

# EXAFS実験のための超強力 X 線源の改造

桜井健次

(1992年8月3日受理)

## A Super High-power Rotating Anode X-Ray Source for EXAFS Measurements

(Received 3 August, 1992)

Kenji SAKURAI

National Research Institute for Metals  
1-2-1, Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305, Japan

Use of an intense X-ray source and an effective spectrometer is essential to obtain good quality of EXAFS data in a laboratory. From calculation with phase space diagram, it was found that narrow line focal X-ray spot and focusing method are advantageous to improve X-ray intensity. In the present study, a super high-power X-ray source, which is designed for dedicated use of point-shaped focal spot, was modified to provide a narrow line focal spot of approximately 0.1 mm in width at an exit angle of 6 deg. The maximum allowable current was 600mA, which has never been realized so far using a conventional X-ray line focal spot. Application to EXAFS measurement with a flat crystal and a  $\theta$ - $2\theta$  goniometer was demonstrated.

**[Key words]** laboratory EXAFS spectrometer, super high-power X-ray source, line focal spot, focusing method, phase space diagram, instrumentation.

(Advances in X-ray Chemical Analysis Japan **24**, P.187 ~ 198)

弱い連続 X 線を分光する EXAFS 測定を実験室で行うためには、高い強度の X 線源と効率的な光学系が必要である。その条件についてフェイズスペースを用いた計算による検討を行った結果、幅の狭い線焦点と集中法の光学系の組み合わせが、X 線源の利用効率の点で有利であることがわかった。そこで、大型対陰極ゆえに点焦点専用設計されている超強力 X 線源の改造を行い、6 度方向からの取り出しで幅約 0.1 mm の線焦点を形成した。管電流は 600 mA まで流すことができ、線焦点としては最高の X 線強度が得られる。実際の EXAFS 実験への応用として、平板結晶と回折計からなる装置による測定例を示す。集中法の配置が可能になった結果、このような簡易型の装置

---

金属材料技術研究所 計測解析研究部 茨城県つくば市千現 1-2-1 〒305

でさえ、短時間に良質のスペクトルを得ることができる。

[キーワード] ラボラトリEXAFS装置, 超強力X線源, 線焦点, 集中法, フェイズスペースダイアグラム, 装置開発

## 1. はじめに

EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure, 広域X線吸収微細構造) は、X線回折法に対する相補的な構造解析の手法として、広範な分野で用いられている。シンクロトロン放射 (SR) は、EXAFS測定にとって理想的な光源と言ってよく、その普及にあたって、重要な役割を果たしてきた<sup>1,2)</sup>。実際、今日でも、多くのEXAFS実験は、SRを利用したものであり<sup>3,4)</sup>、また、逆に、SR利用実験のかなりの部分がEXAFSであるという状況にある。一方、SRの利用により、EXAFSの普及が進み裾野が広がった結果、実験室におけるEXAFS測定の重要性も認識されるようになり、さまざまな装置開発が行われてきている<sup>5-12)</sup>。日本国内では、田路らの系統的な仕事<sup>8-11)</sup>があり、それらをベースにした市販の専用装置も注目を集めつつある。特に、実際試料の解析に比重をおく研究においては、「手軽に測定を行い、その結果により、また次の実験を考える」というごく普通の研究スタイルでのEXAFS測定への要求が高い。SR実験施設のような共同利用の大型装置では、そのようなスタイルはなかなか実現しにくく、ここに、ラボラトリEXAFS装置が待望される理由がある。

本研究では、回転対陰極型としてはほぼ最高の出力をもつ60kWクラスの超強力X線源を用いたEXAFS装置の試作を進めてきている。ここでは、EXAFS実験のために、超強力X線源に対して行った改造<sup>12)</sup>について報告するとともに、平板分光結晶と回折計をもとに構成した簡易型装置とその測定例を紹介する。

## 2. ラボラトリEXAFS装置の問題点と解決策

EXAFSの実験は、X線発生装置からの連続X線を結晶モノクロメータにより分光した後、試料を透過させ、その前後のX線強度を測定することにより、吸収係数を得るという、いわゆる透過法を用いる場合が多い。実験室でこのようなEXAFS実験を行う場合には、次のような点が問題になる。

まず、第1に、強度である。もともと弱い連続X線を分光しているために、どうしても強度がとれなくなる。別な言い方では、強度をとるためには、分解能を犠牲にせねばならないと言う意味で、低分解能という問題でもあり、特にエネルギーの高い吸収端でのEXAFS測定では問題となる。

第2に、実験室特有の問題と言うわけではないが、単色化にともなう高次反射の影響が問題となる。スペクトルの質の劣化の原因となる。

第3に、入射スペクトル中の不純物特性X線の影響である。特に、フィラメントが蒸発し、ターゲット表面へ付着することに起因するタングステンの特性X線は非常に強く、EXAFSの測定範囲に入ってくると、そこで計数率が著しく変わることになり、いわゆるグリッチの原因の1つになる。

これらの問題点については、既に多くの議論がなされている<sup>5,6)</sup>。本研究でとられた対策をTable 1にまとめて示す。

**Table 1** Summary of the problems in laboratory EXAFS experiments

Problems	Solutions in the present study
Weak intensity and/or low energy resolution	Modification of super-high-power rotating anode X-ray generator : <div style="text-align: center;">high intensity line focal spot (30kV/600mA, 0.1mm width)</div> Focusing spectrometer (in preparation)
Degradation of spectrum by higher order harmonic reflections from the crystal monochromator	Modification of adjusting electric circuit so as to set an arbitrary tube voltage which does not generate higher-energy and/or unnecessary characteristic X-rays.
Effect of strong characteristic X-rays from impurities on the anode (especially, tungsten)	Optics for rejecting high energy X-rays (in preparation)

強度については、超強力X線源（理学電機、RU-1000 定格出力 60kV 1000mA）を採用することとし、かつ後述のように、幅の狭い線焦点を実現できるように改造を行った。さらに、湾曲結晶による集光光学系の採用を計画している。

高次反射の影響を避ける手段としては、しばしば半導体検出器により、入射X線強度（以下  $I_0$  強度）と透過X線強度（以下  $I$  強度）の両方を測定する方法が提案されるが<sup>6)</sup>、本研究では採用しなかった。各測定点で試料をスライドさせ、 $I_0$ と $I$ の強度を別々に測定するのでは、精度がX線発生装置の安定性によって支配されてしまうし、試料上のX線照射位置の再現性などが気になる場合もでてくるだろうからである。また、透過型の $I_0$ 強度検出器を用いて同時測定を行うのであれば、 $I$ 強度検出器だけ、わざわざ高価な、しかも液体窒素補給などの手間もかかる半導体検出器を用いる必要性は半減する。本研究では、同時測定を行うことを前提として、高次反射のエネルギーのX線をそもそも発生させないか、または発生させても試料に到達する前に除去するのが望ましいと考えた。現状では、10kV以上の任意の管電圧で運転できる

ように管電圧制御回路の改造を行い、2次又は3次反射の出ない管電圧で運転するようにしている。

タングステンの特性X線はきわめて強く、この影響を根本的に解消するには、例えば、 $\text{LaB}_6$ のような別な材質のフィラメントを採用するのが有望である。この場合でも5~6.5 keVにLaに起因する特性X線は出現するが、フィラメントを低温で使用できるために、その強度はかなり抑えられる<sup>13)</sup>。ターゲットの表面に付着したタングステンを削り落とすことは可能であるが、経験的には、フルパワーでのエージング後数10時間で、既にかかなり強い特性X線が観測されるようになり、現実的にはそれほど効果はない。この他に、 $I_0$ 強度をモニターして、管電流制御回路にフィードバックをかける方法<sup>8,9)</sup>も有力であるが、本研究で用いているような超強力X線源では、安定な運転を行う上で不都合があり、採用しなかった。一方、測定する吸収端が低エネルギーの時は、タングステンの特性X線が出ない10.2 kV以下で運転するのも1つの方法である。しかし、当然のことながら強度の犠牲は避けられない。

### 3. X線源の改造

#### 3.1 焦点と光学系

超強力X線源は、大型回転対陰極を採用していることから点焦点専用のX線源として設計されており、これまでのEXAFS測定への適用の実例では、そのままの形で使用されてきた<sup>7,14,15)</sup>。一方、封入管や小型回転対陰極のX線発生装置を用いたEXAFS実験では、線焦点を用いるのが普通である。それらの焦点の典型的な寸法は、6度方向からの取り出しで、0.5~1mm幅×1mm高(点焦点)、0.05~0.1mm幅×10mm高(線焦点)であり、線焦点の方が幅がかなり狭い。このような焦点の幅の大小の違いは、焦点からのX線の利用効率の違い、つまり、実際に得られるX線強度の違いにつながるため、それを考慮した光学系を検討する必要がある。

定性的に考えても、幅の広い焦点を使用する場合には、ソーラスリットの併用、あるいは複数の分光結晶を組み合わせるなどして角度発散を抑えなければ、エネルギー分解能を稼ぐことはできない。つまり、平行法の光学系を採用することになる。これに対して、幅の狭い焦点であれば、集中法の光学系を用いるのが適当であり、単純に試料直前のスリットと焦点の幅、焦点から試料までの距離のような幾何学的な条件により分解能が決まることになる。

このような検討を定量的に行うには、X線の位置と角度発散を図形として表示するphase space diagram<sup>16,17)</sup>が便利である(Appendix)。また、湾曲結晶の集光の効果などを含めて検討する場合には、これにX線の波長分散を考慮にいったposition-angle-wave length space<sup>18)</sup>を用いると理解しやすい。

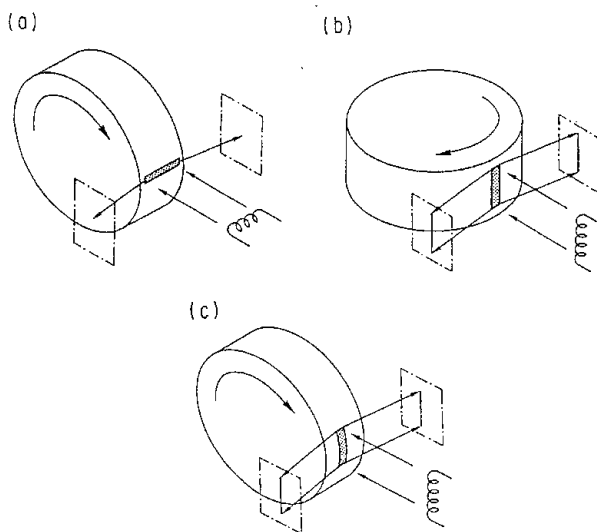
本研究では、phase space diagramによる検討をふまえたうえで、EXAFSの要求するエ

エネルギー分解能がそれほど高くはないこと、むしろ強度を稼ぐのに各種集光光学系の採用の余地を残すのが望ましいことから、ラボラトリ EXAFS 装置の光学系としては集中法の方が有利であると考えた。そして、集中法を採用するために、点焦点専用である X 線源を線焦点化するための改造が必要であると判断した。

### 3.2 線焦点化

Fig.1 に対陰極とフィラメントの幾何学的な配置を示す。超強力 X 線源の標準的な配置は (a) であり、6 度方向の取り出しにより  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  の点焦点が形成される。小型の対陰極を使用する場合には、(b) のように対陰極の回転軸を鉛直方向にすることにより線焦点を形成することが一般的に行われている。ところが、直径 250mm の大型で大重量の対陰極を用いる超強力 X 線源の場合には、このような回転軸の変更はきわめて難しい。また、仮にそのようにしたところで、X 線窓近辺の空間が対陰極に遮られ、装置の配置に大きな制約が生まれる。例えば、EXAFS の分光系として有望と考えられる湾曲結晶を載せた直進型のゴニオメータ<sup>5,6,9)</sup>を使用しようする場合、焦点と結晶の距離で角度が決まるので、測定可能な角度領域が著しく制限される。

そこで、線焦点を実現する方法として (c) のような配置を採用した。6 度方向からの取り出しで  $\text{約}0.1\text{mm} \times \text{約}10\text{mm}$  になる。縦方向は対陰極の形状を反映して曲率を持つが、対陰極の径が大きいために直線にかなり近い。また、実際の EXAFS 実験では、中央付近しか使用していないために、ほとんど影響しない。幅はフィラメントとウェネルトの間にかかるバイアス



**Fig.1** Geometry of filament and target. (a) point-shaped focal spot, (b) linear-shaped focal spot, (c) another method of achieving a line focal spot.

2000Vで約0.12mmまで絞られている<sup>12)</sup>。

ただし、この配置は、対陰極が電子ビームから受ける熱負荷の観点からは不利である。対陰極表面の損傷を防ぐためには、出力を落とさなければならない。しかし、実は、それでも最高30kV 600mAの負荷をかけることができる。点焦点の場合よりは、出力は落ちるが、それを補って余りあるほどの効率の改善ができる。また、小型の回転対陰極の場合の電流値は高々200~300mAであるから、この線焦点ではその数倍の管電流を流すことができることになる。こうして、結果的に、最高強度の線焦点が得られた。

### 3.3 その他の改造

小型の回転対陰極型X線発生装置を用いるEXAFS実験の場合には、低電圧で大電流を稼げるように、また管電圧を連続的に変化させられるように改造されることが多い<sup>9,10)</sup>。連続X線のエネルギー分布を自由に制御することはきわめて重要な要素であるが、シンクロトロン放射ではほとんど不可能であり、この点では、実験室のX線発生装置の方がむしろ有利である。強度さえとれるのであれば、管電圧は2次、3次反射の出ない電圧に設定するのが望ましい。

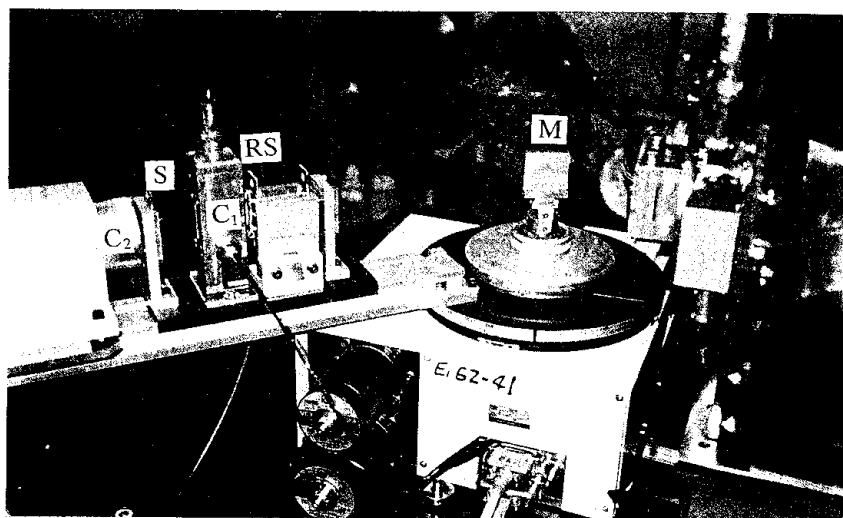
本研究では、10 kV以上の任意の管電圧に設定できるように管電圧制御回路の改造を行った。さらに、低電圧大電流化の改造を現在行っている。このような改造は、大型回転対陰極の装置では前例はなく本改造がはじめてであるが、考え方は小型の装置の場合と同じである。

### 3.4 EXAFS実験

Table 2に装置の構成を、またPhoto 1に装置の写真を示す。2軸回折計に手を加えたもの

**Table 2** List of instrumental components for EXAFS experiments

Crystal monochromator	LiF(200) flat crystal (Horiba)
	$\theta - 2\theta$ goniometer CN2155R6 (Rigaku)
	Rowland radius of 270mm
	minimum angular step of 0.001 deg. specifically designed $2\theta$ arm (optical bench)
Stepping motor controller	PMI6C-02GP(Tsuji Denshi)
$I_0$ detector	Gas-flow proportional counter
	Spectroscopy amplifier 2021(Canberra)
I detector	Scintillation counter (Oyo Koken)
	Delay line amplifiler 460(Ortec)
Counting system	E-544A/541/542(Toshiba)
Computer	PC-9801RA5(NEC)
	PASCAL codes for measurments and analyses

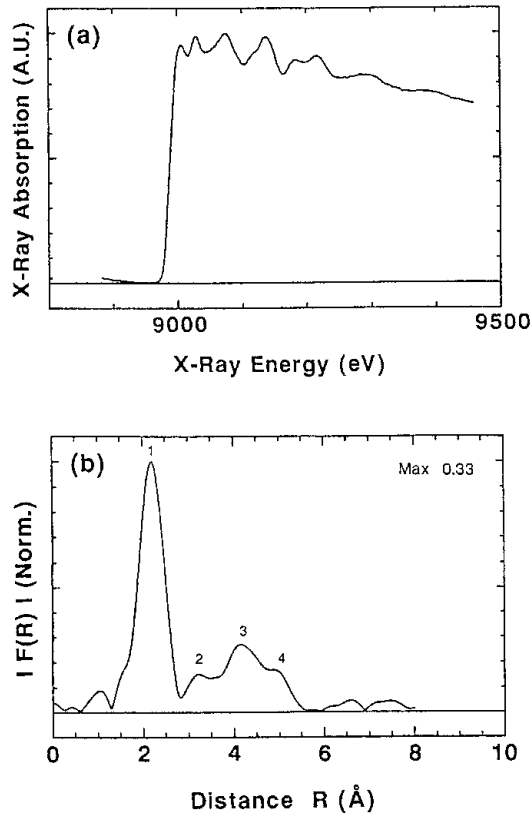


**Photo 1** A spectrometer composed of a LiF(200) flat crystal(M) and a conventional  $\theta-2\theta$  goniometer with a Rowland circle radius of 270 mm ; RS : receiving slit, C1 : proportional counter for measuring incident X-ray intensity ; S : sample, C2 : scintillation detector for measuring transmitted X-ray intensity.

であり、回折/EXAFSの両方に利用できる。EXAFS測定のためには、回折実験であれば試料を置く位置に分光結晶 (LiF (200)) を置き、専用に製作した  $2\theta$  アーム上に受光スリット、 $I_0$  検出器 (ガスフロー比例計数管)、試料、I 検出器 (シンチレーション検出器) を設置して使用する。X線焦点-分光結晶-受光スリットの距離は、各270mm、受光スリットの幅は0.1mmである。発散スリットには可変スリットを用いたが、検出器に入るX線強度があまり変化しない範囲で可能な限り狭くした。

エネルギー分解能は、不純物特性X線の1つであるNi  $K\alpha_1$  (7.478 keV) を分光して調べてみたところ、半値幅で約7eVであり、EXAFS測定には十分であることがわかった。対陰極の形状に由来する線焦点の曲率は予想通りほとんど効いていない。また、CuK吸収端近傍での入射X線の強度は、25kV 600mA、バイアス0Vの運転時に約8万cpsであった。分光結晶や測定条件が同じではないが、同じ型式の超強力X線源を点焦点のまま用い平行法の光学系を用いた場合の測定例<sup>7,14,15)</sup>と比較して、格段に強いX線強度が得られたことになる。

Fig.2 (a) は銅箔の吸収スペクトルの測定例 (室温) である。測定点は341点で、スペクトル全体の測定に4時間かけたが、実際にはより短縮することが可能である。これから振動成分  $\chi(k)$  ( $k$ は光電子の運動エネルギー) を抽出し、 $k\chi(k)$  のフーリエ変換を行った結果を Fig.2 (b) に示す。これは、典型的なfcc金属の原子配置のパターンそのものであり、SRを用いた場合のデータ<sup>3)</sup>ともよく対応する。



**Fig. 2** (a) X-ray absorption spectrum of copper foil taken under the operation condition of 25kV and 600 mA without applying the bias voltage.  
 (b) Magnitude of Fourier transform of  $k\chi(k)$ , which is extracted from (a). Neighboring atoms around copper are numbered.

本改造により実現した高強度の線焦点の真価は、湾曲結晶を用いたEXAFS分光器において更に明らかになるであろう。これまでに報告されている湾曲結晶分光器の性能<sup>6,9)</sup>から判断すると、平板結晶での入射強度の数10倍程度の改善を期待することができる。つまり、 $10^6$  cps オーダーの入射強度を得ることができよう。試料を透過するX線強度が、入射強度の約0.1~0.03倍、積算をその透過X線について100万cts(統計変動0.1%)まで、また測定点を200~300点ほどと仮定すると、1スペクトルの測定に要する時間は、高々数時間ということになる。

次のようにも考えられる。すなわち、本改造により実現した線焦点では、管電流を従来の数倍流すことができるので、単純にこれまでのEXAFS分光器に対するX線源として用いるだけでも、数倍の性能改善が期待できる。これは、これまで進歩を続けてきたラボラトリEXAFS装置の水準をさらに押し上げることになるであろう。



#### 4. おわりに

EXAFS 実験の観点からは、集中法の光学系を利用することのできる線焦点の X 線源が本質的に重要である。そのような認識のもとで、点焦点専用の超強力 X 線源を改造し、管電流 600 mA が得られる最高強度の線焦点を実現した。

この改造は、湾曲結晶分光器との組み合わせを念頭に置いたものであり、現在、その分光器の試作研究を急いでいる。

#### 謝辞

超強力 X 線源の改造にあたり、理学電機（株）設計部の桜井仁氏の協力を得たことを記して感謝いたします。また、本研究に対して多くの助言を賜った姫路工業大学の伊藤正久助教授に深く感謝いたします。

#### Appendix phase space diagram による光学系の検討

phase space diagram は、横軸に位置、縦軸に角度発散をプロットした図形であり、ビームの状態を表現するのに用いられる。ビームがただ単純に発光点から進むだけであれば、その進んだ距離を  $R$  とし、発光点における phase space diagram 上の座標  $(x_0, x_0')$  は、

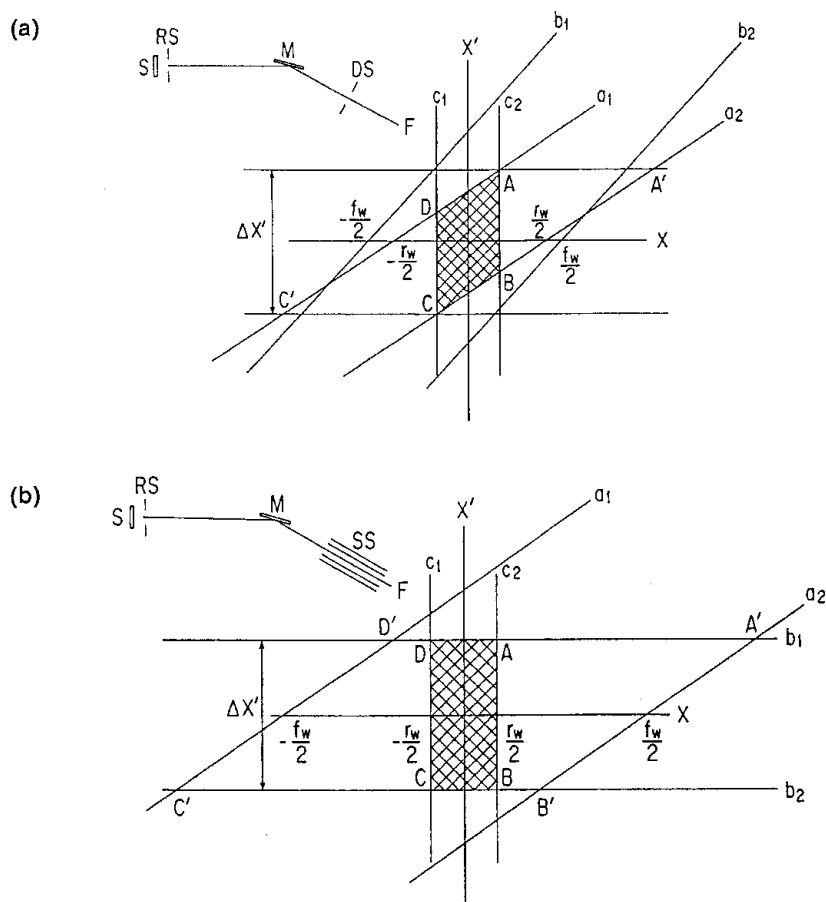
$$x = x_0 + R x_0'$$

$$x' = x_0'$$

で表される  $(x, x')$  に変換される。こうして得られる図形の全体がその地点のビームの状態である。この地点においてスリットを配置する操作は、 $x'$  軸に平行な 2 直線でその図形を制限することに対応する。挟まれた領域がスリットを通過するビームである。また、同様に角度発散を制限する光学系を配置することは  $x$  軸に平行な 2 直線で制限することに対応する。結晶の非対称反射などによる縮小、拡大操作は、phase space diagram 上の図形の変換として表現される。

さて、EXAFS 実験の異なる光学系により得られる X 線強度を比較するためには、同じエネルギー分解能が得られるような条件で、かつ同じ面積あたりについて検討するのが適当であると考えた。平板結晶のモノクロメータのエネルギー分解能は、ブラッグ角を  $\theta_B$  とし式 (1) のように書くことができ、おもに結晶固有の反射幅  $\Delta\omega$  と幾何学的な配置で決まる X 線の角度発散の幅  $\Delta x'$  によって決まる。（ここでは、縦方向の発散の寄与や結晶へのしみこみなどの問題はひとまず無視した。）

$$\begin{aligned} \Delta E/E &= \cot \theta_B \Delta \theta \\ &= \cot \theta_B \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta \omega)^2} \end{aligned} \quad (1)$$



**Fig. 3** An example of phase space diagram. Hatched area corresponds X-ray flux reaching a sample. (a) focusing method, (b) parallel beam method. F; X-ray focus, DS; divergence slit, SS: solar slit, M: crystal monochromator, RS: receiving slit, S: sample.

同じ分光結晶を使用するという前提では、ある決まった角度発散  $\Delta x'$  で管球から出て行く X 線のうち、どれくらいの割合かが試料に到達するか、という指標で検討を行えばよい。また、同じ面積での比較ということでは、試料直前に置かれる受光スリット幅を同じにして考えるということになる。

Fig.3 (a), (b) に、通常の  $\theta-2\theta$  ゴニオメータを用いた典型的な集中法と平行法の光学系における試料位置（正確には受光スリット位置）での phase space diagram を示す。

Fig.3 (a) において、平行な 2 直線  $a_1, a_2$  で挟まれた領域が管球から発散された光束の全体である。平行な 2 直線  $c_1, c_2$  は受光スリットに対応しており、これら 4 つの直線により囲まれた平行四辺形 ABCD が、試料に到達する X 線である。この位置での角度発散  $\Delta x'$  はこの平行四辺形の縦軸への射影に相当する。また、同じ角度発散  $\Delta x'$  の X 線のうちどれくらいの試料に

到達しているのかというX線源の利用効率 $U$ は、2つの平行四辺形 $AA'CC'$ と $ABCD$ の面積比で現すことができる。つまり、焦点幅 $f_w$ と受光スリット幅 $r_w$ を用いて

$$U = r_w / (r_w + f_w) \quad (2)$$

なお、ここでは、発散スリットは散乱を切る目的にしか使用されておらず、 $\Delta x'$ には関係しない。これに対応する2直線 $b_1$ 、 $b_2$ は、平行四辺形 $ABCD$ には交差していない。

集中法では、 $\Delta x'$ が受光スリット幅・焦点幅・距離のような幾何学的な関係で決まることだが、このような形でも理解できるわけであるが、Fig.3 (a) から明らかなように、焦点の幅が広いときはA点の $x'$ の値が大きくなり、 $\Delta x'$ は小さくできない。つまり、焦点幅が広い場合には、焦点幅が狭い場合と同程度の $\Delta x'$ に抑えられないので、例えば、ソーラスリットなどにより角度発散を制限する必要がある。

Fig.3 (b) は平行法の場合であるが、見方は先の場合と同じである。今度は $\Delta x'$ はソーラスリットの発散幅で支配される。同じ角度発散 $\Delta x'$ のX線の利用効率 $U$ は、 $A'B'C'D'$ と $ABCD$ の面積比であり、

$$U = r_w / f_w \quad (3)$$

例えば、 $R = 270\text{mm}$ 、 $r_w = 0.1\text{mm}$ として、線焦点( $f_w = 0.1\text{mm}$ ) + 集中法と点焦点( $f_w = 1\text{mm}$ ) + 平行法の $U$ を比較すると、線焦点の方が5倍良い。これは同じ分解能で、かつ同じ面積(スリット幅)でという比較では線焦点の方が有利であることを意味している\*。以上の検討は、同じ平板分光結晶を用いた場合の比較であるが、集中法でしばしば用いられるLiFのような積分反射強度の強い結晶が平行法では使いにくいので、それぞれの光学系を最適化した段階ではもっと差がつくと考えられる。さらに、集中法の光学系では、平板結晶でなく湾曲結晶を用いて集光を行う余地を残している。

以上の考察から、本研究では、EXAFS実験のためには、集中法の採用が望ましく、それゆえ線焦点化が不可欠であると考え、改造に踏み切った。

\*注：平行法の場合は、受光スリットを広げても分解能は落ちないので実際にはもっと広げて使用する。ここでは、同じ面積あたりの比較のための議論をするために狭いスリットの場合の値を示している。また、上記の議論は、暗黙のうちに、EXAFSの要求するエネルギー分解能がそれほど高くはないことを前提にしている。集中法の配置では受光スリットの幅で分解能が決まってしまうが、その程度の分解能で十分であるとした。もっと高い分解能が必要な実験であれば、線焦点 + 集中法が有利であるとは限らない。

## 参考文献

- 1) "Synchrotron Radiation Research", edited by H. Winick and S. Doniach (Plenum, New York, 1980), Ch.10, 11, 12, 13.
- 2) E. A. Stern and S. M. Heald, in "Handbook on Synchrotron Radiation 1B", edited by E. E. Koch(North - Holland, Amsterdam, 1983), Ch.10.
- 3) K. Sakurai, Y. Yamada, M. Ito, C. H. Lee, T. Fukunaga, U. Mizutani : *Appl. Phys. Lett.*, **57**, 2660 (1990).
- 4) K. Sakurai, M. Mori, U. Mizutani : *Phys. Rev.*, **B46**, 5711 (1992).
- 5) E. A. Stern ed., "Laboratory EXAFS Facilities -- 1980", AIP Conf. Proc. No.64 (American Institute of Physics, New York, 1981).
- 6) D. C. Koningsberger, in "X-Ray Absorption", edited by D. C. Koningsberger, R. Prins (John Wiley & Sons, New York, 1988) Ch.5.
- 7) 日本結晶学会誌 **27**(1985) 200-220.(実験室でのEXAFS特集)
- 8) K.Tohji, Y. Udagawa : *Jpn. J. Appl. Phys.*, **22**, 882 (1983).
- 9) K. Tohji, Y. Udagawa, T. Kawasaki, K. Masuda : *Rev. Sci. Instrum.*, **54**, 1482 (1983).
- 10) K. Tohji, Y. Udagawa, T. Kawasaki, K. Mieno : *Rev. Sci. Instrum.* , **59**, 1127 (1988).
- 11) 田路, 水嶋, 宇田川 : X線分析の進歩, **21** , 29 (1990).
- 12) K. Sakurai : *Rev. Sci. Instrum.*, **64** , (1993) in press.
- 13) T.Yao : *Rev. Sci. Instrum.*, **63**, 2103 (1992).
- 14) 「強力X線実験室レポートNo.1」(東京大学工学部総合試験所強力X線実験室, 1980)
- 15) 「超強力X線回折実験室報告No.1」(京都大学工学部超強力X線回折実験室, 1987)
- 16) J. B. Hastings : *J. Appl. Phys.*, **48**, 1576 (1977).
- 17) T. Matsushita, U. Kaminaga : *J. Appl. Cryst.*, **13**, 465 (1980).
- 18) T. Matsushita, U. Kaminaga : *J. Appl. Cryst.*, **13**, 472 (1980).