

附录 D
(资料性附录)
符合性评价

电子电气产品中限用物质铅、汞、铬、镉和溴的限量假定是：铅、汞、六价铬、多溴二苯醚(PBDEs)或多溴联苯(PBBs)小于或等于 1 000 mg/kg, 镉小于或等于 100 mg/kg。本指导性技术文件适用于电子电气产品中限用物质铅、汞、铬、镉和溴的快速筛选, 方法对测试结果的要求是在 68% 的置信度条件下允许结果误差为 30%, 对非均质测试样品(如小的电子元器件等)其误差范围要求更宽, 可以达到 50%。快速筛选的浓度范围如表 D.1 所示。

表 D.1 不同基体材料铅、汞、铬、镉和溴的快速筛选测定范围 单位为毫克每千克

元素	聚合物材料	金属制品	电子元件
Cd	$P \leq (70 - 3\sigma) < X < (130 + 3\sigma) \leq F$	$P \leq (70 - 3\sigma) < X < (130 + 3\sigma) \leq F$	$LOD < X < (150 + 3\sigma) \leq F$
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 表示合格值, F 表示不合格值。
注 2: LOD 表示该元素的检出限, σ 表示测定结果的标准偏差。

根据表中规定, X 射线光谱快速筛选的符合性评价如下:

- 1) 如果所有元素的测试结果都低于表中列出的最低限, 该测试样品报告合格通过(P)。
- 2) 如果部分元素(Cd, Pb, Hg)中任一元素的测试结果都高于表中列出的最高限, 该测试样品报告不合格(F)。
- 3) 如果部分元素(Cd, Pb, Hg)中任一元素的测试结果都处于表中给出的范围及属边界值, 部分元素(Cr, Br)中任一元素的测试结果都高于表中列出的最低限, 该测试样品报告一个或多个元素需要进一步采取其他方法验证确认(V), 根据确认的测试结果再给出相关的符合性评价。
- 4) 如果某些电子电气产品中豁免了部分元素被 X 射线光谱快速筛选为不合格, 该测试样品报告元素被豁免(E)。



中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 21277—2007

电子电气产品中限用物质铅、汞、铬、镉和溴的快速筛选 X 射线荧光光谱法

Rapid screening of lead, mercury, chromium, cadmium and bromine
of regulated substances in electrical and electronic
equipment—X-ray fluorescence spectrometry



版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-31169

定价: 14.00 元

2007-12-20 发布

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 C
(资料性附录)
工作曲线的校正

电子电气产品涉及的材料品种非常之多,分析元素的特征谱线常受到来自测试样品中的基体影响、元素间谱线重叠干扰等因素影响,这些影响因素可以通过背景扣除法、基本参数法、经验系数法等校正方法进行干扰校正。

C.1 背景校正法

采用 2 点法扣除背景,按式(1)计算峰的净强度:

$$I_n = I_p - (I_{B1}B_2 - I_{B2}B_1)/(B_2 - B_1) \dots\dots\dots(C.1)$$

式中:

I_n ——扣除背景后的净强度;

I_p ——峰位下的总强度;

I_{B1} 、 I_{B2} ——分别为背景 1 和 2 的 X 射线荧光强度;

B_1 、 B_2 ——分别为背景 1 和 2 的 2θ 角与峰位 2θ 角之差。

C.2 基本参数法

基本参数法是通过纯元素或标准样品数量比较少的情况下常选用的一种校正方法,该方法在光谱仪的软件操作系统里都具有该方法的校正功能。

C.3 经验系数法

$$W_i = X_i \{1 + K_i + \sum_j A_{ij} F_j\} + \sum_j B_{ij} F_j + \sum_{jk} D_{ijk} F_j F_k + C_i \dots\dots\dots(C.2)$$

式中:

W_i ——元素 i 校正定量值;

X_i ——元素 i 未校定量值;

$F_j F_k$ ——共存元素浓度;

K 、 A 、 B 、 C 、 D ——校正常数。

中华人民共和国
国家标准化指导性技术文件
电子电气产品中限用物质铅、汞、铬、
镉和溴的快速筛选 X 射线荧光光谱法
GB/Z 21277—2007

*
中国标准出版社出版发行
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
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2008 年 4 月第一版 2008 年 4 月第一次印刷
*
书号:155066·1-31169 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

附录 B
(资料性附录)
基体影响和谱线重叠干扰

B.1 各种材料基体的影响

分析元素特征谱线的基体影响主要来自谱线的吸收效应和增强效应。

B.1.1 聚合物材料

分析元素特征谱线受有机高分子基体产生谱线背景的严重影响；

PVC 材料中的 Cl 元素, 添加剂中的 Ca、Ti、Sn 等元素, 阻燃剂中的 Br 和 Sb 等元素对分析元素特征谱线的荧光强度有吸收效应；

样品中的 Sb、Sn 和 Br 等元素对分析元素特征谱线的荧光强度也有二次增强效应；

对于大功率(>500 W)的波长色散的 X 射线荧光光谱仪(WDXRF), 聚合物材料的样品表面可能因长时间使用高功率的 X 射线光源照射而使表面变黑, 影响测试结果的准确性, 建议每次测定时使用新制备的测试样品。

B.1.2 金属材料

不同的金属基体对分析元素特征谱线产生不同的吸收效应和二次激发效应, 如:

铁合金: Fe、Cr、Ni、Nb、Mo、W 等；

铝合金: Al、Mg、Si、Cu、Zn 等；

铜合金: Cu、Zn、Sn、Pb、Mn、NiCo 等；

铅锡合金: Pb、Cu、Zn、Sn、Sb、Bi、Ag 等；

锌合金: Zn、Al 等；

贵金属合金: Rh、Pd、Ag、Ir、Pt、Au、Cu、Zn 等；

其他金属基体: Ti、Mg 等。

B.1.3 电子元器件和印刷电路板材料可参照金属材料和聚合物材料的影响因素。

B.2 重叠谱线的光谱干扰

分析元素特征谱线存在相互间谱线重叠干扰, 以及来自样品中其他元素的谱线重叠干扰:

Cd 的干扰元素可能有 Br、Pb、Sn、Ag 和 Sb；

Pb 的干扰元素可能有 Br、As、Bi；

Hg 的干扰元素可能有 Br、Pb、Bi、Au、高含量的 Ca 和 Fe；

Cr 的干扰元素可能有 Cl；

Br 的干扰元素可能有 Fe 和 Pb。

B.3 基体效应对分析元素检出限的影响

以聚合物材料中待分析元素 Pb 和 Cd 为例。

B.3.1 若纯聚合物材料中 Cd 的检出限为 A, 由于受基体效应的影响, 当聚合物材料中含有 $\geq 2\%$ 的 Sb, 但不含 Br 时, 此时 Cd 的检出限为 A~2A 之间; 当聚合物材料中含有 $\geq 2\%$ 的 Br, 但不含 Sb 时, 此时 Cd 的检出限为 $\geq 2A$ 。

B.3.2 若纯聚合物材料中 Pb 的检出限为 B, 由于受基体效应的影响, 当聚合物材料中含有 $\geq 2\%$ 的 Sb, 但不含 Br 时, 此时 Pb 的检出限为 $\sim 2B$; 当聚合物材料中含有 $\geq 2\%$ 的 Br, 但不含 Sb 时, 此时 Pb 的检出限为 $\geq 3B$ 。

前 言

本指导性技术文件的附录 A 为规范性附录, 附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本指导性技术文件由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本指导性技术文件起草单位: 中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中国质量认证中心。

本指导性技术文件主要起草人: 宋武元、郑建国、肖前、陈伟、周明辉、黄文娴。

本指导性技术文件为首次发布。