SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

島津エネルギー分散型蛍光X線分析装置 EDX-7200

EDXによる樹脂中リンの分析
—TSCAに向けたリンスクリーニング分析キット—

漆﨑 文彩

ユーザーベネフィット

- ◆ スクリーニング分析キットでは分析に必要な管理試料とソフトウェアが1パッケージになっています。
- ◆ RoHS スクリーニング分析と同時にリンの分析ができます。
- ◆ EDX-7200は樹脂中のリン濃度を高感度で簡単に分析できます。

■はじめに

フェノール、イソプロピルリン酸 (3：1) (PIP (3：1)) は、図1に示したように、イソプロピル化された3つのフェニル基を持つリン酸化合物です。可塑性や難燃性を付与する目的で、ポリ塩化ビニルやポリウレタンなどの樹脂をはじめとした製品に広く使用されます。一方で、米国環境保護庁 (U.S. EPA) では、有害物質規制法 (TSCA) において、PIP (3：1) を含有する製品および成形品の製造、加工および商取引の規制を開始しました。

エネルギー分散型蛍光X線分析装置 (EDX) では有機リン化合物の定性や定量分析はできませんが、元素としてリン (P) の濃度を分析できます。そのため、EDXによって規制対象の有機リン化合物の含有量を推定し、スクリーニング分析することが可能です。

本アプリケーションニュースでは、PCEDX-Naviソフトによるのスクリーニング分析の流れと、樹脂中のPのスクリーニング分析事例をご紹介します。

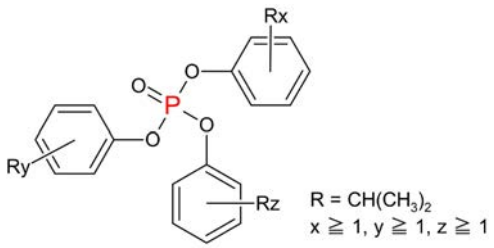

図 1　PIP (3：1) の構造式

■Pスクリーニング分析キット

当社は従来より、RoHS 5元素 (Cd、Pb、Cr、Hg、Br) やハロゲン (Cl)、アンチモン (Sb) の分析に対応したスクリーニング分析キットを提供してきました。これら分析キットを用いることで、初めての方でも簡単に有害元素のスクリーニング分析ができます。

EDX-7200は拡張キットとして、新たに樹脂中難燃剤のPのスクリーニング分析に対応します。測定はRoHS元素などと同時にできます。

原子番号15のPは原子番号の大きな元素に比べると発生する蛍光X線強度が弱く、また樹脂材質の違いによる影響を受けやすい元素です。Pスクリーニング分析キットでは、Pの分析に最適な測定条件および樹脂材質の影響を補正する計算条件を用いて定量値が計算されます。

■スクリーニング簡単設定画面

図2にスクリーニング分析キットのスクリーニング簡単設定画面を示します。スクリーニング分析キットでは、この画面から、材質、元素ごとにしきい値の設定ができます。しきい値の入力方法に応じてスクリーニング判定方式の変更もできます。

また、時間自動短縮機能では、設定された測定時間 (100秒) に達する前でも、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します。分析時間の短縮に有効です。

図 2　スクリーニング簡単設定画面 (しきい値の設定例)

■管理試料

装置管理には、キットに付属のP含有ポリエチレン試料を用います。図3に管理試料の外観を示します。

図 3　Pスクリーニング分析キット管理試料

■検出下限

大気雰囲気でのPの検出下限目安を表1に示します。

表 1　検出下限

測定雰囲気	大気
検出下限 [ppm]	12

※測定時間 100 秒、PE樹脂

■試料

Pを含有するポリ塩化ビニル (PVC) 樹脂製の成形品を分析しました。図4に試料の外観写真を示します。測定時は、成形品4本を並べて測定しました。

図 4　試料外観

■分析結果

従来のRoHS 5元素およびPの6元素を分析対象としたスクリーニング分析条件 “Screening” (時間自動短縮：OFF) により、試料を分析しました。判定結果画面を図5に示します。定量値と共にOK / GRAY / NGの判定が表示されます。また、Pのプロファイルを図6に示します。

Pの単純10回繰り返し再現性試験を行いました。結果を表2に示します。変動係数 (CV値) は、1.8%と非常に良好です。

図 5　スクリーニング分析・判定結果画面

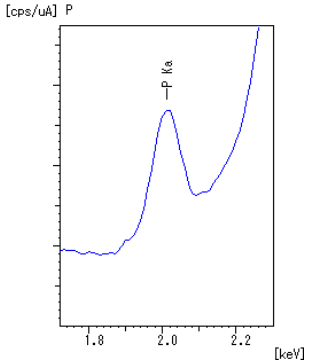

図 6　PKαプロファイル

表2　再現性試験結果

測定雰囲気	大気
平均値 [ppm]	714.3
標準偏差 [ppm]	13.1
CV値 [%]	1.8

■[参考]真空雰囲気での測定

真空雰囲気下で測定すると、さらに低濃度のP分析が可能になります。RoHSスクリーニング分析条件とは別条件になりますが、より感度良くPを分析したい場合や樹脂中のPのみをスクリーニング分析する場合に有効です。

表3に真空雰囲気下でのPの検出下限目安を、図7に真空および大気雰囲気下でのプロファイル強度比較を示します。真空雰囲気下では、検出下限が4.7 ppmとなり、大気に比べておよそ2.6倍検出下限が向上します。

表 3　検出下限

測定雰囲気	真空
検出下限 [ppm]	4.7

※測定時間 100 秒、PE樹脂

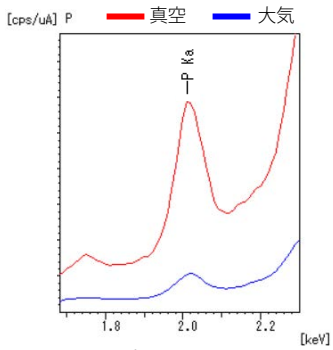

図 7　PKαプロファイル強度比較

■まとめ

EDX-7200のPスクリーニング分析キットの特長を以下に示します。

1. スクリーニング分析キットでは分析に必要な管理試料とソフトウェアが1パッケージになっています。
2. RoHS 5元素や塩素、アンチモンの分析と一括でリンのスクリーニング分析ができます。
3. EDX-7200は樹脂中のリン濃度を高感度で簡単に分析できます。

■分析条件

表 4　分析条件

装置	:	EDX-7200
元素	:	$_{15}$P
分析グループ	:	Screening
検出器	:	SDD
X線管球	:	Rhターゲット
管電圧ー管電流	:	15 [kV] ―Auto [μA]
コリメータ	:	10 [mmφ]
1次フィルタ	:	なし
雰囲気	:	大気 / 真空
積分時間	:	100 [秒]
デッドタイム	:	最大30 [%]

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

01-00290-JP　初版発行：2021年 12月

島津コールセンター 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm
会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。
新規登録は、https://solutions.shimadzu.co.jp/ よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2021

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

EDX-7200
エネルギー分散型蛍光X線分析装置
EDX-7200

関連分野

石油・化学工業

環境

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ