

金属（Zn合金）材料中のPb, Cd, Hg, Crの分析

EDXRF Analysis of Lead, Cadmium, Mercury and Chromium in Zinc Alloy

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。ここでは、MBH製のZn合金標準物質のPb, Cd, Hg, Crの検量線の確認および感度評価を行いましたので、その結果を示します。Zn合金は、自動車部品や電機・

電子機器関連で、ZnめっきやZn合金ダイカストとして多く使われています。また、Zn合金標準物質は、黄銅や銅、ニッケル、鉄など原子番号の近い材質の分析にも応用でき、水銀を含有するという特徴がある標準物質です。

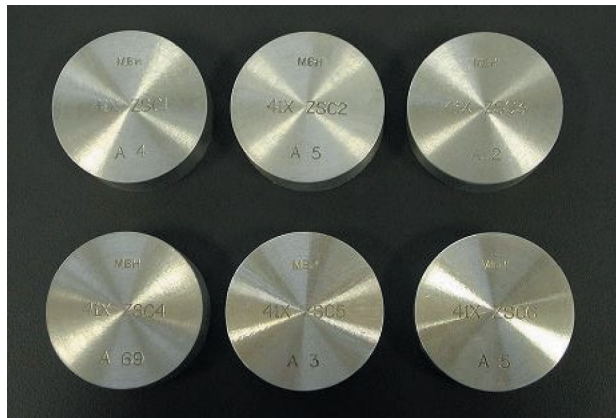
R. Ogawa R. Yamato

試料

Sample

MBH ANALYTICAL LTD. 製Zn合金標準物質

試料	含有量(ppm)			
	Pb	Cd	Hg	Cr
41X ZSC1	621	288	260	39
41X ZSC2	1111	16	53	36
41X ZSC3	273	1190	21	148
41X ZSC4	1560	131	500	299
41X ZSC5	137	502	1470	0
41X ZSC6	77	2150	290	0



分析結果 検出下限

Lower Limits of Detection

元素	Cd	Pb	Pb	Hg	Cr
スペクトル	Cd K	Pb L ₁	Pb L	Hg L ₁	Cr K
電圧(kV)	50	50	50	50	30
測定時間(sec)	300	300	300	300	300
検出下限(ppm)	8.5	54.3	79.2	82.2	56.4

- ・Zn合金標準物質は、試料表面を切削研磨して使用しました。
- ・Hgの分析線は、ZnKの影響が少ないHgL₁を使用しています。
- ・最適な1次フィルタを用いて測定しています。
- ・検出下限値は右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 (ppm/cps)
- I_{back} : バックグラウンド強度 (cps)
- T : 測定時間 (sec)

検量線

Calibration Curve

EDX-720での、Pb, Cd, Hg, Crの検量線をそれぞれFig.1~5に示します。

Zn合金標準物質は、試料表面を切削研磨して使用しました。HgはHg L とZn K に重なりがあるため、Hg L 1を用いました。

Cdの含有量範囲は16~2150 ppmです。RoHS/ELV規制のしきい値である100 ppm未満の試料が少ないため、

100 ppmまでの含有量の判断は黄銅標準試料（住友金属テクノロジー製、アプリケーションニュースX225 参照）を使用したほうが良い場合があります。

また、Crの含有量範囲は0~299 ppmです。RoHS/ELV規制のしきい値である1000 ppm付近の判断は検量線の範囲外になります。Cdと同様に黄銅標準試料を使用したほうが良い場合があります。

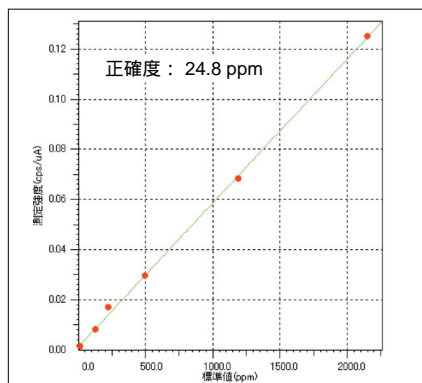


Fig.1 Cd K 検量線
Calibration Curve for Cd K α

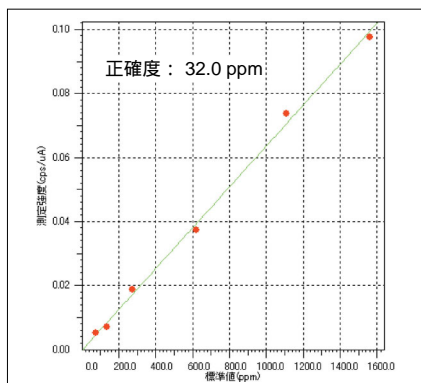


Fig.2 Pb L 1検量線
Calibration Curve for Pb L β 1

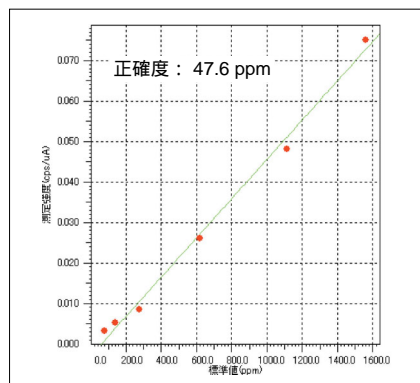


Fig.3 Pb L 検量線
Calibration Curve for Pb L α

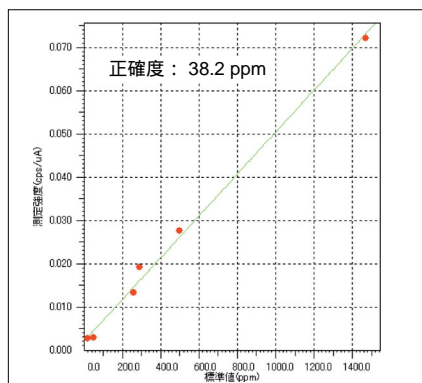


Fig.4 Hg L 1検量線
Calibration Curve for Hg L β 1

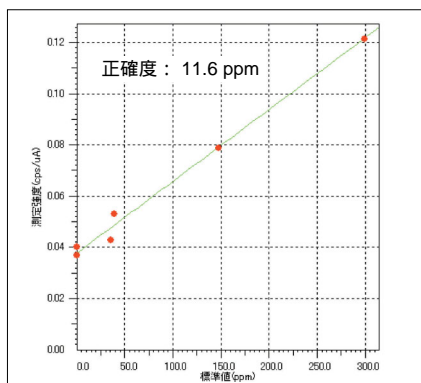


Fig.5 Cr K 検量線
Calibration Curve for Cr K α

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-720, GP
X-ray Tube	: Rh target
Filter	: EDX-720 ; Filter #4 (for Cd), Filter #3 (for Hg, Pb), Filter #2 (for Cr) EDX-GP ; Filter #1 (for Cd), Filter#4 (for Hg, Pb) , Filter #3 (for Cr)
Voltage - Current	: 50 kV - (Auto) μ A except for Cr, Cr : 30 kV - (Auto) μ A
Atmosphere	: Air
Measurement Diameter	: 10 mm ϕ
Measurement Time	: 300 sec
Dead Time	: 40 %

初版発行：2009年3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。