

# Application News

## No. X251

X線分析  
X-ray Analysis

### EDXによる樹脂中スズ (Sn) の定量分析

Quantitative Analysis of Tin(Sn) in Plastics by EDXRF

EDXによる電機・電子機器類を中心とした規制物質の分析では、RoHS 5元素 (Cd, Pb, Cr, Hg, Br), ハロゲン (Cl, Br) に加え、スズ (Sn) も要求されるようになってきました。背景として、有機スズ化合物の使用禁止および制限が要求されるようになってきたことが挙げられます。

EDXでは、有機スズ化合物の同定や定量分析はできませんが、元素としてスズの分析が可能なることからスズ化合物の含有が推定できます。

この度、PE (ポリエチレン) 樹脂に Sn を添加した標準試料が市販されたことから、EDX-LE/GP(720) による感度等評価を行なった結果を示します。

これらの元素分析は、専用機による迅速な OK/GRAY/NG を判定するスクリーニング分析も多く利用されていることから、その一例もご紹介します。

T. Nakao H. Nakamura

#### ■ 試料

Sample

住化分析センター製プラスチックスタンダード Sn (4水準)

試料	Sn含有量[ppm]
①	0
②	310
③	700
④	1100

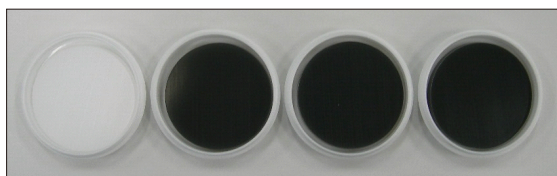


Fig. 1 プラスチックスタンダード Sn  
Plastic Standard Sn

#### ■ 検量線・検出下限

Calibration Curve, Lower Limit of Detection

試料 4 点による Sn の内標準補正検量線<sup>\*1</sup> を Fig. 2 に、その強度プロファイルを Fig. 3 に示します。また、検量線正確度および検出下限<sup>\*2</sup> を Table 1 に示します。

Table 1 Sn の検量線正確度および検出下限  
Accuracy and Lower Limit of Detection for Sn

装置	EDX-LE	EDX-GP (720)
検量線正確度 [ppm]	1.4	1.0
検出下限 [ppm]	7.5	8.2

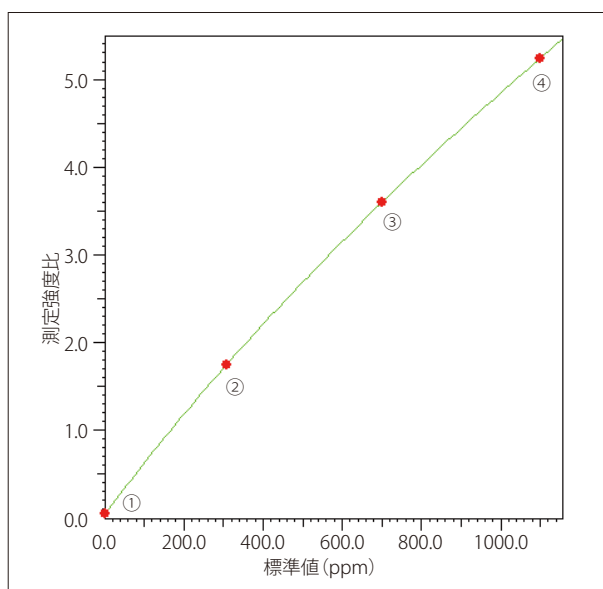


Fig. 2 樹脂中 Sn の検量線 (EDX-LE)  
Calibration Curve for Sn in Plastics

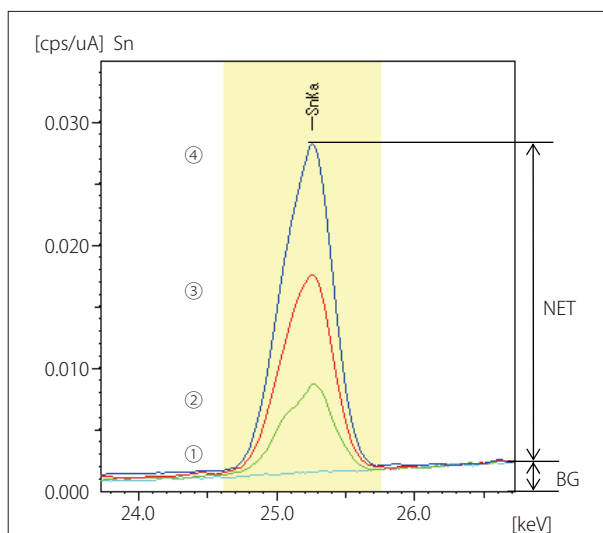


Fig. 3 SnKα のプロファイル (EDX-LE)  
Profile of SnKα

## 再現精度

### Precision of Repeatability

上記内標準補正検量線法による、試料③ 700 ppm の単純 10 回繰り返し再現性試験結果を Table 2 に示します。

Table 2 再現精度  
Precision of Repeatability

装置	EDX-LE	EDX-GP (720)
平均値 [ppm]	704.0	697.9
標準偏差 [ppm]	13.8	9.7
変動係数 [%]	2.0	1.4

## 未知試料の定量分析

### Quantitative Analysis of Unknown Sample

従来の RoHS 5 元素，および Cl を加えた 6 元素分析条件に，Sn を追加した 7 元素分析条件を作成し，樹脂片 (Fig. 4) の定量分析を行ないました。結果レポートから定量・判定部分の抜粋を Fig. 5 に示します。Sn の分析条件は Cd と同一であるため，トータルの分析時間は上記 5 元素，6 元素の場合と変わりません。

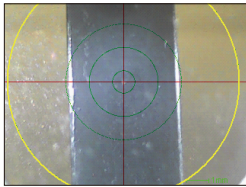


Fig. 4 樹脂片の試料画像  
Sample Image of Plastic Piece

元素	定量値	3σ	単位	判定
Cd	21.8	3.2	ppm	OK
Pb	57.9	4.8	ppm	OK
Cr	56.9	5.3	ppm	OK
Hg	45.4	2.6	ppm	OK
Br	192.6	5.0	ppm	OK
Cl	ND	27.2	ppm	OK
Sn	290.3	15.5	ppm	OK

Fig. 5 7 元素分析の結果レポートから抜粋  
Extract from the Report Sheet of 7 Elements Analysis

## スクリーニング分析

### Screening Analysis

現状 RoHS 5 元素および Cl の分析は，品種や材質ごとに設定した基準値をクリアするかしないか，あるいはその中間のグレーゾーンかを迅速に判定するスクリーニング分析が多く利用されています。

そこで EDX-LE に搭載されているスクリーニング分析条件に，Sn を追加した 7 元素のスクリーニング分析条件を作成し，樹脂片を分析しました。

スクリーニング分析・判定結果画面を Fig. 6 に示します。Cd, Pb, Cr, Hg, Br, Cl, Sn の 7 元素の判定が可能です。Sn の判定しきい値を， $OK \leq 700 \text{ ppm} < GRAY < 1300 \text{ ppm} \leq NG$  と設定した場合，判定結果は OK となります。

定量値 + 3σ = 278.1 + 17.1 = 295.2 < 700 ⇒ OK

分析結果					試料情報	
元素	判定	分析結果	単位	3σ		
Cd	OK	ND	ppm	2.7	試料名: 樹脂Sample	
Pb	OK	ND	ppm	3.7	測定日時: 2013-02-13 14:00:47	
Cr	OK	ND	ppm	4.6	グループ: [定性定量] ScreeningSn	
Hg	OK	ND	ppm	1.3	コメント: Material Check 10mm	
Br	OK	ND	ppm	0.9	試料画像:	
Cl	OK	ND	ppm	27.7		
Sn	OK	278.1	ppm	17.1		
樹脂		99.972	%	0.000	次試料を測定 分析結果一覧 報告書...	

Fig. 6 樹脂片のスクリーニング分析・判定結果画面  
Window of Screening Result of Plastic Piece

## まとめ

### Conclusion

Sn も Cd, Pb, Cr, Hg, Br などの重元素と同様に ppm レベルの定量分析が EDX シリーズで可能です。また，RoHS 分析条件に追加が可能で，トータル分析時間も変わらないことからスループットも従来と同じです。

このように，既存の分析条件の追加・変更の対応など，幅広い応用が可能です。

### Analytical Conditions

Instrument	EDX-LE	EDX-GP(720)
Elements	Sn(Kα)	
Analytical Group	Working Curve	
X-ray Tube	Rh target	
Tube Voltage [kV]	50-Auto	
— Current [μA]		
Primary Filter <sup>3</sup>	#1 <sup>3</sup>	#1 (#4) <sup>3</sup>
Collimator [mmφ]	10	
Atmosphere	Air	
Detector	Si-PIN	Si (Li)
Integration Time [sec]	100	
Dead Time [%]	40	

\*1 島津アプリケーションニュース No.X248

\*2 島津アプリケーションニュース No.X231：検出下限の計算式

\*3 RoHS 5 元素分析条件に Sn を追加した場合，Cd と同条件で分析するためトータル分析時間は変わりません。

注) EDX-LE は 機能追加キット (オプション) を導入ください。