



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111735828 B

(45) 授权公告日 2024. 12. 20

(21) 申请号 202010190202.2

(22) 申请日 2020.03.18

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111735828 A

(43) 申请公布日 2020.10.02

(30) 优先权数据  
2019-050689 2019.03.19 JP(73) 专利权人 株式会社理学  
地址 日本国东京都昭岛市松原町3丁目9番  
12号

(72) 发明人 刑部刚 小泽哲也 尾本和树

(74) 专利代理机构 北京瑞盟知识产权代理有限公司 11300  
专利代理师 刘昕 孟祥海

(51) Int.Cl.

G01N 23/00 (2006.01)

G01N 23/201 (2018.01)

G01N 23/207 (2006.01)

(56) 对比文件

JP 2007017258 A, 2007.01.25

JP H0584850 U, 1993.11.16

US 6041098 A, 2000.03.21

审查员 乔丽伟

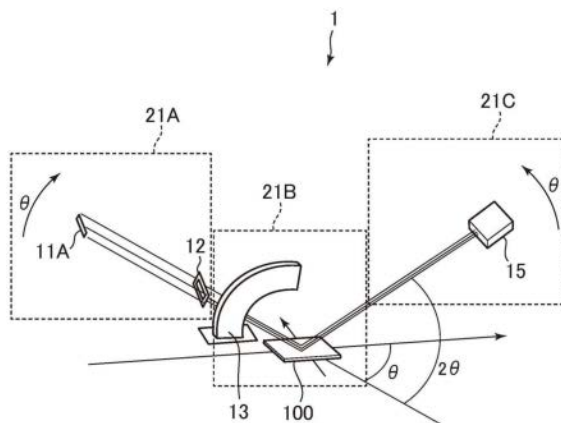
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

X射线分析装置

(57) 摘要

本发明提供一种以简单的结构实现小型并能够进行微小部测定的X射线分析装置。一种X射线分析装置具备:测角仪,其具有沿着第一方向延伸的入射侧臂、固定部和接收侧臂;X射线源部,其配置在所述入射侧臂上,用于产生沿着与所述第一方向交叉的第二方向延伸的X射线源;支撑台,其配置在所述固定部上,用于支撑样品;平行狭缝,其配置在所述固定部上,用于限制由所述X射线源部所产生的X射线源沿着所述第二方向的线宽;以及检测器,其配置在所述接收侧臂上,用于检测由所述样品所产生的散乱X射线。



1. 一种X射线分析装置,其特征在于,具备:  
测角仪,其具有沿着第一方向延伸的入射侧臂、固定部和接收侧臂;  
X射线源,其配置在所述入射侧臂上,用于产生沿着与所述第一方向交叉的第二方向延伸的X射线;  
支撑台,其配置在所述固定部上,用于支撑样品;  
平行狭缝,其配置在所述固定部上,并且包括相互对置的两枚平行板,用于限制由所述X射线源所产生且穿过该平行狭缝朝向所述样品传播的所述X射线的沿着所述第二方向的线宽;以及  
检测器,其配置在所述接收侧臂上,用于检测由所述样品所产生的散乱X射线。
2. 根据权利要求1所述的X射线分析装置,其特征在于,  
具备使所述平行狭缝在所述第二方向上移动的移动机构。
3. 根据权利要求1或2所述的X射线分析装置,其特征在于,  
所述平行狭缝具有空心圆一部分的形状。

## X射线分析装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种X射线分析装置,尤其涉及一种实现装置小型化和微小部测定的技术。

### 背景技术

[0002] 一般,X射线分析装置具备具有两条臂的测角仪。X射线源和入射侧光学元件配置在一侧的臂上,检测器和接收侧光学元件配置在另一侧的臂上。

[0003] 在样品的入射侧具备平行狭缝的X射线分析装置在使用中。专利文献1公开了一种配置在样品的入射侧的舒尔茨狭缝。专利文献2公开了一种配置在样品的入射侧的长度限制狭缝。

[0004] 专利文献1:日本特开平11-281595号公报

[0005] 专利文献2:日本特开2015-102432号公报

### 发明内容

[0006] 近几年,能够进行微小部测定的X射线分析装置的需求正在增长。如专利文献1和专利文献2所示,使用舒尔茨狭缝(或长度限制狭缝)能够限制入射侧的X射线束的线宽,从而限制照射到样品上的X射线的照射区域。

[0007] 因此希望X射线分析装置的小型化和通用化。一般,由于通用的X射线分析装置的测角仪的臂较长,因而能够将多种光学系统元件配置在臂上。但是,如果将X射线分析装置小型化,则会限定由X射线产生装置和入射光学系统元件构成的光学系统。

[0008] 本发明正是鉴于上述的课题而作出的发明,其目的在于提供一种以简单的结构实现小型并能够进行微小部测定的光学系统。

[0009] (1) 为了解决上述课题,本发明所涉及的X射线分析装置具备:测角仪,其具有沿着第一方向延伸的入射侧臂、固定部和接收侧臂;X射线源部,其配置在所述入射侧臂上,用于产生沿着与所述第一方向交叉的第二方向延伸的X射线源;支撑台,其配置在所述固定部上,用于支撑样品;平行狭缝,其配置在所述固定部上,用于限制由所述X射线源部所产生的X射线源沿着所述第二方向的线宽;以及检测器,其配置在所述接收侧臂上,用于检测由所述样品所产生的散乱X射线。

[0010] (2) 上述(1)所述的X射线分析装置也可以具备使所述平行狭缝在所述第二方向上移动的移动机构。

[0011] (3) 上述(1)或(2)所述的X射线分析装置的所述平行狭缝也可以具有空心圆一部分的形状。

[0012] 本发明提供一种X射线分析装置,其以简单的结构实现小型并能够进行微小部测定的光学系统。

## 附图说明

[0013] 图1为用于表示本发明第一实施方式所涉及的X射线分析装置结构的示意图。

[0014] 图2为用于表示本发明第一实施方式所涉及的X射线分析装置功能的示意图。

[0015] 图3为用于表示本发明第一实施方式所涉及的平行狭缝构造的示意图。

[0016] 图4A为用于表示本发明第二实施方式所涉及的X射线分析装置的主要部分结构的示意图。

[0017] 图4B为用于表示本发明第二实施方式所涉及的X射线分析装置的主要部分结构的示意图。

[0018] 附图标记说明

[0019] 1 X射线分析装置

[0020] 11 X射线源部

[0021] 11A 线状X射线源

[0022] 12 入射侧狭缝

[0023] 13 平行狭缝

[0024] 14 支撑台

[0025] 15 二维检测器

[0026] 21 测角仪

[0027] 21A 入射侧臂

[0028] 21B 固定部

[0029] 21C 接收侧臂

[0030] 25 移动机构

[0031] 100 样品

## 具体实施方式

[0032] 下面参照附图对本发明的实施方式进行说明。此外,由于附图是为了使说明更为明确,因此同实际的方式相比,有时会示意地表示尺寸、形状等,只是一个示例,并非限定本发明的解释。而且,在本说明书和各图中,对出现的附图与前述附图同样的要素付与相同的符号并适当地省略详细说明。

[0033] [第一实施方式]

[0034] 图1为用于表示本发明第一实施方式所涉及的X射线分析装置1结构的示意图。图2为用于表示该实施方式所涉及的X射线分析装置1功能的示意图。为了简单说明功能,图2示意地表示主要元件。这里,尽管该实施方式所涉及的X射线分析装置1为X射线衍射测定装置(XRD),但并不限于此,也可以为小角X射线散射测定装置(SAXS),而且也可以为其他的X射线分析装置。该实施方式所涉及的X射线分析装置1具备X射线源部11、入射侧狭缝12、平行狭缝13、用于支撑样品100的支撑台14、二维检测器15和测角仪21。

[0035] 测角仪21为样品水平配置型的 $\theta$ - $\theta$ 型测角仪。测角仪21具备入射侧臂21A、固定部21B和接收侧臂21C。在入射侧臂21A上配置有X射线源部11和入射侧狭缝12,在固定部21B上配置有平行狭缝13和支撑台14,在接收侧臂21C上配置有二维检测器15。测角仪21能够将支撑台14所支撑的样品100保持为水平并进行 $2\theta$ 扫描。由于样品100水平配置,因而能够将因

样品100的自重所引起的歪斜的影响控制在最小限度,从而能够抑制样品100落下的危险性。在测角仪21中,当入射侧臂21A(X射线源部11)相对于固定部21B(支撑台14)旋转 $\theta$ 时,接收侧臂21C(二维检测器15)相对于固定部21B朝向相反方向旋转 $\theta$ 。换句话说,接收侧臂21C相对于入射侧臂21A相对旋转 $2\theta$ 。

[0036] X射线源部11具备旋转靶。通过向旋转靶上照射截面为线状的电子束而使旋转靶表面产生X射线。自与旋转靶的旋转轴平行配置的狭缝窗口,旋转靶所产生的X射线中的透过狭缝窗口的X射线射向外部。

[0037] 这里,将入射侧臂21A的延伸方向(穿过狭缝窗口的X射线的传播方向:第一方向)作为x轴方向。将与x轴方向垂直的平面作为yz平面,当将贯通入射侧臂21A的旋转截面的方向作为y轴方向时,与旋转截面平行的方向为z轴方向。可以认为该X射线源部11具有沿y轴方向(第二方向)延伸的线状X射线源11A。此外,只要X射线源部11包括(可以认为)具有线状X射线源11A的元件即可,并不限于旋转靶,例如也可以为封装管。此外,尽管优选第二方向与第一方向垂直,但只要与第一方向交叉即可。在这种情形下,也优选第一方向与第二方向所成角度为85度以上(90度以下)。并且优选,第二方向与入射侧臂21A的平面(xy平面)平行。

[0038] 入射侧狭缝12为以y轴方向为长度方向的单狭缝,用于限制X射线源部11所产生的X射线在z轴方向的发散(单狭缝的z轴方向的宽度为任意)。

[0039] 平行狭缝13包括维持第一宽度W的间隙而相互对置的两枚平行板。各平行板具有空心圆(环状)一部分(圆弧)的形状。即,其为用穿过空心圆中心的两条直线截取空心圆的形状。这里,用于构成外缘的圆弧半径为55mm,用于构成内缘的圆弧半径为35mm,此时,平行狭缝13的长度L(后述)为20mm,第一宽度W约为0.44mm。两枚平行板的层叠方向沿y轴方向配置。用于构成内缘的圆弧半径则由用于支撑样品100的支撑台14的尺寸决定。这里,配置样品100的区域被控制在距离样品100中心的21.5mm的距离以内。例如,样品100呈长度为35mm的板状。优选,配置成空心圆一部分的形状的(圆的)中心位置位于样品100的表面。由于装配精度,该中心位置既可以位于样品100的内部,也可以位于样品100的附近。平行狭缝13与将多个第一宽度W的单狭缝并排的构造等效,具有用于限制沿着y轴方向的线宽的功能。此外,平行狭缝也被称为舒尔茨(Schulz)狭缝。

[0040] 用于支撑样品100的支撑台14与平行狭缝13一起被配置(固定)在固定部21B上。平行狭缝13与支撑台14所支撑的样品100之间的相对位置关系被固定,并与测角仪21的入射侧臂21A和接收侧臂21C的旋转独立。

[0041] 二维检测器15检测由样品100所产生的散乱X射线。这里,散乱X射线包括由样品100所产生的衍射X射线。而且,在该实施方式中,检测器并不限于二维检测器,既可以是一维检测器也可以是零维检测器(例如闪烁计数器)。

[0042] 图3为用于表示该实施方式所涉及的平行狭缝13构造的示意图。图3表示用xy平面切断平行狭缝13的截面。如上所述,平行狭缝13为没有隔断第一宽度W的单狭缝并在一个方向上连续配置的构造,若将平行狭缝13的长度(外缘圆弧与内缘圆弧之间的距离)设定为L,则图3所示的发散角度 $\theta$ 则由 $\theta = 2\arctan(W/L)$ 表示。当 $W = 0.5\text{mm}$ 时,为了使 $\theta$ 为 $2.5^\circ$ 以下,需要使平行狭缝13的长度L为22.91mm以上。

[0043] 该实施方式所涉及的X射线分析装置1能够以简便的方法实现使用线状X射线源

11A并基于布拉格-布伦塔诺(Bragg-Brentano)光学系统(聚焦法)或者平行束方法的微小部(定位)测定装置。通过将平行狭缝13和二维检测器(N维检测器: $N=0、1、2$ )一起使用,可以抑制模糊(Smearing)的出现。

[0044] 在该实施方式所涉及的X射线分析装置1中,使用线状X射线源11A可以实现照射在样品100上的X射线束的光通量较高的(通量高)的光学系统。并且,通过对平行狭缝13进行组合,能够简单地切换微小部光学系统。

[0045] 由于样品100与平行狭缝13的位置关系固定和平行狭缝13的(两枚平行板的)形状,因而可以抑制相对于测角仪21的旋转而产生的照射在样品100上的X射线束的强度偏差。在布拉格-布伦塔诺光学系统中,能够进行将X射线束的照射面积实质上限制为一定的测定。因此,通过限制照射面积并进行聚光,能够减少因样品取向而引起的强度变动。

[0046] 除去将平行狭缝13配置在设置有支撑台14的固定部21B上以外,能够使用已有的X射线源和入射侧光学元件等而简单地实现该实施方式所涉及的X射线分析装置1。该实施方式所涉及的X射线分析装置1为微小部测定用的光学系统,不仅最适于微小部测定而且最适于极点测定和应力测定。

[0047] [第二实施方式]

[0048] 尽管本发明的第二实施方式所涉及的X射线分析装置1的平行狭缝13具备用于使平行狭缝13至少沿y轴方向移动的移动机构25,但除此以外的结构与第一实施方式所涉及的X射线分析装置1相同。

[0049] 图4A和图4B为用于表示该实施方式所涉及的X射线分析装置1的主要部分结构的示意图。由于平行狭缝13具备移动机构25,因而能够使平行狭缝13的狭缝部分在y轴方向上移动。图4A和图4B分别表示根据y轴方向的扫描而位于不同位置的平行狭缝13和在此时照射在样品100上的X射线束的不同区域(照射区域 $IR、IR'$ )。结果是,在将样品100固定的状态下能够在y轴方向上进行面扫描(Mapping)测定。

[0050] 通过将平行狭缝13的狭缝部分(第一宽度W的间隙)沿y轴方向的移动控制在y轴方向上的线状X射线源11A的线状两端的范围(线状长度P的范围)内,能够抑制对y轴方向的扫描而照射在样品100上的X射线束的强度偏差。而且,在线状X射线源11A的线状两端附近,由于X射线束的强度也会减小,更为优选将平行狭缝13的狭缝部分沿y轴方向的移动控制在自线状两端分别距离规定长度q内侧,以便使两端部分不受影响。即,平行狭缝13的移动区域s为 $P-2q$ 。这里,线状X射线源11A的线状长度P为12mm左右,样品位置具有20mm左右的范围。用于可以充分抑制线状两端影响的规定长度q为4mm左右,所以平行狭缝13的狭缝部分沿y轴方向的移动范围为4mm左右。

[0051] 该实施方式所涉及的X射线分析装置1能够在将样品100固定的状态下进行面扫描测定。而且能够在面扫描测定时,抑制照射在样品100上的X射线束的光通量偏差。

[0052] 尽管该实施方式的平行狭缝13具备移动机构25,且移动机构25使平行狭缝13在y轴方向上移动,但并不限于此。也可以具备将平行狭缝13固定而使支撑台14移动的移动机构。此时,由于该移动机构使支撑台14在y轴方向上移动,因而能够使样品100在y轴方向上移动。而且,通过该移动机构使支撑台14在xy平面上移动,能够进行样品100的面扫描测定。

[0053] 上面对本发明的实施方式所涉及的X射线分析装置进行了说明。在上述的实施方式中,尽管平行狭缝13的两枚平行板的形状为空心圆一部分的形状,但并不限于此。当测角

仪21的旋转范围较小( $\theta$ 较小)时,也可以使平行狭缝13的两枚平行板的形状为矩形,只要根据需要而选择适当的形状即可。而且,基于装置小型化的角度,尽管在上述实施方式所涉及的X射线分析装置1的入射侧仅配置有X射线源11、入射侧狭缝12和平行狭缝13,以简单的结构构成光学系统,但也可以根据需要而进一步配置有使X射线平行的光学元件等。而且,尽管在上述实施方式所涉及的X射线分析装置1的接收侧仅配置有二维检测器15,但也可以根据需要而配置有接收侧狭缝等光学元件。

[0054] 上述的实施方式能够减小因样品取向所引起的X射线束的强度变动。尤其能够进行将X射线束的照射面积实质上限制为一定的测定。因而能够通过限制照射面积并进行聚光而减小因样品取向而引起的强度变动。

[0055] 尽管上述实施方式所涉及的X射线分析装置1的测角仪21为样品水平配置型的 $\theta$ - $\theta$ 型测角仪,但并不限于此,也可以为将入射侧臂21A固定而使固定部21B相对于入射侧臂21A旋转 $\theta$ ,接收侧臂21C相对于入射侧臂21A旋转 $2\theta$ 的 $2\theta$ - $\theta$ 型测角仪。

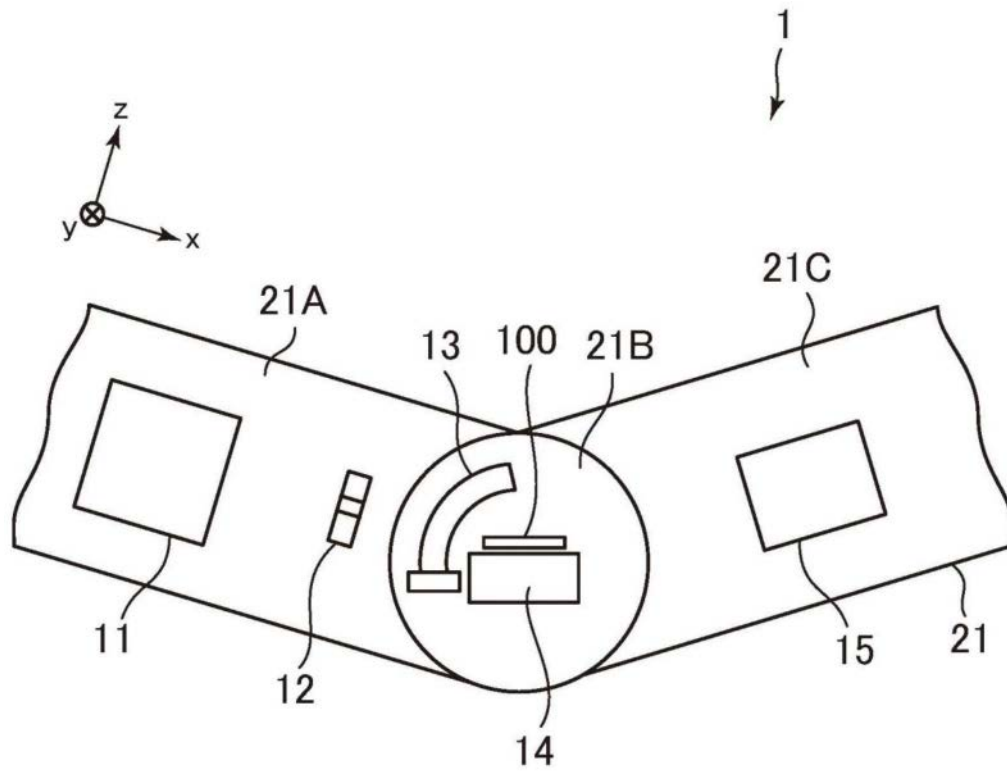


图1



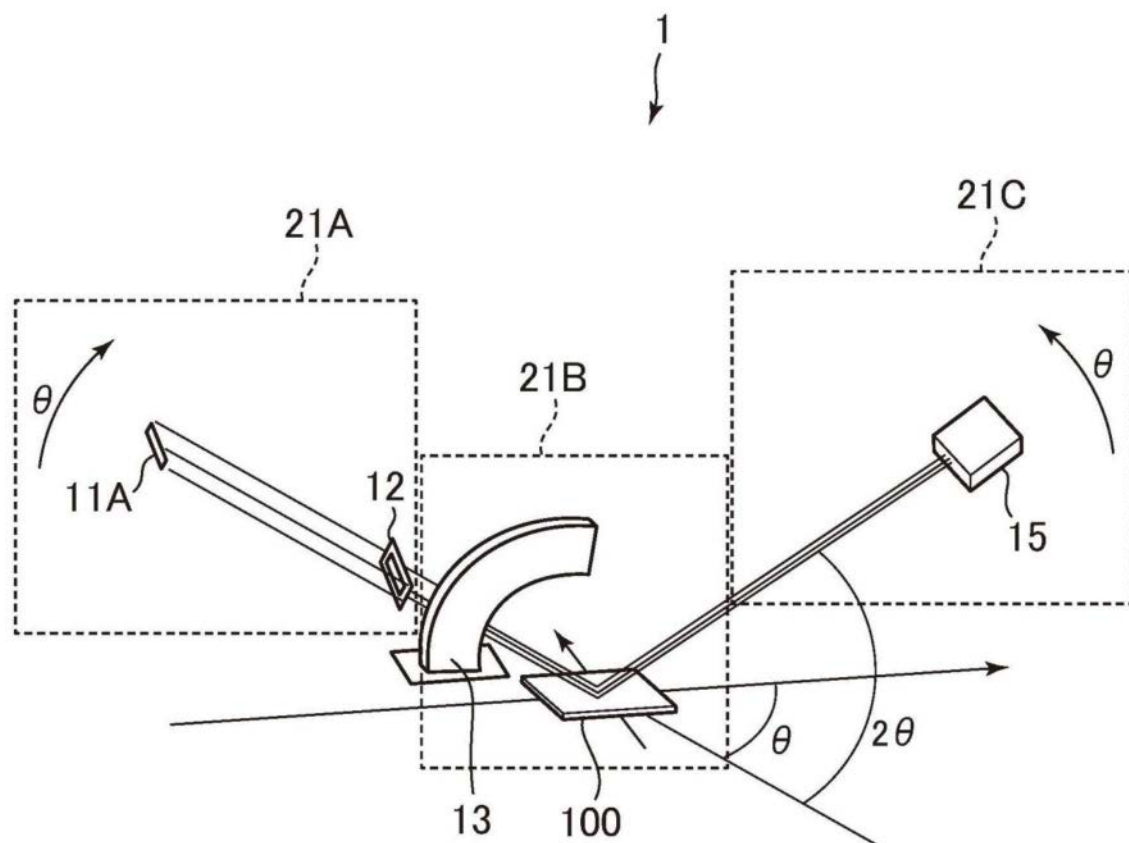


图2

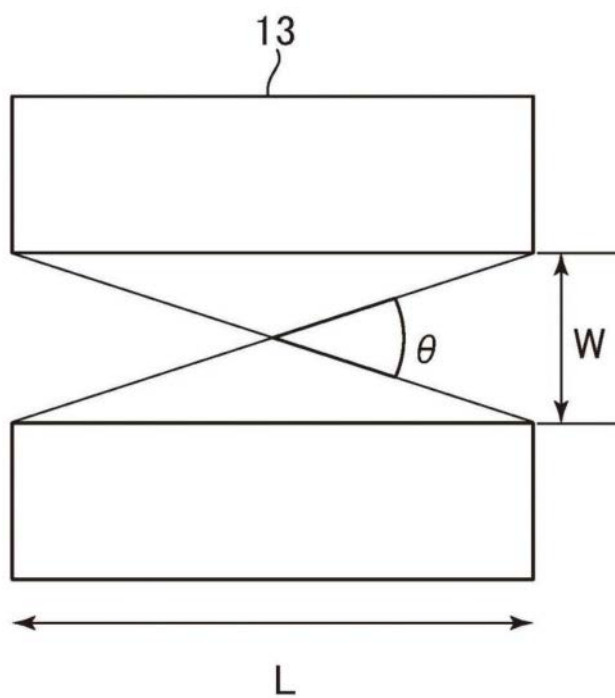


图3

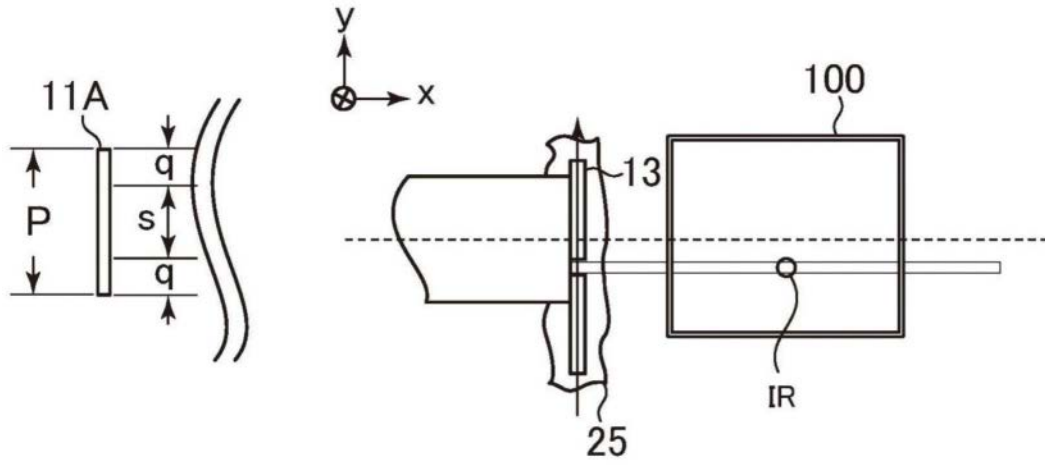


图4A

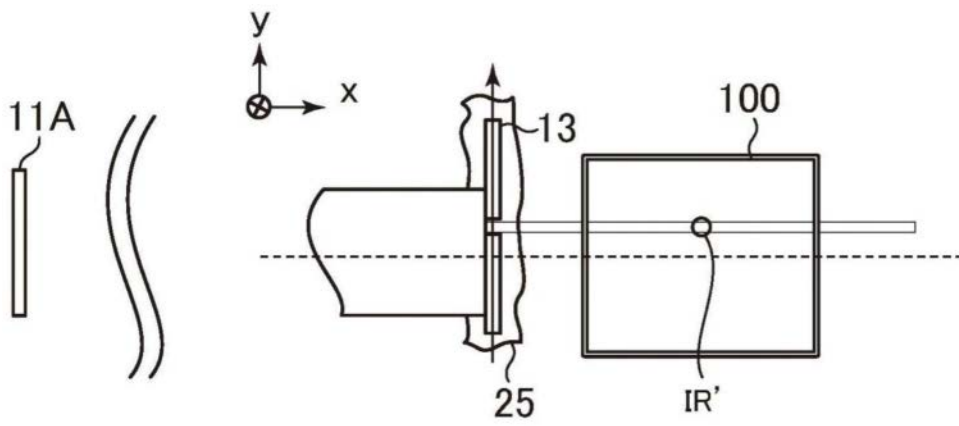


图4B