

EDXによるRoHSスクリーニング分析

守屋 宏一

ユーザーベネフィット

- ◆ 従来型装置(EDX-720)比で最大30倍の計数量を実現。基本性能向上により、分析時間の短縮に貢献します。
- ◆ 各種材質の検量線が内蔵されており、ソフトウェアが最適な検量線を自動で選択します。
- ◆ PCEDX-Naviソフトを使用することで、分析に不慣れな方でも測定から報告書出力まで簡単に操作できます。

■はじめに

蛍光X線によるRoHSスクリーニング分析において、当社従来型装置(EDX-720)では標準試料を用意して検量線作成を行う必要があり、分析や装置管理に時間と手間を要していました。

新製品のEDX-7200ではPCEDX-Naviソフトを搭載し、分析に不慣れな方でもRoHSスクリーニング分析を簡単に行えるようになりました。また、高感度化(計数量最大30倍)、分析アルゴリズムの改良を行ったことで測定時間の大幅な短縮(最大1/30)を実現しました。例えば樹脂材料の場合、従来測定に400秒要していましたが、EDX-7200では51秒に短縮できます(表1参照)。

本アプリケーションニュースでは以下について紹介します。

1. RoHSスクリーニング分析の流れ
2. 時間自動短縮機能の紹介
3. 検出下限・再現精度

■RoHSスクリーニング分析の流れ

PCEDX-Naviでは、分析に不慣れな方でも測定から報告書出力まで簡単に操作できます。特長は下記の通りです。

- ① 装置起動～分析～報告書作成まで1画面で操作
- ② 従来までの標準試料を用いた検量線作成が不要
- 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 / ず合金

RoHS5元素と塩素、アンチモンを一度に分析する『RoHS、ハロゲン、アンチモンスクリーニング分析キット』を使用した分析全体の流れを図1~図4に示します。

測定準備画面

- ① 試料画像を見ながらサンプルを試料室に置く
- ② [分析条件]でScreening またはScreening Plasticを選択する
- ③ [試料名]を入力する
- ④ [測定開始]ボタンをクリックする

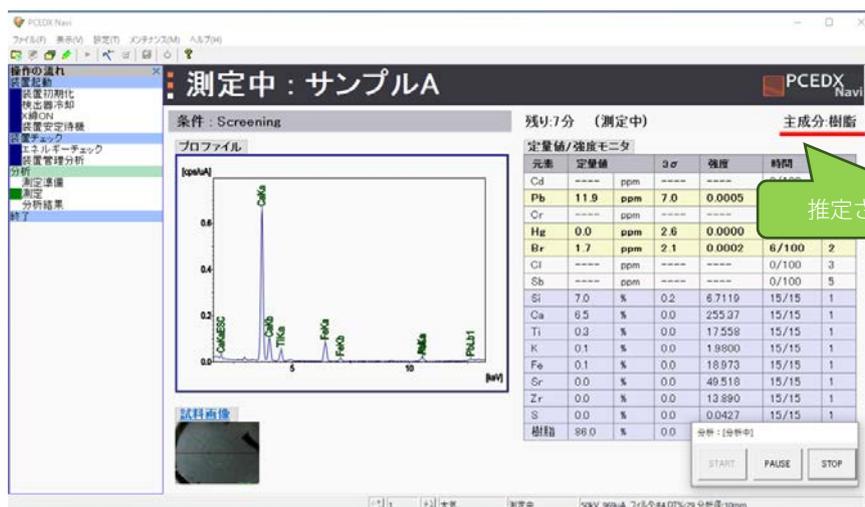


図1 測定準備画面



測定中画面

はじめに約15秒の予備測定が行われ、材質を判定します。その後、ソフトウェアが試料に最適な検量線を自動選択し、分析が開始されます(図2)。



推定された材質を表示

図2 測定中画面



分析結果画面

分析結果とともに、しきい値に対する判定「OK / ?? / NG」が併せて表示されます。また、『報告書』ボタンをクリックするだけで、報告書を作成できます(図3)。



分析値と判定結果を分かりやすく表示

ボタン一つで報告書を作成

図3 分析結果画面



報告書

報告書はExcel®とHTML形式の2つのフォーマットに対応しています(図4)。

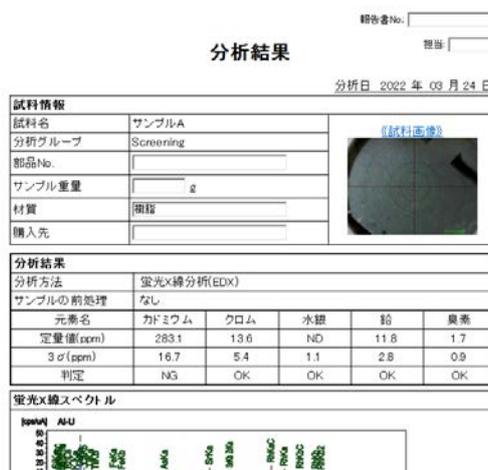


図4 報告書

■ 時間自動短縮機能

管理対象元素がしきい値を明らかに超える、下回る、あるいはグレーゾーン内に入ることを判別した時点で、自動で次の測定条件に移行する機能です。分析のスループット向上に有効です。図5にしきい値、時間自動短縮機能設定画面を示します。

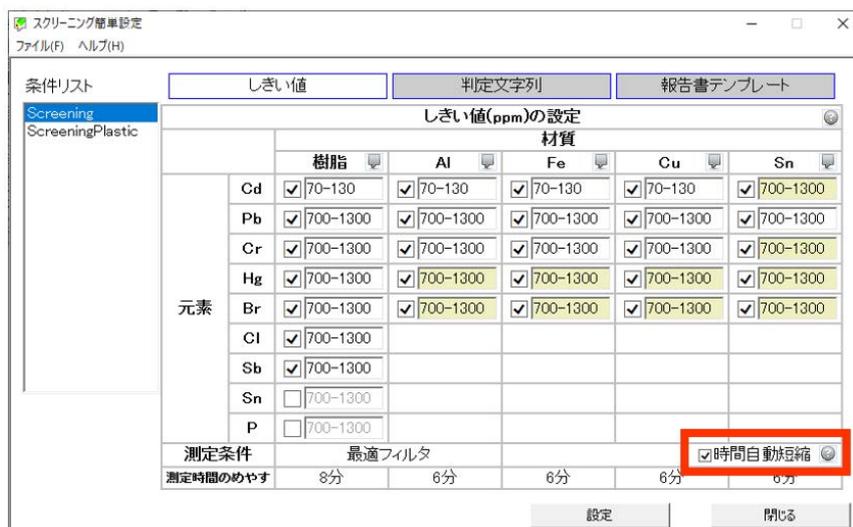


図5 しきい値、時間自動短縮機能設定画面

■ 時間自動短縮機能を用いた分析例

樹脂材料・鉄材について、時間自動短縮機能をONとOFFで分析した結果を示します。なお、しきい値はCd:70-130 ppm、Cd以外：700-1300 ppmに設定しました。

1. 樹脂材料

表1に分析結果を示します。時間自動短縮機能により、測定時間が400秒→51秒に短縮できました。



図6 樹脂材料

表1 樹脂材料の分析結果

時間自動短縮	ON				OFF			
	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]
46Cd	283.9	14.4	NG	14	283.3	6.6	NG	100
51Sb	34.5	14.7	OK		26.6	5.4	OK	
82Pb	9.1	2.8	OK	11	10.2	1.0	OK	100
80Hg	N.D.*	1.2	OK		N.D.*	0.4	OK	
35Br	1.8	1.0	OK	11	1.3	0.3	OK	100
24Cr	13.5	5.6	OK		10.5	1.9	OK	
17Cl	94.2	56.8	OK		15	98.2	22.1	
	合計			51	合計			400

*N.D. : 検出下限未満

2. ボルト(鉄材)

表2に分析結果を示します。同様に時間自動短縮機能の効果がわかります。



図7 ボルト(鉄材)

表2 ボルト(鉄材)の分析結果

時間自動短縮	ON				OFF			
	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]
46Cd	N.D.*	21.7	OK	100	N.D.*	17.3	OK	100
82Pb	554.9	102.5	OK	21	551.3	46.9	OK	100
80Hg	N.D.*	110.5	OK		N.D.*	49.9	OK	
35Br	N.D.*	19.5	OK	12	N.D.*	9.0	OK	100
24Cr	3036.9	174.7	NG		2981.1	64.1	NG	
	合計			133	合計			300

*N.D. : 検出下限未満

■検出下限

各材質の検出下限を表3に示します。参考としてEDX-LE Plusの検出下限も合わせて示します。

表3 Screening 条件による検出下限

[ppm]

元素	EDX-7200						EDX-LE Plus					
	PE	PVC	Al	Fe	Cu	Sn	PE	PVC	Al	Fe	Cu	Sn
元素\材質												
⁴⁶ Cd	2	2	1	4	5	(89)	2	2	1	5	6	(170)
⁸² Pb	0.5	0.8	0.9	8	13	8	1	2	2	14	31	14
²⁴ Cr	2	4	2	21	18	(16)	3	8	4	43	41	(35)
⁸⁰ Hg	0.2	0.8	(1)	(12)	(16)	(12)	0.4	1.4	(2)	(29)	(37)	(26)
³⁵ Br	0.1	0.2	(1)	(4)	(7)	(4)	0.2	0.4	(1)	(8)	(12)	(8)
¹⁷ Cl	9	—	—	—	—	—	16	—	—	—	—	—
⁵¹ Sb	5	5	—	—	—	—	6	6	—	—	—	—

・ () 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。

— : RoHS規制対象外の元素です。

■再現精度

Screening 条件によるC-H-B-F-5-124HJ 金属含有試料 (LDPE) * の単純10回繰り返し再現性試験結果を表4に示します。変動係数は1.5%以下と良好です。

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

表4 再現精度

[ppm]

元素	⁴⁶ Cd	⁸² Pb	²⁴ Cr	⁸⁰ Hg	³⁵ Br	¹⁷ Cl	⁵¹ Sb
分析回数\標準値	110	310	310	280	310	890	1100
1	109	309	313	279	311	900	1101
2	108	310	313	279	312	903	1100
3	109	309	313	278	310	901	1107
4	109	314	310	280	313	904	1111
5	110	311	314	279	311	911	1090
6	110	314	315	281	312	891	1102
7	109	309	314	276	309	897	1101
8	108	309	314	278	310	912	1098
9	112	310	313	279	311	881	1110
10	113	310	314	280	312	894	1113
平均値	109.7	310.6	313.1	278.8	311.1	899.4	1103.0
標準偏差	1.5	1.9	1.4	1.2	1.2	8.7	6.7
変動係数 [%]	1.4	0.6	0.4	0.4	0.4	1.0	0.6

■まとめ

EDX-7200によるRoHSスクリーニング分析の特長を以下に示します。

- 操作性
分析に不慣れな方でも測定～報告書出力まで簡単に操作できます。
- 検出下限、再現精度
高感度化により、従来型装置に比べ検出下限が大幅に向上しました。
- 結果判定画面
分析結果とともに、しきい値に対する判定「OK/? /NG」が併せて表示されます。しきい値はお客様にて任意に設定可能です。
- 分析スループットの向上
時間自動短縮機能を利用することで、測定時間の短縮ができ、さらに分析効率の向上が期待できます。

■分析条件

表5 分析条件

装置	: EDX-7200
元素	: ⁴⁶ Cd, ⁸² Pb, ²⁴ Cr, ⁸⁰ Hg, ³⁵ Br, ¹⁷ Cl, ⁵¹ Sb
分析グループ	: Screening
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧—管電流	: 10, 30, 50 [kV] —Auto [μ A]
コリメータ	: 10 [mm ϕ]
1次フィルタ	: #1, #2, #3, #4
雰囲気	: 大気
積分時間	: 100 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]

■参考

EDX-720によるRoHSスクリーニング分析については『Application News No.X224, X225, X226, X227』をご参照ください。

株式会社 島津製作所

01-00300-JP 初版発行：2022年5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」、「®」を明記していません。

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/ap/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、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, 2022