

# Miniflex

## デスクトップX線回折装置



進化しつづけるMiniflex

 **Rigaku**  
見るチカラで、世界を変える

## デスクトップX線回折装置

**Miniflex**

超コンパクトな卓上型装置

高速・高強度測定を実現

豊富なアクセサリーで多用途対応

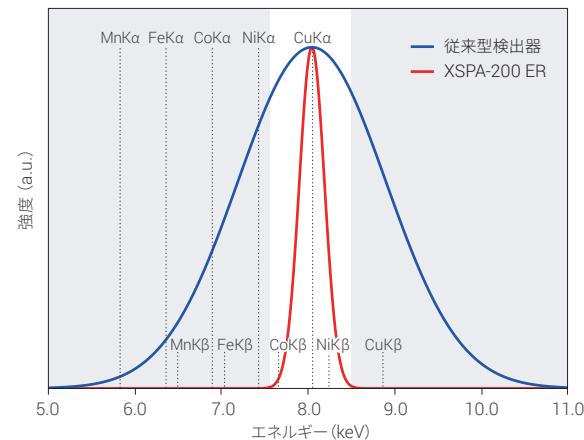
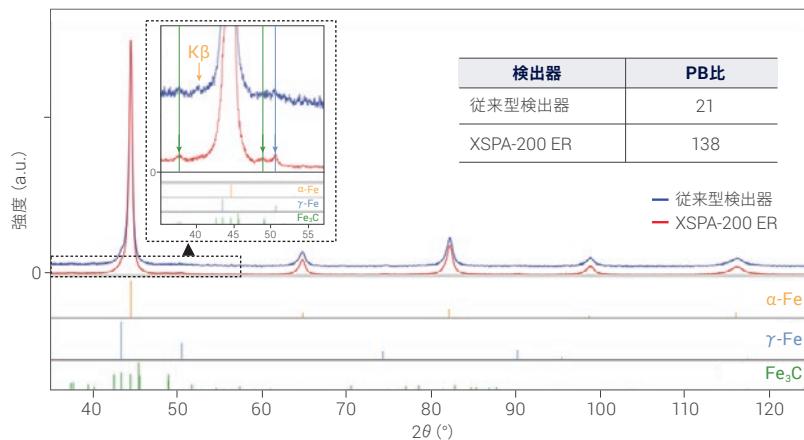


## シリーズ販売開始から半世紀以上－卓上XRDのスタンダード

- 0/1/2次元モードを備えたシームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-200 ERを搭載可能
- 強力な600 W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）
- 充実のアクセサリー
- 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<sup>\*</sup>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、高い安全性によりエックス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

### シームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-200 ERによる測定例



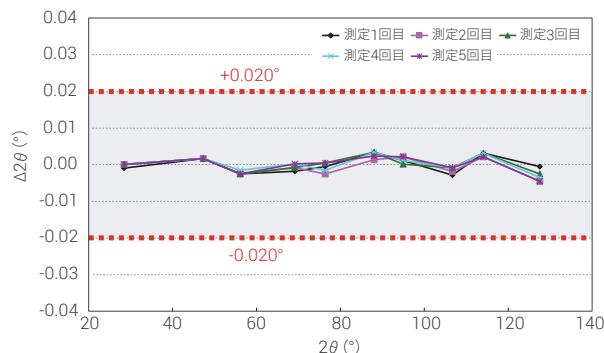
鉄鋼材料中の微量γ-Fe(残留オーステナイト)とFe<sub>3</sub>Cの測定：低BG化により、PB比が向上し微量相を明瞭に観測（左図）  
高いエネルギー分解能(CuのKα線に対して340 eV)（右図）

# 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。

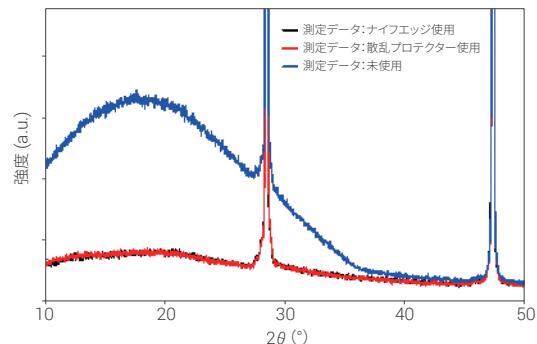
NIST-SRM640 Si粉末の基準角度に対する再現性



## 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

シームレス多次元ピクセル検出器

### XSPA-200 ER

受光面積  $164.32 \text{ mm}^2$ 、ピクセルサイズ  $75 \mu\text{m}$ 、最大カウントレート  $1 \times 10^5 \text{ cps/pixel}$  以上、エネルギー分解能  $340 \text{ eV}$  (Cu波長で蛍光X線低減モード使用時)、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

受光面積  $256 \text{ mm}^2$ 、ストリップサイズ  $100 \mu\text{m}$ 、最大カウントレート  $1 \times 10^6 \text{ cps/strip}$  以上、高速・高強度に測定できる優れた1次元半導体検出器です。



## 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°C、BTS 500は室温～500°CでのX線回折測定が行えます。

\* Anton Paar社製



コイン形電池試料台



気密試料ホルダー



ASC用気密試料ホルダー



回転試料台



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

## 試料ホルダー

アルミ試料ホルダー、ガラス試料ホルダー ( $0.2 \text{ mm}, 0.5 \text{ mm}$ )、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 ( $2 \text{ mm}, 0.2 \text{ mm}, 0.5 \text{ mm}$ )、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

## アプリケーション

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。

### 温調アタッチメント

BTS 150/500を用いると、温度可変XRD測定を手軽に行なうことができます。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。

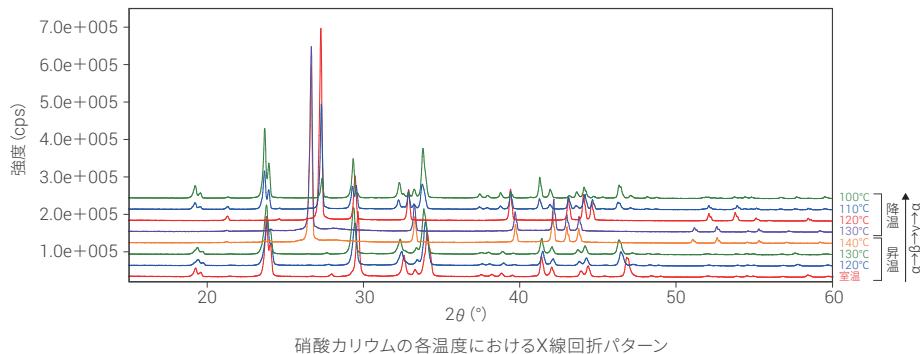


#### 主な仕様

温度範囲: -10 ~ 150 °C (BTS 150)  
室温~500 °C (BTS 500)  
雰囲気: 空気、不活性ガス、真空 ( $10^{-1}$  mbar)

#### 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α型から菱面晶のβ型に転移します。また、冷却過程では中間相のγ型を経て元のα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。



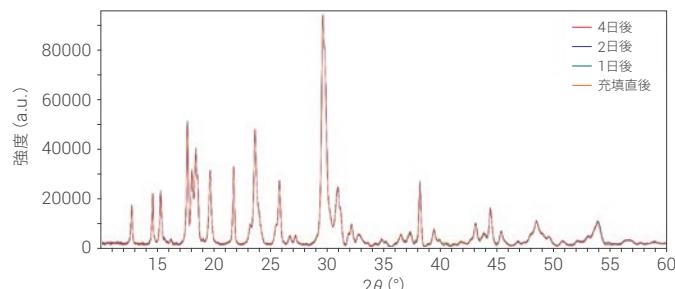
### 気密試料ホルダー

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: 気密試料ホルダーを用いたLi<sub>7</sub>P<sub>3</sub>S<sub>11</sub> (硫化物系固体電解質) の測定

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できます。(※気密時間は条件や環境により異なります)



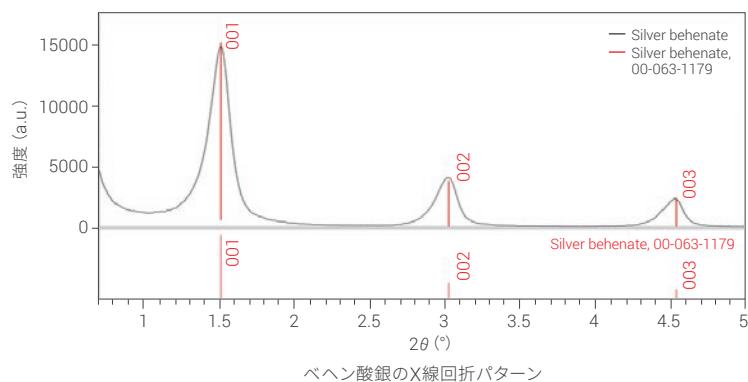
データ提供: 大阪公立大学 大学院工学研究科 林研究室

### 低角度測定対応

低分子医薬品などの有機化合物、粘土あるいは鉱物などの低角度領域に回折ピークが観測される試料も、正しい回折ピーク位置および相対強度を測定可能です。

#### 測定例: ベヘン酸銀を用いた低角度測定

ベヘン酸銀は約58.5 Å周期の構造を有するため、低角度側にX線回折ピークが現れます。低角度測定に対応した適切な光学系を用いることで得られる測定データは、ICDDデータベースに収録されている回折ピーク位置および相対強度と一致することが確認されました。



## コイン形電池試料台

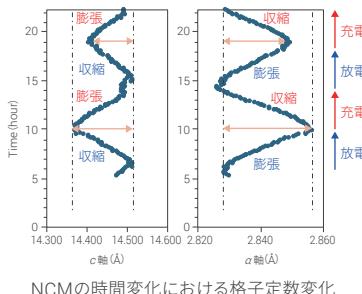
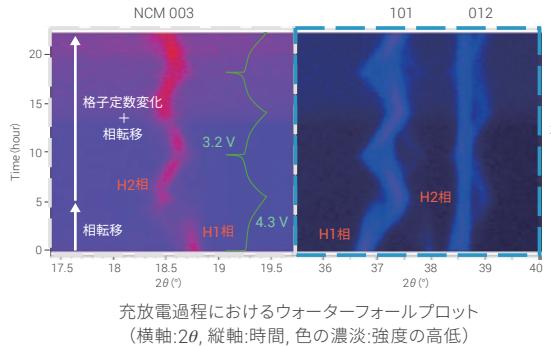
充放電装置 (BioLogic社製) とMiniFlexを接続し、充放電測定とX線回折測定を同期させたオペランド測定が可能です。



### 測定例：コイン形電池を用いた

$\text{LiNi}_{0.5}\text{Co}_{0.3}\text{Mn}_{0.2}\text{O}_2$  (NCM)  
正極のオペランド測定

NCMは層状型の正極材料として知られています。充放電過程における結晶相変化を調べた結果、1回目の充電時にはH1相からH2相への結晶相転移が確認されました。その後の放電および2回目以降の充放電では、Liイオンの脱離に伴う格子の膨張・収縮が観測されました。



※ BioLogic社製充放電装置および充放電ケーブルの延長ケーブル (1 m以上) をご用意ください。

※ BioLogic社製充放電装置の対応機種および他メーカーの充放電装置の対応機種についてはお問い合わせください。

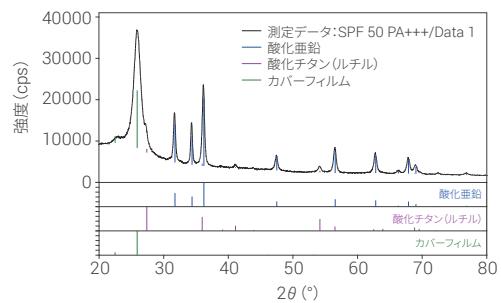
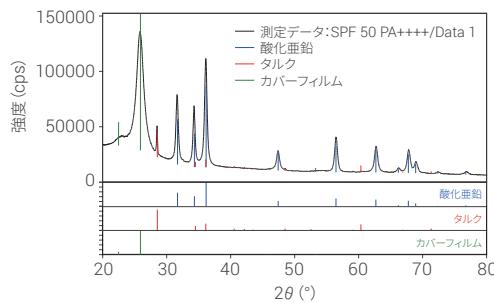
## 液体用試料ホルダー

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。



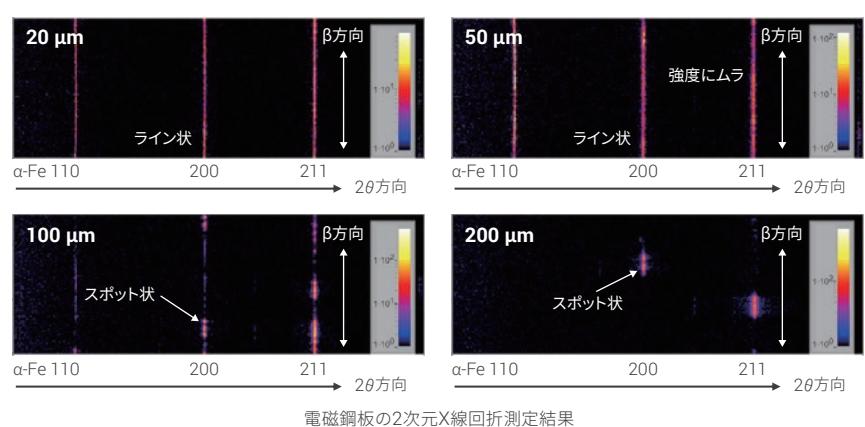
## XSPA-200 ERによる2次元X線回折測定

2次元X線回折測定によりデバイシェラーリングの状態から、粗大粒子や選択配向の存在などの試料状態の情報を得られます。

### 測定例：粒子径の異なる電磁鋼板の

#### 2次元X線回折測定

粒子径が  $20 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m}$ 、 $200 \mu\text{m}$  の異なる電磁鋼板について、2次元X線回折測定を行いました。得られたデバイシェラーリングを確認したところ、 $20 \mu\text{m}$ ではライン状を示していましたが、粒子径が大きくなるにつれてスポット状になることが分かりました。これは、粒子が粗大化することで、X線回折条件を満たす結晶粒の数が減少し、回折強度が特定の方位に集中するためと推察されます。このように、1次元X線回折パターンだけでは把握しにくい試料の状態を、2次元X線回折測定によって定性的に把握できます。



## アプリケーション

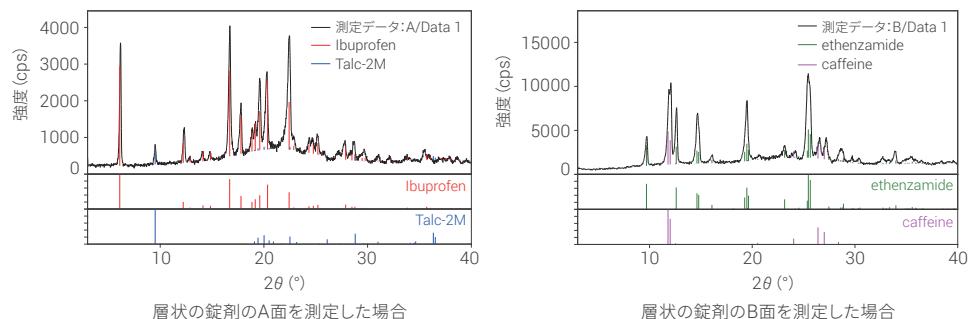
### ブロック試料ホルダー

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、回折線の幅が広がったりするため、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。



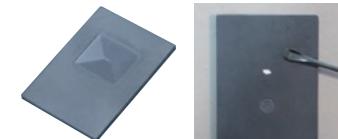
#### 測定例：解熱鎮痛薬の測定

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。



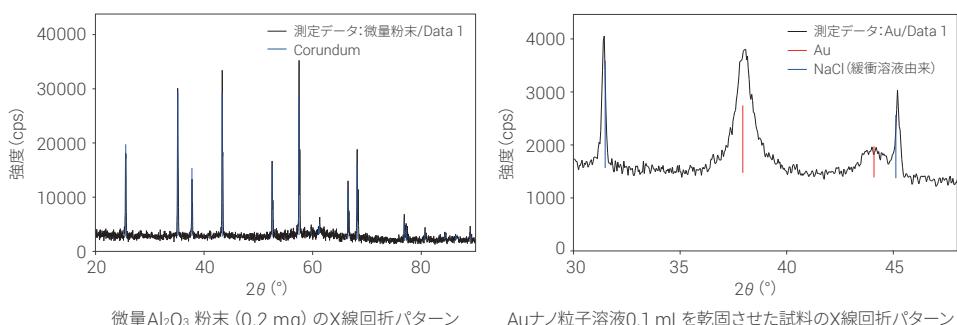
### シリコン無反射試料ホルダー

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るので、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。



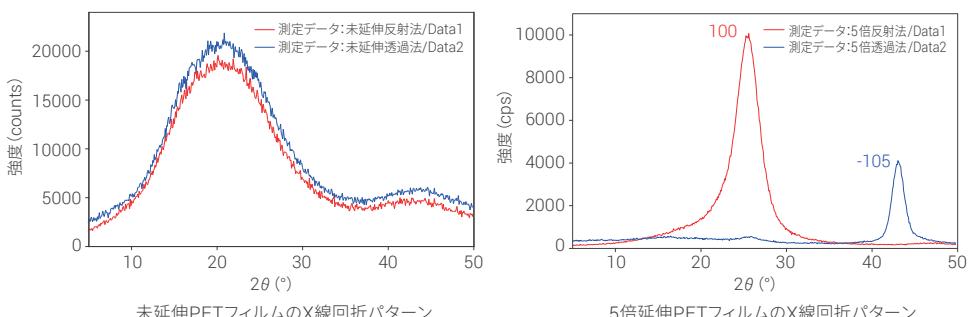
### 汎用試料ホルダー

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。



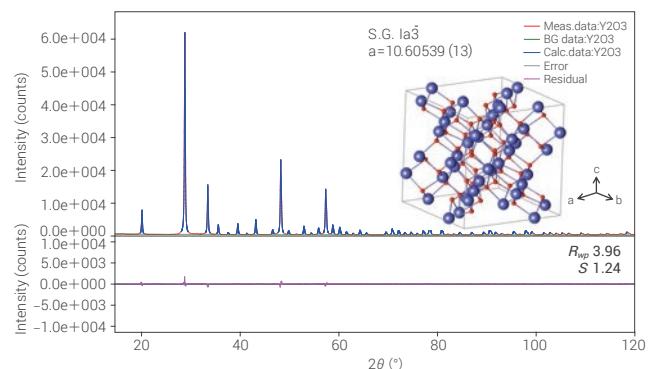
# リートベルト解析をより身近なものに

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。

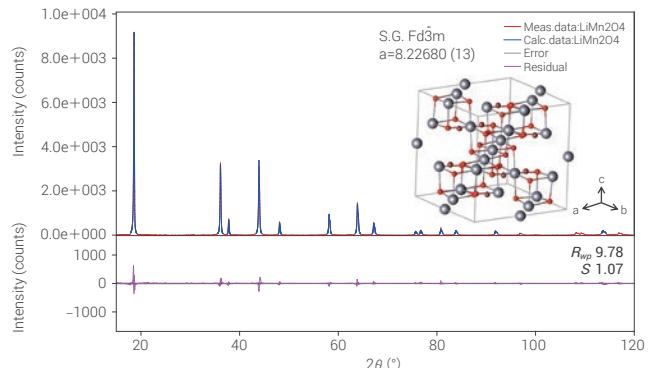
## 解析例1： $\text{Y}_2\text{O}_3$ （セラミックス材料）の格子定数算出

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、格子定数を簡単に算出することができます。



## 解析例2： $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ （リチウムイオン2次電池正極材料）の結晶構造解析

$\text{LiMn}_2\text{O}_4$ 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：NIST2688標準試料のリートベルト法による定量分析

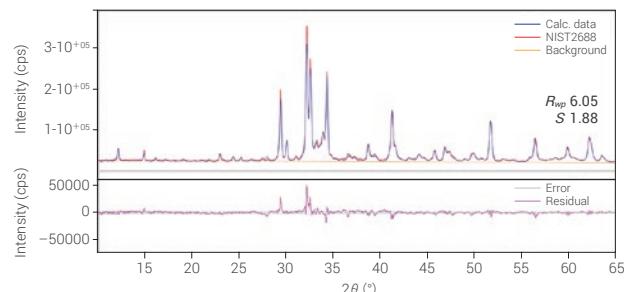
セメントの原料であるクリンカーの組成は、その性質に大きく影響します。そのため、クリンカーの組成を把握することは非常に重要です。リートベルト解析により、検量線を必要とせずに含有成分の定量値を得ることができます。

### リートベルト法によるNIST2688標準試料の定量分析結果

成分	定量値 (mass%)	認証値 (mass%)
エーライト ( $\text{C}_3\text{S}$ )	65.5 (3)	$64.95 \pm 1.04$
ビーライト ( $\text{C}_2\text{S}$ )	17.6 (3)	$17.45 \pm 0.96$
フェラライト ( $\text{C}_4\text{AF}$ )	11.7 (2)	$12.20 \pm 0.84$
アルミニネート ( $\text{C}_3\text{A}$ )	5.17 (13)	$4.99 \pm 0.50$

括弧は標準偏差を示し、65.5(3)は $65.5 \pm 0.3$ を表しています。

セメント化学における表記法:C=CaO、S=SiO<sub>2</sub>、A=Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、F=Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



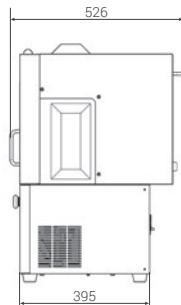
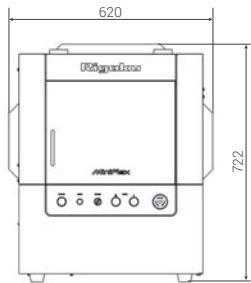
## MiniFlex

デスクトップX線回折装置

### 外形寸法 (単位:mm)

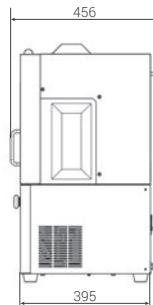
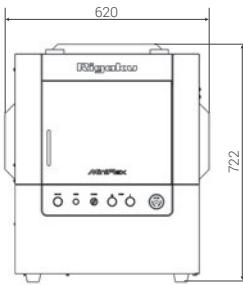
#### MiniFlex600-C

質量: 約90 kg



#### MiniFlex600

質量: 約80 kg



### 仕様

	MiniFlex600-C	MiniFlex600
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線発生部	X線管 標準: Cu オプション: Co, Cr ほか 焦点サイズ 1 mm×10 mm、 0.4 mm×12 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
スキャンモード	2θ/θ運動	
ゴニオメーター半径	150 mm	
ゴニオメータ一部	2θ可動範囲 −3°~+145° 最小ステップ角度 0.005°	
DS	標準: 連続可変、 1.25°、 0.625°、 0.25° 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 シームレス多次元ピクセル検出器 XSPA-200 ER	
コンピューター部	Windows® PC	

### 設置条件

	MiniFlex600-C	MiniFlex600
電源*	本体部 1φ AC100 V ±10% 50/60 Hz 11 A [15 A] (アース付コンセント)	1φ AC100 V ±10% 50/60 Hz 10 A [15 A] (アース付コンセント)
	コンピューター部 1φ AC100 V ±10% 50/60 Hz 7 A [15 A] (アース付コンセント)	
	空冷循環式送水装置 本体内蔵	1φ AC100 V ±10% 50/60 Hz 10.5 A [15 A] (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100 Ω以下	1系統(専用接地のこと)

\* 士10%は変動分です。使用的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3 m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。

\* 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。

\* 「MiniFlex」「SmartLab Studio」「D/teX」「XSPA」は、株式会社リガクまたはその関連会社の商標または登録商標です。

\* 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。

\* 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5-32-10 ☎ (03) 5312-7077 FAX. (03) 5312-7078  
大阪支店 / 〒564-0063 吹田市江坂町1-23-101 ☎ (06) 6879-1660 FAX. (06) 6879-1664  
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