

島津エネルギー分散型蛍光X線分析装置 EDX-7200

# EDXによる樹脂中スズの分析 —Snスクリーニング分析キット—

漆崎 文彩

## ユーザーベネフィット

- ◆ スクリーニング分析キットは分析に必要な管理試料とソフトウェアが1つの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スズ (Sn) の分析ができます。
- ◆ PCEDX-Naviソフトを使用することで、分析に不慣れな方でも規格判定から報告書出力まで簡単に操作できます。

## ■はじめに

有機スズ化合物は、樹脂製品の安定剤や触媒、船底塗料、防汚剤、防腐剤など幅広い用途で使用されてきました。一方で、有機スズ化合物の一部はその毒性から、欧州連合 (EU) によるREACH規則など、世界各国での使用制限が推進されています。

表1にREACH規則の制限物質に指定されている有機スズ化合物を示します。これらの物質を含む成形品は、製造・輸入・使用が制限されます。また欧州化学品庁 (ECHA) や取引先への情報伝達義務が発生する認可対象候補物質には、さらに6種類の有機スズ化合物およびその反応生成物が指定されています。

エネルギー分散型蛍光X線分析装置 (EDX) では有機スズ化合物の定性や定量分析はできませんが、元素としてのスズ (Sn) 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スズ化合物のSn元素濃度での管理を目的としたスクリーニング分析が可能です。

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

表1 REACH規則制限物質の有機スズ化合物<sup>1)</sup>

物質	略称	管理値
三置換有機スズ化合物	—	Sn元素として1000 ppm
ジブチルスズ化合物	DBT	
ジオクチルスズ化合物	DOT	

備考) REACH規則の最新の規制内容は、欧州化学品庁ECHAの化学品情報に関するサイト (URL: <https://www.echa.europa.eu/information-on-chemicals>) をご確認ください。

## ■Sn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Snスクリーニング分析キットが追加され、樹脂中の有機スズ化合物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。

## ■スクリーニング簡単設定画面

図1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。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法の変更もできます。

また、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ことができる時間自動短縮機能も搭載しています。分析のスループット向上に有効です。

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						
材質						
	樹脂	Al	Fe	Cu	Sn	
元素	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"/> 70-130
	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"/> 300	<input checked="" type="checkbox"/> 300	<input checked="" type="checkbox"/> 300	<input checked="" type="checkbox"/> 300	<input checked="" type="checkbox"/> 300
	Cl	<input type="checkbox"/> 700-1300				
	Sb	<input type="checkbox"/> 700-1300				
	Sn	<input checked="" type="checkbox"/> 700-1300				
	P	<input type="checkbox"/> 700-1300				
	測定条件		最適フィルタ		<input type="checkbox"/> 時間自動短縮	
測定時間のめやす	6分	6分	6分	6分	6分	

図1 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、分析キットに付属のSn含有ポリエチレン試料を用います。図2に管理試料の外観を示します。



図2 Snスクリーニング分析キット管理試料

## ■ 試料

Sn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3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3 試料外観

## ■ 分析結果

従来のRoHS 5元素およびSn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4に示します。定量値と共にOK / ?? / NGの判定が表示されます。また、Snのプロファイルを図5に示します。

Sn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。

分析結果 : PVC樹脂成形品					PCEDX Navi	
分析結果			試料情報			
元素	判定	分析結果	単位	σ		
Cd	OK	ND	ppm	3.3	試料名:	PVC樹脂成形品
Pb	OK	ND	ppm	1.2	測定日時:	2022-10-25 10:07:19
Cr	OK	56.7	ppm	4.9	グループ:	[ 定性定量 ] Screening
Hg	OK	ND	ppm	0.9	コメント:	Material Check 10mm
Br	OK	1.9	ppm	0.6	オペレータ:	EDX-7200
Cl		754269.0	ppm	2014.8	試料画像:	
Sn	NG	1643.6	ppm	31.1		
S		0.221	%	0.014		
K		0.156	%	0.024		
Ca		0.087	%	0.011		
Zn		0.024	%	0.001		
Cu		0.010	%	0.001		
Fe		0.009	%	0.002		
樹脂		23.896	%	0.000		

図4 スクリーニング分析・判定結果画面

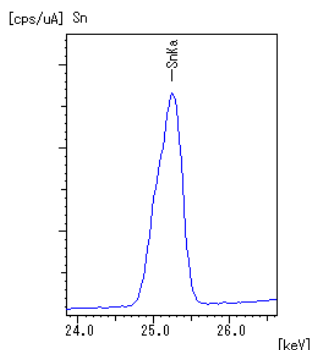


図5 SnKαプロファイル

表2 再現性試験結果

平均値 [ppm]	1641.7
標準偏差 [ppm]	20.3
CV値 [%]	1.2

## ■ 検出下限

スクリーニング分析条件 (大気雰囲気、100秒) でのPE樹脂、PVC樹脂中のSnの検出下限目安を表3に示します。

表3 樹脂材料中Snの検出下限目安

材質	PE樹脂	PVC樹脂
検出下限 [ppm]	3.4	5.7

## ■ まとめ

EDX-7200のSn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つの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Snのスクリーニング分析ができます。
3. PCEDX-Naviソフトを使用することで、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。

※スクリーニング分析キットを用いた分析の流れは

『Application News No.01-00300-JP EDXによるRoHSスクリーニング分析』をご参照ください。

※Snが検出された場合、規制対象化合物かどうかはGC/MSなど他の分析装置による分析にてご確認ください。

## ■ 分析条件

表4 分析条件

装置	: EDX-7200
元素	: $^{50}\text{Sn}$
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	: 50 [kV]—Auto [ $\mu\text{A}$ ]
コリメータ	: 10 [mmφ]
1次フィルタ	: #1
雰囲気	: 大気
積分時間	: 100 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]

### <参考文献>

- 1) ECHA REACH規則 制限物質のリスト (附属書XVII) URL: <https://echa.europa.eu/cs/substances-restricted-under-reach> (参照 2022-11-29)