

プラスチック(PVC)材料中の Cr, Hg, Br, Pb, Cd の分析

EDXRF Analysis of Chromium, Mercury, Bromine, Lead and Cadmium in Plastic Materials

EU の環境規制 (RoHS) の施行が迫る中、電機・電子機器関連に含まれる有害元素の分析が重要となってきました。蛍光X線分析は非破壊で固体、粉体、液体などの試料を迅速かつ簡単に分析できることから、スクリーニ

ング手法として広く用いられるようになってきました。ここでは、電線被覆材や装置筐体に用いられるプラスチック材料として PVC 樹脂を取り上げ、各元素の感度評価を行った結果を示します。

<EDX-720 の特長>

高計数率回路の搭載により、当社従来比 2 倍の計数量が向上しました。

Pb, Cd 用新型 1 次フィルタの搭載により、当社従来比 2 倍の感度が向上しました。

■ 試料

Sample

住化分析センター製 5mm 厚 5 元素含有 PVC 樹脂

試料	濃度 (ppm)				
	Cr	Hg	Pb	Br	Cd
No.1	0	0	0	0	0
No.2	50	50	50	1200	25
No.3	100	100	100	600	50
No.4	300	1200	300	300	75
No.5	600	600	600	100	100
No.6	1200	300	1200	50	300



■ 分析結果 (検出下限)

Result (Lower Limits of Detection)

元素	Cr (K α)	Hg (L α)	Pb (L α)	Pb (L β 1)	Br (K α)	Cd (K α)
電圧(kV)	30	50	50	50	50	50
電流(μ A)	190	446	446	446	446	1000
測定時間(sec.)	300	300	300	300	300	300
検出下限(ppm)	10.9	4.2	2.9	3.7	1.4	2.5

- ・ 上記の試料濃度は作成時の狙い値です。
- ・ 元素毎に最適な 1 次フィルタを用いて測定しています。
- ・ 検出下限値は以下に示す式を用いて算出しています。

*検出下限の計算式

$$L.L.D. = 3 \times k \times \sqrt{\frac{I_{back}}{T}}$$

k : 検量線傾き
 I_{back} : バックグラウンド強度
 T : 測定時間

- ・ Br-K α に関しては Hg-L β 1 が重なる為、重なり補正を用いて算出しています。

■分析結果 (検量線結果)

Result (Calibration Curve)

検量線をそれぞれ Fig.1～Fig.6 に示します。

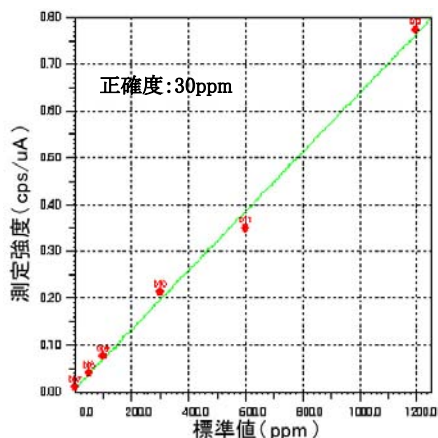


Fig.1 Cr-K α 検量線

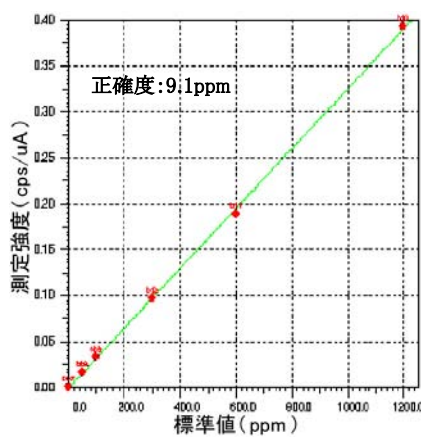


Fig.2 Hg-L α 検量線

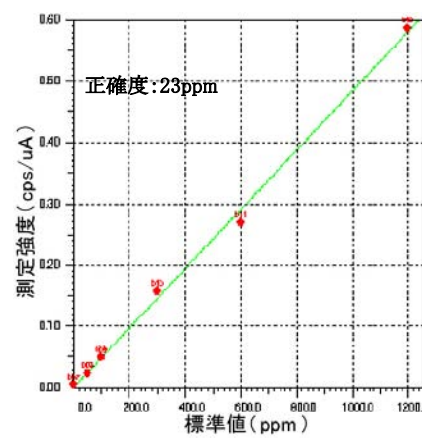


Fig.3 Pb-L α 検量線

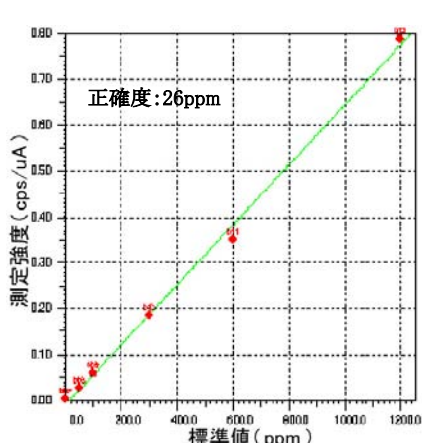


Fig.4 Pb-L β 1 検量線

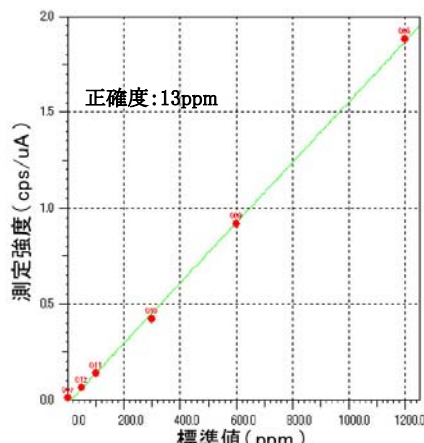


Fig.5 Br-K α 検量線

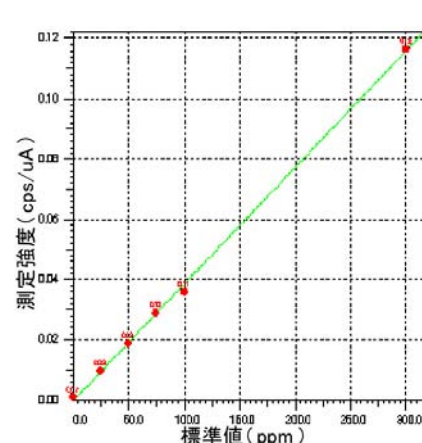


Fig.6 Cd-K α 検量線

■再現精度結果

Repeatability Test

上記と異なるロットで下表に示す濃度が混入された PVC 樹脂試料について、検量線を用いた定量分析の単

純 10 回繰り返し再現精度検証を行いました。その結果を示します。

元素	Cr (K α)	Hg (L α)	Pb (L α)	Pb (L β 1)	Br (K α)	Cd (K α)
標準濃度値(ppm)	97	120	110		98	54
測定濃度(ppm) Average	110.9	104.3	102.4	108.4	111.8	52.5
標準偏差(ppm)	1.8	2.3	1.3	1.2	0.7	1.5
実測 CV 値(%)	1.6	2.2	1.2	1.1	0.6	2.9
理論 CV 値(%)	1.5	1.5	1.2	1.1	0.7	1.3

*標準濃度値は ICP 分析から得られた濃度値を用いて検量線を作成し、WDX により定量した値です。

■測定条件 Analytical Conditions

Instrument	: EDX-720	X-ray Tube	: Rh target
Filter	: Al (for Cr), New Filter #1 (for Hg, Pb, and Br), New Filter #2 (for Cd)		
Voltage - Current	: 50kV - (Auto) μ A except for Cr	Cr	: 30kV - (Auto) μ A
Atmosphere	: Air	Measurement Diameter	: 10mm ϕ
Measurement Time	: 300sec	Dead Time	: 40%

初版発行: 2005 年 12 月



※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solution Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報提供サービスが受けられます。