蛍光 X 線分析装置 (XRF)

日本電子, JSX-3100RII

操作手順書

横浜国立大学 機器分析評価センター

作成日	2026 年 9 月 4 日
手順書 No.	XRF - ver.3.3.240403
作成	髙梨 基治

目次

1. 概要 2
2. 測定方法 2
3. 試料 2
    測定元素 2
    性状 2
    測定範囲 2
4. 装置とアプリケーションの準備 3
5. コリメーターの設定 4
6. 試料の準備 5
    サンプルカップの作成 5
7. 試料のセット 6
8. 測定 7
9. 測定結果の検証 8
10. 結果の保存 10
11. 装置利用後 10

1. 概要

元素にX線を照射すると、その元素固有のエネルギーを持った蛍光X線(特性X線と同じエネルギー)を放出します。この装置は、蛍光X線を半導体検出器によりエネルギー弁別検出し、元素の種類と濃度を測定します。

2. 測定方法

内部に持つデータベースとの照合により元素の濃度を計算するバルク FP（ファンダメンタルパラメーター)）法と、同じく内部データベースとの照合により膜厚を計算する FP 膜厚法、標準試料を使って作成した検量線との比較を行う検量線法が選べます。

3. 試料

測定元素

Na より原子番号の低い元素 …… この装置では測定不可能
Na, Mg ……測定時に真空引きをすることにより測定可能
Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Sc, Ti ……左に行くほど真空引きを推奨
Ti より原子番号の高い元素 ……大気条件で測定可能

- ✓ この測定器では、Rh と Cl のバックグラウンドが高くなります。そのため、これらの元素の測定には、X 線の反射率が同等な試料を使ったバックグラウンドとの比較測定、あるいは検量線法による定量が必要です。

性状

バルク ……表面に汚れがなく、直径 1.8cm 以上のサイズなら、そのまま装置の測定窓に置く。軽微な汚れがある場合は、プロレンフィルムを装置との間に挟んで､小さい場合はサンプルカップに入れて測定。
小片、粒子状、液体 …サンプルカップに入れて測定。液体試料は真空引き不可。

測定範囲

コリメーターの使用により、測定範囲を選択する。

コリメーターのサイズ	7mm	3mm	1mm
感度	1	1/5	1/50

4. 装置とアプリケーションの準備

1. PC の電源を入れる。時々前回のシャットダウンが正常に終了しなかった場合に、PC が起動していないのに電源ランプが点灯している場合があります。その場合は、電源ボタンを 4 秒以上押して、強制終了してから、改めて PC の電源を入れます。
2. X-RAY ボタンを押し、ボタンが赤く点灯するのを確認する。
3. 照明装置の電源を入れる。



4. PC が起動したら、マウスカーソルに砂時計マークが出ていないのを確認してから、デスクトップにある「JaxStartar」を起動する。
5. 日常チェック項目の選択ダイアログが表れるので、次の項目をチェックする。
   - 使用記録簿を見て、**前日か当日に測定を行った使用者がいなければエージングを選択**し、いれば選択しない(**エージングを行わないと装置の寿命を縮めます**)。
   - エネルギーチェックを選択する。(当日にエネルギーチェックをした利用者がいた場合は省略できます。)
   - ROSE チェックは 2 つとも選択しない。
6. 「開始」ボタンを押すと標準試料のセットを促すダイアログが表示される。
7. 本体の OPEN ボタンを押すと試料室が開くので、測定窓にエネルギー校正用の標準試料をセットし、再び OPEN を押して試料室を閉じる。
8. ダイアログの「開始」ボタンを押して日常チェックを開始する。
   - エージングに 30 分程度、エネルギーチェックに 3 分程度を要するが、この間に、試料の準備を行う。
9. 完了すると「日常チェックが成功しました」のメッセージが表れるので、ダイアグを 2 つとも閉じて、標準試料を取り出して試料室を閉じる。(コリメーターを変えない場合は開けたままでも可。)
10. PC のデスクトップにある、「Analyzer manager」(右下の放射線マーク☢のアイコン等を表示)、「Stage eye」(試料の CCD 画像を表示)、「Element Station」(アプリケーションランチャー) の 3 つを起動し、Element Station が起動したら、アプリケーション左上にあるフォルダーマークのボタンを押して「Element analyzer」(測定アプリケーション) を起動する。

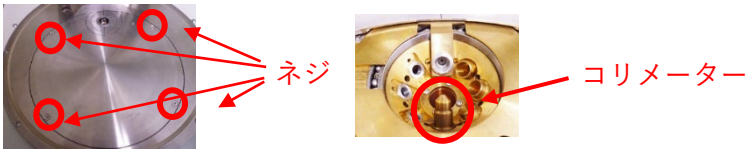


5. コリメーターの設定

この装置は、コリメーターにより 3 段階の測定範囲を選ぶことができるので、任意に装着する。

装置に装着されているコリメーターを、装置手前に張られている表示から確認し、コリメーターを交換する際は、以下の手順に従う。

1. 試料室を閉じた状態で、デスクトップ右下の放射線マーク☢のアイコンを左クリックして[フィルター]－[オープン]を選択する。
2. 試料室を開けて、小さいほうの金属円板にある 4 つのネジを外して、円板を、測定窓に指をかけて取り外す。



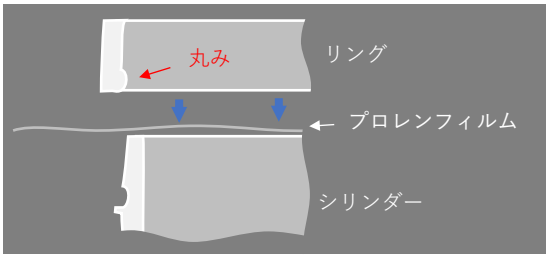
3. 一番手前にあるコリメーターを左回しで外し、使用するコリメーターをはめ直す。この時強く締めすぎないように注意する。
4. 円板を戻してネジを止める。
5. 装置手前のコリメーター設定の表示を修正する。

6. 試料の準備

サンプルカップの作成

サンプルカップを使用する場合は以下の手順に従い作成する。

1. シリンダーの上面（上下なし）にプロレンフィルムを乗せる。
2. リングには、内側の角が丸まった側と尖った側があるのを確認し、丸まった側がシリンダー側に来るように合わせ、プロレンフィルムをシリンダーと挟んではめ込む。



試料の導入

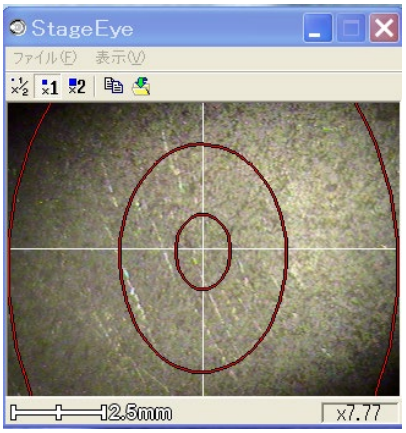
試料をサンプルカップに入れる。

注意： 粉状の試料は、サンプルカップの外側にこぼれると装置を壊すので注意する。静電気の影響でうまく入れられない場合は、107 室の徐電器を使うか、サンプルを手に持ち、その手を水道管に触れながら、もう片方の手でスパーテルの小さいカップを使って試料を入れる。

サンプルカップのフタ（粉体の真空引き用）

粉体試料を、真空引きをして測定する場合は、サンプルが舞ってしまわないように、サンプルカップの上面に多孔質フィルムを張る必要がある。この場合は、サンプルカップの作成でプロレンフィルムをはさんだのと同じ要領で、試料を入れた後に上面に多孔質フィルムをはさむ。

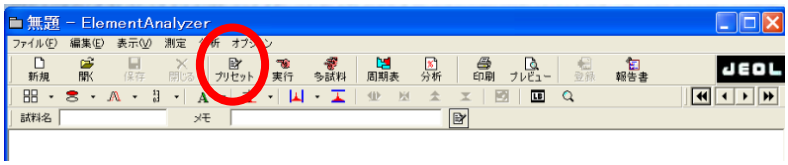
7. 試料のセット



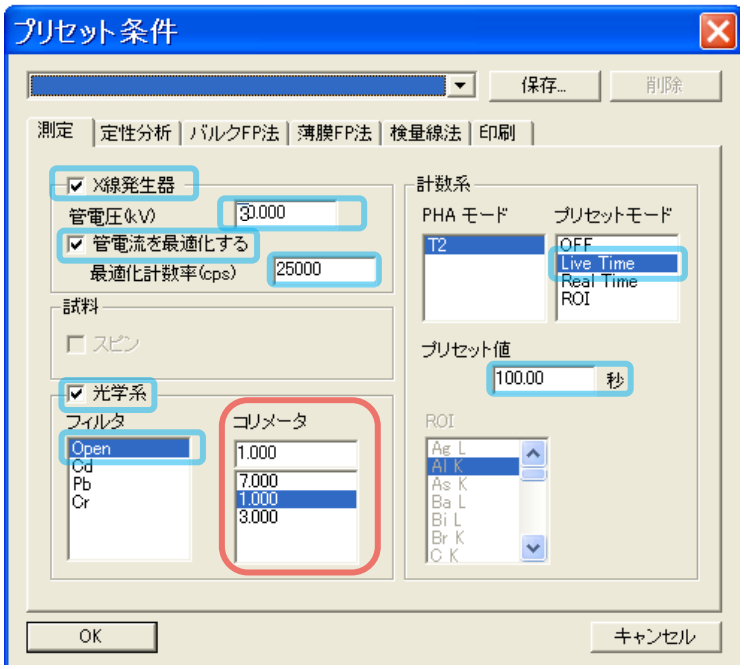
1. 試料室を開け、試料窓の位置に試料を置く。
2. StageEye の画面を見ながら、照明装置の光量調整つまみを回し、最大でも 12 時の位置までで、適切な明るさにする。
3. StageEye の画面を見ながら、測定したい箇所が赤丸の中に入るようにする。
   赤丸は 3 つあり、それぞれ、コリメータサイズの 1mm, 3mm, 7mm に対応している。
4. 位置決めが完了したら試料室を閉じる。
5. 真空引きを行う場合は真空引きスイッチを入れる。このスイッチは真空を引いている途中は VAC 側が点滅し、完了すると点灯する。真空を引いていない場合は AIR が点灯している。

8. 測定

Element Analyzer の「プリセット」ボタンを押し、プリセット条件の設定画面を開く。



以下のスクリーンショットの青枠部分の一致を確認する。



赤枠部分のコリメーター設定を、装置の状態に合わせる。

定性分析タブを開いて、

バルク FP 法：
定性分析タブを開いて
パルク FP 法タブを開いて

薄膜 FP 法：
定性分析タブを開いて
パルク FP 法タブを開いて

検量線法
標準試料を測定する。

Element Analyzer の「実行」ボタンを押し、測定を開始する。このボタンは真空を引いている途中でも押すことができ、その場合は真空引きが完了した後に測定を開始する。



測定を開始した後に、StageEye の画面を確認し、試料がしっかり照らされていることを確認する。全く照らされていなかったり半分しか照らされていなかったりする場合は、測定を中止して、試料室のドアを開け閉めしてから、再び測定する。(装置の不具合対応です)

9. 測定結果の検証

FP 法の測定が完了すると、X線エネルギーのスペクトル、周期律形式の元素の定性結果、定量結果がそれぞれ現れる。

自動で表示される定性結果は、蛍光X線のピークがサムピークに該当していないことと、対象元素における特性X線の各エネルギーが既知のデータ通りの割合となっているかを検証したものだが、誤検出の可能性もあるので、重要な元素では念のために手作業で検証する。検証の推奨方法は以下のとおりである。

- スペクトル上のエネルギーをダブルクリックすると、該当位置に特性X線を出す元素が一覧表示される。ここで特定の元素をクリックすると、対象元素における特性X線の各エネルギー位置に線が表示されて確認できる。線の高さは放出割合を反映しているので、検出されたスペクトルに対して妥当といえるかを判断し、候補の元素から妥当な元素を絞り込む。この時線の高さは周期律表の〇〇の値で調整する。
- 周期律表の元素をクリックすると、スペクトル上に、対象元素における特性X線の各エネルギー位置に線が表示されて確認できる。線の高さは放出割合を反映しているので、検出されたスペクトルに対して妥当といえるかを判断し、候補の元素から妥当な元素を絞り込む。
- 測定データからは絞り込むのが難しい場合は、その元素が検出され得るかどうかで判断するか、別の測定法を検討する。

自動で検出された元素が、検証した結果あやまりであろうと判断した場合は、周期律表上で2回左クリックをすると定性結果が取り消される。また、期待する元素が検出されていなかった場合は、2回左クックすると定性結果に追加される。このとき、定量結果もリアルタイムで反映される。

測定結果にノイズが多いなど、測定時間の不足が考えられるときは、メニューバーの[測定] – [積算測定]を選び測定時間の加算をすることもできるが、誤動作が多いので、一から測定し直すことを推奨する。

真空引き測定後に次の試料も真空引き測定する場合は、そのまま OPEN ボタンを押すと、大気に戻った後に試料室が開き、閉じると自動で真空引きを始める。

10. 結果の保存

結果の保存には、測定データの保存と、測定結果の保存、スペクトルデータ持ち帰り用の保存、定量結果のテキスト保存がある。

測定データの保存

測定データはメニューバーから[ファイル]- [名前を付けて保存]で自分の研究室以下のフォルダに測定結果を保存する。

測定結果の保存

測定結果の画像や定量結果を持ち帰るには pdf に印刷する。この印刷には不具合があり、アプリケーションを開いて最初に印刷するときだけ、印刷の詳細から用紙サイズを Letter から A4 に変更する必要がある。

スペクトルデータ持ち帰り用の保存

X 線のエネルギーと強度の数値データを持ち帰って利用したい場合は、デスクトップにある「XRF の spc をエクセルにインポート」というエクセルファイルも一緒に持ち帰ることで、このファイルを利用して、エクセルで開くことができる。

定量結果のテキスト保存

定量結果のテキストは、定量結果のウィンドウにあるコピーボタンを押してクリップボードにコピーしてから、メモ帳や表計算ソフトに張り付けて保存する。

11. 装置利用後

- 真空引き測定を行った場合は、真空引きスイッチを押し AIR にしてから試料室を開け、試料をとり出す。
- 測定データは一括では保存できないので、保存していない必要なデータは、一つ一つをアクティブにしてから保存する。
- コリメーターは戻す必要はない。
- X-RAY ボタンを押し、ボタンが消灯するのを確認する。
- 照明装置の光量調整つまみを最低の位置にし、照明装置の天井が熱くないのを確認してから、照明装置の電源スイッチを切る。
- 「Stage eye」、「Element analyzer」、「Element Station」をそれぞれ終了する。
- 必要なデータを USB メモリにコピーする。
- Windows をシャットダウンする。
- 本体の電源スイッチは OFF にしないこと。
- 使用記録簿に記帳をする。