

Application News

EDXによる再生材の分析

守屋 宏一

ユーザーベネフィット

- ◆ 固体、粉体、液体など様々な試料形態の分析が可能です。
- ◆ 有害元素のスクリーニング分析から品質管理向けの定性定量分析まで、目的に応じて様々な分析ができます。
- ◆ 化学的な前処理なく、簡便に分析可能です。

■はじめに

環境意識の高まりから、再生材の使用が増えています。自動車業界では回収したプラスチックを再利用したバンパーを、電気電子業界ではリサイクルしたアルミニウムを用いたスマートフォンの製造などが行われています。

再生材の利用が進む背景には各国の法規制もあり、例えばドイツ政府は、2021年に容器包装廃棄物法を改正し、2025年1月1日からは、使い捨てペットボトルについて、再生プラスチックの使用割合を25%以上にすることを義務付けました。

一方で、再生品の製造においては、出元不明の様々な素性の原材料を用いることから、その品質管理が重要です。また、鉛や水銀などの有害元素混入のリスクがあるため、RoHS/ELVなどの規制に適合しているかの確認も大切になります。

本アプリケーションニュースでは、プラスチック、ゴム、ガラスなど、様々な再生材について、有害元素のスクリーニング分析と定性定量による元素分析を行った事例を紹介します。

■再生樹脂（有害元素分析）

100%再生ポリエチレン（PE）について、RoHS 5元素+Cl, Sb, P, Snの計9元素のスクリーニング分析を行いました。図1に試料画像を、表1に結果を示します。



図1 100%再生PE

表1 100%再生PE スクリーニング分析結果 [ppm]

	Cd	Pb	Cr	Hg	Br	Cl	Sb	P	Sn
定量値	ND*	55.7	3.5	ND*	20.2	152.1	15.0	23.6	5.1
しきい値**判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

*ND：検出下限未満

**しきい値はCd：70-130 ppm、Cd以外：700-1300 ppmとしています

■再生ゴム（組成分析）

有害元素以外にも製品中の添加剤や介在物など、製品の品質管理も重要です。定性定量分析を行うことで、各元素の含有量管理ができます。図2に試料画像を、表2に定性定量分析結果を示します。



図2 再生ゴム

表2 再生ゴム 定性定量分析結果 [%]

Ca	S	Zn	Si	Mg	Fe	Al	Cl	
9.96	2.21	1.20	0.62	0.14	0.11	0.090	0.055	
K	Ba	Cu	Br	Sr	Pb	Ti	Zr	SBRゴム* (C ₁₂ H ₁₄)
0.051	0.027	0.019	0.009	0.008	0.006	0.002	0.001	85.5

*C₁₂H₁₄/バランスとして定量計算しました

■RPF（Cl分析）

RPF（古紙、廃プラスチックを利用した固形燃料）は低価格・高カロリーであるため、代替化石燃料として使用されています。燃焼時に低融点塩化物が生じるとボイラーが腐食するため、Cl濃度の管理が重要です。表3に全塩素分によるRPFの品質と等級（JIS Z7311）を示します。

Clの分析方法は化学分析法（JIS Z7302-6）がありますが、分析操作が煩雑であり、測定結果が出るまでに時間を要することから、自主管理目的のスクリーニングとしてEDXが使用されています。RPFは性質上、場所によりClの濃度が異なるため、複数箇所を測定することが大切です。図3のRPFについて、スクリーニング分析キットを用いたCl定量分析結果を示します。

表3 RPFの品質と等級（JIS Z7311抜粋）

品質	RPF-coke	RPF		
		A	B	C
等級				
全塩素分	0.6%以下	0.3%以下	0.3%を超え ~0.6%以下	0.6%を超え ~2%以下

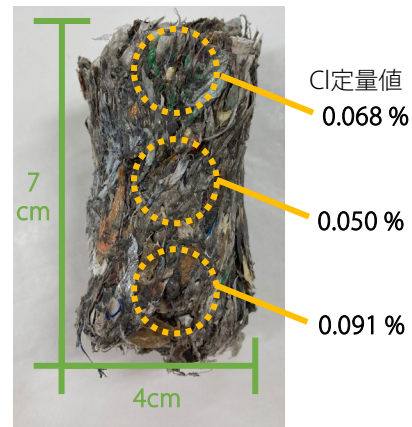


図3 RPFのCl定量分析結果

■ ガラス（組成/有害元素分析）

ガラスは色で分別されることが多いです。しかしながら、同色のガラスでも組成の異なるものも多くあることから、視覚的に分別が困難な場合もあります。無色透明のガラス（図4：ソーダ石灰ガラス/鉛ガラス）の測定結果を図5に示します。

鉛を一般的なソーダ石灰ガラスと一緒に溶解させると、融点の違いからリサイクルの際に介在物が生じる、溶解炉を損傷させるなどの原因になりますが、EDXで分析することで容易に分別でき、それらのリスクを回避することができます。

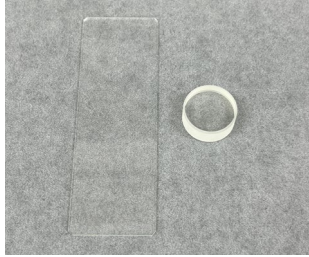


図4 無色透明のガラス
(左：ソーダ石灰ガラス 右：鉛ガラス)

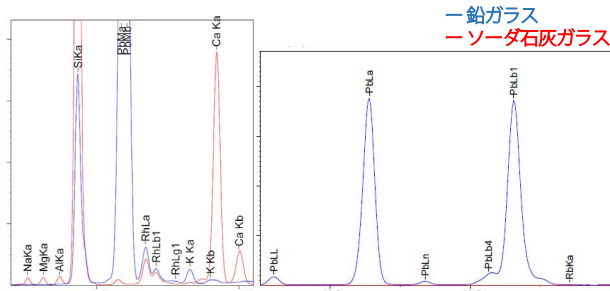


図5 ソーダ石灰ガラス/鉛ガラス プロファイル重ね合わせ

また、再生ガラスの有害元素分析も重要です。再生ガラスを使用した玩具（図6）について、RoHS 5元素のスクリーニング分析を行いました。結果を表4に示します。



図6 再生ガラスを使用した玩具

表4 再生ガラスを使用した玩具 スクリーニング分析結果

	[ppm]				
	Cd	Pb	Cr	Hg	Br
定量値	ND*	64.2	11.2	ND*	ND*
しきい値** 判定	OK	OK	OK	OK	OK

*ND：検出下限未満

**しきい値はCd：70-130 ppm、Cd以外：700-1300 ppmとしています

■ 新しい再生材（組成分析）

近年SDGsの観点から、これまで廃棄されていた材料の再利用が進んでいます。例えば石灰石や卵の殻を利用した包装紙、穀物や廃木材を利用したバイオマテリアルなどが挙げられます。これら新しい再生材についても、有害元素分析、組成分析が重要です。卵の殻をリサイクルした包装紙（図7）について、表5に定性定量分析結果を示します。



図7 卵の殻をリサイクルした包装紙

表5 卵の殻をリサイクルした包装紙 定性定量分析結果 [%]

CaCO ₃ *	Si	Mg	S	Zn	ポリエチレン** (CH ₂)
40.8	0.15	0.10	0.072	0.062	
K	Al	Sr	Fe	Cu	58.8
0.017	0.012	0.007	0.005	0.002	

*Caは炭酸カルシウムとして定量しました

**CH₂/バランスとして定量計算しました

■ まとめ

EDXは有害元素のスクリーニング分析から品質管理まで、さまざまな用途の分析に対応しています。煩雑な前処理なく簡便に分析できることから、今後増加する再生材の分析に有用です。

■ 分析条件①：RoHSスクリーニング分析

表6 分析条件（RoHSスクリーニング分析）

元素	: 48Cd, 82Pb, 24Cr, 80Hg, 35Br, 17Cl, 51Sb, 15P, 50Sn
分析グループ	: Screening
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧	: 10, 15, 30, 50 [kV]
管電流	: Auto [μA]
コリメータ	: 10 [mmφ]
1次フィルタ	: なし, #1, #2, #3, #4
雰囲気	: 大気
積分時間	: 100 [秒]×5Ch
デッドタイム	: 最大30 [%]
時間自動短縮	: OFF

■ 分析条件②：定性定量分析

表7 分析条件（定性定量分析）

元素	: 11Na - 92U
分析グループ	: 定性定量
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧	: 15 [kV] (Na-Sc), (S-Ca), 50 [kV] (Ti-U)
管電流	: Auto [μA]
コリメータ	: 10 [mmφ]
1次フィルタ	: なし (Na-Sc), (Ti-U), #2 (S-Ca)
雰囲気	: 真空
積分時間	: 60 [秒]×3Ch
デッドタイム	: 最大30 [%]