

不定形な樹脂材料中の塩素の分析

EDXRF Analysis of Chlorine in Plastic Materials of Irregularly Shaped Samples

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、RoHS/ELV指令のスクリーニング手法として広く用いられています。最近、電機・電子業界ではRoHS指令による5元素の規制に加え、Br、Cl等のハロゲンのフリー化が進められています。今回、PE（ポリエチレン）樹脂にClを添加した検量線試料を用いて、形状の異なる試料の定量分析を行いま

した。また、応用例として未知試料（プラスチック板、部品）に含まれるClを分析しました。また、スクリーニング分析例として電子基板中のClを分析しましたので、その結果もご報告します。なお、今回用いたCl含有検量線試料につきましては、アプリケーションニュースX231をご覧ください。

R. Ogawa R. Yamato

不定形な樹脂試料中の塩素の分析

Analysis of Chlorine in Irregularly Shaped Samples

形状の異なるPE（ポリエチレン）樹脂試料を用いて、Clの定量値を散乱線モニター法で補正する方法を検討し、良好な結果が得られましたのでご報告します。測定は、住化分析センター製5 mm厚Cl含有PE試料を用いて検量線法で行いました。

[試料]

検量線試料：住化分析センター製5 mm厚Cl含有PE試料
 評価試料：PE標準物質ERM-EC681kペレット、成型品（厚さ5 mm）

形状補正のあり・なしでの定量結果を比較しました。その結果をTable 1に示します。Table 1直接測定 of 成型品・成型品（半分）の結果より、形状補正を用いる事で精度

良く分析できることがわかります。

ペレット等の小さい試料を分析する場合にはPP（ポリプロピレン）フィルムもしくはマイラーフィルムを張った試料容器に入れて分析する必要があります。その場合はフィルムによってClの蛍光X線が吸収されて定量値が低くなるため、係数をかけて補正しました（Table 1のPPフィルム（5 μm）使用およびマイラー（6 μm）使用の場合を参照）。Clの分析には、軽元素の不純物が少なく、Clの蛍光X線の吸収も少ないPPフィルムの使用を推奨します。フィルムを張った試料容器を分析で多用する場合は、フィルムを敷いた状態で検量線を作成すると誤差を小さくすることができます。

Table 1 形状の異なる樹脂試料中のClの定量分析結果
 Results of Quantitative Analysis of Irregularly Shaped PE Samples

| 試料の形状 | | ERM EC681 k (標準値Cl 800 ppm) | | | | | | | |
|--------|-----------|-----------------------------|----------|---------------------------------|-------|-------|-------------------------------|-------|-------|
| | | 直接測定 | | PPフィルム (5 μm) 使用 ^(注) | | | マイラー (6 μm) 使用 ^(注) | | |
| | | 成型品 | 成型品 (半分) | 成型品 | ペレット多 | ペレット少 | 成型品 | ペレット多 | ペレット少 |
| 形状補正なし | 定量値 (ppm) | 832 | 526 | 822 | 537 | 397 | 801 | 499 | 625 |
| | 標準値との比 | 1.04 | 0.66 | 1.03 | 0.67 | 0.50 | 1.00 | 0.62 | 0.78 |
| 形状補正あり | 定量値 (ppm) | 833 | 800 | 797 | 686 | 705 | 799 | 676 | 870 |
| | 標準値との比 | 1.04 | 1.00 | 1.00 | 0.86 | 0.88 | 1.00 | 0.84 | 1.09 |

注) PPフィルムおよびマイラーフィルムを用いた場合フィルムによるX線の吸収があるため、定量値は係数をかけて補正しました。



成型品 (厚さ5 mm)



ペレット (多数)



ペレット (少数)

散乱線モニター法による形状補正

Shape Correction by Scattered X-ray Monitor Method

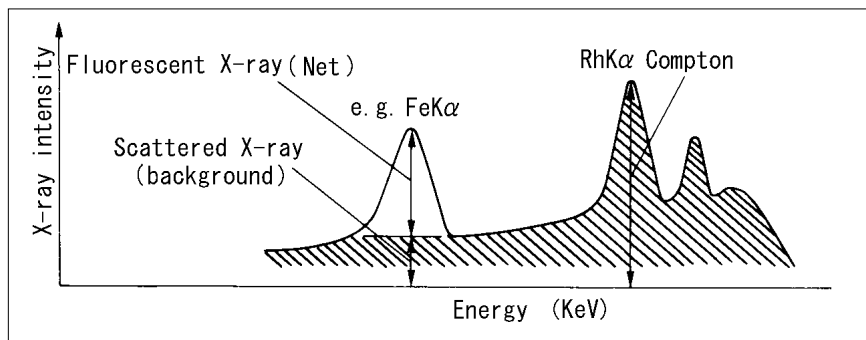


Fig.1 散乱線モニター法による形状補正
Shape Correction by Scattered X-ray Monitor Method

試料の厚さ、形、大きさに対して、散乱線モニター法による形状補正を行いました。散乱線モニター法とは、Fig.1のように、X線管由来の連続X線やターゲットの特性X線の散乱線との比をとることによって、定量値を補正する方法です。

未知試料中の塩素の分析

Analysis of Chlorine in Unknown Samples

プラスチック板等の未知試料について、Clの定量分析を行いました。Clの定量分析結果をTable 2に示します。

Table 2 樹脂製未知試料中のClの定量分析結果
Results of Quantitative Analysis of Samples

| | プラスチック板 | 部品 (白) | 部品 (黄) |
|-------|---------|--------|--------|
| 試料 | | | |
| Cl定量値 | 86.7 | 191 | 239 |

(単位: ppm)

電子基板のスクリーニング分析

Screening Analysis of Chlorine in an Electronic Board

参考に、電子基板についてスクリーニング分析を行いましたので、その定量分析結果をTable 3に示します。電子基板の表面樹脂コーティング等にClが含まれている場

合があります。また、基板は複合材料が使われているため、下地の影響があることから定量値は参考値になります。

Table 3 基板中のClの定量分析結果
Result of Quantitative Analysis of an Electronic Board

| | 基板 |
|-------|-----|
| 試料 | |
| Cl定量値 | 788 |

(単位: ppm)

Table 4 分析条件
Analytical Conditions

| | |
|----------------------|---|
| Instrument | : EDX-GP, 720 |
| X-ray Tube | : Rh target |
| Filter | : Filter #2 (EDX-GP), #1 (EDX-720) for Cl |
| Voltage - Current | : 15 kV - (Auto) μ A |
| Atmosphere | : Air |
| Measurement Diameter | : 10 mm ϕ |
| Measurement Time | : 100 sec |
| Dead Time | : 40 % |

初版発行: 2009年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

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 Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。