

偏光光学系のさらなる進化 エネルギー分散型蛍光X線分析装置

NEX CG II+ – 高出力X線管で重元素領域が従来比4倍感度アップ！ –

2024年9月4日

株式会社リガク アプリケーションラボ

高橋 学人

NEX CG II+

進化した偏光光学系EDX



目次

1. NEX CG II+の特長

- ◆ 偏光光学系
- ◆ 2次ターゲット
- ◆ 高出力X線管

2. NEX CG II+のアプリケーション例

- ◆ 希土類元素の分析
- ◆ 医薬品中の不純物分析

EDXの活用事例

商品取引



品質管理



有害元素規制



Cd
Pb
Hg
Br
Cr

研究開発



環境汚染

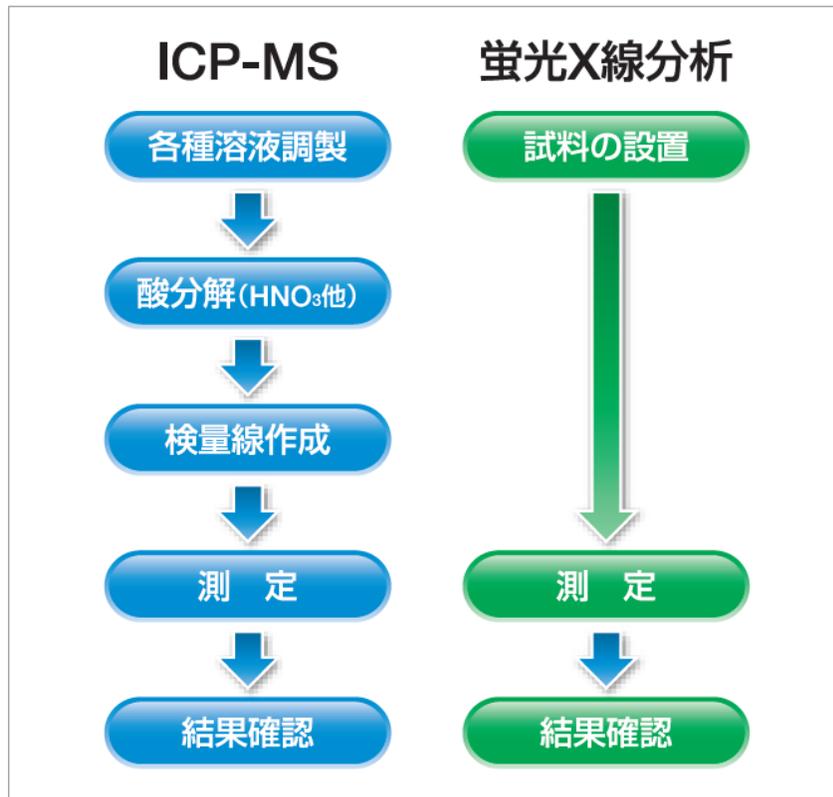


前処理が簡単な元素分析装置として

『様々な用途で大活躍』

- 化学，電子部品材料
- 化粧品，医薬品
- 潤滑油，オイル
- 動物飼料
- プラスチック
- セメント原料受入
- 産廃中間処理
- 貴金属リサイクル

高まる要求, EDXへの期待

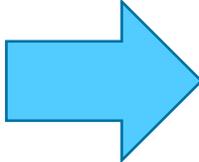


- 手間を掛けずに
正確な分析値を得たい
- 短い時間で
たくさんの検体を分析したい
- 作業者の差が少ない
簡便な前処理で運用したい

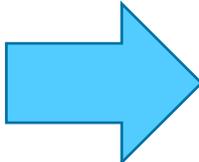
高まる要求、EDXへの期待

- Na、Mgも含めてより短時間に
環境、飼料、セメント原料
- ppmレベルのP、S、Cl分析
化学、オイル、電子部品材料
- 1-10 ppmレベルの幅広い重金属元素
環境、医薬品、電子部品材料

お客様の声



更なる高速分析



更なる低濃度
レベルの分析

NEX CG II+ EDXRFの最高峰へ

偏光光学系の採用

偏光光学系により、バックグラウンドを
極限まで抑えたスペクトルが得られる

更なる高感度分析を実現

100 W高出力X線管を搭載

**感度
測定時間**

**最大10倍向上^{*1}
最短1/10^{*1}**

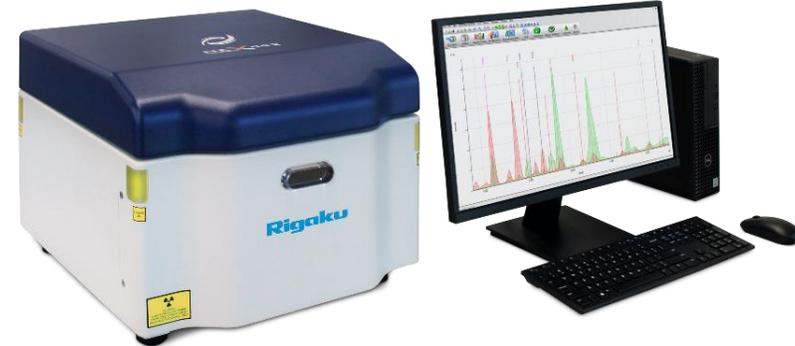
^{*1} : NEX CG比

5種の線源の採用

5種の線源(2次ターゲット方式) で、
広いエネルギー範囲の元素に対し高感度測定

NEX CG II+

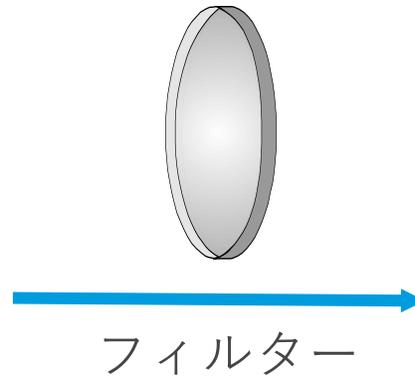
NEW!



偏光光学系とは？



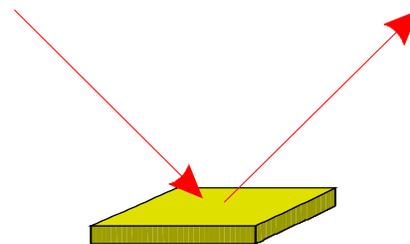
水面での反射光により
水底が確認できません



偏光フィルターにより反射光を
除去でき水底の状態が良くわかります

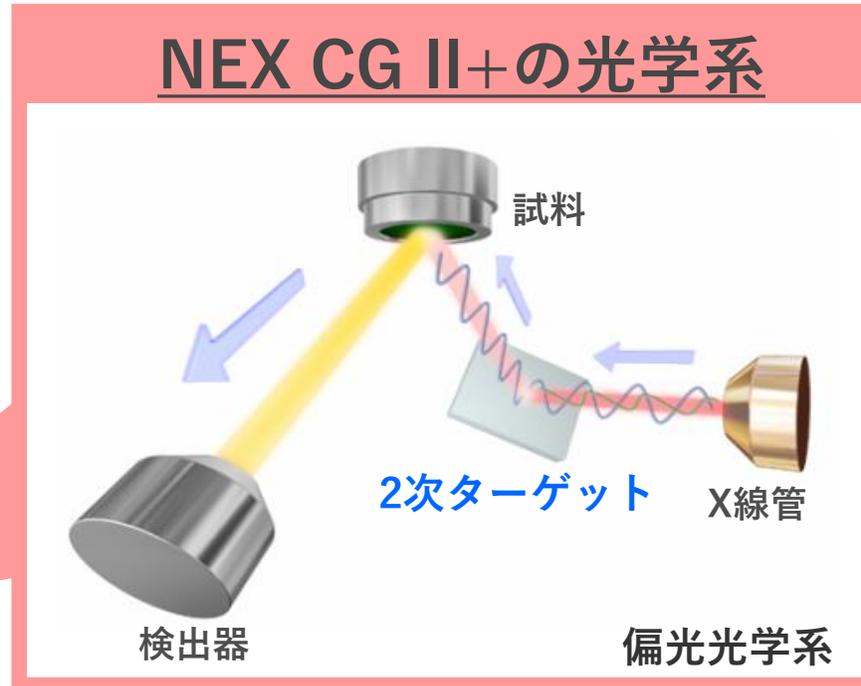
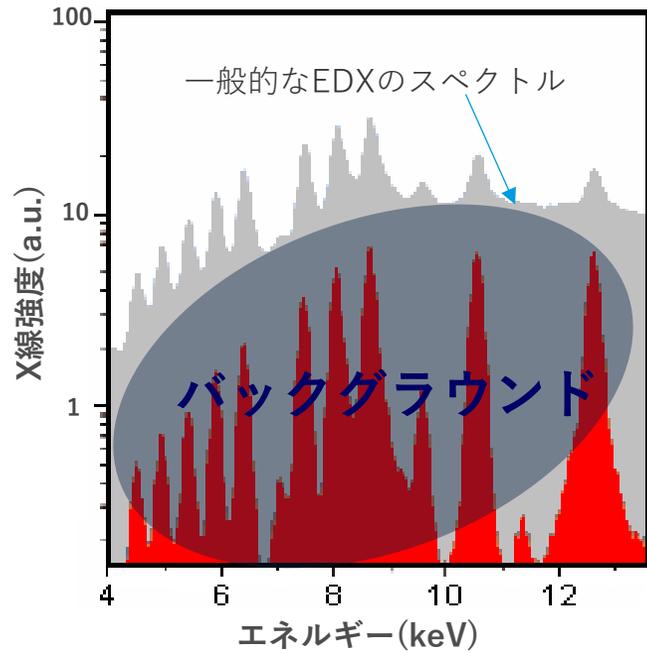
X線スペクトルでは…

高いバックグラウンドが
検出されている状態です



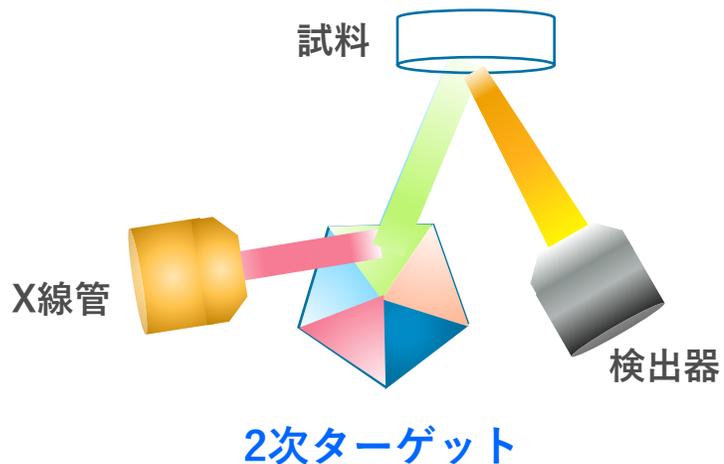
偏光光学系によりバックグラウンドが
低く抑えられた状態です

偏光光学系



- バックグラウンドが大幅に低減します
- PB比が非常に良くなります
- 軽元素、重元素を高感度で分析できます
- 検出下限をより低くできます

2次ターゲットの利用-5種の線源-



Moターゲット

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|--|--|----|
| H | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | He |
| Li | Be | | | | | | | | | | | B | C | N | O | F | | | | Ne |
| Na | Mg | | | | | | | | | | | Al | Si | P | S | Cl | | | | Ar |
| K | Ca | Sc | Ti | V | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga | Ge | As | Se | Br | | | | Kr |
| Rb | Sr | Y | Zr | Nb | Mo | Tc | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In | Sn | Sb | Te | I | | | | Xe |
| Cs | Ba | L | Hf | Ta | W | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl | Pb | Bi | Po | At | | | | Rn |
| Fr | Ra | A | Rf | Db | Sg | Bh | Hs | Mt | Ds | Rg | Cn | Nh | Fl | Mc | Lv | Ts | | | | Og |

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| L | La | Ce | Pr | Nd | Pm | Sm | Eu | Gd | Tb | Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu |
| A | Ac | Th | Pa | U | Np | Pu | Am | Cm | Bk | Cf | Es | Fm | Md | No | Lr |

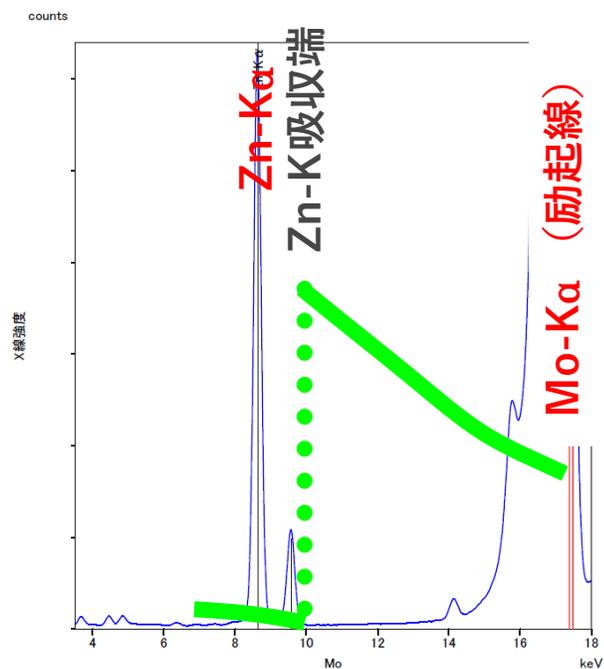
2次ターゲットの利用-5種の線源-

特長：広いエネルギー範囲の元素に対し高感度測定が可能

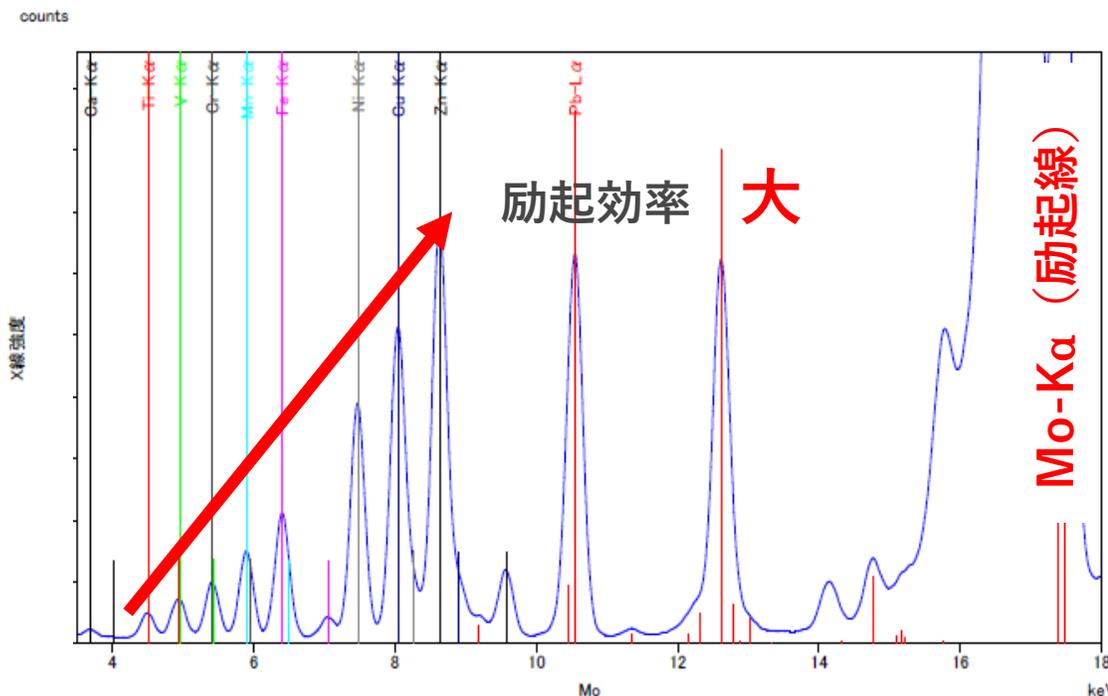
| 2次ターゲット | 軽元素用 | RX9 (分光素子) | Cu | Mo | Al |
|------------|---------------------------------|--|--|---|--|
| 励起X線 | - 25kV-4mA | 単色X線 (Pd-L) 25kV-4mA | 単色X線 (Cu-K) 50kV-2mA | 単色X線 (Mo-K) 50kV-2mA | 偏光白色X線 65kV-1.53mA |
| 測定元素範囲 | $_{11}\text{Na},_{12}\text{Mg}$ | $_{11}\text{Na}\sim_{17}\text{Cl}$ (K-Line) | $_{19}\text{K}\sim_{24}\text{Cr}$ (K-Line) | $_{25}\text{Mn}\sim_{39}\text{Y}$ (K-Line) | $_{40}\text{Zr}\sim_{60}\text{Nd}$ (K-Line) |
| | | $_{30}\text{Zn}\sim_{42}\text{Mo}$ (L-Line) | $_{47}\text{Ag}\sim_{66}\text{Dy}$ (L-Line) | $_{60}\text{Nd}\sim_{92}\text{U}$ (L-Line) | |
| | | $_{78}\text{Pt}\sim_{83}\text{Bi}$ (M-Line) | | | |
| 測定エネルギー 範囲 | 約1~1.5keV | 約1~4keV | 約2~8keV | 約4~15keV | 約15~40keV |

2次ターゲット 高い励起効率

①吸収端エネルギー（例：Zn）



②マルチエレメントオイルを測定した例

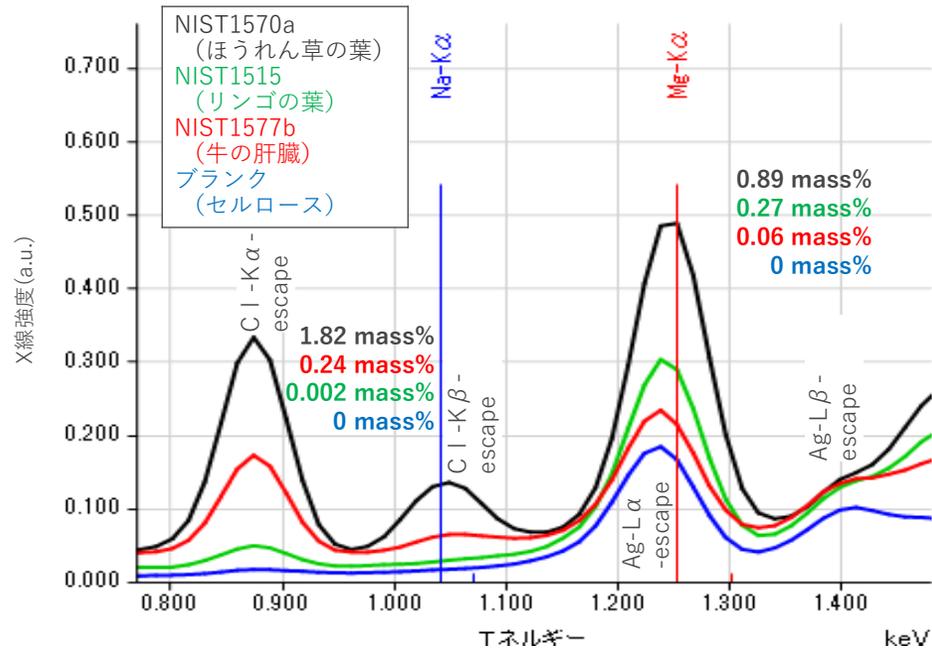


吸収端エネルギーが励起源に近いほど励起効率が良い

測定試料：SPEX社S-21マルチエレメントオイル
 各元素の含有率500 ppm
 測定条件：Moターゲット

2次ターゲット 少ない妨害線

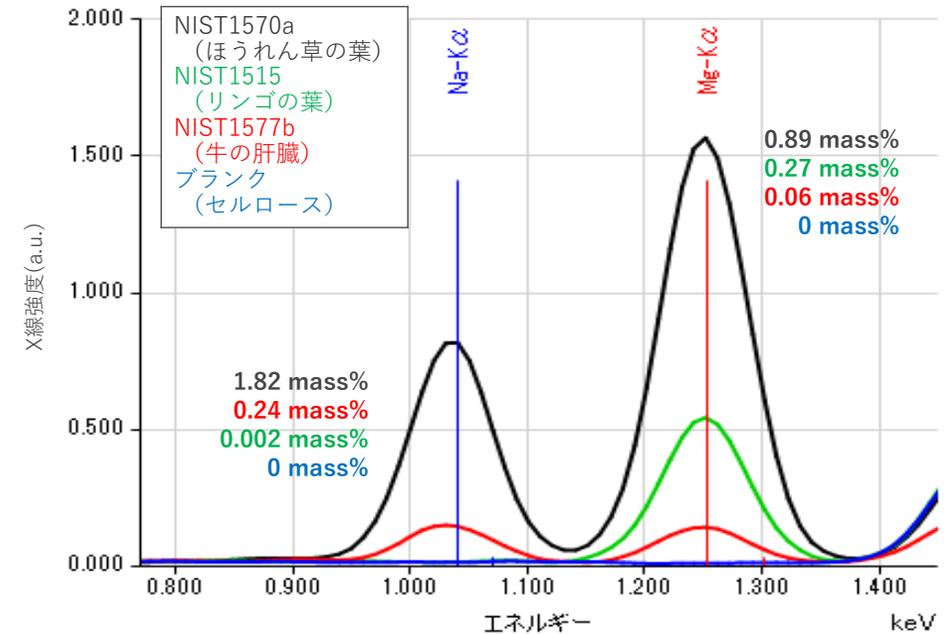
一般的なEDX (直接励起方式)



X線管由来のエスケープピークが重なる
試料由来のClのエスケープピークが検出される
⇒ピークの重なりが発生、BGが平坦でない

偏光光学系 (NEX CG IIシリーズ)

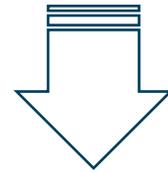
※軽元素用ターゲットを使用



X線管由来のエスケープピーク, 試料由来のClのエスケープピークのいずれも検出されない
⇒ピークの重なりがなく、BGが低く平坦
⇒SN比が良好で、微量のNa、Mgが検出可能

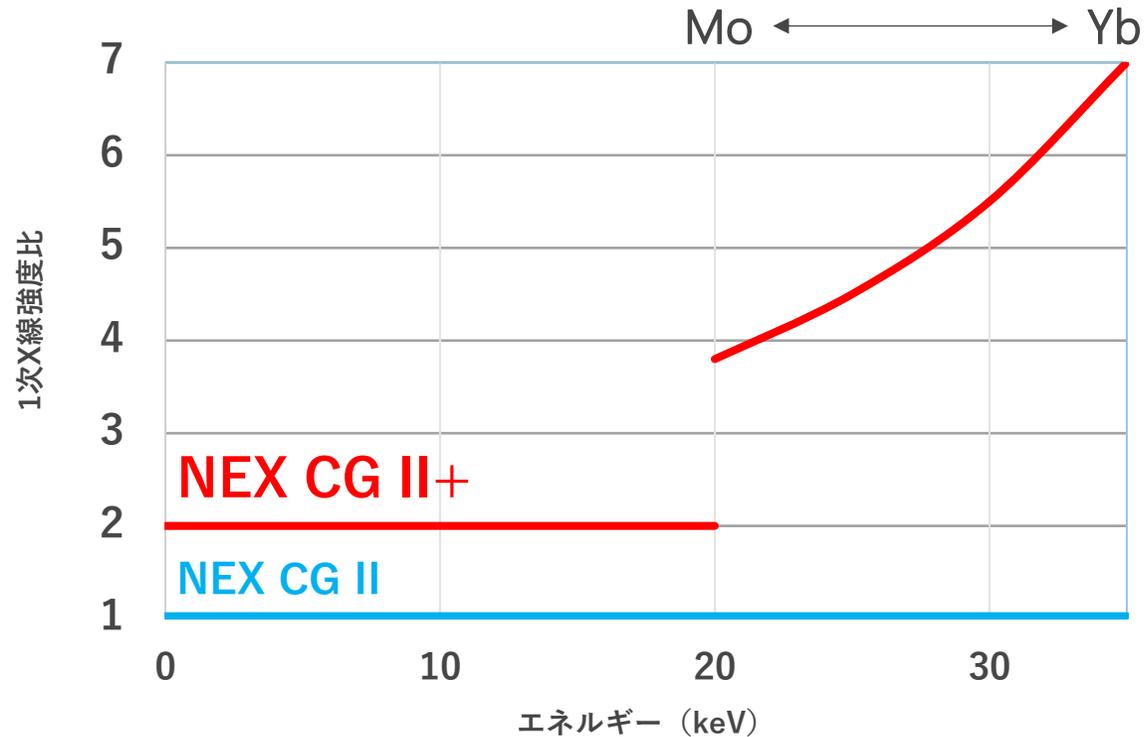
高出力X線管を搭載

NEX CG II (2022年～)
50W 空冷Pdターゲット X線管



NEX CG II+
100 W 空冷Pdターゲット X線管

高出力X線管を搭載



- ◆ Na~Zrの分析感度2倍
- ◆ Mo~Ybの分析感度4倍以上

NEX CG II+ 更なる高速測定

測定時間を短縮してもNEX CGと同精度の結果を入手可能



NEX CG との感度比

| 2次ターゲット | NEX CG II | NEX CG II+ |
|---------|-----------|------------|
| Al | 5倍 | 20倍 |
| Mo | 4倍 | 8倍 |
| Cu | 4倍 | 8倍 |
| RX9 | 2.5倍 | 5倍 |
| 軽元素用 | 1.5倍 | 3倍 |

NEX CG II+

進化した偏光光学系EDX



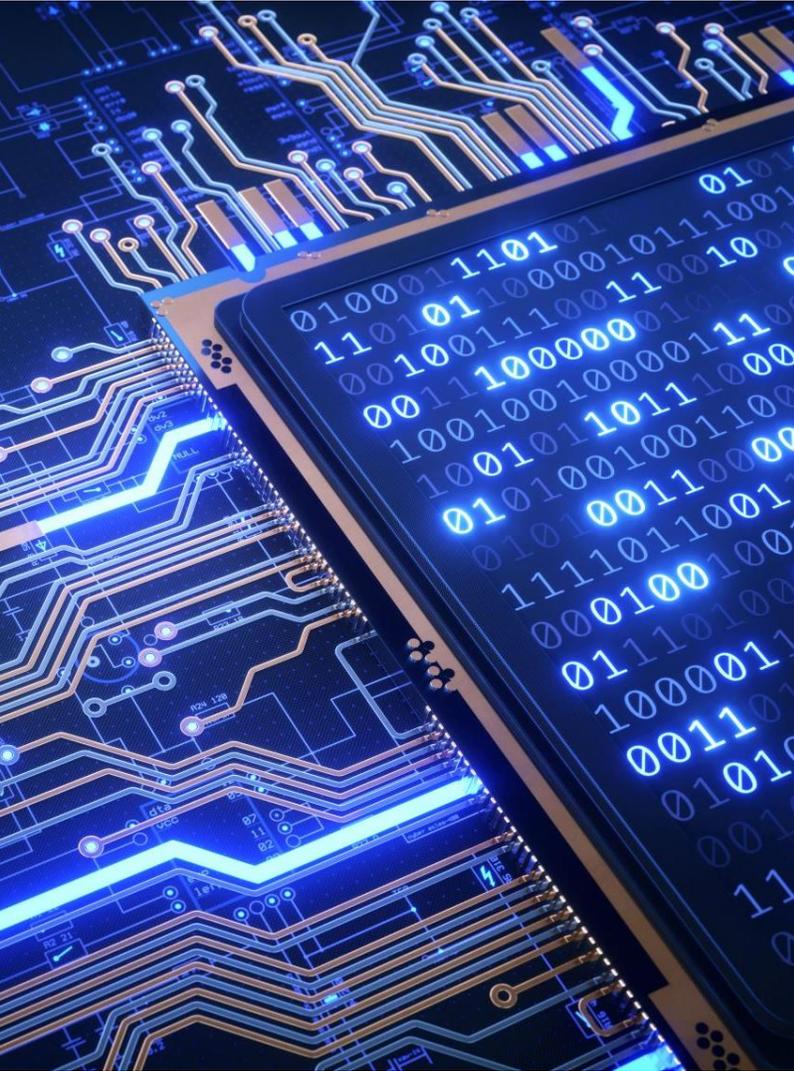
目次

1. NEX CG II+の特長

- ◆ 偏光光学系
- ◆ 2次ターゲット
- ◆ 高出力X線管

2. NEX CG II+のアプリケーション例

- ◆ 希土類元素の分析
- ◆ 医薬品中の不純物分析



希土類元素の分析ニーズ

希土類元素 (REE Rare-Earth Elements) :

希土類元素 (REE): ランタノイド系列、イットリウム、スカンジウムの17元素

用途 : 多くの先端技術に不可欠

光ファイバー、レーザー、コンデンサー、スマートフォン、パソコン、テレビ、希土類磁石、触媒、特殊ガラス、先端エレクトロニクスなど

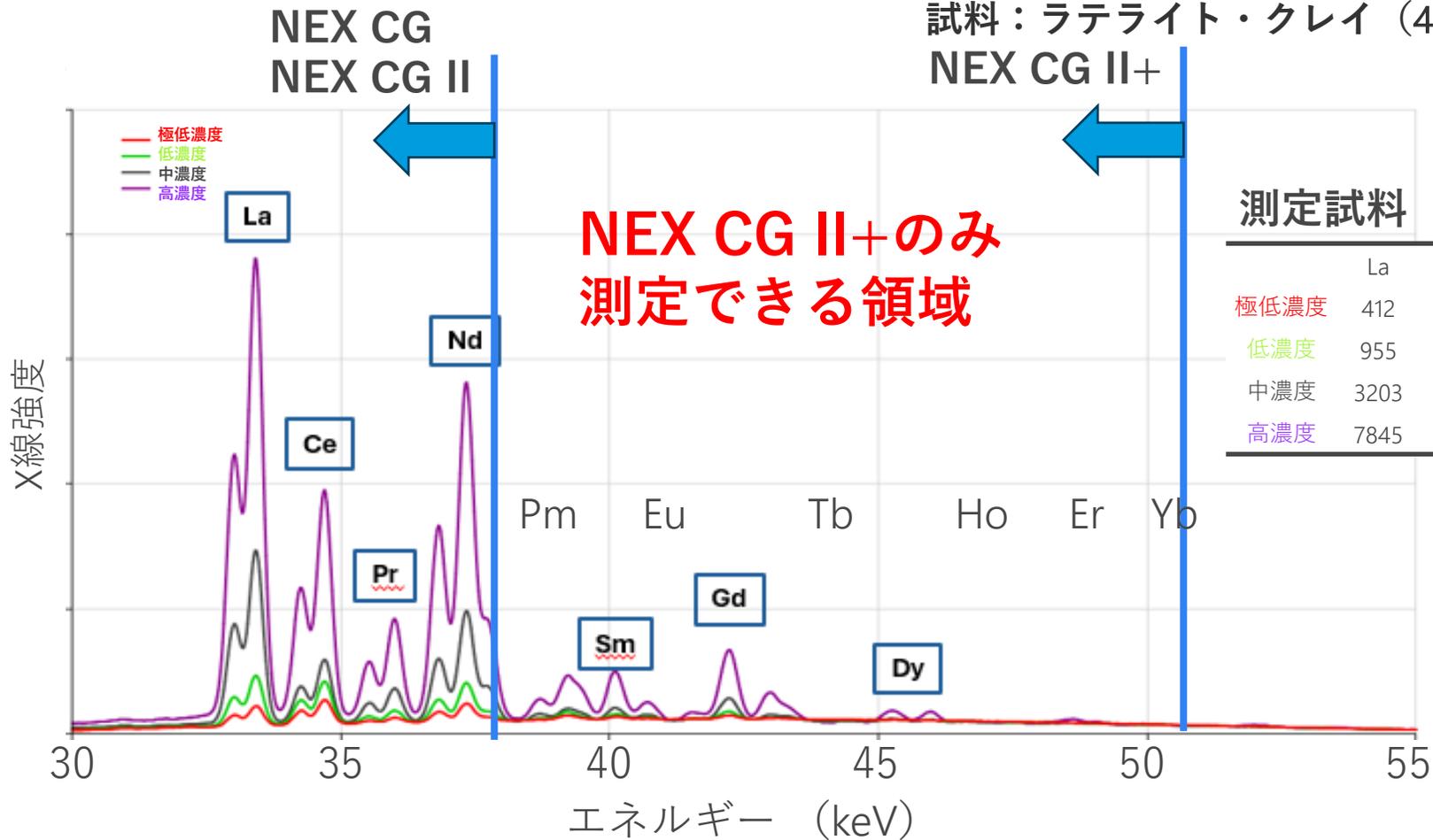
測定試料 : ラテライト粘土

希土類元素を含む鉱物

分析ニーズ : 簡単、非破壊、精度良く分析できること

希土類元素の定性スペクトル

試料：ラテライト・クレイ（4種）



測定試料

単位：ppm

| | La | Ce | Pr | Nd | Sm | Gd | Dy | Y |
|------|------|------|------|-------|------|------|------|-------|
| 極低濃度 | 412 | 567 | 158 | 667 | 75 | ND | ND | 775 |
| 低濃度 | 955 | 907 | 277 | 1325 | 101 | ND | ND | 1031 |
| 中濃度 | 3203 | 1286 | 772 | 3792 | 354 | 214 | 193 | 3741 |
| 高濃度 | 7845 | 4394 | 2093 | 11322 | 1089 | 1185 | 1143 | 10436 |

粘土中の希土類元素の分析

粘土試料 1

単位 : ppm

| 元素 | XRF分析値 | 標準偏差 | ICP分析値 |
|----|------------|------|--------|
| La | 121 | 1.8 | 124 |
| Ce | 182 | 2.2 | 191 |
| Pr | 23 | 1.3 | 27 |
| Nd | 100 | 2.9 | 98 |
| Y | 74 | 0.2 | 74 |

散乱線FP法とマッチングライブラリを使用

粘土試料 2

単位 : ppm

| 元素 | XRF分析値 | 標準偏差 | ICP分析値 |
|----|------------|------|--------|
| La | 81 | 1.7 | 81 |
| Ce | 153 | 2.2 | 154 |
| Pr | 18 | 1.3 | 14 |
| Nd | 58 | 2.8 | 50 |
| Y | 19 | 0.1 | 20 |

希土類元素を精度良く分析可能！



医薬品中の不純物分析 (ICH Q3D)

背景

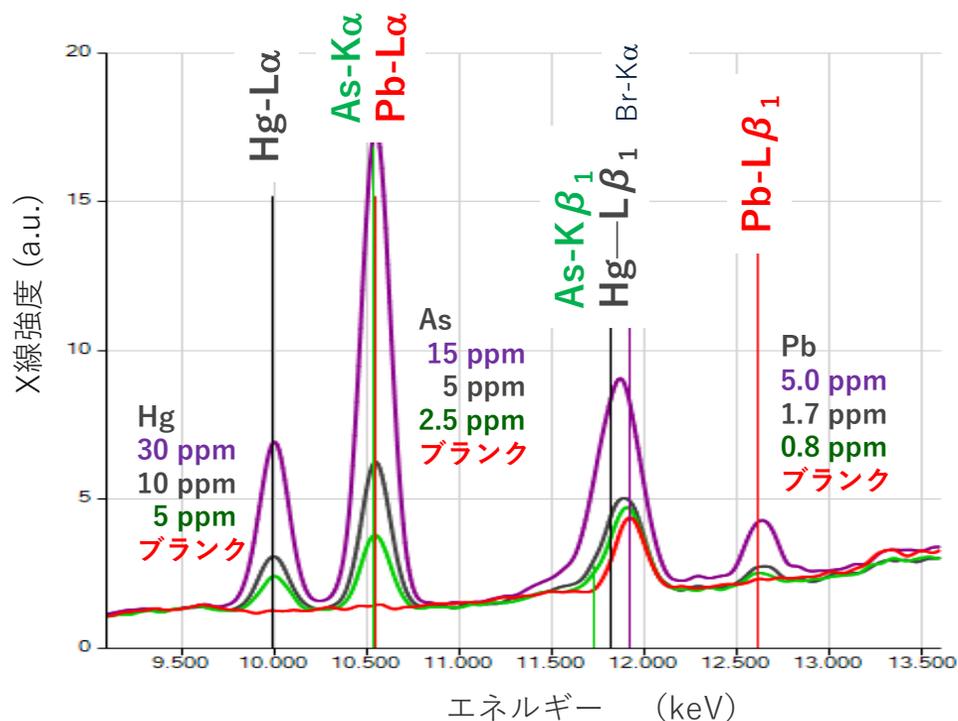
- 厚生労働省より、医薬品中の不純物はICHの定めるガイドライン (Q3D) が適用
- 経口投与、注射および吸入の投与別に対象となるクラス分類された24元素に対し、1日の許容暴露量 (PDE)が設定されている

分析ニーズ

対象24元素に対し、迅速かつ精度良く分析できる手法が求められる

原薬・製剤に含まれる微量重金属分析

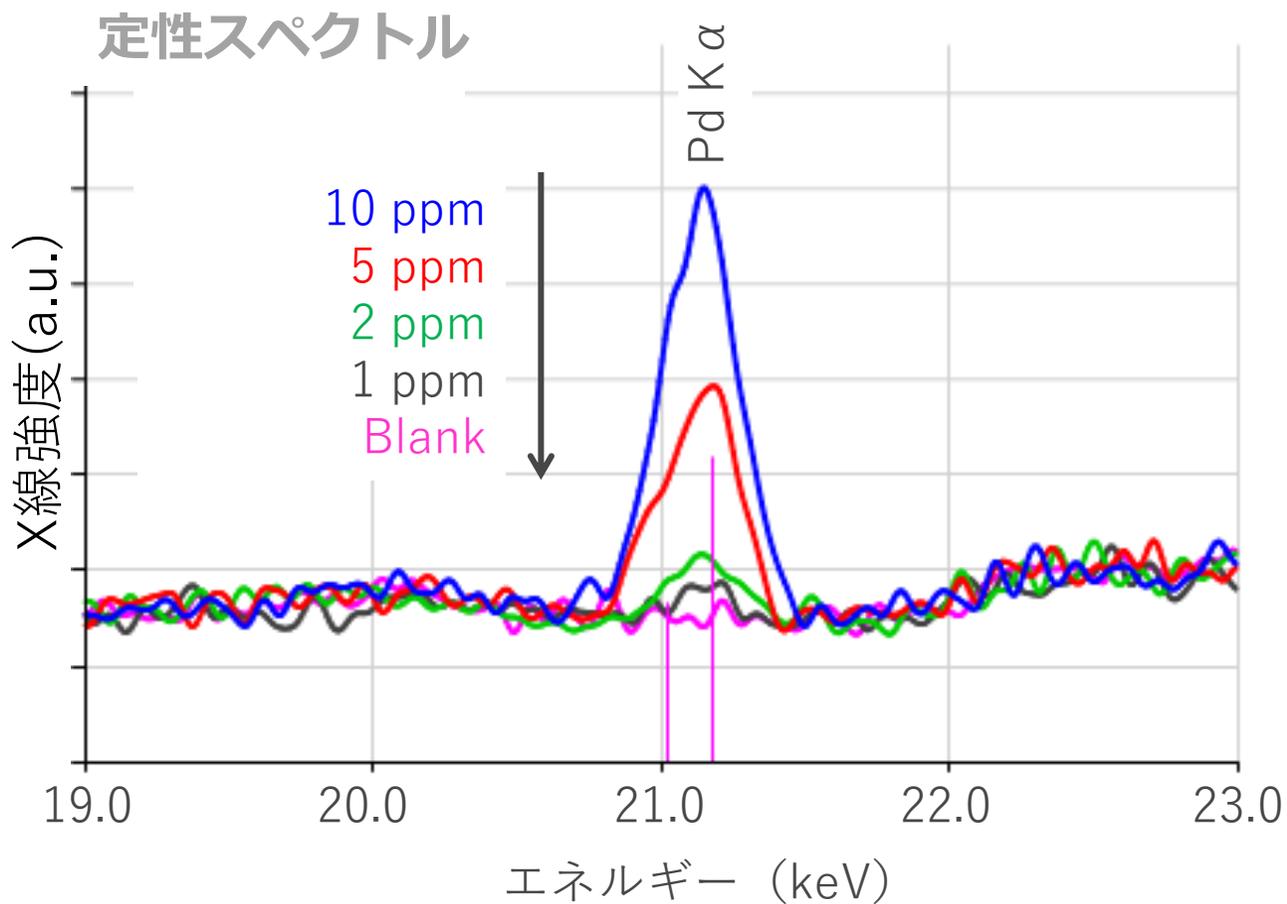
NEX CG II+の検出下限、不純物元素とPDE、各投与量における許容濃度



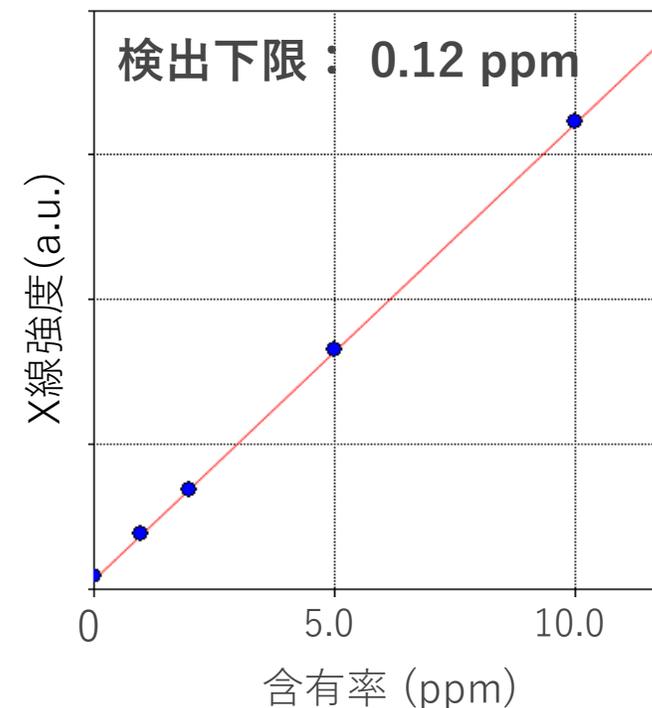
| 元素 | クラス | PDE値 μg | 一日の各投与量における許容濃度 | | | NEX CG II+ 検出下限 $\mu\text{g/g(ppm)}$ |
|----|-----|-----------------------|------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|--|
| | | | 10 g以下 $\mu\text{g/g}$ (ppm) | 5 g $\mu\text{g/g}$ (ppm) | 1 g $\mu\text{g/g}$ (ppm) | |
| Cd | 1 | 5 | 0.5 | 1 | 5 | 0.15 |
| Pb | 1 | 5 | 0.5 | 1 | 5 | 0.06 |
| As | 1 | 15 | 1.5 | 3 | 15 | 0.04 |
| Hg | 1 | 30 | 3 | 6 | 30 | 0.09 |
| Co | 2A | 50 | 5 | 10 | 50 | 0.08 |
| V | 2A | 100 | 10 | 20 | 100 | 0.10 |
| Ni | 2A | 200 | 20 | 40 | 200 | 0.20 |

- 原薬/製剤中に残留したppmレベルの金属不純物を検出可能

医薬品中のPd分析



Pd検量線



測定時間：600秒
マトリックス：セルロース

Part11対応 統合ソフトウェア SureDI

- FDA 21 CFR Part11対応したソフトウェア
- データインTEGRITY（データの完全性）の保証
- 強固なシステムセキュリティ：ユーザー権限とポリシーの設定

操作画面

The screenshot displays the SureDI software interface. The main window is titled 'NEXソフトウェア' (NEX Software). Below the title bar, there are various icons for file operations and analysis. A table titled '分析結果' (Analysis Results) is visible, showing data for various elements. To the right, a graph titled 'metal test - Mo' shows a spectrum with peaks labeled for different elements.

| 成分 | 分析値 | 単位 | 統計精度 | 検出下限 | 定量下限 |
|----|----------|-------|--------|--------|--------|
| Al | 0.151 | mass% | 0.0030 | 0.0031 | 0.0092 |
| Si | 0.467 | mass% | 0.0031 | 0.0013 | 0.0030 |
| P | 0.0194 | mass% | 0.0007 | 0.0017 | 0.0052 |
| S | <0.0010 | mass% | 0.0018 | 0.0055 | 0.0164 |
| Cr | 19.8 | mass% | 0.0013 | 0.114 | 0.243 |
| Mn | 1.25 | mass% | 0.0119 | 0.0297 | 0.0890 |
| Fe | 85.7 | mass% | 0.0013 | 0.0065 | 0.0196 |
| Co | 0.294 | mass% | 0.0090 | 0.0253 | 0.0760 |
| Ni | 9.65 | mass% | 0.0017 | 0.0046 | 0.0137 |
| Cu | 0.124 | mass% | 0.0030 | 0.0055 | 0.0165 |
| Mo | 2.15 | mass% | 0.0046 | 0.0002 | 0.0007 |
| Pd | (0.0005) | mass% | 0.0004 | 0.0008 | 0.0024 |
| Cd | 0.214 | mass% | 0.0122 | 0.0035 | 0.0104 |
| Sr | 0.010 | mass% | 0.0012 | 0.0014 | 0.0041 |

SureDI 監査証跡(詳細ログ)の記録

The screenshot shows the audit trail (detailed log) in SureDI. It displays a list of operations performed, including file operations and analysis tasks, with columns for date, time, user, and message. The messages provide detailed information about the actions taken, such as file creation, deletion, and analysis results.

| タイムスタンプ | ユーザー名 | アプリケーション名 | メッセージ |
|-------------------------|-------------|-----------|---|
| 2023-06-12 10:33:37.425 | Eres.Rigaku | NEX | 目 汎用ファイルの構築 |
| 2023-06-12 10:33:37.422 | Eres.Rigaku | NEX | 'CLAP_metal_lineam Rev0' はDBへの保存に成功しました。 |
| 2023-06-12 10:30:10.203 | Eres.Rigaku | NEX | 目 分析結果の再計算 |
| 2023-06-12 10:30:10.201 | Eres.Rigaku | NEX | 'Q1DT_metal_testneo Rev0' はDBへの保存に成功しました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.354 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_CI_polyneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.329 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_Dogayneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.299 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_コンクリートneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.276 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_BM2neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.247 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_FinMatchneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.229 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_Pd_evaneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.203 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_testneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.178 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_サブスリットneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.148 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUS_PowderCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.121 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_BM1neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.096 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_サブスリットneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.066 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_Pdneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.034 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_Pdneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.397 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_Pdneo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.370 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.338 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.307 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.282 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.875 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |
| 2023-06-12 10:30:03.849 | Eres.Rigaku | NEX | 'LBUM_StandardCG2 neo Rev0' がDBから正常に取り込まれました。 |

- 機器から出力された生データ（最初に記録されるデータ）を管理
- 「申請データから前の段階のデータへ遡るプロセスを完全に証明できる = データの改ざんがない」

まとめ

- 先端材料、医薬品、環境試料、どんな試料に対しても最高のデータを提供します
- 偏光光学系EDXは2次ターゲットによる選択的な励起と効率的な検出、及びバックグラウンド低減のメリットがあります
- NEX CG II +は全エネルギー領域において感度改善を行い、EDX最高レベルの分析感度を実現し、高速かつ微量の分析を容易としました

NEX CG II+

新たなEDXの最高峰





お問い合わせは

株式会社リガク

プロダクト本部



042-545-8111

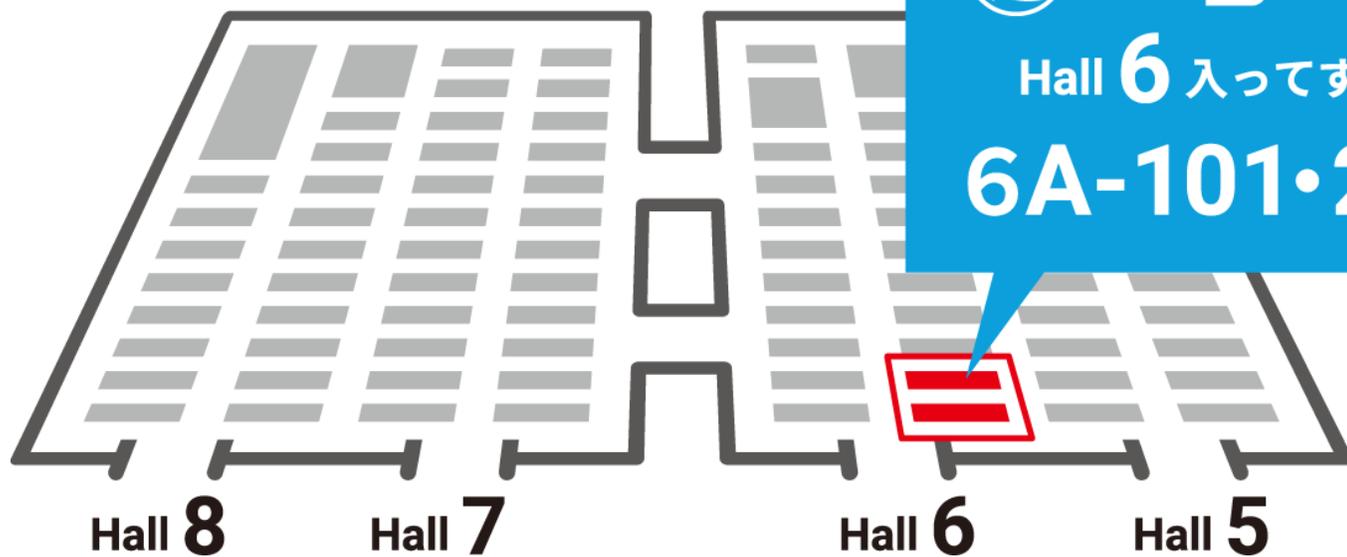


info@rigaku.co.jp



www.rigaku.com

是非リガクブースへ
お立ち寄りください！



 Rigaku
Hall 6 入ってすぐ！
6A-101・201



