

废旧线路板回收中铜含量的 X 射线荧光分析——岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析法

EDX-020

摘要：随着国家十三五规划，大力发展循环经济以来，很多固废的价值也是越来越被大众所重视。如越来越多废旧电子电器回收再利用已迫在眉睫，而要挖掘这些固废的价值，对固废的分析就显得十分重要。下面介绍岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析法对废旧线路板回收中铜含量的分析。

关键词：大力发展循环经济 废旧电子电器回收再利用 EDX-7000 能量色散型 X

■ 术语

1.1 固体废物

指人类在生产、加工、流通、消费及生活过程中丢弃的固体物质和泥浆状物质，包括从废水、废气中分离出来的固体颗粒。

1.2 能量色散型 X 射线荧光谱仪

指使用 X 射线照射样品，测量所产生的荧光 X 射线的能量和强度，来确定样品中元素组成的种类和含量的光谱仪。

1.3 固废的能量色散型 X 射线荧光分析

指使用能量色散型 X 射线荧光光谱仪对固体废物进行定性 - 半定量分析及指定元素的精确定量分析。

■ 实验部分

2.1 样品处理

2.1.1 取样

根据《固体化工采样通则》GB/T6679-2003[1] 及《工业固体废物采制样技术》HJ/T20-1998[2] 进行废电路板取样。

2.1.1.1 当废电路板由吨袋包装或成堆堆放时，按下表进行取样：

重量(t)	取样点数 (个)
≤2.5	7
2.5t - 10t	14
10t - 20t	20
20t - 30t	25
30t - 40t	30

说明：抽取样品用 1.20 米的取样杆按上、中、下 3 个部位随机采取混匀样品。

2.1.1.2 采样量：

粒度 d/mm	最小采样质量 g/Kg
> 150	30
100~150	15
50~100	5
40~50	3
20~40	2
10~20	1
< 10	0.5

2.1.2 制样

2.1.2.1 制样工具：粉碎机、药碾、钢锤、标准套筛、十字样板、机械缩分器等。

2.1.2.2 样品的制备：干燥（室温下自然干燥，避免阳光直射；破碎机械或人工方法把全部样品逐级破碎）；过筛（全部通过 5 mm 筛孔，不可随意丢弃难于破碎的粗粒）；缩分（将样品置于清洁、平整不吸水的板面上堆成圆锥形，每铲物料自圆锥顶端落下，均匀地沿锥顶散落，轻压锥顶，摊开物料，用十字板自上压下，四分法反复缩分至 1 公斤左右试样为止）。

2.1.2.3 样品保存：样品密封于容器中保存，一般有效期为 3 个月，特殊样品应采取冷藏或冲惰性气体等方法保存。

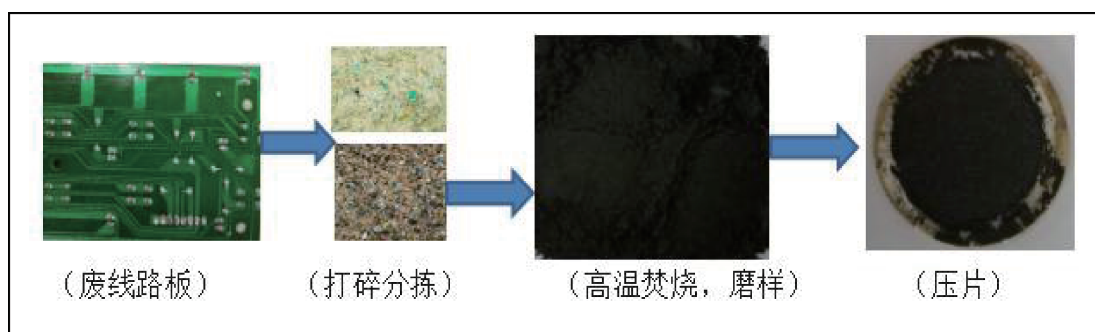
2.1.3 样品前处理

2.1.3.1 取 100 g 上述样品，放入马弗炉里于 $750^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 1 h(灼烧过程保持马弗炉里有充足氧气)，取出放干燥箱中冷却至常温；

2.1.3.2 将高温灼烧后冷却至常温的线路板固废样品放于磨样机中磨碎至 200 目（74 μm ）以下；

2.1.3.3 将磨碎后的粉样使用压片机在 30 MPa 压力下压片。

线路板从粉碎、高温焚烧、磨样，到制成压片样品，如下图：



2.2 制作铜工作曲线

2.2.1 参考样品

按化学分析方法的参考样品共 11 个

2.2.2 分析仪器及测试条件

分析仪器：EDX-7000 能量色散 X 射线荧光光谱仪

氛围：大气

靶材：Rh

滤光片：5#

光管电压：0-50 KV

准直器：10 mm

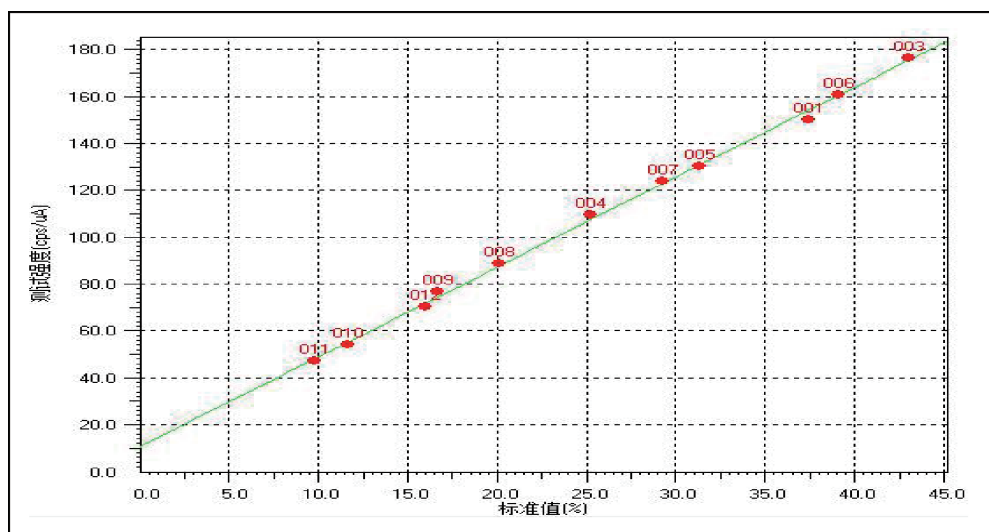
光管电流：0-1000uA 自动

测试时间：100 s



(EDX-7000)

2.2.3 铜工作曲线：按化学分析参考样建立工作曲线如下表：



2.3 准确度分析

使用工作曲线分析实际样品铜含量如下表：单位：%

样品	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9	样 10
EDX-7000 测试值	31.23	43.27	20.36	9.57	15.56	29.14	32.21	39.12	11.42	17.28
化学值	31.29	43	20.07	9.50	15.99	29.27	32.11	39.11	11.65	17.10
误差值	-0.06	0.27	0.29	0.07	-0.43	-0.13	0.1	0.01	-0.23	0.18
说 明	1) 误差值=EDX 测试值-化学值； 2) 用户对固废分析允许误差为±1%。									

2.4 重复性分析

同一样品 10 次重复性分析如下表：单位：%

测试次数	Cu
第 1 次	31.525
第 2 次	31.486
第 3 次	31.529
第 4 次	31.493
第 5 次	31.531
第 6 次	31.540
第 7 次	31.486
第 8 次	31.515
第 9 次	31.509
第 10 次	31.525
平均值	31.514
C.V.	0.062

■ 结论

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪对废线路板中铜含量的快速分析，方便快捷，既省时省力省成本，又无需化学前处理而减少了对环境造成的二次污染，完全可以替代传统的化学滴定分析法。

■ 参考文献

- [1] 《固体化工采样通则》 GB/T6679-2003：2003-10-11 由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局发布，2004-05-01 实施；
- [2] 《工业固体废物采制样技术》 HJ/T20-1998：1998-01-08 由国家环境保护局，1998-07-01 实施。