

## 采用 EDX 分析树脂中的锡 — 锡筛选分析套件 —

01-00463-CN

漆崎文彩

### 特点描述

- ◆ 筛选分析套件由分析所需的控制样品和软件组成。
- ◆ 可在 RoHS 筛选分析的同时完成锡 (Sn) 的分析。
- ◆ 通过使用 PCEDX-Navi 软件, 不熟悉分析操作的人员也能轻松完成标准判断和报告输出。

### 简介

有机锡化合物被广泛应用于树脂产品的稳定剂、催化剂、船底涂料、防污剂、防腐剂等用途。但是, 部分有机锡化合物具有毒性, 世界各国都在推动限用工作, 例如欧盟 (EU) 的 REACH 法规等。

表 1 所示为被指定为 REACH 法规限制物质的有机锡化合物。含有所述物质的成品被限制生产、进口和使用。另外, 在欧洲化学品管理局 (ECHA) 以及需向业务合作单位提供信息的认可对象候选物质中, 指定了 6 种有机锡化合物及其反应生成物。

能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 不能进行有机锡化合物的定性和定量分析, 但可以分析锡 (Sn) 元素的浓度。因此, 可以使用 EDX 进行筛选分析, 用于作为控制对象的有机锡化合物的 Sn 元素浓度管理。

本应用将介绍使用 PCEDX-Navi 软件进行 Sn 筛选分析的流程以及树脂中的 Sn 筛选分析案例。

 表 1 REACH 法规限制物质的有机锡化合物<sup>1)</sup>

物质	简称	管理值
三取代有机锡化合物	—	Sn 元素小于 1000 ppm
二丁基锡化合物	DBT	
二辛基锡化合物	DOT	

备注) 关于 REACH 法规的最新监管内容, 请查阅欧洲化学品管理局 ECHA 的化学品信息网站 (URL: <https://www.echa.europa.eu/information-on-chemicals>)。

### Sn 筛选分析套件

本公司长期提供用于 RoHS 5 元素 (Cd、Pb、Cr、Hg、Br) 和氯 (Cl)、锑 (Sb) 分析的筛选分析套件。通过使用上述分析套件, 首次使用者也能完成有害元素的筛选分析。

作为 EDX-7200 扩展套件, 新增了 Sn 筛选分析套件, 可用于树脂中有机锡化合物的筛选分析。测定可与 RoHS 元素等同时进行。

### 筛选简易设置画面

图 1 表示筛选分析套件的筛选简易设置画面。可通过该画面设置各材质、元素的阈值。还能根据阈值的输入方法变更筛选判定方法。

另外, 还配置了时间自动缩短功能, 在发现受控元素明显超过、低于阈值或进入灰色区域时, 自动切换到下一个检测条件。可提高分析的效率。



图 1 筛选简易设置画面 (阈值设置例)

### 控制样品

使用分析套件中自带的含 Sn 聚乙烯样品进行装置控制。图 2 表示控制样品的外观。



图 2 Sn 筛选分析套件控制样品

## 样品

对含 Sn 聚氯乙烯 (PVC) 树脂成品进行了分析。图 3 表示样品的外观。测定时, 可将 4 根成品并在一起进行测定。



图 3 样品外观

## 分析结果

利用将传统的 RoHS 5 元素和 Sn, 共 6 元素作为分析对象的筛选分析条件“Screening”(时间自动缩短: OFF), 进行了样品分析。判定结果画面如图 4 所示。同时显示定量值和 OK / ?? / NG 的判定。另外, Sn 的谱图如图 5 所示。

对 Sn 单独进行了 10 次重现性试验。结果如表 2 所示。



图 4 筛选分析与判定结果画面

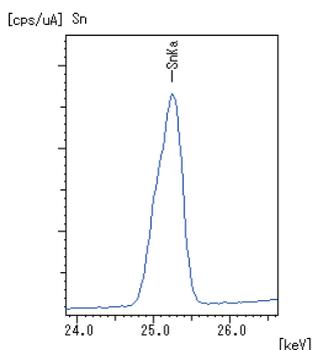


图 5 SnKα 谱图

表 2 重现性试验结果

平均值 [ppm]	1641.7
标准偏差 [ppm]	20.3
CV 值 [%]	1.2

## 检测下限

筛选分析条件(大气气氛、100 秒)下的 PE 树脂、PVC 树脂中 Sn 参考检测下限如表 3 所示。

表 3 树脂材料中 Sn 参考检测下限

材质	PE 树脂	PVC 树脂
检测下限 [ppm]	3.4	5.7

## 结论

EDX-7200 的 Sn 筛选分析套件的特点如下所示。

1. 筛选分析套件由分析所需的控制样品和软件组合而成。
2. 可在 RoHS 5 元素、氯、锑分析的同时进行 Sn 的筛选分析。
3. 通过使用 PCEDX-Navi 软件, 不熟悉分析操作的人员也能轻松完成标准判断~报告输出。

※ 使用筛选分析套件的分析流程参见《Application News No.01-00300-JP 使用 EDX 的 RoHS 筛选分析》。

※ 检测到 Sn 时, 请通过 GC/MS 等的分析装置确认其是否属于监管对象化合物。

## 分析条件

表 4 分析条件

设备	: EDX-7200
元素	: $^{50}\text{Sn}$
分析组	: Screening
检测器	: SDD
X 射线管	: Rh 靶
管电压	: 50 [kV]
管电流	: Auto [μA]
准直器	: 10 [mmφ]
初级滤光片	: #1
气氛	: 空气
积分时间	: 100 [秒]
死时间	: 最大 30 [%]

< 参考文献 >

- 1) ECHA REACH 法规限制物质清单 (附件 XVII) URL: <https://echa.europa.eu/cs/substances-restricted-under-reach> (参照 2022-11-29)

岛津应用云

