

Application News

No. X256

X線分析
X-ray Analysis

EDX-7000 Navi ソフトによるスクリーニング分析

Screening Analysis with EDX-7000 Navi Software

蛍光 X 線による環境負荷物質の元素スクリーニング分析において、従来の汎用機では標準試料を用意して検量線作成を行う必要があり、分析や装置の管理に時間と手間を要していました。

その汎用機の後継機である EDX-7000 は、Navi ソフトのスクリーニング分析によりそれらが簡単に行えるようになりました。

また、検出器冷却のための液体窒素は不要で、従来機種よりも感度が約 1.5 ～ 5 倍向上しました。その結果、これまで比較的測定時間を要していた銅合金やスズ合金などの金属試料では、約 3 ～ 10 倍速くなりました。

T. Nakao R. Yamato

■ PCEDX-Navi によるスクリーニング分析

Screening Analysis with PCEDX-Navi Software

PCEDX-Navi (RoHS, ハロゲン, アンチモンスクリーニング分析キット) は、分析に不慣れな方でも規格判定～報告書出力まで簡単に操作できます。これらは以下特長により実現されました。

- ①装置起動～分析～報告書作成まで 1 画面で操作
- ②測定条件は [Screening Fast (時短モード)] または [Screening (精密モード)] の 2 種類のみ
- ③装置内蔵の検量線 (以下材質) を自動選択
樹脂 [PE, PVC], アルミニウム合金, 鉄鋼, 銅合金, スズ合金操作および分析全体の流れを Fig. 1 に示します。



スクリーニング分析 決定した材質から、最適な内蔵検量線が自動選択されます。検量線法のためFP法よりも精度良く定量されます。

分析結果：樹脂 PCEDX Nav

元素	判定	分析結果	単位	σ/μ
Cd	NG	165.9	ppm	10.2
Pb	OK	49.5	ppm	2.1
Cr	OK	ND	ppm	2.7
Hg	OK	ND	ppm	0.5
Br	OK	2.0	ppm	0.4
Cl	??	936.8	ppm	36.8
Sb	OK	34.6	ppm	7.2
S		0.106	%	0.018
Ca		0.014	%	0.002
Se		0.005	%	0.001
樹脂		86.749	%	0.000

試料情報
 試料名: 樹脂
 測定日時: 2013-09-18 10:53:43
 グループ: [定性定量] Screening
 コメント: 時間短縮済
 試料画像:

次試料を測定 分析結果一覧 報告書...

[分析結果]は判定結果がわかりやすい表示

[報告書]ボタンワンクリックで報告書を作成

報告書No. 担当

分析結果 分析日 2013年09月18日

試料情報
 試料名: 樹脂
 分析グループ: Screening
 部品No.:
 サンプル重量: g
 材質: 樹脂
 購入先:

分析結果
 分析方法: 蛍光X線分析(EDX)
 サンプルの前処理: なし

元素名	カドミウム	クロム	水銀	鉛	臭素	塩素	アンチモン
定量値(ppm)	165.9	ND	ND	49.5	2.0	936.8	34.6
標準偏差×3(ppm)	10.2	2.7	0.5	2.1	0.4	36.8	7.2
判定	NG	OK	OK	OK	OK	??	OK

蛍光X線スペクトル

Fig. 1 スクリーニング分析の流れ
Flow of Screening Analysis

■時間自動短縮

Automatic Time Reduction

設定された測定時間（100秒）に達する前でも、しきい値および、測定途中の定量値・標準偏差から、設定したしきい値に対して判定ができた時点で分析を終了する機能で、分析時間の短縮に有効です。

スクリーニング簡単設定

条件リスト
 Screening
 ScreeningFast

しきい値 判定文字列 報告書テンプレート

しきい値(ppm)の設定

元素	材質				
	樹脂	Al	Fe	Cu	Sn
Cd	<input checked="" type="checkbox"/> 70-130	<input checked="" type="checkbox"/> 70-130	<input checked="" type="checkbox"/> 70-130	<input checked="" type="checkbox"/> 70-130	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300
Pb	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300
Cr	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300
Hg	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300
Br	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300
Cl	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300				
Sb	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300				

測定条件 最適フィルタ 時間自動短縮

測定時間のめやす 8分 6分 6分 6分 6分

設定 閉じる

Fig. 2 しきい値、時間短縮条件設定画面
Threshold, Time Reduction Condition Setting Window

■ 時間短縮の例

Example of Time Reduction

- (1) 樹脂材料 (Fig. 3) について、時間自動短縮 ON と OFF で分析した結果を Table 1 に示します。
 総分析時間は、OFF では 400 秒を要しますが、ON では 133 秒と、時間短縮機能の効果がわかります。



Fig. 3 樹脂材料
Resin

Table 1 樹脂材料の分析結果と分析時間 (EDX-7000)
Analytical Results and Measurement Time for Resin Material

時間自動短縮	ON				OFF				
	元素	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]
	⁴⁸ Cd	183.3	34.2	NG	11	165.9	10.2	NG	100
	⁵¹ Sb	40.3	21.3	OK		34.6	7.2	OK	
	⁸² Pb	49.7	6.2	OK	11	49.5	2.1	OK	100
	⁸⁰ Hg	ND	1.7	OK		ND	0.5	OK	
	³⁵ Br	2.6	1.4	OK		2.0	0.4	OK	
	²⁴ Cr	ND	7.7	OK	11	ND	2.7	OK	100
	¹⁷ Cl	916.3	36.3	GRAY	100	936.8	36.8	GRAY	100
		合計			133	合計			400

*1 閾値は Cd:70-130 ppm, Cd 以外 : 700-1300 ppm を設定しました。

- (2) 同様に銅合金 (Fig. 4) の測定結果を Table 2 に示します。同様に時間自動短縮機能の効果がわかります。



Fig. 4 銅合金
Copper Alloy

Table 2 銅合金の分析結果と分析時間 (EDX-7000)
Analytical Results and Measurement Time for Copper Alloy

時間自動短縮	ON				OFF				
	元素	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]
	⁴⁸ Cd	21.3	12.3	OK	36	20.8	7.2	OK	100
	⁸² Pb	206.9	104.1	OK	20	207.7	48.0	OK	100
	⁸⁰ Hg	ND	78.3	OK		ND	40.6	OK	
	³⁵ Br	ND	27.3	OK		ND	13.5	OK	
	²⁴ Cr	445.3	110.4	OK	22	442.8	51.0	OK	100
		合計			78	合計			300

*1 閾値は Cd:70-130 ppm, Cd 以外 : 700-1300 ppm を設定しました。

- (3) 比較として、スクリーニング専用装置 EDX-LE で分析した結果を Table 3 に示します。

Table 3 銅合金の分析結果と分析時間 (EDX-LE)
Analytical Results and Measurement Time for Copper Alloy

時間自動短縮	ON				OFF				
	元素	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間*1 [sec]
	⁴⁸ Cd	20.7	13.3	OK	71	19.5	7.9	OK	300
	⁸² Pb	206.3	122.8	OK	52	201.3	59.0	OK	300
	⁸⁰ Hg	ND	132.9	OK		ND	51.3	OK	
	³⁵ Br	ND	44.7	OK		ND	21.1	OK	
	²⁴ Cr	442.5	116.2	OK	26	447.0	48.2	OK	300
		合計			147	合計			900

*1 閾値は Cd:70-130 ppm, Cd 以外 : 700-1300 ppm を設定しました。

Table 2 と Table 3 を比較すると、時間自動短縮を ON にした場合、測定時間は、EDX-7000 は EDX-LE の約半分、OFF では 1/3 になり、さらに 3σ (標準偏差 × 3) の値も EDX-7000 の方がより小さいことがわかります。

■検出下限

Lower Limits of Detection

各材質について、検量線から算出した検出下限値を Table 4 に示します。参考として、EDX-LE も記載しました。EDX-7000 と EDX-LE を比較すると 2 ～ 6 倍感度が良いことがわかります。

Table 4 Screening 条件による検出下限 (EDX-7000, EDX-LE)
Lower Limits of Detection by Screening Condition [ppm]

元素 \ 材質	EDX-7000						EDX-LE					
	PE	PVC	Al	Fe	Cu	Sn	PE	PVC	Al	Fe	Cu	Sn
⁴⁸ Cd	2	2	1	5	7	(160)	5	5	5	9	18	(180)
⁸² Pb	1	2	2	16	32	15	6	12	10	46	130	79
²⁴ Cr	3	8	5	43	38	(25)	6	18	10	120	60	(88)
⁸⁰ Hg	0.6	2	(2)	(27)	(31)	(21)	4	8	8	(56)	(130)	(110)
³⁵ Br	0.3	0.5	(1)	(9)	(14)	(7)	1	4	4	(21)	(44)	(35)
¹⁷ Cl	9						25					
⁵¹ Sb	5						10					

- ・ () は定量 FP 法のため、非含有試料の理論標準偏差より算出しました。
- ・ 分析時間各 100 秒における検出下限値です。
- ※ EDX-LE の材質 Fe, Cu, Sn については、実際の測定時間は 300 秒です。(上記値は 100 秒換算)

■再現精度

Precision of Repeatability

Screenig 条件による C-H-B-F-5-046H 金属含有試料 (LDPE) *3 の単純 10 回繰り返し再現性試験結果を Table 5 に示します。変動係数は、300 ppm で 1 % 前後、100 ppm でも 2 % と非常に良好です。

Table 5 再現精度 (EDX-7000)
Precision of Repeatability [ppm]

元素	⁴⁸ Cd	⁸² Pb	²⁴ Cr	⁸⁰ Hg	³⁵ Br	¹⁷ Cl	⁵¹ Sb
分析回数 \ 標準値	104	309	297	300	304	893	1029
1	100	309	298	299	305	875	1016
2	102	311	290	299	304	872	1020
3	100	308	298	299	303	882	1018
4	101	311	291	300	305	908	1034
5	100	309	296	300	307	902	1024
6	102	308	297	304	309	902	1021
7	103	312	291	304	306	901	1023
8	103	312	299	301	306	882	1044
9	103	308	297	303	307	892	1031
10	108	309	294	300	306	892	1040
平均値	102.1	309.7	295	300.8	305.8	890.7	1027.0
実測標準偏差	2.2	1.4	3.2	1.9	1.6	11.7	9.6
理論標準偏差	2.5	2.0	3.1	1.9	2.3	9.2	8.8
変動係数[%]	2.1	0.4	1.1	0.6	0.5	1.3	0.9

*3 Cd, Pb, Cr, Hg, Br, Cl, Sb 含有の PE 標準試料 住化分析センター製

Analytical Conditions

Instrument	: EDX-7000	Collimator [mm φ]	: 10
Elements	: Cd, Pb, Cr, Br, Hg, Cl, Sb	Primary Filter	: #1, #2, #3, #4
Analytical Group	: Screening	Atmosphere	: Air
X-ray Tube	: Rh target	Detector	: SDD
Tube Voltage [kV]	: 10, 30, 50	Integration Time [sec]	: Max100 (Real Time) /ch
Current [μA]	: Auto	Dead Time [%]	: Max30

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2014年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※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。