SHIMADZU APPLICATION NEWS
島津アプリケーションニュース
LAAN-A-XR039
●X線分析
X-RAY ANALYSIS
No.X239

金属（鉛フリーはんだ）材料中のPb, Cd, Ag, Cuの分析

EDXRF Analysis of Lead, Cadmium, Silver, Copper in Lead - Free Solder Materials

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。鉛フリーはんだは，実装回路基板などで多く使われています。ここでは，社団法人日本分析化学会製の鉛フリーはんだ認証標準物質を用いた時のPb， Cd， Ag，Cuの感度評価を行いましたので，その結果を示します。

R. Ogawa

■試　料

Sample

社団法人 日本分析化学会製 鉛フリーはんだ認証標準物質

試　料	含有量（ppm）			
	Pb（ppm）	Cd（ppm）	Ag（%）	Cu（%）
JSAC0131	13.9	< 3	0.488	0.102
JSAC0132	520.9	88.0	2.98	1.01
JSAC0133	1022	832	3.41	0.756
JSAC0134	2007	1530	3.91	0.513

■分析結果　検出下限

Lower Limits of Detection

元　素	Pb		Cd	Ag	Cu
スペクトル	Pb Lβ1	Pb Lα	CdKα	AgKα	CuKα
電圧（kV）	50	50	50	50	50
測定時間（sec）	300	300	1200	300	300
検出下限（ppm）	34.1	42.0	63.2	98.6	81.6

・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。

Ag及びCuは含有量が多く1次フィルタを用いた測定は不要ですが，測定時間短縮のためAgはCdと，CuはPbと同時に1次フィルタを用いて測定しています。

※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
I back　：バックグラウンド強度
T　　：測定時間

Table 1　測定条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-GP, 720
X-ray Tube	: Rh target
Filter	: EDX-GP ; Filter #4 (for Pb, Cu), Filter #1 (for Ag, Cd) EDX-720 ; Filter #3 (for Pb, Cu), Filter #4 (for Ag, Cd)
Voltage - Current	: 50 kV - (Auto) µA
Atmosphere	: Air
Measurement Diameter	: 10 mmϕ
Measurement Time	: 300 sec (for Pb, Cu, Ag), 1200 sec (for Cd)
Dead Time	: 40 %

■検量線

Calibration Curve

Pb，Cd，Ag，Cuの検量線をそれぞれFig. 1～5に示します。

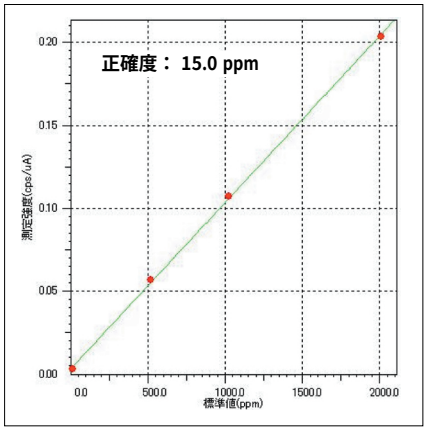

Fig.1　PbLβ1検量線
Calibration Curve for PbLβ1

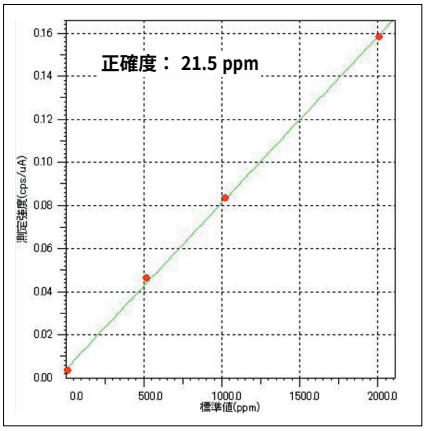

Fig.2　Pb Lα検量線
Calibration Curve for PbLα

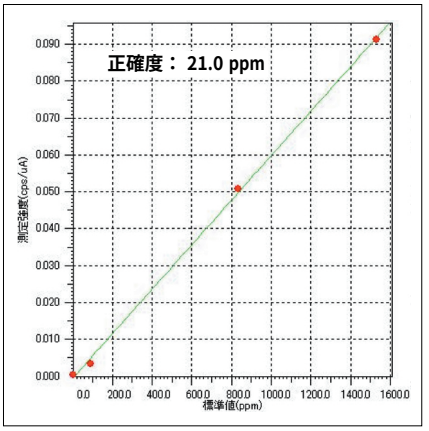

Fig.3　CdKα検量線
Calibration Curve for CdKα

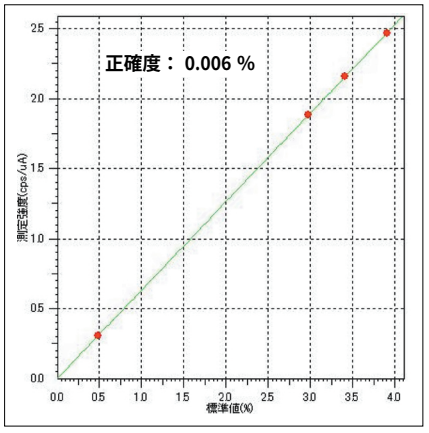

Fig.4　AgKα検量線
Calibration Curve for AgKα

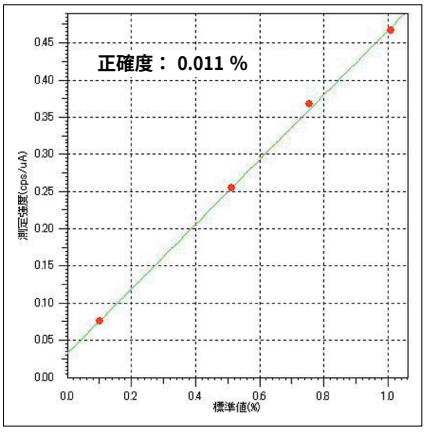

Fig.5　CuKα検量線
Calibration Curve for CuKα

■はんだ試料の単純繰り返し再現精度試験

Repeatability Test

はんだ試料（写真1）について単純10回繰り返し再現精度試験を行いました。その結果をTable 2に示します。

表のN.D.（not detected）は検出下限未満を示しています。なお，試料は表面を切削研磨して分析しました。

Table 2　はんだ試料の単純繰り返し再現精度試験
Result of Repeatability Test of a Solder Material

元素	Pb (ppm)		Cd (ppm)	Ag (%)	Cu (%)
スペクトル	PbLβ 1	PbL α	CdK α	AgK α	CuK α
化学分析値	510		N.D.	2.96	0.50
EDX分析値（平均）	486.9	502.3	N.D.	2.95	0.46
標準偏差	18.9	23.9	—	0.013	0.005
実測変動係数（%）	3.9	4.8	—	0.443	1.171
理論変動係数（%）	2.9	2.6	—	0.186	0.451

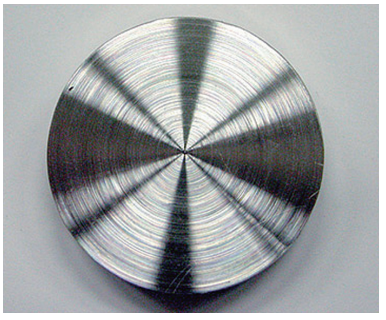

写真1　はんだ試料

初 版 発 行：2010年1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。

3100-12901-580-IK
2010.1