

使用 EDX 分析树脂中的磷 — TSCA 用磷筛选分析套件—

01-00290-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合而成。
- ◆ 可在 RoHS 筛选分析的同时完成磷的分析。
- ◆ EDX-7200 能以高灵敏度轻松分析树脂中的磷浓度。

简介

如图 1 所示，酚醛、异丙基磷酸 (3: 1) (PIP (3: 1)) 是具有三个异丙基化苯基的磷酸化合物。磷酸化合物被广泛应用于以聚氯乙烯、聚氨酯等树脂为主的各种产品之中，用于改善塑料的可塑性和阻燃性。但是，美国环保署 (U.S. EPA) 已经在有毒物质控制法 (TSCA) 中开始控制含有 PIP (3: 1) 的产品及成形的生产、加工及交易。

能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 虽不能进行有机磷化合物的定性和定量分析，但可以分析磷元素的浓度。因此，可以使用 EDX 推测作为控制对象的有机磷化合物含量，进行筛选分析。

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

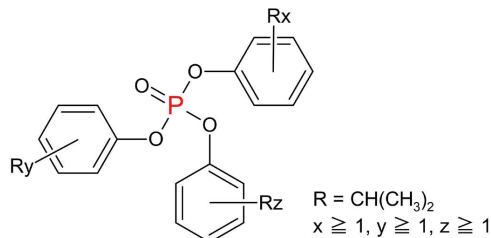


图 1 PIP (3: 1) 的结构式

P 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。

EDX-7200 作为扩展套件，新增了对树脂中阻燃剂 P 的筛选分析。测定可与 RoHS 元素等同时进行。

与原子序数大的元素相比，原子序数 15 的 P 所发出的荧光 X 射线强度弱，容易受到树脂材料差异的影响。P 筛选分析套件使用 P 分析优化测定条件和补偿了树脂材质影响的计算条件计算量值。

筛选简易设置画面

图 2 表示筛选分析套件的筛选简易设置画面。筛选分析套件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式。

另外，通过时间自动缩短功能，在达到所设置的测定时间 (100 秒) 之前，如果根据测定过程中的定量值、标准偏差，可以做出相对于所设置阈值的判定，则终止分析。可用于缩短分析时间。

阈值	判定字符串	报告书模板
阈值 (ppm) 设置		
材质		
	树脂	Al Fe Cu Sn
元素	Cd	Al Fe Cu Sn
	Pb	Al Fe Cu Sn
	Cr	Al Fe Cu Sn
	Hg	Al Fe Cu Sn
	Br	Al Fe Cu Sn
	Cl	Al Fe Cu Sn
	Sn	Al Fe Cu Sn
	P	Al Fe Cu Sn
测定条件	优化滤波器	
参考测定时间	6 分钟	6 分钟

图 2 筛选简易设置画面 (阈值设置例)

控制样品

使用分析套件中附带的含 P 聚乙烯样品进行装置控制。图 3 表示控制样品的外观。



图 3 P 筛选分析套件控制样品

检测下限

大气气氛下的 P 的参考检测下限如表 1 所示。

测定气氛	空气
检测下限 [ppm]	12

※ 测定时间 100 秒、PE 树脂

样品

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



图 4 样品外观

分析结果

利用将传统的 RoHS 5 元素和 P，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 5 所示。同时显示定量值和 OK / ? / NG 的判定。另外，P 的谱图如图 6 所示。

对 P 单独进行了 10 次重现性试验。结果如表 2 所示。变异系数 (CV 值) 为 1.8%，非常良好。

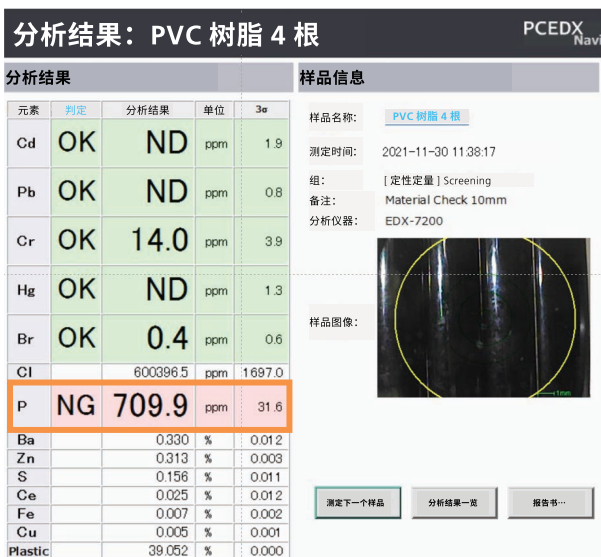


图 5 筛选分析与判定结果画面

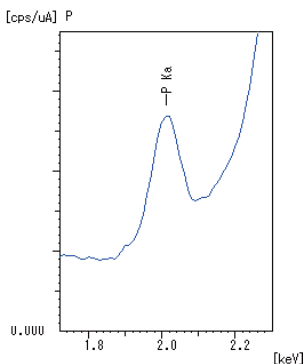


图 6 P Kα 谱图

表 2 重现性试验结果

测定气氛	空气
平均值 [ppm]	714.3
标准偏差 [ppm]	13.1
CV 值 [%]	1.8

[参考] 真空气氛下的测定

在真空气氛下测定时，可以分析更低浓度的 P。与 RoHS 筛选分析条件不同，但可用于想提高 P 分析灵敏度、以及只对树脂中的 P 进行筛选分析的情况。

表 3 表示真空气氛下的 P 参考检测下限，图 7 表示真空及大气气氛下的谱图强度比较。真空气氛下的检测下限为 4.7 ppm，与大气相比，检测下限提高约 2.6 倍。

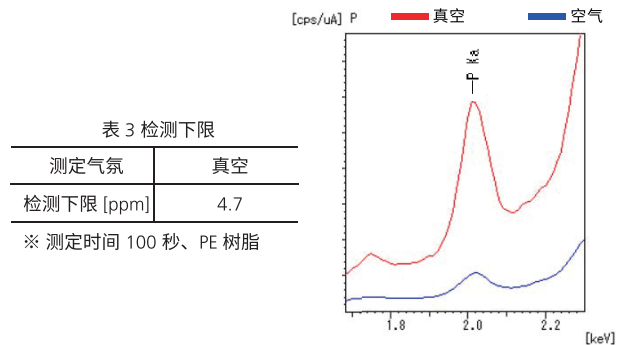


图 7 P Kα 谱图强度比较

表 3 检测下限

测定气氛	真空
检测下限 [ppm]	4.7

※ 测定时间 100 秒、PE 树脂

结论

EDX-7200 的 P 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、镉分析的同时进行磷的筛选分析。
3. EDX-7200 能以高灵敏度轻松分析树脂中的磷浓度。

分析条件

表 4 分析条件

设备	: EDX-7200
元素	: ¹⁵ P
分析组	: Screening
检测器	: SDD
X 射线管	: Rh 靶
管电压	: 15 [kV]
管电流	: Auto [μA]
准直器	: 10 [mmφ]
初级滤光片	: 无
气氛	: 大气 / 真空
积分时间	: 100 [秒]
死时间	: 最大 30 [%]

岛津应用云

