

蛍光X線分析（XRF）で元素分析のタイパ&コスパを改善！ 最適な試料前処理と自動化技術による効率向上の提案

2025年9月4日

株式会社リガク アプリケーションラボ

杉山 彩代

本セミナーについて

タイム・コストパフォーマンス、安全性を改善するソリューションとして、
蛍光X線分析（XRF）を紹介いたします

蛍光X線分析（XRF）は

前処理が簡単

- 作業時間が激減！
- 薬液がいらず安全！
- 属人化の解消で技術継承が簡単！

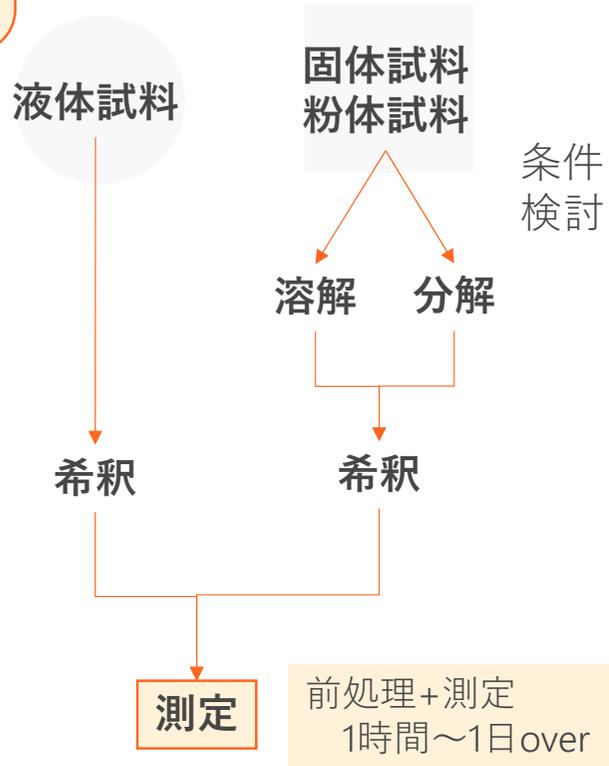
定量分析が簡単

- サポート機能で簡単に定量可能！
- 毎回の検量線作成が不要で、測定時間を短縮！

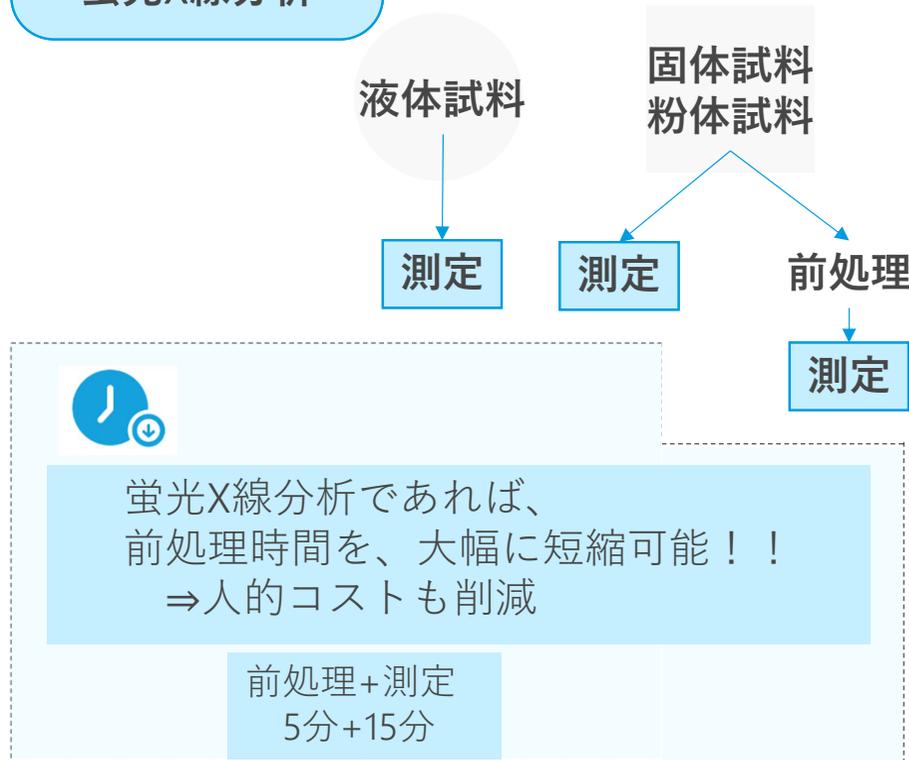
元素分析のタイム・コストパフォーマンス

湿式分析

- 元素の安定化
- コンタミケア
- 測定レンジ
- 装置安定化
- 検量線作成
- 洗浄・廃液等



蛍光X線分析



元素分析の利点と留意点

	湿式分析	蛍光X線分析 (XRF)
利点	<ul style="list-style-type: none"> 高感度 マトリックスの影響小 標準溶液が使用可能 さまざまな公定法に採用 	<ul style="list-style-type: none"> 液体,固体,粉体の測定が可能 ① 毎回の検量線作成が不要 容易なメンテナンス ppm～ mass%まで広い濃度レンジ
留意点	<ul style="list-style-type: none"> 溶液化が必須 毎回検量線を作成 メモリー効果 (装置への残留) 	<ul style="list-style-type: none"> マトリックスの影響 ② 検量線：標準試料が試料毎に必要 適切な残分設定が必要：妥当性の検証に経験が必要

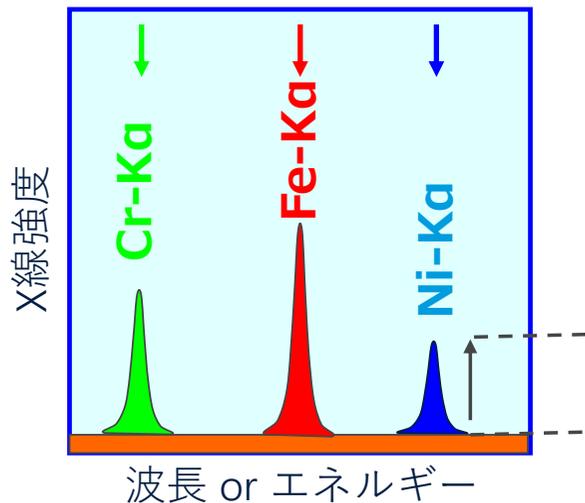
本セミナーの内容

タイム・コストパフォーマンス、安全性を改善するソリューションとして、
蛍光X線分析（XRF）を紹介いたします

XRFの基礎を紹介しながら

- ① 難溶解性試料など溶液化が困難な試料へのXRFの適用
（硫化物系固体電解質への適用例）
- ② XRFを用いた定量分析を簡単に行うためのサポート機能
（スタンダードレスFP法と検量線法）
- ③ 更なる効率化のための全自動化技術の取り組み

蛍光X線分析 (XRF) の原理



定性分析

ピーク位置の波長 or エネルギーをチェック

どの元素が含まれているか分かる

定量分析

標準物質と比較

どれくらい元素が
含まれているか分かる

スタンダードレスFP法

検量線法

蛍光X線分析（XRF）の試料前処理

- XRFでは、試料をそのまま測定可能！
- 装置に非接触で、メモリー効果（装置への残留）なし！



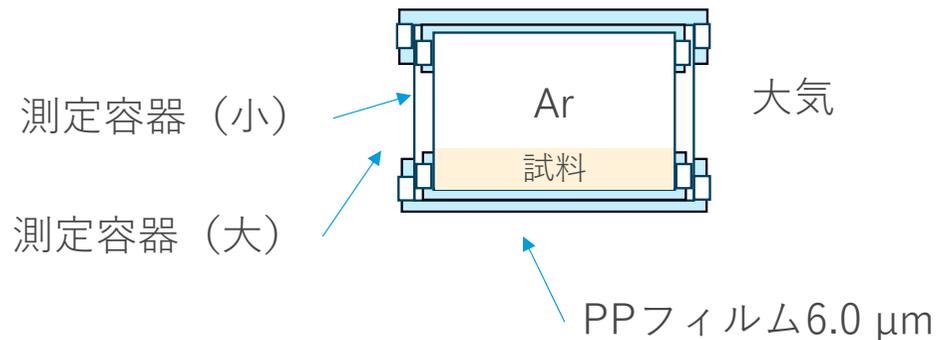
硫化物系固体電解質の分析：二重密閉試料容器

- 全固体電池に使われる固体電解質の組成分析
- 硫化物は大気中の水分と接触すると硫化水素を発生
⇒大気非暴露で取り扱わなければならない
- 湿式分析では、特殊な前処理を実施している

取扱い・溶液化が
非常に危険



二重密閉試料容器を用いた前処理方法



特許出願中

硫化物系固体電解質の分析：二重密閉試料容器

Sigma-Aldrich

916137
Lithium phosphorus sulfur
chloride (LPSCl) powder



battery grade

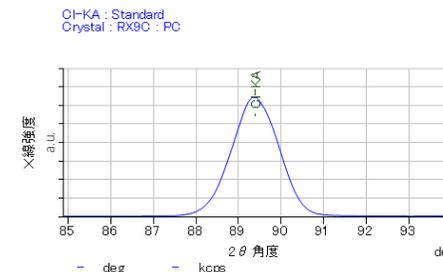
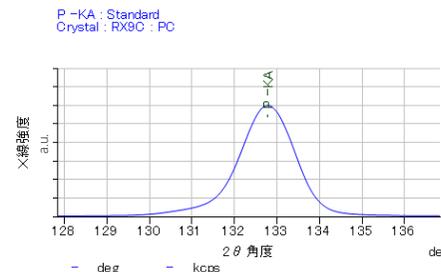
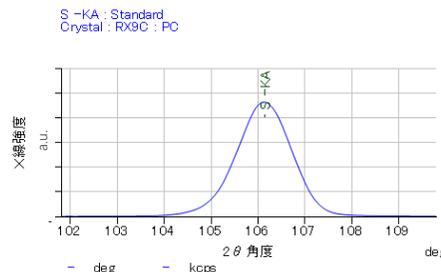
試料量：1.0 g

測定雰囲気：大気

単位 mass %

成分	Li	P	S	Cl
化学組成	16	12	60	13
分析値	—*	13.0	58.8	12.7

* Liは固定値として設定



溶液化が困難な試料の元素分析に、XRFを適用することにより、
時間短縮や安全性向上が図れます！

本セミナーの内容

タイム・コストパフォーマンス、安全性を改善するソリューションとして、
蛍光X線分析（XRF）を紹介いたします

XRFの基礎を紹介しながら

- ① 難溶解性試料など溶液化が困難な試料へのXRFの適用
（硫化物系固体電解質への適用例）
- ② **XRFを用いた定量分析を簡単に行うためのサポート機能
（スタンダードレスFP法と検量線法）**
- ③ 更なる効率化のための全自動化技術の取り組み

蛍光X線分析（XRF）における定量分析

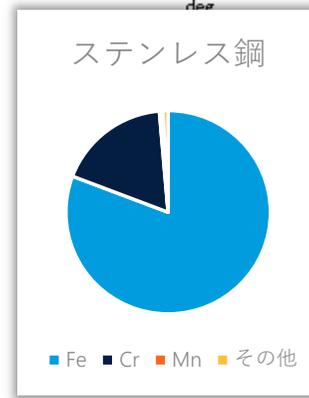
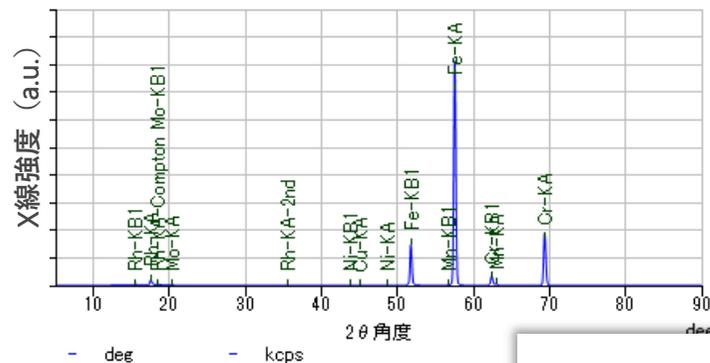
- **スタンダードレスFP法** ⇒スクリーニング分析
 - 標準試料が不要
 - 未知試料の測定のみで含有量を算出
 - 全体像把握が短時間で可能
- **検量線法** ⇒品質保証
 - 未知試料の測定時間が最小限
 - 精度が高い
 - 検量線は長期的に使用可能

スタンダードレスFP法 (SQX分析)

- 全元素の定性分析
- 測定強度と感度ライブラリから一次含有率を算出
- 理論強度から含有率を推定
- 合計含有率を100 mass%に規格化
- 収束するまで計算を繰り返す

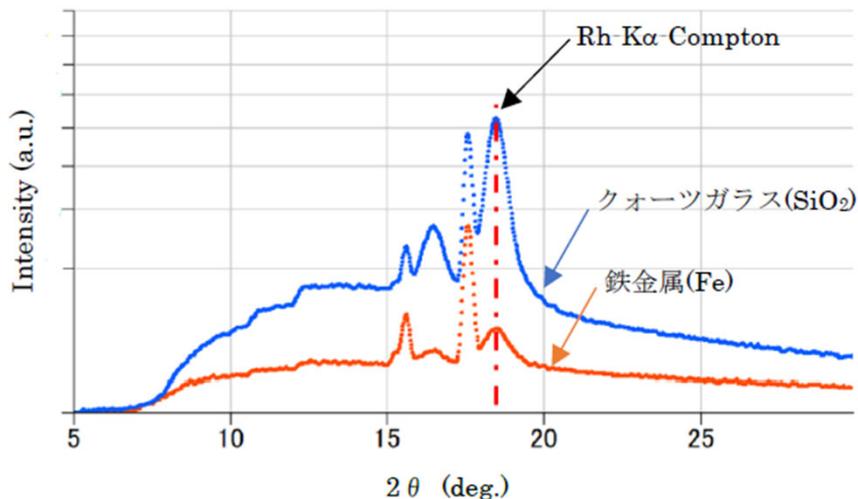
非測定成分があるときは
残分 (バランス) を設定します

Heavy : Standard
Crystal : LiF(200) : SC



残分設定の妥当性評価：コンプトンフィット係数

コンプトン散乱線強度は、
試料中の軽元素の種類・量の影響を反映



■ コンプトンフィット係数

$$\text{Compton Fit係数} = \frac{\text{コンプトン散乱線理論強度}}{\text{コンプトン散乱線測定強度}}$$

- $0.9 \leq X \leq 1.1$ 妥当性が高い
- $X < 0.9$ 非測定軽元素情報が不足
- $1.1 < X$ 非測定軽元素情報が過剰

残分や成分モデルの妥当性が評価可能



残分設定の妥当性評価：コンプトンフィット係数

(例) スkimミルク中のミネラル (Mg,Ca,Zn) の定量

試料：NIST 1549 Non-fat Milk Powder



NEW

残分：なし

	分析値	認証値
Mg	0.73 mass%	0.12 mass%
Ca	37 mass%	1.3 mass%
Zn	2337 ppm	46 ppm

Compton fit : 0.03

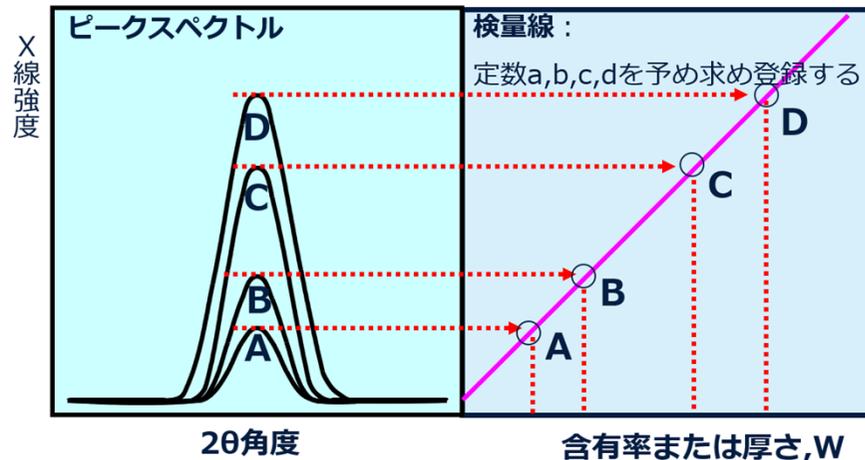
残分：Protein

	分析値	認証値	一致度
Mg	0.10 mass%	0.12 mass%	86 %
Ca	1.2 mass%	1.3 mass%	91 %
Zn	47 ppm	46 ppm	102 %
Protein (残分)	94.1 mass%	-	-

Compton fit : 1.09

検量線法

- 標準試料情報の入力
- 適切な条件を選定
- 検量線作成
 - 必要であれば補正の検討
- 検量線は長期的に使用可能
- 定量元素のみを測定するので時間が短い



知識・経験がなくても、検量線が作成できる自動設定機能

測定条件の最適化：検量線測定条件の自動設定



成分選択

追加成分

● 元素

分析パラメータ設定

分析情報 測定条件

成分 Cr 分析線 Cr-KA PHA 100 - 300

測定径 30

測定線

- Cr-KA
- Mn-KA
- Fe-KA
- Ni-KA
- Mo-KA

検量線計算結果

成分 Cr 分析線 Cr-KA

検量線

1次式(直線)

$C = 9.47679e-003$
 $D = 6.11261e-001$
 正確度 : $1.92709e-001$
 相関係数 : $9.98656e-001$
 検出下限 : N.A.

定点試料 なし
 内標準線 なし

マトリックス/重なり補正

タイプ	成分	係数
A(吸収/含有率)	Ni	($3.94886e-003$)
A(吸収/含有率)	Cr	($1.23182e-002$)
A(吸収/含有率)	Mo	($3.13737e-002$)
A(吸収/含有率)	Mn	($4.96076e-003$)

検出下限 計算 閉じる

● 認証値 ● 参考値 ● 非選択 ◇ 補正後

自動設定機能を使うと、知識・経験が少なくても検量線が作成できます

本セミナーの内容

タイム・コストパフォーマンス、安全性を改善するソリューションとして、
蛍光X線分析（XRF）を紹介いたします

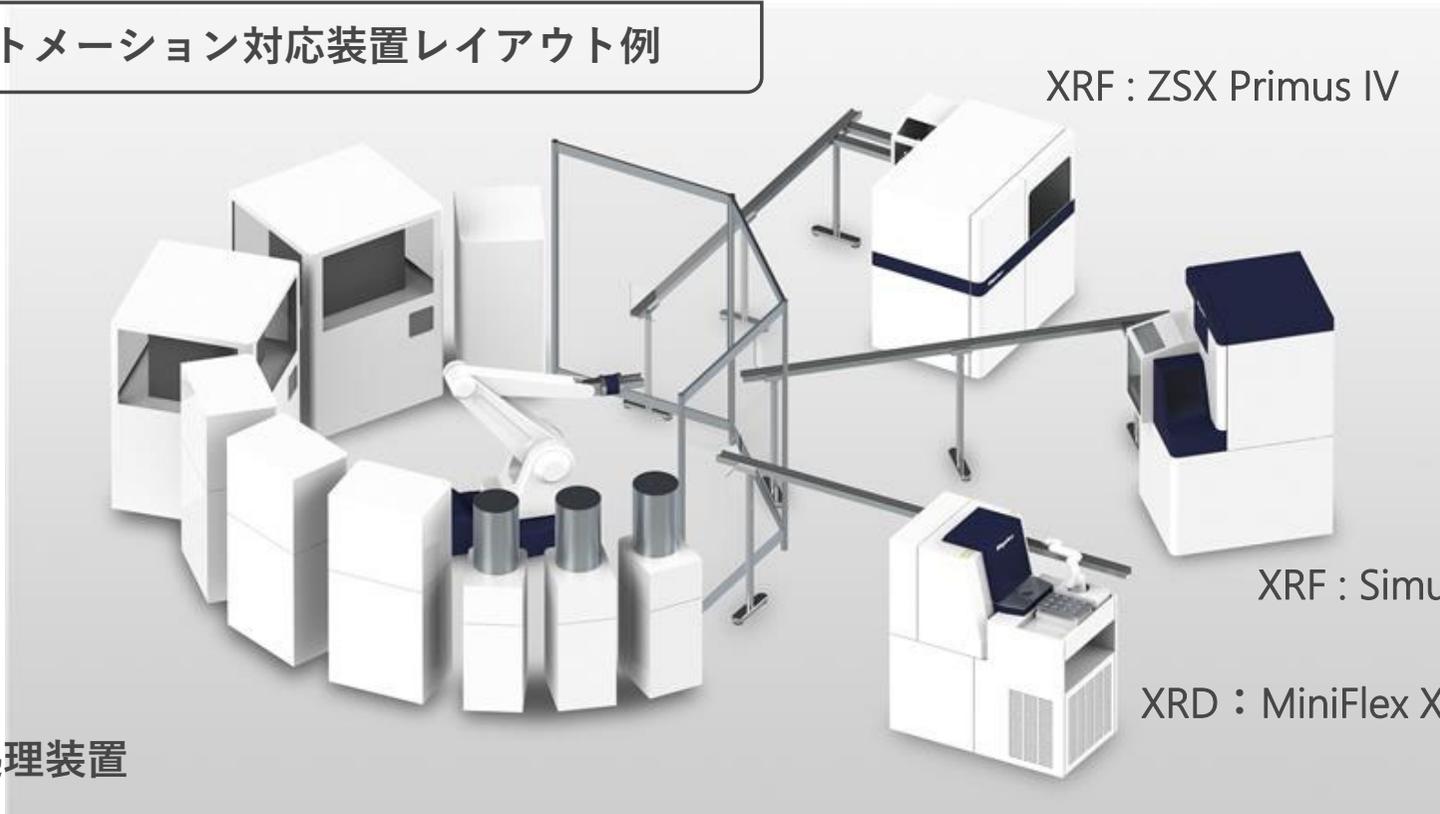
XRFの基礎を紹介しながら

- ① 難溶解性試料など溶液化が困難な試料へのXRFの適用
（硫化物系固体電解質への適用例）
- ② XRFを用いた定量分析を簡単に行うためのサポート機能
（スタンダードレスFP法と検量線法）
- ③ **更なる効率化のための全自動化技術の取り組み**

前処理～測定の自動化

オートメーション対応装置レイアウト例

前処理装置



XRF : ZSX Primus IV

XRF : Simultix 15

XRD : MiniFlex XpC



効率向上



安全性向上



属人化解消

前処理～測定の自動化：自動粉碎・プレス～測定

HP-MA※（粉碎）

- 共洗い
- バインダー混合
- 粉碎
- 洗浄（Dry, Wet）

HM-PA※（プレス）

- 共プレス
- プレス
- 清掃

XRF

- ZSX Primus IV

XRD

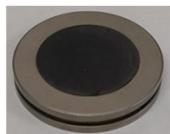
- MiniFlex XpC



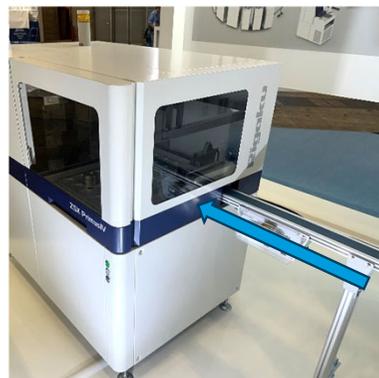
HERZOG



※HERZOG社製



接続



ブラックマスの分析結果（XRF）

定性分析結果

処理対象ファイル: BM-Herzog

SGX 計算 スペクトル ピークリスト

計算条件変更 計算 印刷 材料判別 有元率出力

試験名: BM-Herzog 分析日時: 2025-5-7 13:38

試験タイプ: 粉末 試片形状: 全膜

マップングソフト: 合計重量厚さ: 1628.9172 mg/cm2

試験プログラム使用補正: 不純物補正:

成分	分析値	単位	標準偏差	検出下限	分析値	>検出値	検出位置	分析深さ(mm)
Total	1628.9172	mg/cm2			1628.9172			
F	2.5973	mass%	0.26054	0.25430	F-KA	0.1323	2.5973	0.0010
Na	0.0084	mass%	0.01149	0.01050	Na-KA	0.0080	0.0084	0.0016
Al	4.7255	mass%	0.23768	0.00558	Al-KA	54.9459	4.7255	0.0007
Si	0.0581	mass%	0.00481	0.00149	Si-KA	0.0234	0.0581	0.0050
P	0.0559	mass%	0.04453	0.00209	P-KA	25.6870	0.0559	0.0069
S	0.1846	mass%	0.01174	0.00168	S-KA	5.9537	0.1846	0.0092
Cl	0.0232	mass%	0.00373	0.00029	Cl-KA	0.1578	0.0232	0.0130
Ca	0.0437	mass%	0.00409	0.00432	Ca-KA	0.0811	0.0437	0.0377
Mn	6.5126	mass%	0.11164	0.00558	Mn-KA	190.1756	6.5126	0.1192
Fe	0.2273	mass%	0.00194	0.00072	Fe-KA	10.6268	0.2273	0.1496
Cu	0.9020	mass%	0.19918	0.00402	Cu-KA	215.2337	0.9020	0.3220
Ni	17.1981	mass%	0.51492	0.00739	Ni-KA	815.5394	17.1981	0.1491
Zn	1.4705	mass%	0.05549	0.00295	Zn-KA	70.1010	1.4705	0.1331
Pb	0.0037	mass%	0.00074	0.00034	Pb-KA	3.7946	0.0039	0.0095
Pb	0.0037	mass%	0.00062	0.00237	Pb-KA	0.9640	0.0037	0.2089
Zr	0.1751	mass%	0.00747	0.00219	Zr-KA	30.1127	0.1751	0.4004
Balance	59.9291	mass%			Rb-KAG	17.2026	59.9291	
Herzog	0.1165						0.1165	

挿入 削除 変更 追加 スペクトル

前処理～測定の自動化：自動粉碎・プレス～測定

HP-MA※ (粉碎)

- 共洗い
- バインダー混合
- 粉碎
- 洗浄 (Dry, Wet)

HM-PA※ (プレス)

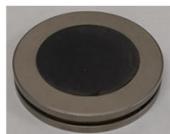
- 共プレス
- プレス
- 清掃

XRF

- ZSX Primus IV

XRD

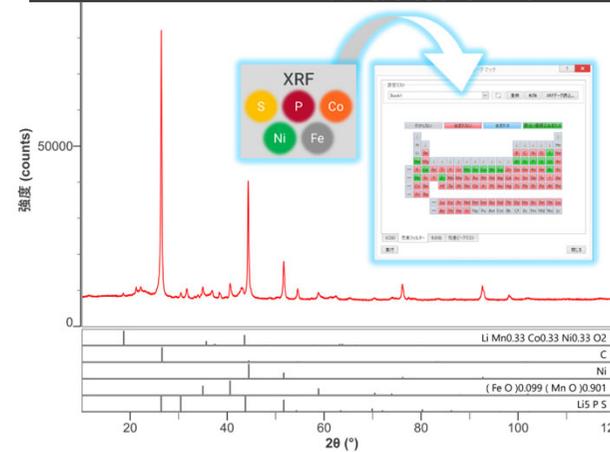
- MiniFlex XpC



接続



ブラックマスの分析結果 (XRD)



※HERZOG社製



まとめ

- 試料の前処理とXRFでの定量のテクニックを紹介しました。
- XRFの活用により、**タイパ・コスパ・安全性を改善**できます。
- 各種公定法において、XRFの収載検討がされるなど、XRFの活用の方は増えると予想されます。
- 今後、アプリケーションデータの取得含め、便利機能の開発・周知を進める予定です。



効率向上



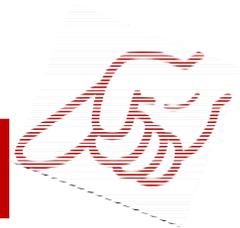
安全性向上



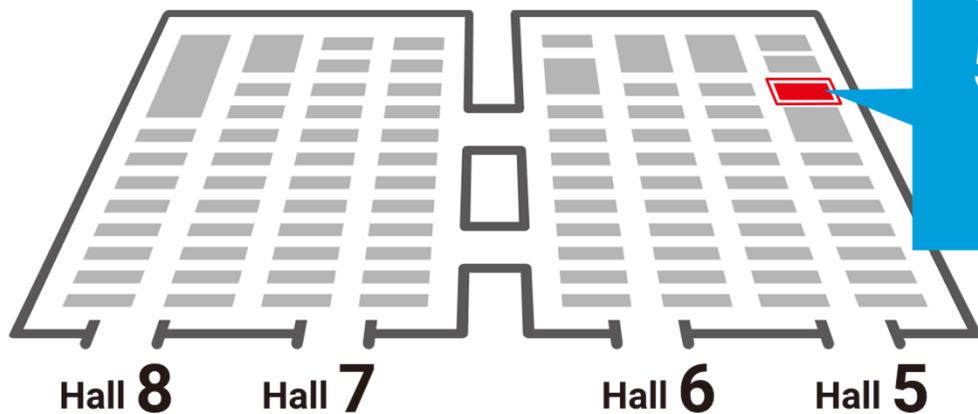
属人化解消



リガクウェブサイトの右上のボタン
「**専門家に相談する**」より
お問い合わせください



ぜひ、リガクブースへ
お立ち寄りください！



 Rigaku

5ホール 入って直進！

5A-801





Rigaku