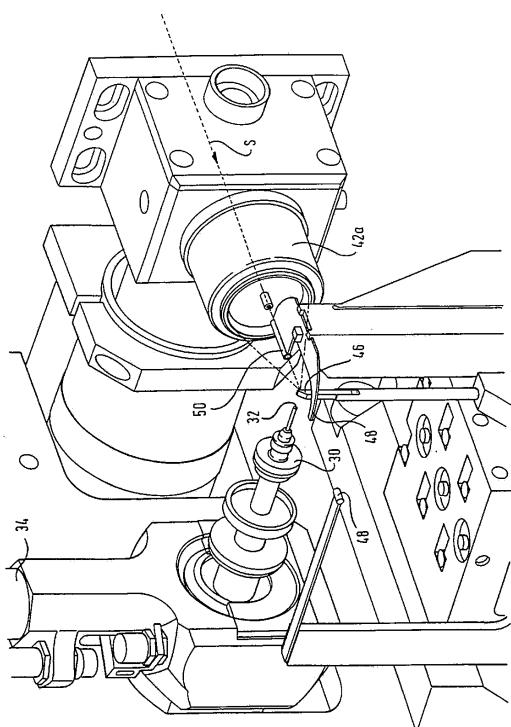
【図1】



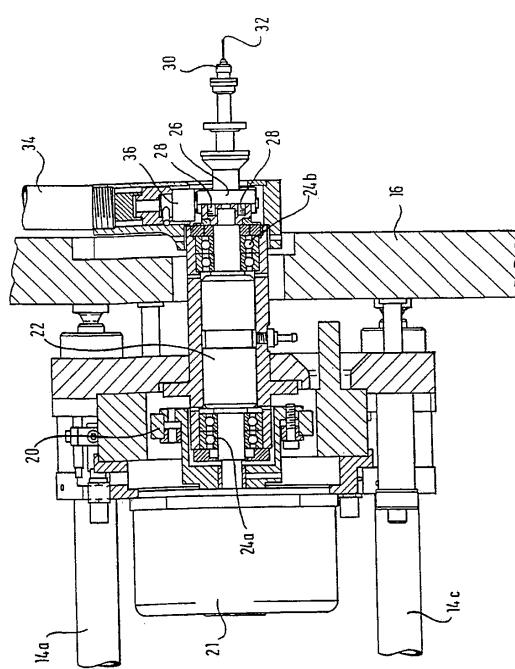
【図2】



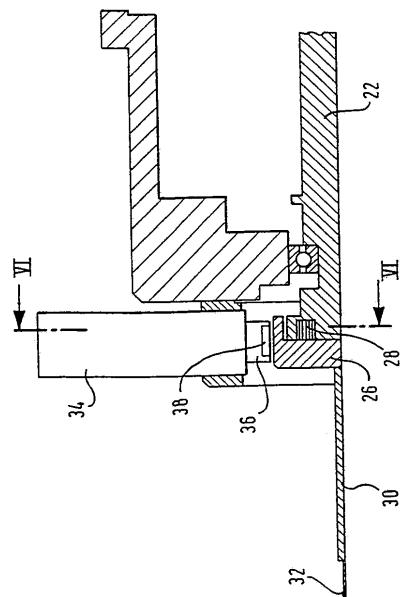
【図3】



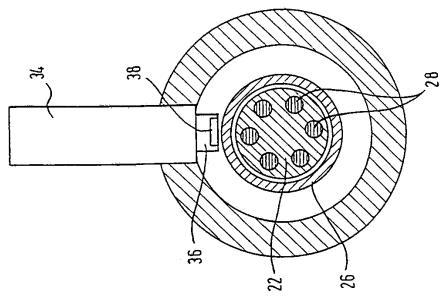
【図4】



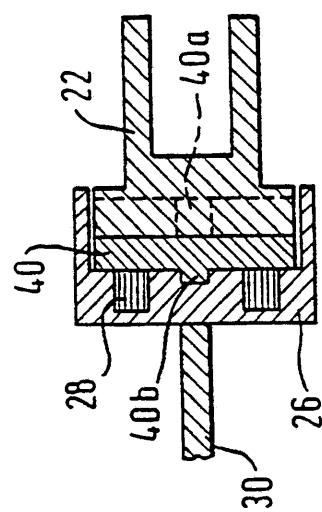
【図5】



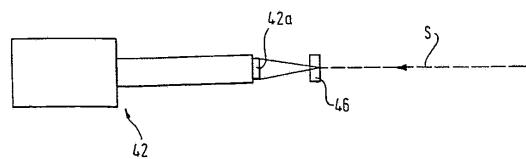
【図6】



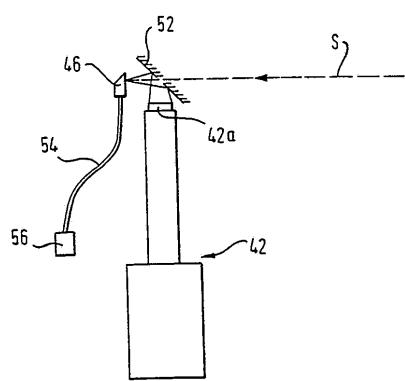
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 カスターニヤ, ジーン, チャールズ
フランス国 エフ-38360 サッセナージュ, ハモー ドュ ネロン, 16

審査官 林 靖

(56)参考文献 特開平02-310499 (JP, A)
特開平02-239561 (JP, A)
実開平07-038989 (JP, U)
特開平02-248899 (JP, A)
特開平09-049811 (JP, A)
特開平03-216537 (JP, A)
特開平11-248651 (JP, A)
特開平02-025738 (JP, A)
欧州特許出願公開第00223297 (EP, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 21 K 1 / 00 - 3 / 00
G 21 K 5 / 00 - 7 / 00
G 01 N 23 / 20