

一、目的

规范光谱仪操作方法，设备保养，指导正确操作设备。

二、适用范围

适用于公司能量色散 X 荧光光谱仪的操作、保养。

三、参考文件

厂商提供之产品手册

四、术语和定义

4.1 仪器概述：该仪器用来测量产品中 RoHS 管控的元素。

4.2 RoHS 指令管控要求：铅 (Pb) <1000PPM、汞 (Hg) <1000PPM、镉 (Cd) <100PPM、铬 (Cr6+) <1000PPM、溴 (PBB、PBDE) <900PPM、氯 (Cl) <900PPM、(溴+氯) <1500PPM 含量范围内为绿色环保产品。

4.3 浓度单位 (ppm)：毫克/千克，即百万分之一

4.4 激发条件：由 X 射线管产生初级 X 射线并使其激发样品的光学条件称为激发条件。激发条件包括靶材、管电压、管电流和初级束滤光片。

4.5 FP 定量法：使用基本参数的定量方法称为 FP 定量法。FP 法中的基本假定是相对于 X 射线而言，元素在厚样品中分布均匀、或在薄膜样品的每一层中分布均匀。基于这种假设，荧光 X 射线可以表述为物理参数 (基本参数) 比如组分浓度、质量吸收系数、荧光产额、X 射线源的光谱分布等的函数。由 FP 法计算出的理论 X 射线荧光强度与测量 X 射线荧光强度之间的关系用灵敏度校准曲线表述。FP 定量法就是利用灵敏度校准曲线计算定量值的一种分析方法。

4.6 定量分析：确定已知组分在样品中的含量的分析称为定量分析。定量分析有采用经验校正的标准样品比较法和 FP 定量法。通常，先用定性分析检查样品中有哪些组分，然后再进行定量分析

4.7 分辨率：能量分辨率是探测器的性能指标，在特定的测试条件下用微分曲线的半高宽与峰位能量差值表示。半高宽是指峰值强度一半处的能量宽度。

4.8 X 射线强度：在 X 射线分析中，X 射线强度表述为单位时间内进入探测器窗口的 X 射线光子数。通常，每秒的计数用 kcps (千计数/秒) 为单位表示。在国际单位制 (SI) 中，X 射线强度表述为：X 射线穿过 1 kg 空气时，空气与 X 射线相互作用产生的电子在空气中引起的总的离子电荷数。其单位是 C/kg (库仑/千克)

五、权责

所有使用此能量色散 X 荧光光谱仪人员必须依此规范作业。

六、作业流程与内容

6.1 启动和关闭仪器

6.1.1 启动仪器

1. 打开仪器的主电源开关(仪器背面红色开关);



2. 启动仪器(仪器前面按钮);



6.1.2 关闭仪器

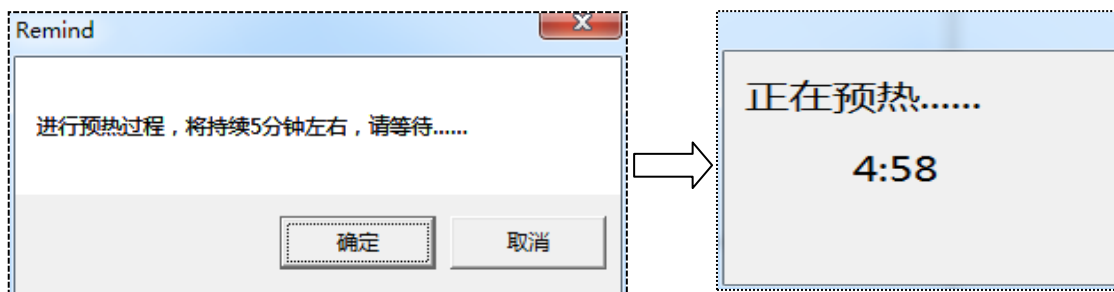
1. 分析测试结束之后，取出被测物料。点击软件右上角关闭按钮，软件关闭;
2. 关闭仪器(仪器前面按钮);
3. 关闭仪器的主电源开关(仪器背面红色开关);

6.2 启动程序

- 1) 双击电脑桌面软件图标 ，启动 EDXRF 软件;

6.3 开机预热

1) 点击 Xray 预热(主机在关闭电源 4 小时以上再重新开启时要进行预热)



注意事项:

软件将按设定程序运行, 预热 5 分钟完成升到指定的管压管流。

6.4 能量校准

1) 将能量校准片放入样品室, 关闭样品盖, 点击软件图标工具栏中的“能量校准”按钮。



注意: 将能量校准片金属面朝下平贴放置, 并请勿随意碰触裸露处。

2) 能量校准过程软件自动运行, 且软件自动完成。

注意: “能量校准”每间隔四小时必须进行一次。

6.5 测试样品

6.5.1 在仪器测试平台放置一个物料，摆放方式为竖放且分析面朝下，摆放过程中通过 CCD 图像确认分析面是否在光标中心位，关闭样品盖；

固体样

将固体样品竖放到测试平台上且样品的分析面朝下就可分析。

测试平台

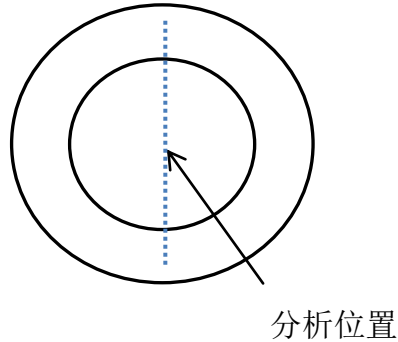


图 分析台

粉末、小颗粒样

由于粉末样品不能直接放置在测试平台上，所以要使用样品杯分析，如下图。

1) 使用薄膜放置中间，并紧扣

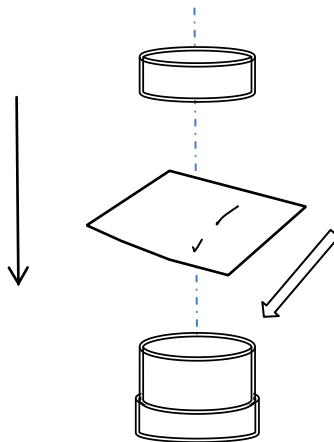


图 样品杯装置和样品放置方式

2) 在样品杯放置被测物料

液体样

由于液体样品不能直接放置在测试平台上，所以要使用样品杯分析，请参考粉末样品的样品杯方式图，测试液体时在样品杯中再套入一张测试薄膜，以防止污染样品杯。

6.5.2 输入样品信息；

6.5.3 选择物料测试条件，如需要对物料连续测试，请在测试次数输入次数(默认为 1)；

6.5.4 点击“测量”按钮进行分析，界面显示测试中的谱图与分析结果。

注：样品分类与拆分详见附件 A

6.6 查看结果

1) 测试结束后，在分析测试界面的右下侧结果栏中可查看当前被测物料的定量分析结果。

2) 在数据查询界面，可通过筛选条件查看到定量分析结果。数据可进行 Excel 总体汇总、单页报告形式打印与存储。

七、注意事项

1) 长期不使用本机时(例如连续的假期期间)，请用防尘罩盖好，放在干燥、通风的安全之处，关闭主电源开关并且拔出电源线。

2) 如果液体倒入或溅入机内，请立即关闭电源开关，并断开电源线与电源插座的连接,并及时与我司服务人员联系。

3) 仪器应配有交流净化稳压电源，保证电源稳定。

4) 请将电源线远离热源，否则会导致电源线表层融化从而导致火灾或触电事故。

5) 为安全起见，长时间不使用本机(例如在夜间)请关闭本机的电源开关。

6) 如果发现本机冒烟或发出异常噪音，应立即关闭电源开关，从电源插座拔出电源线，然后致电我司服务人员。同时应避免在电源插头附近放置物品，以便随时能够拔出本机的电源插头。

7) 切勿将本机安装在酒精、油漆稀释剂或其它易燃物质附近。如果易燃物质与本机内部的电气部件接触，可能会导致火灾或触电事故。

8) 切勿将水杯、花瓶、花盆和其它盛装水或液体的容器放在本机上。如果这些液体进入本机内部高压区，可能导致火灾或触电事故。

9) 切勿损坏或改装电源线。此外，切勿在电源线放置重物，也不要用力拉拽或过度弯曲电源线，否则可能损坏电器并且导致火灾或触电事故。

10) 切勿用湿手插拔电线，否则可能会导致火灾或触电事故。

11) 切勿捆扎电源线或打结，否则可能会导致火灾或触电事故。

12) 切勿使用随机提供的电源线以外的其它电源线，否则可能会导致火灾或触电事故。

13) 切勿尝试拆卸或改装本机，非专业人员对仪器的处理会损坏仪器。

14) 切勿将本机安装在不稳定的位置(如不稳定的平台或倾斜的地板上)，也不要安装在

15) 切勿遮挡本机的进气窗和散热器。进气窗用于本机内工作部件的正常通风。阻塞通风系统将导致本机过热。切勿将本机放在柔软表面上。

16) 断开电源线时，务必抓住电源插头。拉拽电源线可能会使芯线暴露或折断，或给电源线造成其它方面的损坏。如果电源线受到损坏，则可能会引起漏电，导致火灾或触电事故。

17) 仪器中用于探测器和光管封装的铍薄膜有剧毒且易碎，请勿触碰或使仪器剧烈震动。

18) 本仪器工作时会产生 X 射线，正常情况下仪器防护装置可以保证零辐射，请勿改动仪器外观结构以免操作人员暴露在 X 光的照射下。

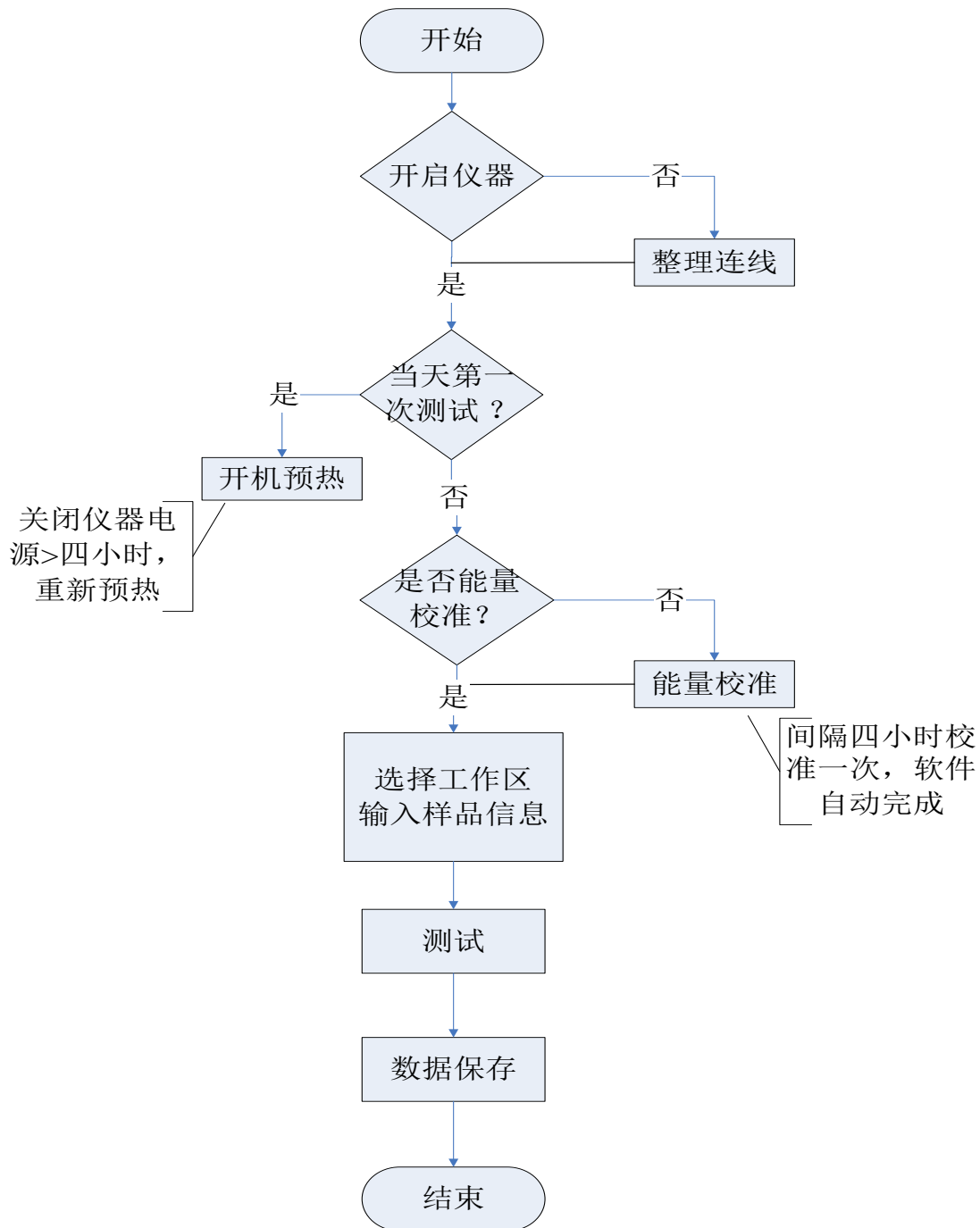
19) 如有必要移动设备时，请在我司服务人员指导下完成。

八、参考标准

IEC62321 国际电工委员会

GB/T 33352-2016 电子电气产品中限用物质筛选应用通则 X 射线荧光光谱法

测试流程图



附件 A：样品分类与拆分

1. 样品分类

1) 测试条件“塑料基体”

此条曲线主要用来测试非金属，主要包括：

- ① 各类塑料材质物料
- ② 油墨、油漆、阻燃剂，PCB 板基材等
- ③ 陶瓷、玻璃
- ④ 包装材料、木材、纸张等

2) 测试“铝材基体”

此条曲线主要用来测试铝镁材质，主要包括：

- ① 各种铝、铝合金，铝镁合金制品等

3) 测试条件“五金金属”

此条曲线主要用来测试金属材质，主要包括：

- ① 各类金属材质，螺丝、铜材、铁材、不锈钢制品等

4) 测试“焊锡材料”

此条曲线主要用来测试焊锡材质，主要包括：

- ① 各类焊锡制品，如焊锡，锡线、锡膏、锡渣等

2. 样品处理

根据欧盟的指导，应该制备的样品是“单一均质材料”。

注：欧盟的技术顾问委员会（TAC）给出的关于均质材料的指导如下：“不能被机械分离成不同材料的材料。”后来有定义为：术语“均质”是指“统一的整体组成”。单独型式的“均质材料”的例子是：塑料，陶瓷，玻璃，金属，合金，纸，板，树脂，涂层。术语“机械分离”是指原则上用机械手段如拧、割、压、磨等能将样品分离。

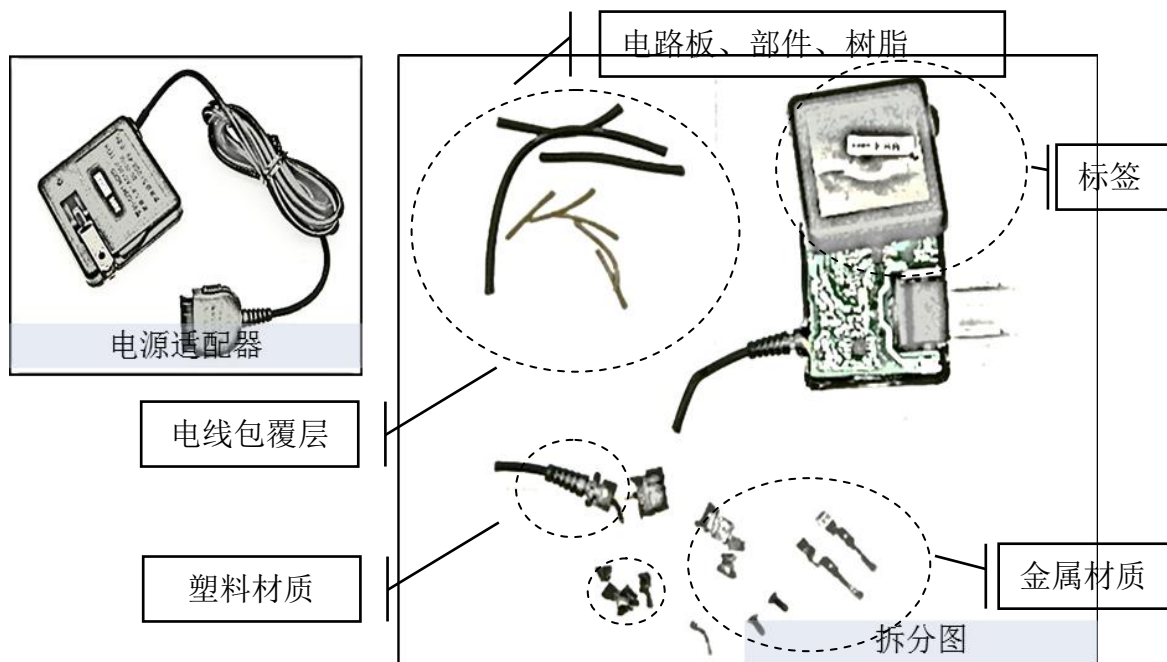
执行者也可以决定样品是元件，这种样品的获得比较适合于电子装置。

注：元件可以认为是电子电气产品中能被普通工具无损分离的最小部分，它包括电

子部分如未组装的印刷电路板、电阻、电容、二极管、整流器，电机机械部分如连接器、电缆绝缘，或机械部分如螺丝、骨架或壳体（表面经电镀、涂漆或涂料处理）、按键、装饰玻璃、玻璃陶瓷元件等。

待测样放在仪器内部的样品室内的分析位置，就可以进行相应的测试了。如果待测样不适于放入样品室内，它必须被切成合适的尺寸以便测量。为了使测试结果有效，必须满足仪器关于样品厚度与质量的最低要求，因为非常小或薄的样品可能不满足这个条件。在该种情况下：需将这类小样品（例如螺丝钉）放在一个样品杯里，然后进行分析。类似的薄样品应该堆在一起以便能够达到最小样品厚度限值从而可以进行有效分析。一个通用的原则是所有样品必须完全覆盖光谱仪的测量窗口，对于聚合物和轻合金例如 Al, Mg 和 Ti，至少应该 5mm 厚，对于液体最小厚度是 15mm，而对于其它合金厚度大约为 1mm。

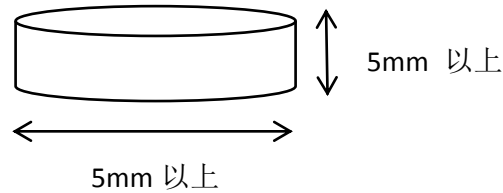
简易样品拆分分析实例



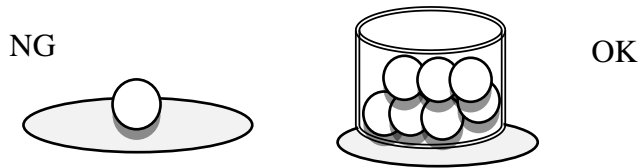
测试注意事项

① 对于聚合物和轻合金例如 Al、Mg，至少应该 5mm 厚；

例：泡沫由于缝隙多，无法得到较强的荧光信息，测量时尽量重迭增加厚度，加强压力尽量使缝隙靠紧。



② 小物料需采集多一些，重迭排列进行分析；



③ 测定圆柱形的物料时，请平面部分放置在分析位置；



④ 测定部位与分析位置之间无间隙；



⑤ 塑料与金属为一体的样品，请先拆分再分析

