

EDX-7200 分析铜合金中的 RoHS 限制物质

EDX-078

摘要： IEC62321 方法标准中规定电子电气产品中的 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Hg、TCr、TBr，可以使用 EDX 进行筛选分析。本文使用岛津 EDX-7200 仪器，分析铜合金中的 Cd、Pb、Cr 含量，分析精密度 RSD 值优于 4.5%，分析准确度的相对误差优于 10%，可应用于铜合金样品的 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Cr 的筛选分析。

关键词： 铜合金 RoHS 能量色散型 X 射线荧光光谱仪

技术特点：

- ❖ 无需前处理，直接上机测试，分析速度快。
- ❖ 方法采用内标校正的形状校正功能，可应对非规则形状样品分析。

2015 年 6 月 4 日，欧盟官方公报 (OJ) 发布 RoHS 修订指令 (EU)2015/863 《欧盟议会和欧盟理事会关于在电子电气设备中限制使用某些有害物质的 2011/65/EU 指令》，通常被称为 RoHS 2.0 指令，共有 Pb、Cd、Hg、Cr⁶⁺、PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP 10 项强制管控物质。

IEC62321 中文名称为《电子电气产品 - 测定六种限制物质（铅，汞，镉，六价铬，多溴联苯，多溴联苯醚）的浓度》，是测试 RoHS 限制物质的方法依据。

该方法标准中编写列入了“使用 X 射线荧光光谱仪对电子产品中的铅、汞、镉、总铬和总溴进行筛选”的章节，能量色散型 X 射线荧光光谱仪因其无损快速筛选分析的特点，事实上成为了 RoHS 检测中最常用的仪器。

EDX 是能量色散型 X 射线荧光光谱仪的简称，EDX 测试 Cr 的结果为 TCr。本文使用岛津 EDX-7200 仪器建立了铜合金中 Cd、Pb、Cr 的筛选检测条件，优化了分析条件参数，使用铜合金标样校准了工作曲线，并验证了分析方法的精密度和准确度等。

实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7200 能量色散型 X 射线荧光光谱仪。

1.2 分析条件

氛 围：	大气	准 直 器：	10 mm
靶 材：	Rh	滤 光 片：	1#、3#、4#
电 压：	50 kV	电 流：	Auto
D T：	30%	分 析 时 间：	100 s



图 1 EDX-7200

1.3 实验样品

铜合金标准样品为日本住友金属制造，样品信息见表 1。

表 1 标准样品信息

单位：wt /ppm

样品名称	Cd	Pb	Cr
GBR1	0	0	0
GBR2-1	95	997	859
GBR3	16	204	445
GBR4	41	98	1120
GBR5-1	178	1186	72
GBR6-1	141	495	158

1.4 样品前处理

铜合金标准样品及实验样品无需特别处理，放置在仪器的测试孔位置直接测试。

■ 结果与讨论

2.1 检测曲线

建立铜合金中 Cd、Pb、Cr 的分析条件，通过预实验优化实验参数。使用铜合金标准样品登记测试强度，通过元素含量与测试强度拟合 Cd、Pb、Cr 的工作曲线，工作曲线具体见图 2。

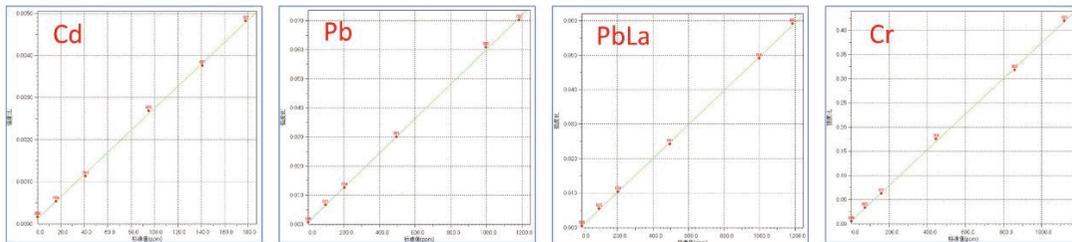


图 2 工作曲线 (Pb、PbLb 分别表示 Pb 的 La 和 Lb 谱线)

2.2 检出下限

使用铜合金已校准工作曲线的分析条件，连续分析铜合金空白样品 10 次，统计分析结果的标准偏差，取标准偏差的 3 倍作为检测下限。Cd、Pb、Cr 的检出下限见表 2。

表 2 检出下限

单位: wt /ppm

项目	Cd	Pb	PbLa	Cr
检出下限	5.3	13.7	12.7	20.1

2.3 分析精密度

选取铜合金标样中的部分样品，使用铜合金分析条件中已校准的工作曲线连续分析 10 次，统计分析结果，计算 RSD 数据如表 3。

表 3 分析精密度

单位: wt /ppm

统计项目	Cd	Pb	PbLa	Cr
GBR 2-1				
AVG	90	1005	1008	864
SD	1.9	24.7	18.7	17.0
RSD (%)	2.2	2.5	1.9	2.0
GBR 6-1				
AVG	136	495	496	160
SD	3.9	15.2	19.9	6.8
RSD (%)	2.9	3.1	4.0	4.2

注: AVG 代表平均值; SD 代表标准偏差; RSD 代表相对标准偏差

上表显示，铜合金样品中 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Cr 连续分析 10 次的精度 RSD 值优于 4.5%。

2.4 分析准确度

使用铜合金分析条件中已校准的工作曲线分析铜合金验证样品，分析结果与参考值进行比较，计算得到分析结果的准确度见表 4。

表 4 分析准确度

单位: wt /ppm

样品名称	统计项目	Cd	Pb	PbLa	Cr
GBR2-3	分析值	26	997	983	985
	参考值	27	1042	1042	980
	相对误差, %	-5.6	-4.3	-5.7	0.5
GBR4-2	分析值	53	101	90	1261
	参考值	55	93	93	1201
	相对误差, %	-3.3	8.7	-3.3	5.0
GBR5-3	分析值	211	1427	1464	72
	参考值	218	1514	1514	77
	相对误差, %	-3.1	-5.8	-3.3	-6.9
GBR6-2	分析值	93	518	464	160
	参考值	97	511	511	169
	相对误差, %	-4.3	1.3	-9.1	-5.3

上表数据显示, EDX-7200 分析铜合金中 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Cr 含量, 分析结果相对误差优于 10%。

2.5 结果讨论

岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200, 分析铜合金样品中 Cd、Pb、Cr 元素含量, 分析精密度 RSD 值优于 4.5%, 准确度分析结果的相对误差优于 10%。

■ 结论

利用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200, 分析铜合金样品中的 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Cr 含量, 具有分析速度快、过程无损、环境友好、操作简单的优点。使用校准的工作曲线法, 分析结果准确度和稳定性好, 可应用于铜合金样品中 RoHS 限制物质 Cd、Pb、Cr 含量的快速分析。

岛津应用云

