

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3968452号  
(P3968452)

(45) 発行日 平成19年8月29日(2007.8.29)

(24) 登録日 平成19年6月15日(2007.6.15)

(51) Int. Cl.		F I	
<b>GO 1 N 23/22</b>	<b>(2006.01)</b>	GO 1 N 23/22	
<b>G 2 1 K 1/06</b>	<b>(2006.01)</b>	G 2 1 K 1/06	M

請求項の数 2 (全 10 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平10-235857  (22) 出願日 平成10年8月21日(1998.8.21)  (65) 公開番号 特開2000-65763(P2000-65763A)  (43) 公開日 平成12年3月3日(2000.3.3)  審査請求日 平成17年1月31日(2005.1.31)</p>	<p>(73) 特許権者 301021533  独立行政法人産業技術総合研究所  東京都千代田区霞が関1-3-1  (73) 特許権者 599176942  本田 一匡  茨城県つくば市東1-1-1 中央第5  独立行政法人産業技術総合研究所内  (73) 特許権者 599176953  小島 勇夫  茨城県つくば市東1-1-1 中央第5  独立行政法人産業技術総合研究所内  (74) 上記2名の代理人 100082304  弁理士 竹本 松司  (74) 代理人 100101915  弁理士 塩野入 章夫</p>
--	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 X線分析装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

分光器にX線を照射し、該分光器で分光される特定波長のX線によってX線分析を行うX線分析装置において、  
前記分光器は、一結晶中に面間隔及び方位が異なる複数の結晶面を有した分光結晶を備え、該複数の結晶面によってX線を同時に複数の異なる波長に分光する、X線分析装置。

【請求項2】

分光器にX線を照射し、該分光器で分光される特定波長のX線によってX線分析を行うX線分析装置において、  
一結晶中に面間隔及び方位が異なる複数の結晶面を有した分光結晶を備えた分光器と、  
X線の強度及び入射位置を検出する二次元検出器とを備え、  
複数の結晶面によってX線を同時に複数の異なる波長に分光し、二次元検出器によって複数の分光X線を同時に検出する、X線分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、X線分光によるX線分析装置に関し、X線スペクトル解析、X線源の制御や設計等に適用することができる。

【0002】

【従来の技術】

10

20

X線スペクトル解析やX線源の制御，設計等を行うには、X線分析が必要である。従来知られているX線分析装置として、X線源等から放出されるX線を分光結晶に照射し、分光結晶によってX線を分光する装置が知られている。図14は、従来のX線分析装置の一構成例を説明するための概略構成図である。図14において、試料100から放出されたX線を分光結晶101に照射し、分光結晶101で分光した特定波長のX線をX線検出器102で検出する。

【0003】

分光結晶において、分光するX線の波長  $\lambda$  とX線の結晶面への入射角  $\theta$  と分光結晶の面間隔  $d$  との間には、 $\lambda = 2d \cdot \sin \theta$  の関係がある。従来のX線分析装置では、分光結晶の一つの結晶面を用い、この結晶面に対するX線の入射角  $\theta$  を変化させることによって、異なる波長のX線を検出している。

10

【0004】

図14において、分光結晶101a，101b、及びX線検出器102a，102bは、異なる波長のX線を検出するための移動状態を示している。図15は従来のX線分析で得られる波長強度分布の一例を示し、図中に示す点は分光結晶101及びX線検出器102の各波長位置  $a$ ， $b$ （図14において、対応する位置を  $a$ ， $b$  の符号で示している）での強度を表している。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

従来のX線分析装置では、分光結晶の一つの結晶面を用いてX線の分光を行う構成であるため、所定の波長範囲を分析するには、分析結晶を回転させる等の移動操作を行って、分析結晶の結晶面に対するX線の入射角を変更させなければならない、全波長範囲を分光するには長時間を要するという問題がある。さらに、分光開始時と分光終了時との間に大きな時間差がある場合には、X線の分析状態が変化し、一定の測定条件でX線分析を行うことができず、X線スペクトル変化を検出することができない。

20

【0006】

また、従来のX線分析装置に用いるX線検出器はシンチレーションカウンタやガスカウンタを用い、分光結晶で分光されるX線のみを検出する構成であるため、所定の波長範囲を分析するには、分析結晶の回転に伴って移動を行う必要があり、構成が複雑となるという問題がある。

30

【0007】

したがって、本発明は、X線分析装置において、X線の波長強度分布を短時間で時間差の少ない測定を行うことを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明は、一つの分光結晶が持つ複数の結晶面を用いることによって複数の異なる波長に分光するものであり、また、二次元検出器を用いることによって分光した複数の異なる波長のX線を個々に区別して検出するものである。

【0009】

本発明のX線分析装置の第1の態様は、分光器にX線を照射し、該分光器で分光される特定波長のX線によってX線分析を行うX線分析装置において、分光器は、該分光器が備える分光結晶の一結晶中に有する面間隔及び方位が異なる複数の結晶面を用い、この分光結晶の複数の結晶面によってX線を同時に複数の異なる波長に分光する。

40

【0010】

分光結晶は、面間隔と方位が異なる複数の結晶面を含んでいる。分光するX線の波長  $\lambda$  とX線の結晶面への入射角  $\theta$  と分光結晶の面間隔  $d$  との間には、 $\lambda = 2d \cdot \sin \theta$  で表されるブラッグの法則の関係があり、分光結晶に入射したX線は、各結晶面においてブラッグの法則に導かれる波長  $\lambda$  のX線のみが反射され分光が行われる。分光されたX線は結晶面の方位で定められた方向に散乱される。

【0011】

50

本発明のX線分析装置の第1の態様によれば、複数の結晶面の異なる面間隔を用いることによって同時に複数の波長の分光を行い、複数の結晶面の異なる方位を用いることによって分光した波長を個々に区別して検出可能とする。

【0012】

本発明のX線分析装置の第2の態様は、分光器にX線を照射し、該分光器で分光される特定波長のX線によってX線分析を行うX線分析装置において、一結晶中に面間隔及び方位が異なる複数の結晶面を有した分光結晶を備えた分光器と、X線の強度及び入射位置を検出する二次元検出器とを備えた構成とし、複数の結晶面によってX線を同時に複数の異なる波長に分光し、二次元検出器によって複数の分光X線を同時に検出する。

【0013】

二次元検出器は、二次元的に入射したX線の位置と強度を検出する装置であり、セレンや蛍光体等のX線を光や電荷に変換するX線感知体とマトリックス状に配置した検出素子とを備える構成や、入射X線の強度に応じて感光するシート材を適用することができる。

【0014】

本発明のX線分析装置の第2の態様によれば、分光結晶によって、空間的に様々な方向に分光した波長の異なるX線を二次元検出器で検出する。二次元検出器において、X線が入射する位置は分光結晶の結晶面の方位によって異なり、該位置で検出されるX線の波長は該結晶面の面間隔とX線の結晶面への入射角により定まる。したがって、二次元検出器上では、X線の異なる波長が異なる位置で、個々に区別して検出することができる。二次元検出器上で検出されるX線の位置及び波長は、分光結晶の結晶面の方位及び面間隔から

【0015】

X線分析装置の第1, 2の態様によれば、時間差のないX線の波長強度分布を短時間で測定することができる。

【0016】

本発明のX線分析装置の第3の態様は、入射X線に対する分光結晶の角度を調整する機構を備え、これによって入射X線に対する結晶面の方位を調整する。角度調整機構が行う調整の第1の態様は、二次元検出器上に入射する分光X線の位置を調整し、分析対象の波長に適した位置となるように調整することができる。角度調整機構が行う調整の第2の態様は、第1の調整態様によって定めた結晶面の方位において、該結晶面に入射するX線の入射角を調整し、分光される波長を調整する。第2の調整態様では、入射角の変更に伴って分光X線の入射位置は二次元検出器上で移動することになる。

【0017】

本発明のX線分析装置による第1の測定態様は、第1の調整態様によって結晶面の方位を定め、該結晶面の面間隔及び入射X線の入射角によって定まる分光波長についてX線強度を検出する。

【0018】

本発明のX線分析装置による第2の測定態様は、第1の調整態様によって結晶面の方位を定めて二次元検出器上に入射する分光X線の位置を調整した後、第2の調整態様によって入射X線の入射角を変更して分光波長を変更し、所定波長範囲の強度の波長による変化を検出する。

【0019】

本発明のX線分析装置によれば、角度調整機構の第1の調整態様によって分光に用いる結晶面を選択することにより、所定波長範囲の波長強度分布(波長スペクトル)を時間差なく同時に測定することができる。また、角度調整機構の第2の調整態様によって分光波長を変更することによって、連続的に切れ目が無い波長スペクトルを測定することができる。この場合、複数の結晶面からの波長スペクトルをつなぎ合わせるにより、従来装置のように一つの結晶面を用いて全波長範囲を測定する場合と比較して短時間で測定を行うことができる。

【0020】

10

20

30

40

50

角度調整機構は少なくとも2軸の回転機構を備える。2軸の回転機構により角度調整することによって、第1の調整態様の結晶面の選択を行うことができる。また、角度調整機構の回転機構の軸数を増やし3軸の回転機構を備える構成とすることによって、結晶面の選択動作に加えて、第2の調整態様の分光波長の変更を行うことができる。

【0021】

なお、角度調整機構が備える回転機構の軸数は上記軸数に限られるものではなく、2軸あるいは3軸以上の多数軸により構成することができる。

【0022】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図を参照しながら詳細に説明する。

10

図1, 2は、本発明のX線分析装置の一構成を説明するための概略構成図である。図1に示すX線分析装置の構成は、分光X線を検出する検出器を二次元検出器で構成する例であり、図2に示すX線分析装置の構成は、複数個の検出器を配置する構成例である。

【0023】

図1において、X線分析装置は分光結晶1及び検出器2を備える。分光結晶1は入射した入射X線11を分光して分光X線12を空間的に様々な方向に散乱する。図1に示す検出器2は二次元検出器20であり、分光結晶1で分光された分光X線12を二次元的に検出し、強度を測定する。

【0024】

分光結晶1は角度調整機構3によって角度調整可能に支持され、該角度調整によって二次元検出器2上における分光X線12の入射位置を調整することができる。角度調整機構は少なくとも2軸の回転機構を備える。角度調整機構の回転機構により結晶面の方位を定め、二次元検出器2上に入射するX線の位置を調整し、分析対象の波長に適した位置となるように調整する。また、3軸の回転機構を備える角度調整機構を用いることによって、前記2軸の回転機構で結晶面の方位を設定し、3軸目を用いて結晶面に入射するX線の入射角を調整し、分光される波長を調整する。なお、角度調整機構3は2軸あるいは3軸の回転機構に限らず、2軸あるいは3軸以上の多数軸で構成したり、従来のゴニオメータを用いた構成とすることもできる。

20

【0025】

二次元検出器20は、二次元的に入射したX線の位置と強度を検出する装置であり、セレンや蛍光体等のX線を光や電荷に変換するX線感知体とマトリックス状に配置した検出素子を備える構成や、入射X線の強度に応じて感光するstorage phosphors, storage phosphor screens (イメージングプレート等の製品名で知られている)や写真フィルム等のシート材を適用することができる。

30

【0026】

分光X線12は、分光結晶1の結晶面の方位に応じて空間的に散乱し、二次元検出器20の面上の入射する。図1では入射位置をp1, p2, p3で示している。なお、図1では分光X線が入射する状態を3つの入射位置で模式的に示しているが、入射する分光X線の個数や位置は、分光結晶が備える結晶面の面数や方位、二次元検出器20の面積や位置、及び入射X線11入射に対する分光結晶1の角度等に応じて定まる。

40

【0027】

二次元検出器20は、分光X線の二次元検出器20上の位置及び強度を検出することができ、検出した位置信号や強度信号は処理装置4で信号処理することができる。処理装置4は、分光X線の二次元検出器20上の位置から波長を求め、該波長と強度から波長強度分布(波長スペクトル)を求めることができる。

【0028】

また、図1の構成において、分光に用いる結晶面を定めた後、該結晶面に入射するX線の入射角を調整することによって、分光される波長を調整することができる。

【0029】

図2に示す構成は、検出器2としてシンチレーションカウンタやガスカウンタ等のX線検

50

出器を用いた構成例であり、各波長の分光X線を検出するX線検出器21, 22, 23を配置する。X線検出器21, 22, 23の配置位置は、X線分光12の放出方向に対応する位置p1, p2, p3であり、分光結晶が備える結晶面の方位、入射X線11に対する分光結晶1の角度等に応じて定まる。

#### 【0030】

次に、本発明のX線分析装置を用いた2つの測定態様について説明する。第1の測定態様は、結晶面の面間隔及び入射X線の入射角によって定まる分光波長について、そのX線強度を検出するものであり、第2の測定態様は、入射X線の入射角を変更して分光波長を変更し、所定波長範囲の強度の波長による変化を検出するものである。

#### 【0031】

第1の測定態様について図3～図8を用いて説明する。図3は分光結晶が備える結晶面を模式的に表した図であり、図4は結晶面による反射を模式的に表した図である。分光結晶は結晶中に複数の結晶面を備え、各結晶面は図3中で、 $\theta_1, \theta_2, \theta_3$ で示されるように異なる方位を備える。分光結晶の表面に対して角度 $\theta$ で入射したX線は、図4に示すように、分光結晶の各結晶面において方位 $\phi_1, \phi_2, \phi_3$ で定める方向p, q, rに反射する。たとえば、図4(a)では、入射X線は結晶面13aに対して入射角 $\alpha$ で入射し、方位 $\phi_1$ で定まる方向p ( $0 \leq \phi_1 < 90^\circ - \alpha$ )に反射される。また、図4(b), (c)では、同様に、入射X線は結晶面13b, 13cに対して入射角 $\beta, \gamma$ で入射し、方位 $\phi_2, \phi_3$ で定まる方向q, rに反射され分光が行われる。

#### 【0032】

また、各結晶面で分光されるX線の波長はブラッグの条件 ( $n\lambda = 2d \cdot \sin \theta$ ) を満たす波長であり、結晶面の面間隔dに対応した波長 $\lambda$ のX線となる。なお、 $\theta$ は分光結晶の結晶面に対するX線の入射角である。したがって、分光結晶は反射する結晶面の方位に応じて異なる方向に異なる波長の分光X線を放出することになる。なお、結晶面の方位及び分光結晶(分光結晶の表面及び結晶面)に対する入射X線の入射角の調整は、角度調整機構3により行う。

#### 【0033】

図5は、分光結晶で分光された分光X線が二次元検出器上に入射する位置を模式的に表した図である。分光X線は、分光結晶の結晶面の方位に応じて空間的に様々な方向に反射し、二次元検出器20上で異なる位置に入射する。図5中のp, q, rは入射位置例を示している。なお、図5中のoは二次元検出器20の中心を示している。p, q, rの位置に入射する分光X線の波長は、結晶面の面間隔dに対応した波長 $\lambda_p, \lambda_q, \lambda_r$ となる。二次元検出器20によって入射位置p, q, rの強度を検出すると、図6中の点で示される強度を得ることができる。なお、図6中の強度曲線は、入射したX線に含まれる波長と強度との関係を示すものであり、第1の測定態様によれば、結晶面で定まる波長についてその強度を求めることができる。

#### 【0034】

図7, 8は本発明のX線分光装置による測定結果例及びシミュレーション値である。図7は二次元検出器上に入射する分光X線の入射位置を示し、図8は各入射位置における分光X線の強度を波長を横軸にとって示している。なお、二次元検出器上の上の入射位置と波長との関係は、X線の入射角(分光結晶の表面に対する角 $\theta$ 及び又は分光結晶の結晶面に対する角 $\phi$ )と、分光結晶の結晶面の方位と、結晶面の面間隔dと、分光結晶及び二次元検出器との位置関係から幾何学的に演算して求めることができる。

#### 【0035】

第2の測定態様について図9～図13を用いて説明する。図9は結晶面による反射角の変化を模式的に表した図である。前記図3, 4で示したように、分光結晶に入射したX線は、図9に示すように、各結晶面において方位 $\phi_1, \phi_2, \phi_3$ で定める方向に反射する。このとき、入射X線の分光結晶1の表面に対する入射角 $\theta$ を変化させると、各結晶面に対する入射角 $\alpha, \beta, \gamma$ も変化し、分光X線の反射方向も変化する。たとえば、図9(a)では、結晶面13aに入射したX線は入射角の変化 $\Delta\theta$ に伴ってp1からp2に変化し、図9(b), (c)では、

10

20

30

40

50

c)では、同様に、 $q_1$ から $q_2$ 及び $r_1$ から $r_2$ に変化して反射され分光が行われる。

【0036】

また、この分光X線の反射方向の変化に伴い、分光X線の波長もブラッグの条件により変化する。なお、結晶面の方位及び分光結晶に対する入射X線に入射角の調整は、角度調整機構3により行う。

【0037】

図10は、分光結晶で分光された分光X線が二次元検出器上で移動する状態を模式的に表した図である。分光X線は、分光結晶の結晶面の方位に応じて空間的に様々な方向に反射し二次元検出器20上の異なる位置に入射し、さらにX線の分光結晶に対する入射角(ないし)の変化に伴って二次元検出器20上を移動する。図10中の $p_1$ 、 $p_2$ 、 $q_1$ 、 $q_2$ 、 $r_1$ 、 $r_2$ は入射位置の変化例を示している。なお、図10中の $o$ は二次元検出器20の中心を示している。二次元検出器20上において、 $p_1$ 、 $p_2$ 、 $q_1$ 、 $q_2$ 、 $r_1$ 、 $r_2$ の位置に入射する分光X線の波長は、結晶面の面間隔 $d$ 及び結晶面に対する入射角の変化に対応した波長 $p_1$ 、 $p_2$ 、 $q_1$ 、 $q_2$ 、 $r_1$ 、 $r_2$ となり、分光結晶に対する入射角の変化に応じて変化する。

10

【0038】

二次元検出器20によって入射位置 $p_1 \sim p_2$ 、 $q_1 \sim q_2$ 、 $r_1 \sim r_2$ の間の強度を検出すると、図11中の点で示される強度変化を得ることができる。各結晶面で測定できる波長範囲は、面間隔等によって異なる。この各結晶面の測定波長範囲を調整することによって、全測定波長範囲をカバーすることができる。測定波長範囲の調整は、結晶面の面間隔 $d$ や入射角の変化幅の選択によって行うことができる。図11の例では、 $p_2 > q_1$ 、 $q_2 > r_1$ となるように選択することによって、 $p_1 \sim r_2$ の全波長範囲を切れ目無く測定することができる。

20

【0039】

図12、13は本発明のX線分光装置による測定結果例である。図12は二次元検出器上で移動する分光X線の軌跡を示し、図13は各軌跡上における分光X線の強度を波長を横軸にとって示している。図13(a)は、図12中のLine2の軌跡で求まる強度変化であり、図13(b)は、図12中のLine1の軌跡で求まる強度変化である。図13(a)と(b)を組み合わせることによって、連続する波長範囲について強度分布を求めることができる。

30

【0040】

なお、図13(a)及び(b)において、分光結晶の形状や結晶構造、また検出器の感度の波長特性や検出強度等によって各結晶面での反射強度(回折強度)が異なるため、同一波長の強度に相違が生じている。この強度の相違は、通常データの処理による強度スケールの補正によって補正することができる。

【0041】

本発明のX線分光装置によれば、図13に示す測定結果を短時間で得ることができ、従来のように全波長範囲内に生じる時間変化による影響を低減させることができる。なお、図12は、シリコン結晶面の[111]面での反射を $\pm 5^\circ$ の範囲で変化させた場合の測定結果である。

40

【0042】

本発明のX線分析装置の第1の測定態様によれば、時間差のない波長強度分布を短時間で得ることができ、第2の測定態様によれば、所定波長範囲において強度の波長による変化を、少ない時間差で得ることができる。

【0043】

また、測定を繰り返すことによって、X線光源から発せられる波長強度分布の変動を追跡して測定することができ、X線光源の制御や、X線光源の設計に適用することができる。

【0044】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明のX線分析装置によれば、X線の波長強度分布を短時間で時

50

間差の少ない測定を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の X 線分析装置の一構成を説明するための概略構成図である。

【図 2】本発明の X 線分析装置の他の構成を説明するための概略構成図である。

【図 3】分光結晶が備える結晶面を模式的に表した図である。

【図 4】結晶面による反射を模式的に表した図である。

【図 5】本発明の分光結晶で分光された分光 X 線が二次元検出器上に入射する位置を模式的に表した図である。

【図 6】本発明の X 線分光装置による波長強度分布を説明する図である。

【図 7】本発明の X 線分光装置による測定結果例である。

【図 8】本発明の X 線分光装置によるシミュレーション値である。

【図 9】結晶面による反射角の変化を模式的に表した図である

【図 10】本発明の分光結晶で分光された分光 X 線が二次元検出器上で移動する状態を模式的に表した図である。

【図 11】本発明の X 線分光装置による波長強度分布を説明する図である。

【図 12】本発明の X 線分光装置による測定結果例である。

【図 13】本発明の X 線分光装置による測定結果例である。

【図 14】従来の X 線分析装置の一構成例を説明するための概略構成図である。

【図 15】従来の X 線分析で得られる波長強度分布の一例である。

【符号の説明】

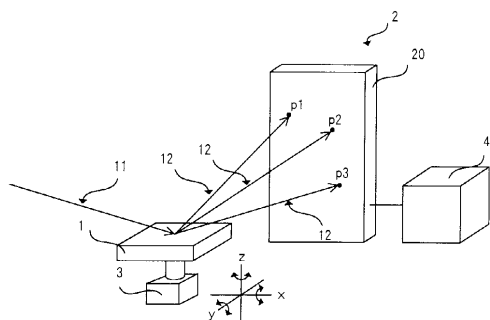
1 ... 分光結晶、2 ... 検出器、3 ... 角度調整機構、4 ... 処理装置、1 1 ... 入射 X 線

1 2 ... 分光 X 線、2 0 ... 二次元検出器、2 1 ~ 2 3 ... X 線検出器。

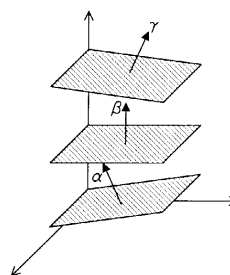
10

20

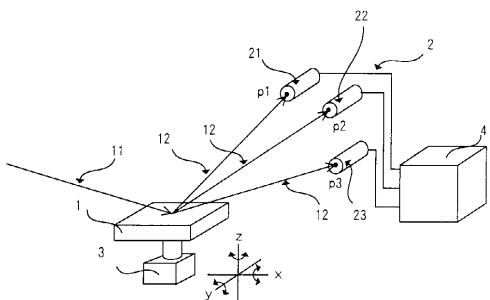
【図 1】



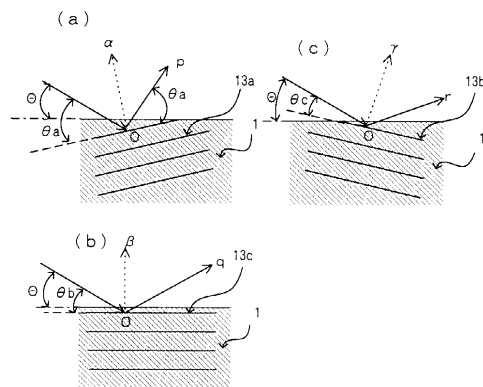
【図 3】



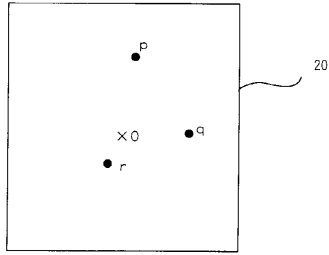
【図 2】



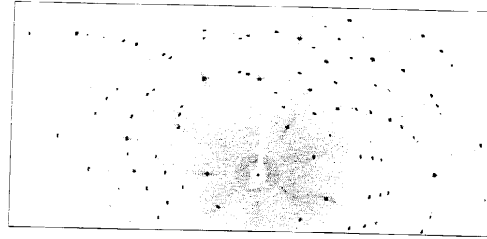
【図 4】



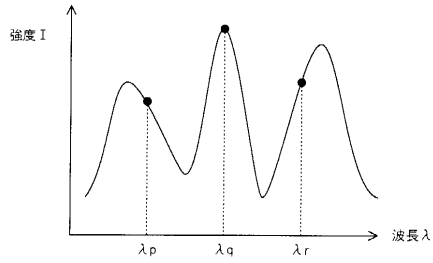
【 図 5 】



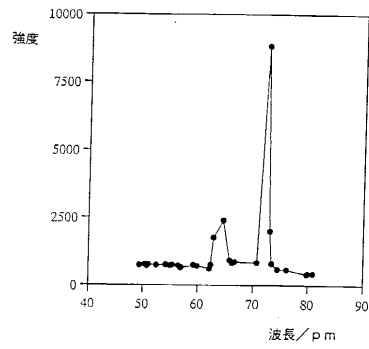
【 図 7 】



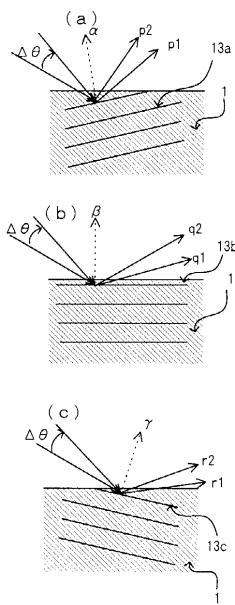
【 図 6 】



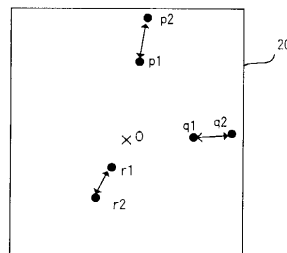
【 図 8 】



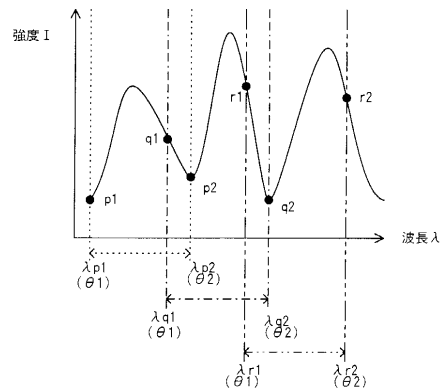
【 図 9 】



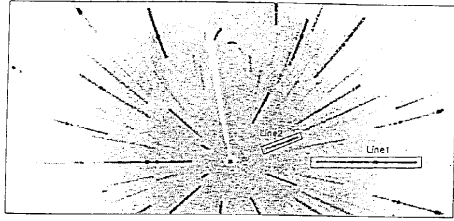
【 図 10 】



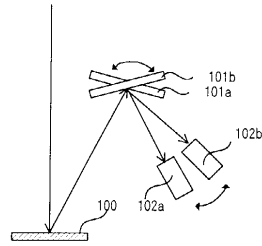
【 図 11 】



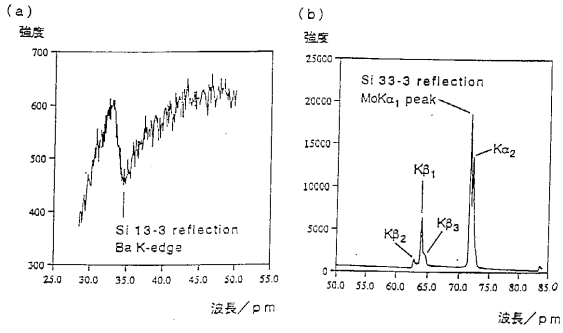
【図12】



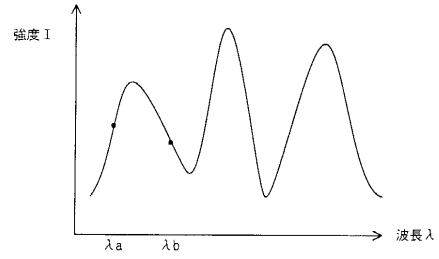
【図14】



【図13】



【図15】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 本田 一匡  
茨城県つくば市東1 - 1 工業技術院物質工学工業技術研究所内
- (72)発明者 小島 勇夫  
茨城県つくば市東1 - 1 工業技術院物質工学工業技術研究所内
- (72)発明者 広瀬 秀男  
神奈川県秦野市堀山下字松葉380 - 1 株式会社 島津製作所 秦野工場内
- (72)発明者 林 茂樹  
神奈川県秦野市堀山下字松葉380 - 1 株式会社 島津製作所 秦野工場内

審査官 遠藤 孝徳

- (56)参考文献 特公平7 - 95045 (JP, B2)  
特開平4 - 204297 (JP, A)  
特開昭63 - 61941 (JP, A)  
実用新案登録第2543460 (JP, Y2)  
特許第2636982 (JP, B2)  
特開平9 - 166488 (JP, A)  
特開平11 - 304729 (JP, A)  
特開平5 - 99864 (JP, A)  
特開平11 - 51883 (JP, A)  
特開平5 - 215698 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
G01N 23/00 - 23/227  
G21K 1/00 - 1/16  
JST7580(JDream2)  
JSTPlus(JDream2)