

# MiniFlex

デスクトップX線回折装置

進化し続ける MiniFlex



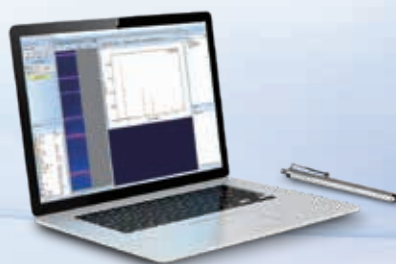
## Rigaku

Leading With Innovation

# 2次元検出器を用いることで、 粗大粒子や配向の影響を低減して同定が可能に

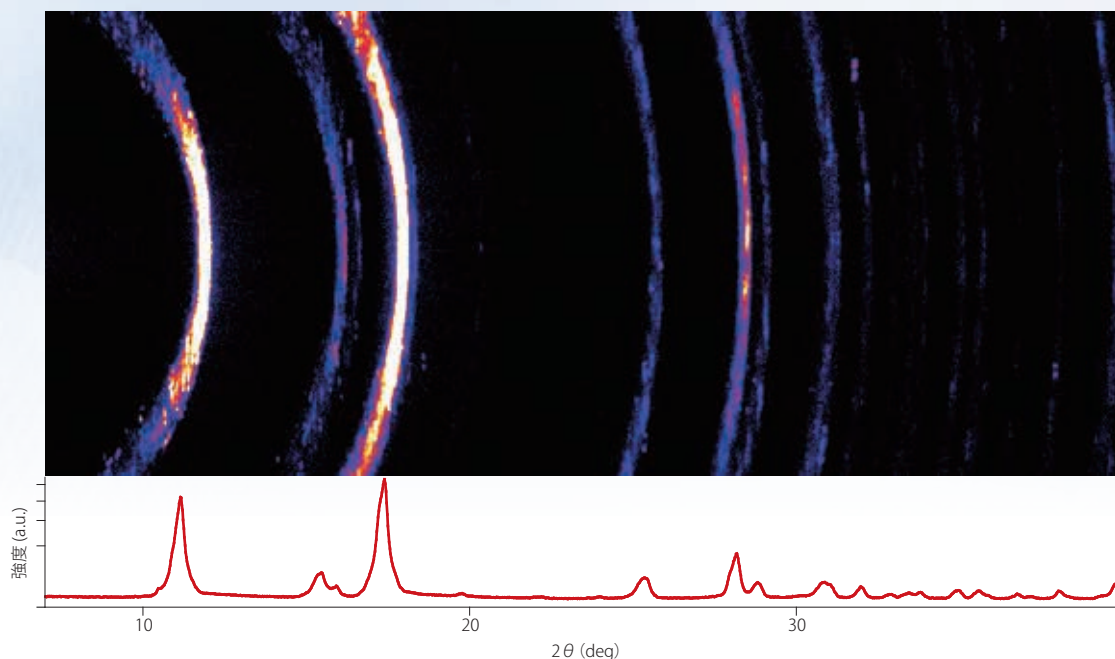
- 0/1/2次元モードを備えたハイブリッド型多次元ピクセル検出器 HyPix-400 MF を搭載可能
- 強力な600Wの出力を保持しながら、冷却装置を内蔵  
(設置環境に合わせて外置きの送水装置も選択可能)
- 充実のアクセサリ
- 等間隔制御の高精度メカニカルリンク軸とリアルタイム角度補正による高い角度精度
- ハイブリッド入射スリット\*と散乱プロテクターによる高分解能・高PB比の実現
- 高速検出器と試料自動交換装置のコンビネーションによる高速連続測定
- 検出器モノクロメーターによる試料の構成元素を選ばない測定
- 完全密閉型キャビネット構造
- インターロック機構など、高い安全性によりX線作業主任者の選任が不要

\*連続可変入射スリット+固定スリット機能



ノートPC (タッチパネルディスプレイ対応可) はオプション

## 2次元検出器による測定例



### サリチル酸 配向試料測定

配向および粗大粒子の影響によりデバイリングに濃淡や斑点が見られます。

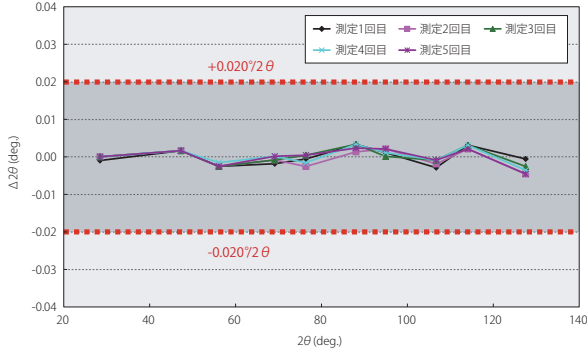
2次元データによりその影響がひと目でわかるだけでなく、その影響を低減した1次元プロファイルが自動で得られます。

# 上位機種に迫る高分解能・高角度精度・高PB比

## 高い角度精度

等間隔制御の高精度メカニカルリンク軸とリアルタイム角度補正によって、いつでも最良の角度精度が実現できます。

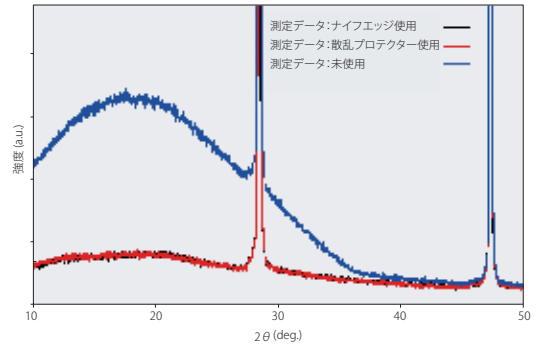
NIST-SRM640 Si粉末の基準角度に対する再現性



## 高PB比

ハイブリッド入射スリットと散乱プロテクター(特許登録済み)によって、低角度から高角度領域までPB比が高く、ブラインドの無い測定が可能です。

散乱プロテクターの効果(試料:Si粉末)



# 高性能検出器を標準装備 検出効率が従来比約100倍に

## ハイブリッド型多次元ピクセル検出器 HyPix-400 MF

受光面積400 mm<sup>2</sup>、空間分解能100 μm、最大カウントレート10<sup>6</sup> cps/pixel以上、ゼロバックグラウンドノイズの2次元半導体検出器です。



## 高速1次元検出器 D/teX Ultra2

高速かつ、エネルギー分解能にも優れた1次元半導体検出器です。受光モノクロメーターとも組み合わせ可能です。



## 豊富なオプションで、多様な試料に対応

### 8試料自動交換装置 ASC-8

試料の回転機能が付属。対応する試料ホルダーの種類も豊富です。



### 温調アタッチメント BTS 150/500\*

BTS 150は-10~150℃、BTS 500は室温~500℃でのX線回折測定が行えます。



ホットプレート



気密試料ホルダー



ASC用気密試料ホルダー



回転試料台

### 試料ホルダー

アルミ試料ホルダー、ガラス試料ホルダー(0.2 mm、0.5 mm)、シリコン無反射試料ホルダー、円形試料ホルダー(打ち抜き型)、円形試料ホルダー(2 mm、0.2 mm、0.5 mm)、円形無反射試料ホルダー、円形少量試料用ガラス付き試料ホルダー、汎用試料ホルダー、ブロック試料ホルダー、液体用試料ホルダー



円形無反射試料ホルダー



ブロック試料ホルダー



汎用試料ホルダー

\* Anton Paar社製

# アプリケーション Application

## 温調アタッチメント

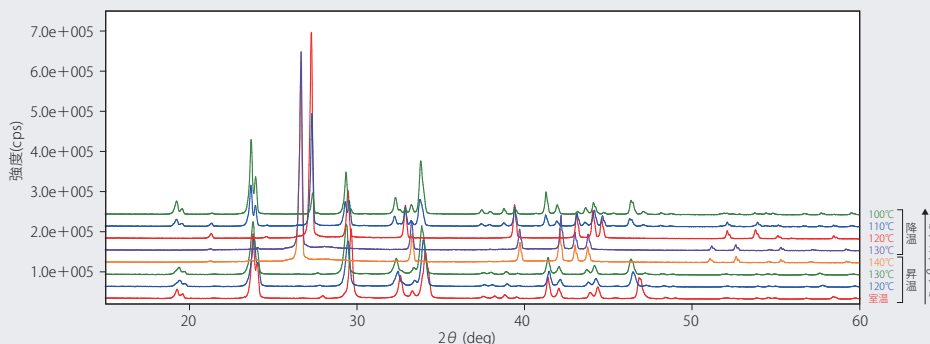
BTS 150/500やホットプレートを用いると、温度可変XRD測定を手軽に行うことができます。昇温や降温過程での結晶相転移や脱水による結晶構造の変化、格子定数の温度依存性などを確認することが可能です。また、大気および不活性ガス環境下での測定も行えます。



### 測定例

#### 硝酸カリウム (KNO<sub>3</sub>) の相転移

KNO<sub>3</sub>は、加熱過程では斜方晶の $\alpha$ 型から菱面晶の $\beta$ 型に転移します。また、冷却過程では中間相の $\gamma$ 型を経て元の $\alpha$ 型に戻ります。図は、KNO<sub>3</sub>を加熱・冷却過程で測定し得られたデータです。



## 気密試料ホルダー

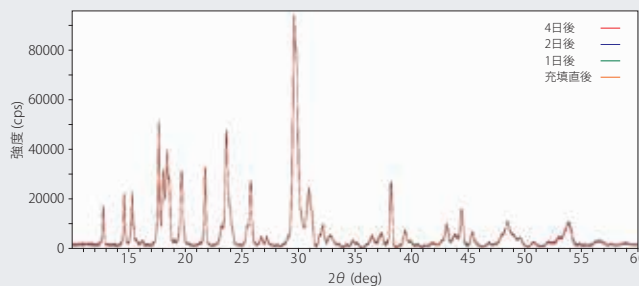
大気中の水分に反応する試料では、一般的な試料ホルダーを用いると測定中に結晶構造が変化することがあります。このような反応性の高い試料を測定する場合は、気密試料ホルダーを用いることで、大気中の水分影響を受けない環境下で試料を測定することができます。



### 測定例

#### 気密試料ホルダーの効果 (ブロックタイプ) サンプル Li<sub>7</sub>P<sub>3</sub>S<sub>11</sub> (硫化物系固体電解質)

図は、気密試料ホルダーを使用してLi<sub>7</sub>P<sub>3</sub>S<sub>11</sub>を測定したデータです。Li<sub>7</sub>P<sub>3</sub>S<sub>11</sub>などの硫化物系固体電解質は大気中のわずかな水分で容易に加水分解する不安定な物質ですが、乾燥Arを充填したグローブボックス内で試料調製し、気密試料ホルダーで外部雰囲気からサンプルを隔離することで、数日後でも結晶構造を変化させずに測定を行うことができます。気密試料ホルダーは気密性の高い状態を長時間維持することが可能です。(※気密時間は条件や環境により異なります)



データ提供: 大阪府立大学 大学院工学研究科 林研究室

## 液体用試料ホルダー

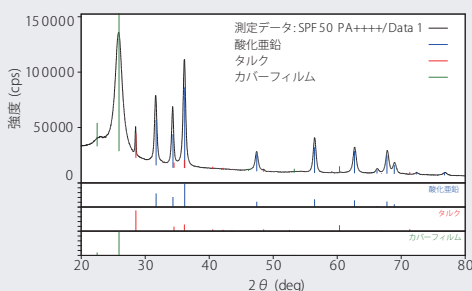
液状の試料や微粉末からなる試料の場合、溶媒の蒸発や微粉末の飛散を避けるため、試料面を覆うことが必要になります。液体用試料ホルダーを用いることで、溶媒の蒸発に伴う試料面ずれ、試料中に含まれる物質の構造変化や酸化、微粉末の飛散に伴う汚染などを防ぐことができます。



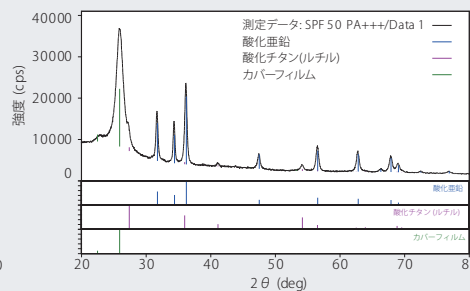
### 測定例

#### 日焼け止め乳液の測定

日焼け止めは、シミやそばかす、皮膚がんの原因となる紫外線を散乱・吸収する役割があります。SPF (Sun Protection Factor) やPA (Protection Grade of UVA) の違いにより含まれる紫外線散乱・吸収剤の成分も異なります。液体用試料ホルダーを用いることで、試料が乾燥することなく測定ができます。



日焼け止め乳液 A (SPF50 PA++++) の X 線回折パターン



日焼け止め乳液 B (SPF50 PA+++) の X 線回折パターン

アタッチメントや試料ホルダーの豊富なバリエーションで、試料形状や用途・目的に応じた測定ができます。

## ブロック試料ホルダー

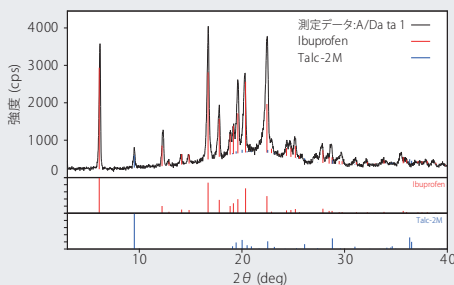
金属や医薬品錠剤など、粉碎が難しいバルク試料の場合、試料の厚みを考慮せずに測定を行うと、回折線の角度位置にずれを生じたり、回折線の幅が広がりやすいため、誤った評価を行うおそれがあります。ブロック試料ホルダーを用いて試料の高さを適切な位置に調整することにより、試料の正しい情報を得ることができます。



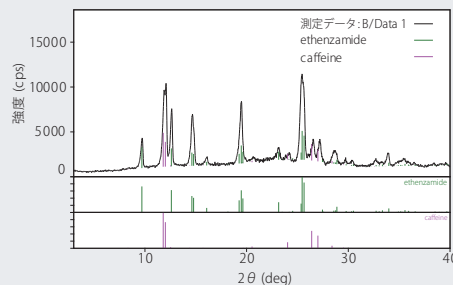
### 測定例

#### 解熱鎮痛薬の測定

医薬品錠剤は、粉碎に伴う圧力や外部雰囲気により、多形転移など、さまざまな問題を生じるおそれがあります。ブロック試料ホルダーを用いることで、試料を粉碎せず測定を行うことができます。多層構造の解熱鎮痛剤を粉碎せず、両面方向から測定した結果、一方には有効成分であるイブプロフェンが、他方にはエテンザミドが含まれていました。



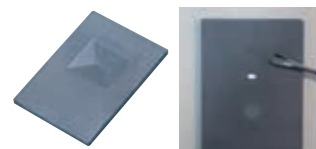
層状の錠剤のA面を測定した場合



層状の錠剤のB面を測定した場合

## シリコン無反射試料ホルダー

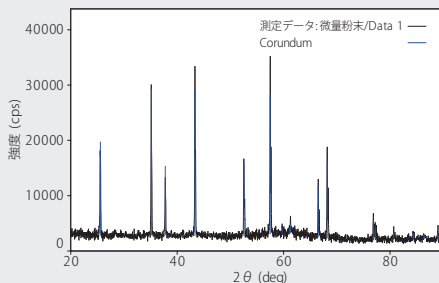
シリコン無反射試料ホルダーはシリコン単結晶を特殊な方位で切り出していますので、対称反射法による $2\theta/\theta$ 測定において、回折線やハローなどを生じず、低バックグラウンドの測定が可能です。したがって極微量試料や溶液を滴下して乾燥させた試料の測定に適しています。微量試料の測定で得られる微小ピークも高いPB比で測定することができます。



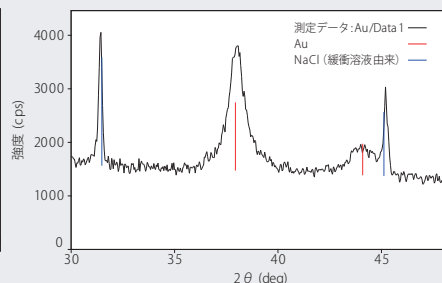
### 測定例

#### Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末・Auナノ粒子溶液の測定

微量試料の測定にガラス試料ホルダーを用いると、試料ホルダーからのハローにより微小ピークが埋もれるおそれがあります。無反射試料ホルダーを用いれば、わずか0.2 mgの微量粉末試料でも測定時間1分以下で定性分析を行うことができます。また、Auナノ粒子溶液0.1 ml (7.2 × 10<sup>11</sup>個/ml)を蒸発乾固させた試料でも約2分でAuの存在を確認できます。



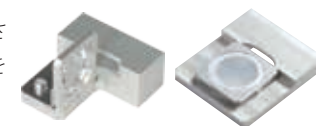
微量Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末(0.2mg)のX線回折パターン



Auナノ粒子溶液0.1mlを乾固させた試料のX線回折パターン

## 汎用試料ホルダー

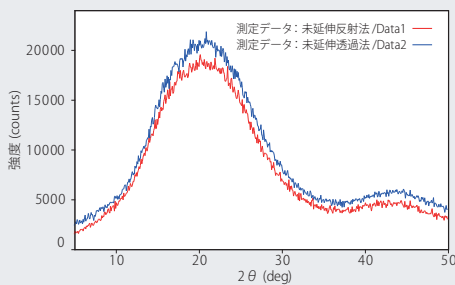
フィルムや繊維などの高分子材料は、延伸により分子軸が並び、特定の方位の結晶面による回折線が強く観察されます(選択配向)。この特性を利用して走査軸に対する試料の配置を変えて測定を行うことで、分子軸の方向を調べることができます。汎用試料ホルダーは、同一試料で反射法と透過法の2つの手法による測定が可能です。



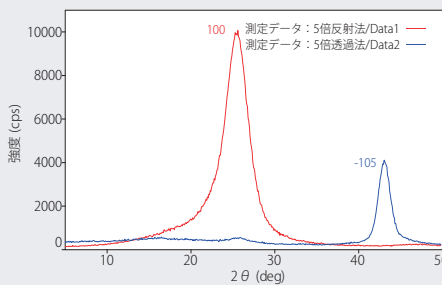
### 測定例

#### PETフィルムの測定

汎用試料ホルダーを用いて、未延伸と5倍延伸したPET (Polyethylene terephthalate)の反射法・透過法測定を行いました。未延伸のフィルムからは反射・透過にかかわらず非晶質に由来するブロードなハローパターンが得られました。5倍延伸したフィルムは延伸により分子軸が並び、反射法では100面が、透過法では-105面のピークが得られました。



未延伸PETフィルムのX線回折パターン



5倍延伸PETフィルムのX線回折パターン

## 標準

システム環境設定、マニュアル測定、汎用測定、多重プロファイル表示、ピークサーチ、リアルタイム角度補正、SmartLab Studio II Powder XRD プラグイン (基本)

## オプション

SmartLab Studio II Powder XRD プラグインのオプション (定性分析、DD法による定量分析、検量線による定量分析、応用解析、リートベルト解析)

## リートベルト解析例

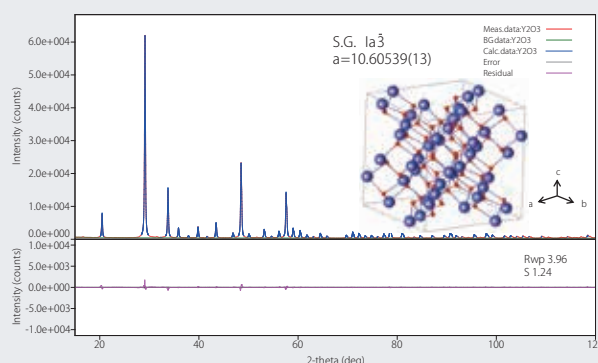
MiniFlexは卓上型装置でありながら高強度・高精度のデータを取得できるため、リートベルト解析も可能です。また、複数の結晶相が含まれている場合には、各結晶相の定量値を算出することもできます。

リートベルト解析は、得られたX線回折図形を用いて結晶構造、格子定数を精密化する手法ですが、初期パラメーターを適切に設定する必要があります。結晶学の知識と経験が必要です。SmartLab Studio II Powder XRD プラグインのリートベルト解析 (オプション) では、そのような初期パラメーターを自動で設定するため、誰でも簡単に解析できます。

### 解析例1

#### Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (セラミックス材料)の格子定数算出

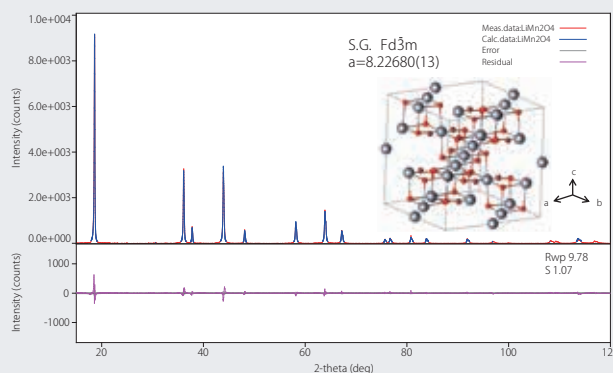
合成したセラミックスの品質管理には、格子定数の評価が必要です。SmartLab Studio II Powder XRD プラグインを用いると、定性分析からリートベルト解析まで簡単に実行できるので、格子定数を簡便に算出することができます。



### 解析例2

#### LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (リチウムイオン2次電池正極材料)の結晶構造解析

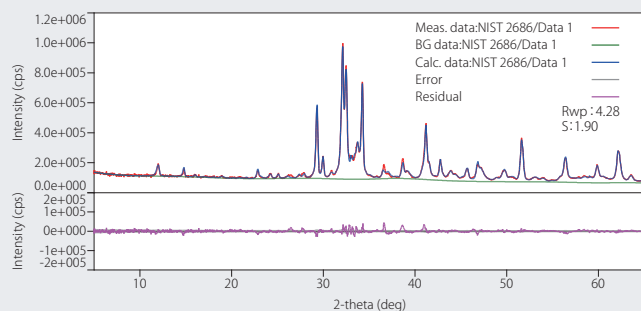
LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>は、リチウムイオン2次電池の正極材料としての用途が期待されている材料です。リチウムイオン2次電池としての特性は結晶構造に依存するため、それを把握することは非常に重要です。リートベルト解析を用いて原子位置、席占有率を求めることができます。



### 解析例3

#### NIST2686標準試料のリートベルト法による定量分析

セメントの原料であるクリンカーの組成は、その性質に大きく影響します。そのため、クリンカーの組成を把握することは非常に重要です。リートベルト解析により、検量線を必要とせずに含有成分の定量値を得ることができます。



#### リートベルト法によるNIST2686標準試料の定量分析結果

Components	Quantitative value (mass%)	Certified value (mass%)
Alite (C3S)	56.7 (4)	58.6 ± 4.0
Belite (C2S)	23.5 (4)	23.3 ± 2.8
Aluminate (C3A)	1.47 (7)	2.3 ± 2.1
Ferrite (C4AF)	14.0 (2)	14.1 ± 1.4
Periclase (MgO)	4.32 (10)	3.3 ± 1.9

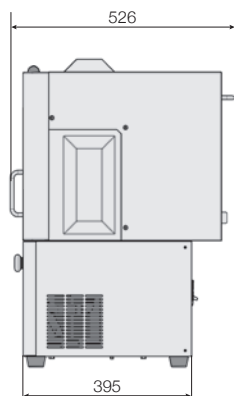
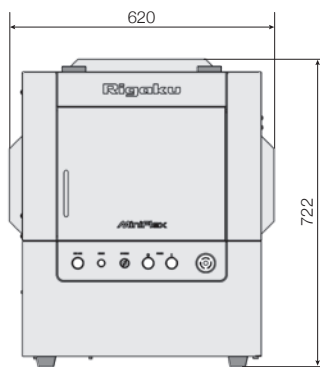
括弧は標準偏差を示し、56.7 (4)は56.7±0.4を表しています。

選べる  
本体カラー  
8色



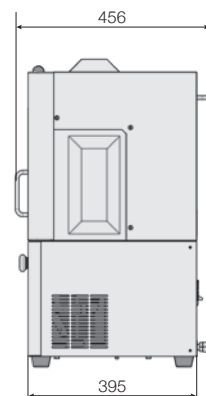
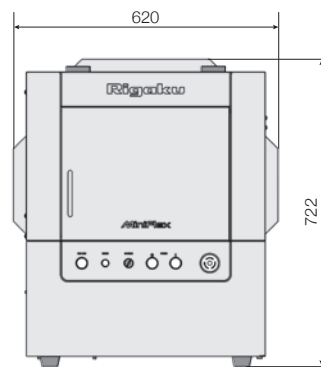
## 寸法図 (単位:mm)

MiniFlex600-C



質量: 約90 kg

MiniFlex600



質量: 約80 kg

## 仕様

		MiniFlex600-C	MiniFlex600
X線発生部	最大定格出力	600 W	
	定格電圧	20 ~ 40 kV (1 kVステップ)	
	定格電流	2 ~ 15 mA (1 mAステップ)	
	X線管	標準: Cu オプション: Co、Fe、Cr	
	焦点サイズ	1 mm×10 mm、0.4 mm×8 mm ほか	
	防X線カバー	インターロック機構付防X線カバー	
	送水装置	内蔵	オプション
ゴニオメーター部	スキャンモード	2θ/θ連動	
	ゴニオメーター半径	150 mm	
	2θ可動範囲	-3° ~ +145°	
	最小ステップ角度	0.005°	
	DS	標準: 連続可変、0.625°、1.25° オプション: 0.1 mm ほか	
Soller Slit	5°、2.5° ほか		
検出部	高速1次元検出器 D/teX Ultra2 または 2次元検出器 HyPix-400 MF		
コンピューター部	Windows® PC (ノートPC (タッチパネルディスプレイ対応可) はオプション)		

## 設置条件

		MiniFlex600-C	MiniFlex600
電源*	本体部	1φ AC100V±10% 50/60Hz 11A [15A] (アース付コンセント)	1φ AC100V±10% 50/60Hz 10A [15A] (アース付コンセント)
	コンピューター部	1φ AC100V±10% 50/60Hz 7A [15A] (アース付コンセント)	
	空冷循環式送水装置	本体に内蔵	1φ AC100V±10% 50/60Hz 10.5A [15A] (アース付コンセント) ※参考値: 460 (W) × 510 (D) × 570 (H) mm
アース	D種接地 接地抵抗100Ω以下 1系統 (専用接地のこと)		

\* ±10%は変動分です。使用する電源電圧が変動分を含んでこの範囲を超える場合は、ステップダウントランス等をご利用ください。

注1 付属の電源ケーブルは3mです。装置設置場所の分電盤の電流容量は、電圧変動部を考慮し、〔 〕内の数値以上の容量をご用意ください。

注2 MiniFlex600は、送水装置が別途必要です。詳しくはお問い合わせください。

注3 本体部、コンピューター部用の設置台をご用意ください。

# MiniFlex

## デスクトップX線回折装置

[www.Rigaku.com](http://www.Rigaku.com)



日本分析機器工業会規格 JAIMAS 0101-2001 に適合

\*カタログ中に掲載されている性能上の数値は、株式会社リガクによるテスト結果であり、他の環境下で常に同様の結果となることを保証するものではありません。

\*カタログ中の社名、製品名は各社の商標および登録商標です。

\*Windowsは、米国Microsoft Corporationの、米国およびその他の国における登録商標または商標です。

\*このカタログに掲載されている製品は、外国為替および外国貿易法の安全保障輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出する場合、または日本国外に持ち出す際は、日本国政府への輸出許可申請等、必要な手続きをお取りください。

製品改良にともない、やむをえず仕様・外観などを予告なく変更させていただく場合があります。ご了承ください。

株式会社 **リガク** 〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12  
☎(042)545-8111 (代表電話案内) FAX.(042)544-9795

東京支店 / 〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷4-14-4 ☎(03)3479-6011 FAX.(03)3479-6171  
大阪支店 / 〒569-1146 高槻市赤夫路町14-8 ☎(072)696-3387 FAX.(072)694-5852  
東北営業所 / 〒980-0804 仙台市青葉区大町1-2-16 ☎(022)264-0446 FAX.(022)223-1977  
名古屋営業所 / 〒461-0002 名古屋市東区代官町35-16 ☎(052)931-8441 FAX.(052)931-2689  
九州営業所 / 〒802-0005 北九州市小倉北区堺町2-1-1 ☎(093)541-5111 FAX.(093)541-5288

URL <https://www.rigaku.com>

### X線装置設置の届出について

X線装置の設置に際しては、下記の通り届け出が必要です。

- 中央省庁：装置設置の検査終了後30日以内に人事院へ
  - 公立機関：工事開始の30日前までに各都道府県の人事委員会へ
  - 民間機関：工事開始の30日前までに労働基準監督署へ
- 詳しくは、弊社支店・営業所までお問い合わせください。