

岛津 EDX-LE Plus 在汽车 ELV 限用物质的 X 射线荧光筛选分析

EDX-030

摘要: ELV 指令是欧盟委员会和欧洲议会为保护环境, 减少车辆报废产生的废弃物, 制定的报废车辆回收指令, 其中《汽车限用物质要求》与中国制定的《汽车限用物质要求》(GB-T 30512-2014) 大同小异。除规定的少数材料在一定期限内豁免外, 均对汽车及其零部件进行了以下禁用物质的限制: 镉及其化合物不超过 0.01%; 铅及其化合物、汞及其化合物、六价铬均不超过 0.1%; 除此以外, 中国的《汽车限用物质要求》(GB-T 30512-2014) 还对多溴联苯、多溴二苯醚均不超过 0.1% 的更严格的管控 (与 RoHS 相同)。

下面介绍岛津 EDX-LE Plus 在汽车 ELV 禁用物质的自动筛选分析方面的应用

关键词: 岛津 EDX-LE Plus 荧光光谱仪 ELV 限用物质的筛选分析 《汽车限用物质要求》(GB-T 30512-2014)

实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-LE plus 荧光光谱仪



图 1 EDX-LE Plus 仪器

1.2 分析条件

X- 射线管: 靶 Rh
滤光片: 1~5#
电 压: 30,50kV
电 流: 自动
测试氛围: 大气
准直器: 10mm
测试时间: 30s~100s
停滞时间: 30%

1.3 仪器内置筛选分析条件:

EDX-LE Plus 内置了常见塑胶和金属工作条件, 仪器先进行 15s 材质分析, 然后按照材质的不同自动选择相匹配材质的工作曲线 (快速筛选分析自动选择快速条件, 精确筛选分析自动选择精确条件) 进行汽车 ELV 禁用物质的自动筛选分析。

1.4 是否合格的自动判定

仪器按设定的阈值自动判定合格 (OK)、不确定 (??)、超标 (NG)。

No	样品名称	分析组	测试时间	Cd			Pb			Hg			Cr			Br			
				ppm	3sigma	Judg	ppm	3sigma	Judg	ppm	3sigma	Judg	ppm	3sigma	Judg	ppm	3sigma	Judg	
13	33	GBR-2	Screening	2017/9/28	31.2	8.1	OK	1166.3	115.9	NG	ND	39.3	OK	1041.9	84.5	NG	ND	15.0	OK
14	34	GBR-2fast	ScreeningFast	2017/9/28	28.0	16.6	OK	1146.0	102.7	NG	ND	31.8	OK	919.9	80.9	NG	ND	11.6	OK
15	35	GBR-4	Screening	2017/9/28	59.9	9.3	OK	122.0	51.8	OK	ND	40.7	OK	1337.2	94.7	NG	ND	15.5	OK
16	36	GBR-4fast	ScreeningFast	2017/9/28	52.8	17.7	??	119.9	45.0	OK	ND	30.4	OK	1147.1	90.3	NG	ND	11.2	OK
17	39	GBR-6	Screening	2017/9/28	97.2	10.9	NG	635.1	87.0	??	ND	35.6	OK	158.4	48.7	OK	ND	13.7	OK
18	40	GBR-6fast	ScreeningFast	2017/9/28	84.3	19.6	??	525.8	69.1	OK	ND	31.9	OK	187.9	48.4	OK	ND	11.8	OK
19		GAL-1	Screening	2017/9/28	ND	1.3	OK	1.9	1.6	OK	ND	2.0	OK	ND	4.3	OK	ND	1.0	OK
20	42	GAL-1fast	ScreeningFast	2017/9/28	ND	2.8	OK	ND	6.8	OK	ND	3.9	OK	ND	8.1	OK	ND	2.2	OK
21	43	GAL-2	Screening	2017/9/28	85.6	2.7	NG	1042.6	11.5	NG	ND	2.5	OK	929.9	19.9	NG	ND	1.0	OK
22	44	GAL-2fast	ScreeningFast	2017/9/28	82.5	5.1	NG	1122.5	27.8	NG	ND	4.7	OK	917.1	37.6	NG	ND	2.6	OK
23	45	GAL-3	Screening	2017/9/28	23.0	1.8	OK	202.3	5.0	OK	2.6	2.2	OK	481.4	14.4	OK	ND	1.0	OK

图 2: 按设定的判定阈值自动进行判定

2 检出下限

工作曲线的检出下限如下表：

单位：ppm

材质	条件	Cd	PbLb	PbLa	Hg	Cr	Br	时间 (分钟)
PE	快速	5.4	3.3	0.5	0.5	6.7	0.5	1
	精确	1.9	0.8	0.2	0.5	2.8	0.3	6
PVC	快速	3.5	8.1	2.5	1.7	6.3	2.3	2
	精确	0.9	2.3	1.5	0.7	11.9	0.5	6
Al	快速	4.4	6.1	3.0	3.6	4.4	/	2
	精确	2.4	1.7	1.3	2.2	2.4	/	6
Cu	快速	23.7	23.6	25.4	31.8	23.7	/	4
	精确	7.9	25.2	22.8	37.5	7.9	/	6
Sn	快速	/	31.6	/	/	/	/	4
	精确	/	25	/	/	/	/	6
说明	按照 IEC62321/ GBT26125-2011 标准进行分析，检出限为连续 10 次测试空白样品的标准偏差的 3 倍。							

3 PE 材质样品连续测试 10 次的重复性及准确性测试如下表：

单位：ppm

分析次数	Cd	PbLb1	PbLa	Hg	Cr	Br
第一次	110.8	303.1	308.4	323.1	317.9	317.3
第二次	109.4	304.9	309.5	323.5	303.5	317
第三次	109.2	303.9	301.2	321.1	302.2	312.3
第四次	110.1	303.8	307.2	326.1	316.6	316.7
第五次	111.3	303.9	303.1	324.6	304.6	314.2
第六次	112.1	303.9	306.8	322.3	314	316.9
第七次	109.6	302.1	304.6	321.3	325.6	315.1
第八次	114.8	303.5	304.1	321.5	307.1	315.9
第九次	106.8	304.8	305.7	324.5	309.5	316
第十次	112.8	304.2	305.3	321.8	312.8	316
平均值	110.7	303.8	305.6	323	311.4	315.7
CV%	2	0.3	0.8	0.5	2.4	0.5
参考值	110	300	300	320	310	310
备注	使用 ScreeningFast 快速分析条件，时间为 1 分钟 / 次					

4 实际样品的对照分析如下表：

单位：ppm

材质	条件	Cd	Pb	Hg	Cr	Br	时间 (分钟)
橡胶样品	EDX 分析	ND	ND	ND	72	5.2	1
	化学参考值	<2	<2	<2	68.4	ND	/
马口铁样	EDX 分析	ND	58.5	ND	170.9	ND	4
	化学参考值	<2	54	<2	169.2	--	/
说明	1) ND: 表示没有检测到; 2) --: 表示没有检测。						

■ 结论

岛津 EDX-LE Plus 荧光光谱仪对汽车及其零部件限用物质进行快速筛选分析，方法操作简便，分析快速，重复性好，是一种行之有效的分析方法。

岛津应用云



 **岛津企业管理(中国)有限公司分析中心**
Shimadzu(China)CO.,LTD. Analytical Applications Center

上海市徐汇区宜州路180号B2栋
Building B2, No.180 Yizhou Road, Shanghai

咨询电话：021-34193996
Hotline：021-34193996

<http://www.shimadzu.com.cn>