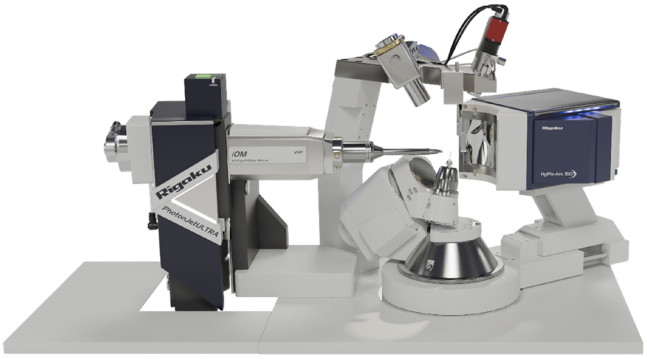
高輝度回転対陰極X線源PhotonJetULTRA搭載 単結晶X線構造解析装置 XtaLAB Synergy-DWシステム

—高強度かつ省エネルギー・長寿命の 最新型回転対陰極X線源搭載システム—

齋藤　康樹*



単結晶X線回折による構造解析は，有機化合物，無機化合物，錯体，タンパク質結晶など様々な物質の3次元構造の解明に使用されています．微小結晶などの微弱な回折線の測定や，高分解能かつ高い回折強度が求められる精密構造解析にはX線源の輝度や検出器の感度向上が効果的です．このたび紹介するPhotonJetULTRA搭載XtaLAB Synergy-DWは，輝度および強度の長期安定性が向上した新規設計のカソードと，自動光学系調整機構を備え，常に高強度のX線を結晶へ照射することが可能です．また，マルチトラック機構やX線出力の改善および出力モード選択，ターゲットのトルク改善により，従来のX線源よりも省エネルギー化・長寿命化しました．したがって，環境に優しく，ランニングコストを低減した設計となっています．

1.　はじめに

XtaLAB Synergyシリーズは多様なラインナップのX線源と高速κゴニオメーター，高感度検出器を搭載し，統合プラットフォームCrysAlis^{Pro}によって測定からデータ処理までを容易に行うことができる単結晶X線構造解析装置です．その中でも輝度の高い回転対陰極X線源を搭載したモデル（XtaLAB Synergy-R, DW）は微小結晶などの回折が微弱な結晶の測定に力を発揮します．このたび，XtaLAB Synergy-DWに新しく搭載可能なX線源として，さらに輝度の向上したPhotonJetULTRA（以下図中の略称PJULTRA）を開発いたしました．PhotonJetULTRAは輝度の向上だけでなく，X線ビームの強度安定度改善，長寿命化，省エネ化などの様々な特長を有しています．本稿では，これらの特長・機能について紹介いたします．

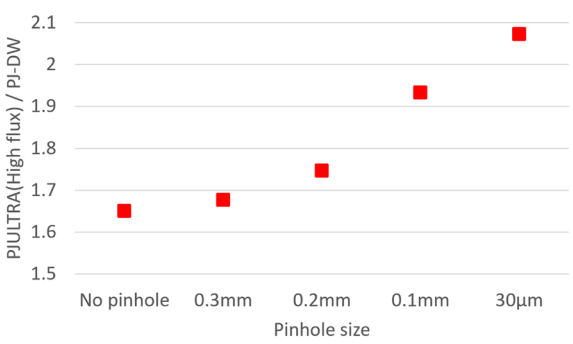


図1.　PhotonJet-DWに対するPhotonJetULTRA（1.2 kW, High fluxモード）のMo線源X線強度比.

*株式会社リガク　プロダクト本部ライフサイエンス

© 2026 Rigaku Corporation.

2.　特長

2.1.　X線強度の向上

PhotonJetULTRA では，新規設計したカソードを採用し，最大出力は従来の 1.2 kW を維持しつつ，焦点サイズを各出力モード（後述）に最適化することで輝度が向上しています．さらに，ターゲットをイオンプレーティング方式で作製することで，熱処理を行った堅牢な Cu カップを使用することができるようになり，X線強度が向上しました．PIN ダイオードを用いて実測した X 線ビーム強度では，従来の X 線源 PhotonJet-DW（以下図中での略称 PJ-DW）と比較して高い X 線強度が得られました．Mo 線源の PhotonJet-DW に対する PhotonJetULTRA の各ピンホールサイズでの X 線強度測定結果を図 1 に示します．特に，微小サイズのピンホールになるほど効果が大きく，同出力（1.2 kW）の High flux モードで Cu 線源では約 1.3 倍，Mo 線源では約 2 倍の X 線強度を達成しました．X 線強度の向上によって，数十 μm オーダー以下の微小結晶に対して，従来よりも高い回折強度が得られ，R 値の改善が期待されます．Mo 線源の大幅な X 線強度向上は，高分解能域の回折強度が求められる精密構造解析（電子密度解析）に有効です．

加えて，PhotonJetULTRA は標準で自動光学系調整機構 Intelligent Optics Module（以下 iOM, 図 2）を搭載しています．iOM はソフトウェア制御によって全自動で光学系を調整し，試料位置の X 線強度を最適化します．



図 2.　Intelligent Optics Module.

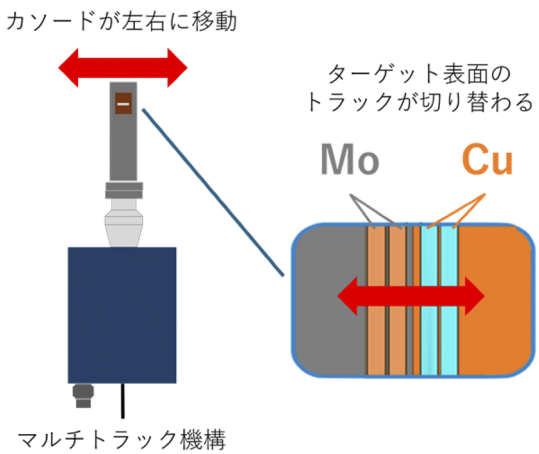


図 3.　マルチトラック機構模式図.

調整にエンジニアの訪問を必要とせず，ユーザーが日常的に調整することで，常に最高の性能が得られます．

2.2.　省エネルギー化・長寿命化

PhotonJetULTRA は様々な機能改善によって，従来の X 線源よりも長寿命化を実現しました．まず，従来は Cu, Mo 線源でそれぞれターゲットの 1 トラックを使用していましたが，カソードのマルチトラック移動機構により，各線源で 2 トラックを使用することができるようになりました（図 3）．ターゲットは使用するにつれて電子線照射位置の表面が浸食します．その結果，本来の焦点から位置がずれたり，表面が平坦でなくなって取り出し X 線が遮られたりすることで，強度が減衰していきます．トラックが複数位置になることで，一方のトラックで強度が減衰してきたら，もう一方に切り替えて使用できるため，より長時間ターゲットを使用できます．

また，X 線出力が最適化されています．Cu 線源における最大出力時の設定は従来と同じ 1.2 kW ですが，管電圧，管電流を 40 kV, 30 mA から 50 kV, 24 mA に最適化しました．この最適化によって，ターゲットの浸食が改善され，強度の減衰は従来よりも緩やかになりました．また，フィラメント温度が低下するため，フィラメントの寿命改善も見込まれます．

また，PhotonJetULTRA は用途に応じて出力を切り替えることができます．PhotonJetULTRA で選択できる出力モードは，従来の線源と同じ出力で輝度を向上した High flux モード（1.2 kW），負荷を低減しつつ焦点を絞ることで，微小結晶に対して High flux モードに迫る輝度を発揮する High brightness モード（800 W），ターゲットの回転数および出力を落として，大きいサイズの結晶の測定を低負荷で行う Eco モード（500 W）です．さらに，待機時は最低負荷かつターゲットの回転数を落とした Standby モードになります．低負荷のモードを活用することで，電力消費を抑え，X 線源の寿命を延ばすことができます．加えて，ターゲットのセパレーターを新規設計し，回転に必要なトルクを低減しているため，ターゲット動作時の消費電力も約 1 kW 削減しています．

2.3.　X線ビームの安定性改善

PhotonJet-DW の従来のカソードでは，熱膨張の影響でフィラメントの位置が少しずつ移動してしまい，立ち上げ時に強度が出るまで時間がかかったり，連続運転時の強度減衰の一因となっていたりしました．PhotonJetULTRA で新規設計したカソードでは，異なる材質を組み合わせることで，熱膨張によるフィラメント位置の移動を相殺し，安定性を高めることに成功しました．温度変化の大きい X 線立ち上げ時における，PhotonJet-DW と PhotonJetULTRA の X 線強度の推移を示します（図 4）．PhotonJet-DW では X 線立ち上げ直後は

© 2026 Rigaku Corporation.

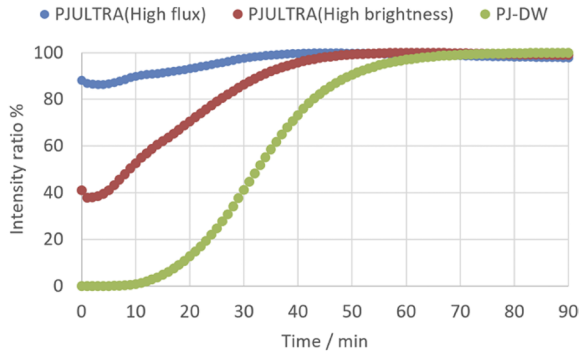


図4.　立ち上げ時のX線強度変化.

ほとんど強度が出ておらず，30分経過しても安定時の40%程度の強度です．それに対して，PhotonJetULTRAは立ち上げ直後からHigh brightnessモード(800 W)では40–50%付近，High fluxモード(1.2 kW)では80–90%付近の強度が出ており，スクリーニングなどの簡易的な測定を行うことができます．長期的な安定性においても，焦点サイズ・位置の変動が改善しており，先述の出力最適化と併せて，長期間安定したX線強度を維持します．

3.　測定事例

40 μm以下のサイズの白金酸カリウム(K_2PtCl_4)結晶をMo線源(High fluxモード)で測定した結果を示します(表1)．I/sig(I)はPhotonJet-DWに対して1.2–1.4倍近くの強度差が出ており，X線輝度の向上によって，実際に回折強度も向上しています．Mo線源ではPhotonJet-DWと比較してX線強度向上の効果が大きく，構造解析結果のR値も改善しています．

表1.　白金酸カリウムの測定結果.

Mo		Crystal size/μm				
		12.6	15.3	20.0	30.8	39.6
I/sig	PJ-DW	86.92	110.85	153.96	181.76	320.58
	PJULTRA	117.65	147.8	211.68		398.22
$R_{1\%}$	PJ-DW	0.99	0.75	0.64	0.74	0.75
	PJULTRA	0.77	0.68	0.62	0.57	0.72

次に，20 μmのYlid($C_{11}H_{10}SO_2$)をCu線源のHigh fluxモード(1.2 kW)およびHigh brightnessモード(800 W)で測定した結果を示します(表2)．High brightnessモードはHigh fluxモードに対しておよそ1.2倍の回折強度が得られており，微小結晶の測定にHigh brightnessモードが効果的であることがわかります．

表2.　YlidのHigh fluxモードとHigh brightnessモードにおける測定結果.

	High fluxモード	High brightnessモード	改善率
F^2	4071	4870	+19.6%
I/sig(I)	51.5	62.12	+20.6%
R_{int} %	1.8	1.5	

また，メトホルミン塩酸塩($C_4H_{12}ClN_5$)について，PhotonJetULTRAのMo線源(High fluxモード)で約50 μmの結晶，PhotonJet-DWで約70 μmの結晶を同一条件で高分解能測定し，同じ条件でデータ処理，精密構造解析を行いました．PhotonJetULTRAではPhotonJet-DWよりも小さい結晶を測定しましたが，PhotonJet-DWの約1.3倍のI/sig(I)を示し，R値も精密構造解析後のR_1がPhotonJet-DW 2.483%に対してPhotonJetULTRA(High fluxモード)2.111%と優れた値を示しました．価電子を含めて精密化した後の，残差電子密度マップに残る電子が少ないことからも，Mo線源の大幅なX線強度向上が，良質な回折データ収集に効果を発揮していることがわかります(図5)．

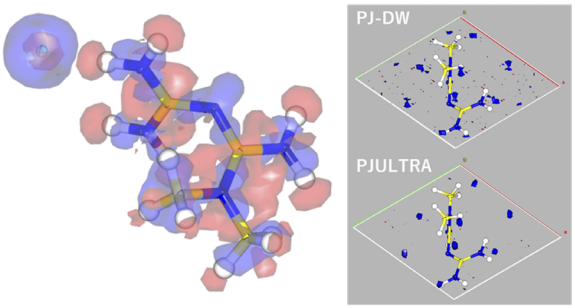


図5.　PhotonJetULTRAの測定データから得られた3D価電子密度マップ(左)，PhotonJet-DWおよびPhotonJetULTRAの精密化完了後の残差電子密度(右)．

4.　おわりに

強度が向上し，省エネルギーかつ安定性が増した最新型回転対陰極X線源PhotonJetULTRAを搭載したXtaLAB Synergy-DWシステムは，これまで以上に迅速なデータ収集を実現しながらも，ランニングコストを低減した装置です．Cu, Mo, Agのうち2線源の選択に対応しており，PhotonJetULTRAに加えて，昨年リニューアルされた高速κゴニオメーターを搭載しています．最新の技術を集積した単結晶構造解析装置を研究にご活用ください．

© 2026 Rigaku Corporation.