

多目的 X 線回折装置
エンピリアン

Empyreon



**Malvern
Panalytical**
a spectris company

EMPYREAN

The intelligent diffractometer



「Empyrean」は、紀元前アリストテレスの宇宙論に始まり、後の中世では炎の要素を持つ「最高天」を意味します。炎のような技術革新を備え、はるかに高い天頂に座するオールインワンXRDシステムです。

目次

- P. 2 マルバーン・パナリティカル紹介
- P. 3 要素技術 ……X線管球、検出器、MultiCore、X線光学系
- P. 4 粉末 XRD ……相同定、相定量、リートベルト解析、結晶子径、結晶化度
- P. 5 粉末 XRD ……反射法、透過法、配向評価
- P. 6 薄膜 XRD ……薄膜法、逆格子空間マッピング、極点図
- P. 7 全自動 XRD ……相同定、薄膜法、反射率、小角散乱、残留応力
- P. 8 開発・品質管理評価 ……結晶多形、結晶化度、温度湿度可変 (*in-situ* XRD)
- P. 9 ナノ構造評価 ……小角 X 線散乱 (SAXS)
- P.10 ソフトウェア ……解析ソフトウェア High Score (Plus)
- P.11 アクセサリー ……サンプルステージ、チャンバ
- P.12 設置レイアウト・ユーティリティ

マルバーン・パナリティカルについて

1948 年設立、X線回折装置や蛍光X線装置などを製造、販売するパナリティカル社（オランダ）と1967 年設立、粒子計測装置やレオメーターなどを製造・販売するマルバーン社（イギリス）という長い歴史をもつ2つのメーカーが1つになり、誕生したのがマルバーン・パナリティカルです。

グローバルで 2,000名を超える従業員を持ち、アメリカ、ヨーロッパ、中国、南米などワールドワイドに拠点を置いています。

スペクトリス株式会社マルバーン・パナリティカル事業部は、マルバーン・パナリティカル社の日本事業部です。

従業員数は約 100名、東京と神戸を拠点に国内計 6ヶ所の営業所、2ヶ所のアプリケーションラボラトリにて装置の販売やサービス、サポートをご提供しています。



オランダオフィス



オランダ-X線回折ラボ



神戸事業所



東京事業所ラボ

長い歴史を支える確かな信頼性あるサービスとサポート

修理や保守点検をはじめ、お客様のご質問にお答えするコールセンターの設置、セミナーやワークショップなども開催しています。他にも、ホームページから技術資料や測定事例、ウェブ上で行うウェブセミナーなど、装置のご購入前からご購入いただいた後まで、あらゆる面でお客様をサポートいたします。



高い安定性と正確性を提供する要素技術

POINT

高効率かつ長寿命のEmpyrean X線管球

創立以来、X線管球を自社製造しています。
目的や測定対象物に合わせて最適なX線源をご提案します。

- ・安定した強度の長寿命セラミックス管球
- ・Cu, Cr, Co, Mo, Ag 他
- ・ノーマル、ファイン、高輝度ファインフォーカス 他

熱圧着でターゲット材を接合した平滑なアノードは特に低角領域での吸収損失を大幅に軽減します。効率的な冷却方式で温度を抑え長寿命を実現しました。ポイント/ラインフォーカス切り替えも簡単に行えます。

セラミックス絶縁X線管球



POINT

高速半導体検出器 PIXcel シリーズ

ピクセルサイズが $55 \mu\text{m}$ と非常に小さく、高い角度分解能が得られる検出器。また、走査方向のアレイ素子を積算できるため短時間で測定できます。1台で0D, 1D, 2Dに対応します。

PIXcel 検出器



POINT

X線光学系 Multicore iCoreとdCore

複数の異なる手法のXRD測定をソフトウェア上の設定のみで実施でき、材料の基本特性から研究開発向けの応用測定まで効率よくデータを取得することが可能です。

iCore と dCore



POINT

PreFIX™方式

マルバーン・パナリティカルのXRDモジュールはPreFIX方式を採用しています。自動モジュール認識機能に加え、アライメント不要のためアタッチメント交換が容易で、アプリケーションが異なっても迅速に光学系を構築できます。

- ・X線管球
- ・入射、受光光学系
- ・サンプルステージ
- ・検出器
- ・アクセサリ



基本の正解を知る「粉末 XRD」

POINT

さまざまな形態のサンプルをフレキシブルに測る

粉末、液体、錠剤、ウェハー、不定形サンプルなどをさまざまなサンプルホルダを用いて測定することができます。

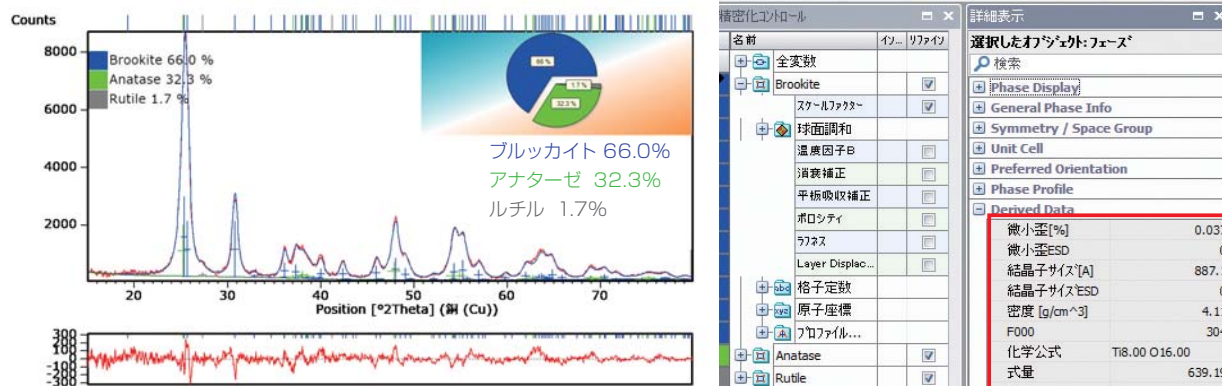
たとえばエアセンシティブな金属材料はパウチのまま、またはドーム型サンプルホルダもお使いいただけます。

反射測定から透過測定への切り替えも容易で配向性のある原薬や鉱物の評価も簡便に行うことができます。

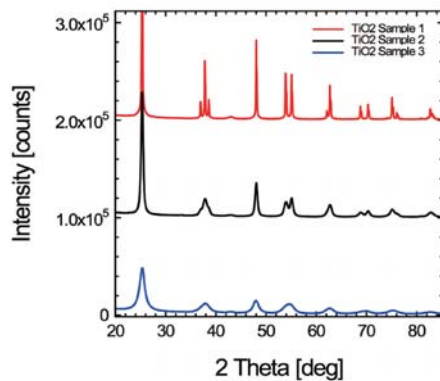
Empyrean なら原料から成形品まで一台で物質の結晶情報が得られます。



酸化チタンのリートベルト解析と結晶子径/歪



酸化チタンの結晶子径評価



結晶子径大

$$\beta = \frac{K\lambda}{D \cos\theta}$$

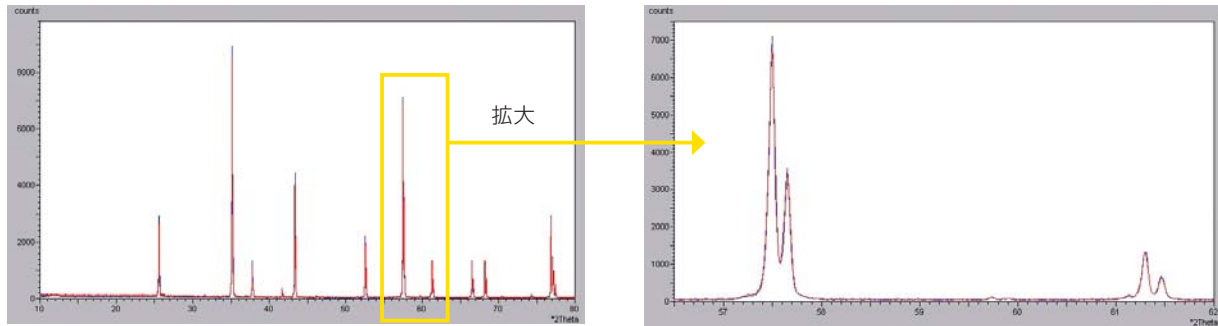
結晶子径小



POINT

2分で可能-高速・高分解能測定

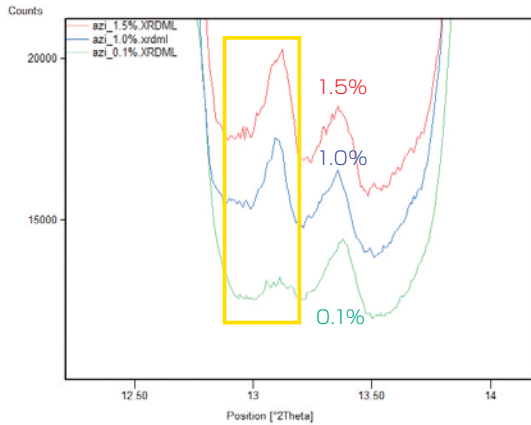
従来型で3時間かかる高分解能測定結果も、高速半導体検出器を用いると2分で得られます。



POINT

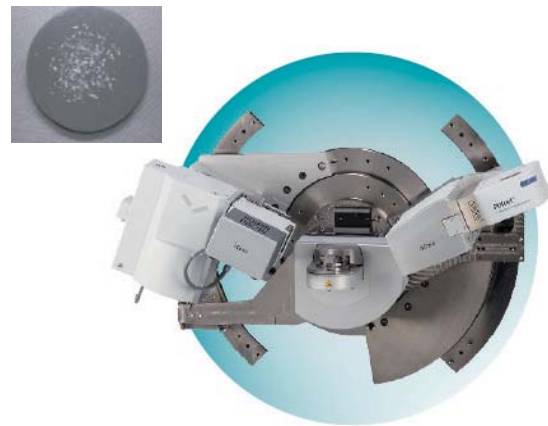
透過法の利用

透過法による0.1%の原薬の検出

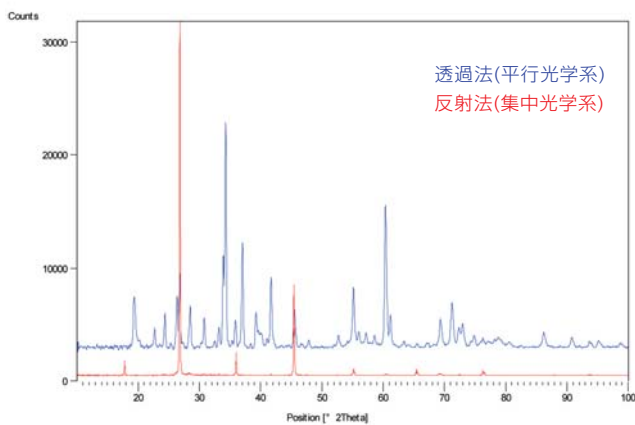


MultiCoreによる簡単光学系切替

反射光学系配置



透過法によるマイカ粉末の配向の抑制



透過光学系配置



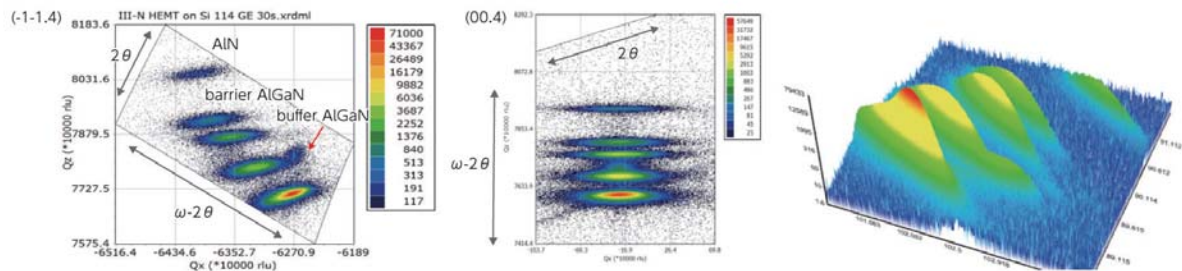
成膜状態や多層構造を評価する「薄膜 XRD」

POINT

超高速逆格子空間マッピング(Ultra-Fast RSM)

逆格子空間マッピングからは格子面間隔を基に緩和、組成、膜厚、モザイク度や超格子構造など多くの重要な層情報が得られます。わずか 30 秒でも逆格子空間マップが得られるため、サンプル間のスクリーニングや異なる面での多角的な層構造把握に有効です。

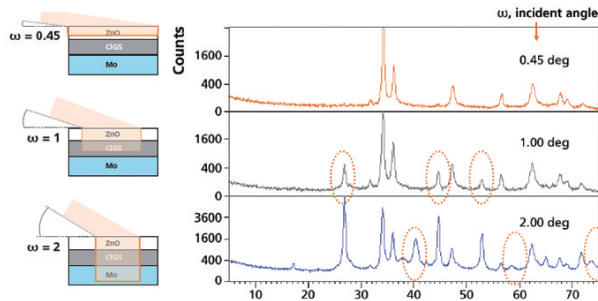
Si基板上的Ga_N-AlGa_N-Al_N層のUltra-Fast RSM



POINT

相の深度プロファイリング

平行化した X 線ビームの入射角を変化させ、異なる侵入深さのサンプルプロファイルを取得、薄膜サンプルの深さ方向別に結晶相の同定が可能です。

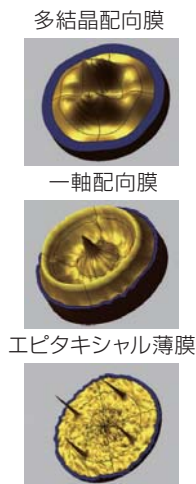
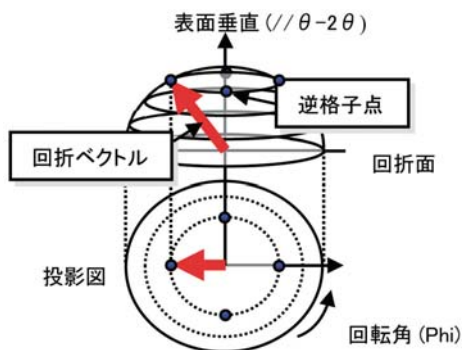


深度が上がると CIGS、Mo 層由来のピークが出現

POINT

5軸クレードルステージと極点図測定

薄膜測定、反射率測定、極点測定、残留応力測定などで回転軸 (ϕ)・煽り軸 (χ)・X 軸・Y 軸・Z 軸の 5 軸クレードルステージが活躍します。



5軸クレードルステージ



MULTICORE を用いた全自動切替測定

POINT

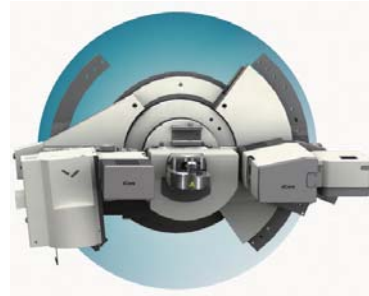
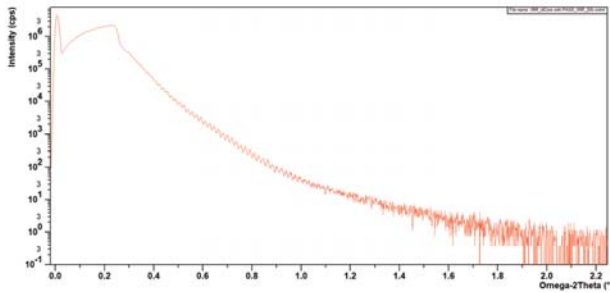
キャラクタリゼーションの効率化

MultiCore なら様々なアプリケーションを光学アタッチメント交換の必要なく測定できます。
反射法↔透過法の切り替えもソフトウェア上でのみの操作です。

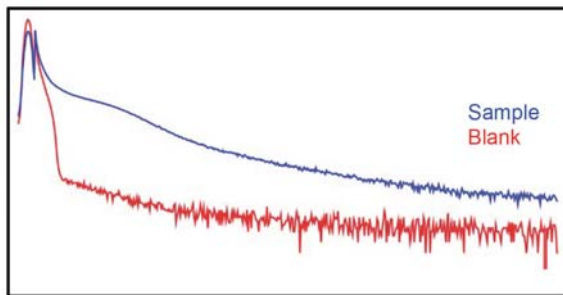
- 新材料開発の基礎データ取得、品質管理のルーチン測定
- 共通機器として幅広い分野での材料特性研究に活用
- 受託測定における測定条件最適化を迅速に達成



MultiCoreを用いた220nm薄膜層の反射率測定



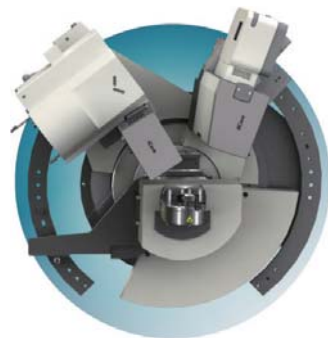
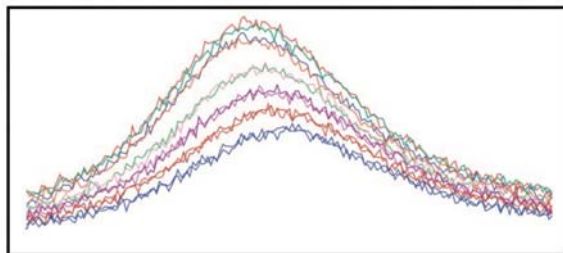
MultiCoreを用いた小角散乱測定



- サンプルスループット 30% 以上向上
- 40% 以上高い感度や速度で不純物検出
- 複数の測定条件の設定ミスや漏れの削減
- ユーザトレーニング時間を 30% 短縮

MultiCore がもたらす時間のゆとりが研究を促進します。

MultiCoreを用いた残留応力測定



開発から品質管理まで Empyrean 1 台で

POINT

前処理不要で回収もできる非破壊分析

たとえば医薬品候補分子化合物の探索から製剤化までの工程を Empyrean 1 台で評価することができます。

- 化合物の結晶構造研究
- 結晶多形スクリーニング
- 結晶形の識別
- 安定性と相互作用試験
- 製剤プロセスの最適化
- スケールアップ研究のためのオンライン測定
- アモルファス、ナノ結晶化合物の評価
- X線 CT による錠剤の微細構造分析
- 製品中の API / 賦形剤コントロール

ウェルプレートを用いた透過測定



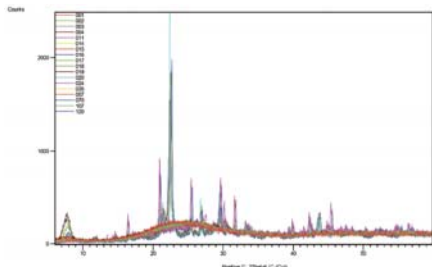
POINT

高速スクリーニングとクラスター解析

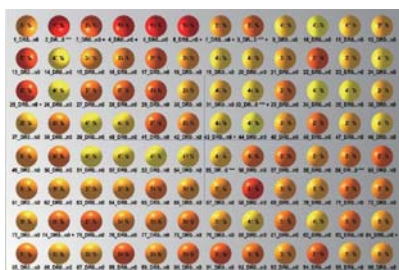
高速測定により得られた膨大な XRD プロファイルを自動クラスター解析し、結晶化度や定量値など任意のパラメータでグラフィック表示することができます。

一目で結晶多形を判別でき、医薬品の特性理解や合成条件構築を円滑にします。

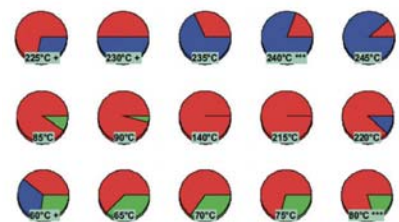
スクリーニング測定結果



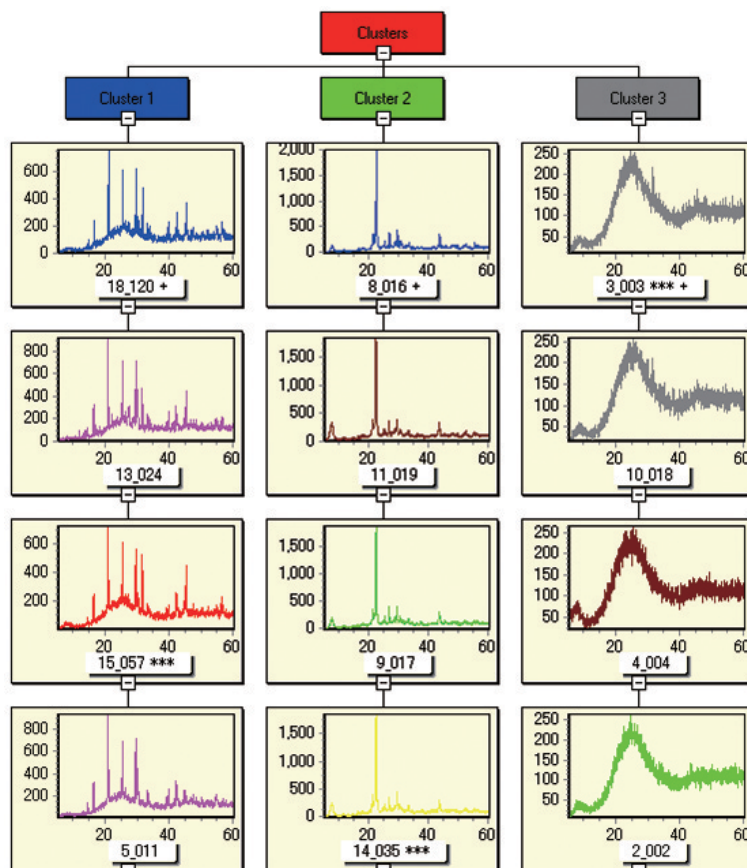
結晶化度による分類



結晶化度による分類



自動クラスター解析と分類



溶液も固体も「ナノ構造解析」

POINT

SAXS~WAXSを1台で得られるアタッチメントScatterX^{7B}

- カーボンやインク、ポリマーなどを希釈せずに測定
- ゲルや粉末、固体など様々な形態に対応
- 着色サンプルや蛍光体もナノ粒子径・形状情報を取得
- ScatterX^{7B}では SAXS に加えて WAXS も測定可能
- 5 ~ 70 °C の温調セルで生体サンプルの温度可変測定
- 2D SAXS/2D WAX 測定への拡張

SAXSアタッチメントScatterX^{7B}



ナノ溶液の充填



さまざまなサンプル形態に対応



セルを差し込むだけの試料室



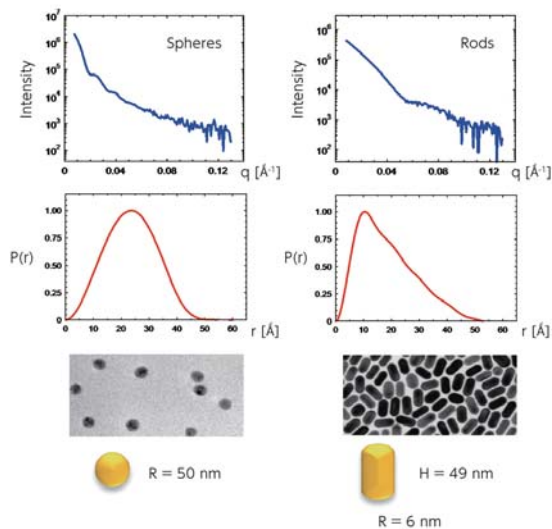
温調セル



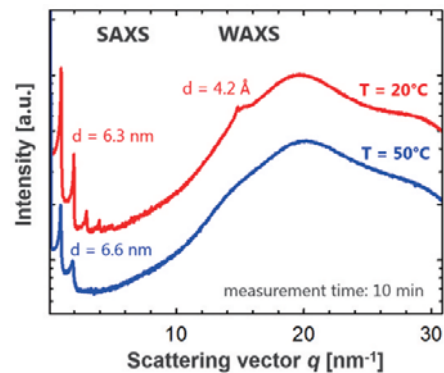
POINT

ナノ粒子径・形状・構造評価

異なる形状の金ナノ粒子の大きさと形状測定



異なる温度におけるリン脂質のSAXS+WAXS測定



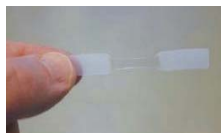
DPPC (ジパルミトイルホスファチジルコリン, 融点 = 41°C)

小角領域ではラメラ周期構造特有の等間隔ピークが見られる。広角領域では 20°C において観測される $d = 4.2 \text{ \AA}$ の脂質二重層中の炭化水素鎖由来のピークが、50°C になると脂質が溶けて消失する。

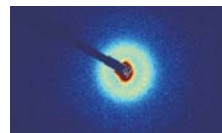
- 2D SAXS/2D WAXS

ポリマーや周期構造を持つ材料のナノ構造および配向性、応力変化等を 2D SAXS/2D WAXS で可視化することができます。

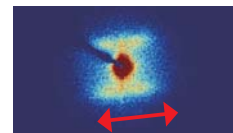
ポリエチレンサンプル



通常時の2D SAXS



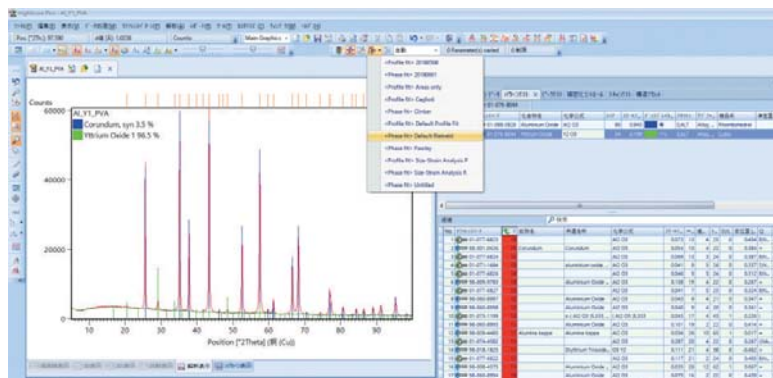
伸長時の2D SAXS



簡便さと柔軟さを両立するソフトウェア High Score(Plus)

POINT

ベースラインフィッティング、ピークサーチ、相同定まで3ステップ

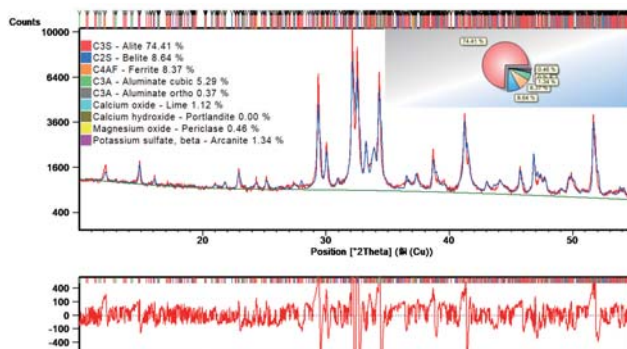


並べ替えボタンひとつで
データベースをクラスター分類

POINT

多くの成分が含まれる鉱物やスラグのリートベルト解析

鉱物やスラグなど、多くの結晶やアモルファス成分が含まれている複雑なパターンにも高次関数の変数や結晶の格子定数をフレキシブルに設定、フィッティングできます。



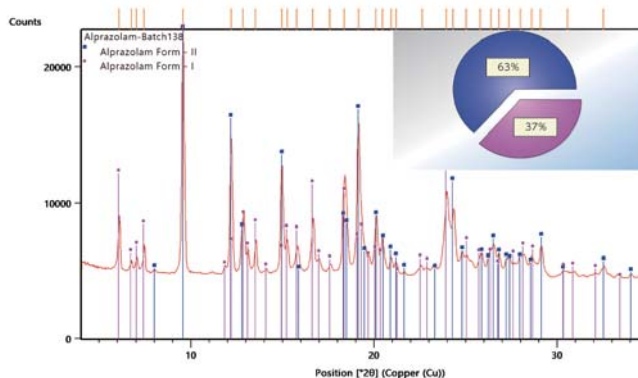
POINT

ユーザーデータベースを用いた結晶多形の高速同定・定量

あらかじめデータベースに登録しておいた標準試料中の回折ピーク位置と強度を用いて、未知サンプルを迅速に自動分析することができます。

多品目の合成化合物のスクリーニングや受託製造の品質管理に効果を発揮します。

アルプラゾラム(不安障害の治療薬)の結晶多形自動分析



Empyrean を彩るアクセサリ

POINT

多検体・多目的

多検体の迅速測定やアプリケーションに合わせたサンプルステージ 2 種類の検出器が搭載できるダブルディテクタームなど共通機器としても多目的用途としても対応します。

45試料型サンプルチェンジャ



XYZステージ



ダブルディテクターム



3軸クレードルステージ



POINT

in-situ 測定

低温から高温まで制御できる温度チャンバや、湿度可変、特殊ガス雰囲気下での測定に対応するチャンバ、スラリフローセル等、in-situ 測定用アクセサリも豊富です。

温度湿度可変サンプルチェンジャ
MHC



リアクターチャンバ
XRK600/XRK900



温度可変ステージ
TTK600



間接加熱型チャンバ
HTK1200N



直接加熱型チャンバ
HTK16/HTK2000



六角レンチ1本で取付、取外しができます



※アクセサリは一例です。
詳しくは営業にご相談ください。

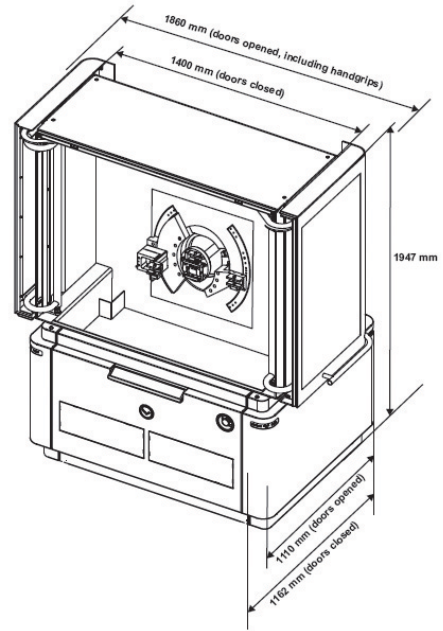
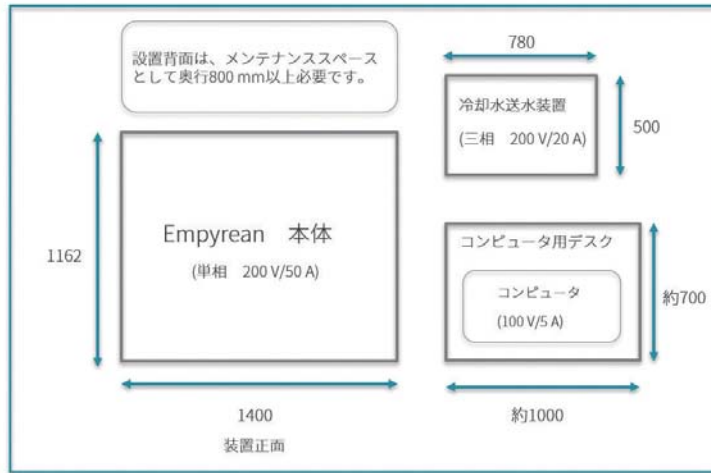
Empyrean 設置レイアウト・ユーティリティ

本体外観とユーティリティ

| | |
|---------------|--|
| 寸法、重量 | 1,400 x 1,162 x 1,947 (mm, W x D x H) 重量 1,050-1,200 kg (仕様による) |
| 冷却水装置 | 空冷屋内設置500 x 780 x 1,300 (mm, W x D x H) 水冷式あるいは屋外設置式等も選択できます |
| 圧縮空気またはコンプレッサ | 4-5 Bar |
| 電源 | 本体 単相200 V/50 A(最大), 冷却水装置 三相 200V/20A(最大), PC 単相100V/5A |

※アプリケーションによって使用する光学系、ステージ等が異なります。詳しくはお問い合わせください。

設置レイアウト例



お問合せ先

スペクトリス株式会社 マルバーン・パナリティカル事業部

東京事業所 〒105-0013 東京都港区浜松町1-7-3 第一ビル
TEL:03-5733-9511 FAX:03-5733-9288
ラボ併設

神戸事業所 〒650-0047 兵庫県神戸市中央区港島南町5-5-2
神戸国際ビジネスセンター北館511
TEL:078-306-3806 FAX:078-306-3807
ラボ併設

名古屋営業所 〒460-0003 愛知県名古屋市中区錦1-20-19
TEL:052-202-3050 FAX:052-220-6082

大阪営業所 〒532-0003 大阪府大阪市淀川区宮原5-1-18
TEL:06-6396-8501 FAX:06-6396-8505

福岡博多営業所 〒812-0016 福岡県福岡市博多区博多駅南1-11-27
TEL:092-473-3787 FAX:092-510-0536

福岡古賀営業所 〒811-3102 福岡県古賀市駅東2-8-12-203
TEL:092-943-1410 FAX:092-943-1420

取扱店

外観および仕様は改良のため、予告なく変更することがありますのでご了承ください。