

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2003.5—2006

20071104

电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的测定 第5部分：能量色散 X 射线荧光光谱 定量筛选法

Determination of lead, mercury, chromium, cadmium and bromine in
electrical and electronic equipment—

Part 5: Quantitative screening by energy dispersive X-ray fluorescence
spectrometric method

2006-11-10 发布

2007-05-16 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本部分为 SN/T 2003 的第 5 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：朱晓雨、周敏、阮毅、卫碧文、袁晶、缪俊文。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的测定 第 5 部分：能量色散 X 射线荧光光谱 定量筛选法

1 范围

本部分规定了用能量色散 X 射线荧光光谱法定量筛选电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的测定方法。

本部分适用于电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的定量筛选。

本部分适用的待测元素的浓度范围如表 1 所示。

表 1 不同基体材料铅、汞、铬、镉和溴的定量筛选测定范围 单位为毫克每千克

元素	聚合物材料	金属制品	电子元件
Cd	$P \leq (70 - 3\sigma) < X < (130 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (70 - 3\sigma) < X < (130 + 3\sigma) \leq F$	$LOD < X < (250 + 3\sigma) \leq F$
Pb	$P \leq (700 - 3\sigma) < X < (1\ 300 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (700 - 3\sigma) < X < (1\ 300 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (500 - 3\sigma) < X < (1\ 500 + 3\sigma) \leq F$
Hg	$P \leq (700 - 3\sigma) < X < (1\ 300 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (700 - 3\sigma) < X < (1\ 300 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (500 - 3\sigma) < X < (1\ 500 + 3\sigma) \leq F$
Br	$P \leq (300 - 3\sigma) < X$	—	$P \leq (250 - 3\sigma) < X$
Cr	$P \leq (700 - 3\sigma) < X$	$P \leq (700 - 3\sigma) < X$	$P \leq (500 - 3\sigma) < X$
注 1：X 表示待测元素的测定值，P 表示合格，F 表示不合格。			
注 2：LOD 表示该元素的检出限，3σ 表示精密度。			

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 SN/T 2003 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 15000.5 标准样品工作导则(5) 化学成分标准样品技术通则

GB/T 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

3 方法提要

由 X 光管发射的原级 X 射线入射到样品上，样品元素受激发射出荧光 X 射线，并与原级 X 射线的散射线一起进入探测器进行光电转换，探测器的输出脉冲经放大器幅度放大和脉冲高度分析器的幅度甄别后，通过计算机进行数据处理，输出结果。

4 试剂和材料

4.1 氧化铬、氧化镉、氧化铅、氧化汞和溴化钾：分析纯。

4.2 无水四硼酸锂：分析纯，使用前在 700℃ 灼烧 2 h。

4.3 氦气：纯度 > 99.9%。

4.4 标准物质：含有铅、汞、铬、镉和溴这五种元素的有证标准物质或参考标准物质。

5 仪器

5.1 能量色散型 X 射线荧光光谱仪:符合 GB/T 16597 的规定,其中 X 射线荧光光谱仪的检测限应满足表 2 规定的要求。

表 2 不同基体材料铅、汞、铬、镉和溴对仪器检测限的要求 单位为毫克每千克

元素	聚合物材料	金属制品	电子元件
Cd	15	30	30
Pb	30	60	60
Hg	30	60	60
Br	15	—	30
Cr	30	60	30

- 5.2 切割机。
- 5.3 液氮冷冻粉碎机。
- 5.4 研磨机。
- 5.5 压片机:压力不小于 20 t。

6 试样的制备

6.1 均质样品的制备

聚合物类材料和金属制品类材料可用 X 射线荧光光谱仪直接测定。样品经切割机切割成 $\Phi 10\text{ mm} \sim \Phi 40\text{ mm}$ 大小,适合放入仪器的样品杯中,表面要求平整光滑。

液体试样要加在一特定的以塑料薄膜为底的塑料杯里,高度大于 5 mm,塑料杯上应有塑料盖盖住,样品送入能量色散型 X 射线荧光仪测量室之前,测量室应将真空状态转化为充氮保护惰性气体状态。

6.2 非均质样品的制备

电子元件、集成线路板和其他非均质样品需经冷冻粉碎机粉碎成小于 1.0 mm 的颗粒,混匀,再取一定代表性样品经压片机在一定压力下制成压片试样。对于无法压片的液体试样要加在一特定的以塑料薄膜为底的塑料杯里,高度大于 5 mm。

7 测量步骤

7.1 测量次数

同一试样至少做两份平行测定,测定结果按 GB/T 16597 进行处理。

7.2 测量条件

电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的能量色散 X 射线荧光光谱仪测量条件参见附录 A。

7.3 工作曲线的制作和校正

按 GB/T 15000.5 选择有证标准物质或参考标准物质来制作工作曲线,这些标准物质应含有铅、汞、铬、镉和溴五种元素。

7.4 测量

按照仪器的操作规程开启仪器,并按照仪器厂商的规定预热仪器直至仪器稳定后,选用标准物质先对仪器作漂移校正和工作曲线校正,标准物质的基体应尽可能与样品类似,由制作的工作曲线计算实际样品中铅、汞、铬、镉和溴的含量。为了确保不同时间的检测数据都准确可靠,要求每隔 20 个样或每隔半小时穿插一个校准样品作为测试样对整个测试过程进行监控,如果测定值与校准样品的推荐值偏离太大,即不在标准样品推荐值的 95%~105% 范围内,需对工作曲线重新校正或重新制作工作曲线,然

后再对样品进行测试。

8 结果处理

电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的测定结果以 mg/kg 表示,按照 GB/T 8170 数值修约规则保留整数。

如果定量分析报告所有元素的测试结果都低于表 1 列出的最低限,样品合格,无需进一步用其他方法验证确认。

如果定量分析报告铅、汞、镉元素的测试结果都高于表 1 列出的最高限,样品不合格,无需进一步用其他方法验证确认。

如果定量分析报告铅、汞、镉元素的测试结果处于表 1 给出的范围及总铬和总溴高于表 1 列出的最低限,需要进一步采用其他方法进行验证确认。

附录 A
(资料性附录)

能量色散 X 射线荧光光谱仪测量参考条件

电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的能量色散 X 荧光光谱仪测量参考条件参见表 A.1。

表 A.1 能量色散型 X 射线荧光光谱仪测量参考条件

元素	分析线	激发能 keV	电压/电流 kV/mA	检测器	滤光片
Cd	K_{α}	23.12	50/Auto	Si/Li	Mo
Pb	L_{α}/L_{β}	10.56	50/Auto	Si/Li	Ni
Hg	L_{α}	9.98	50/Auto	Si/Li	Ni
Br	K_{α}	11.90	50/Auto	Si/Li	Ni
Cr	K_{α}	5.42	60/Auto	Si/Li	None



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品中铅、汞、铬、镉和溴的测定
第 5 部分:能量色散 X 射线荧光光谱
定量筛选法

SN/T 2003.5—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2007 年 3 月第一版 2007 年 3 月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-17479 定价 6.00 元