



全面应对欧洲化学物质法规

Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment / End-of-Life Vehicles

岛津提议的应对
RoHS/ELV 法规的
综合检测方法



欧洲 (EU) 有害物质法规 WEEE/RoHS、ELV 指令的概要

欧洲联盟 (EU) 与环境问题



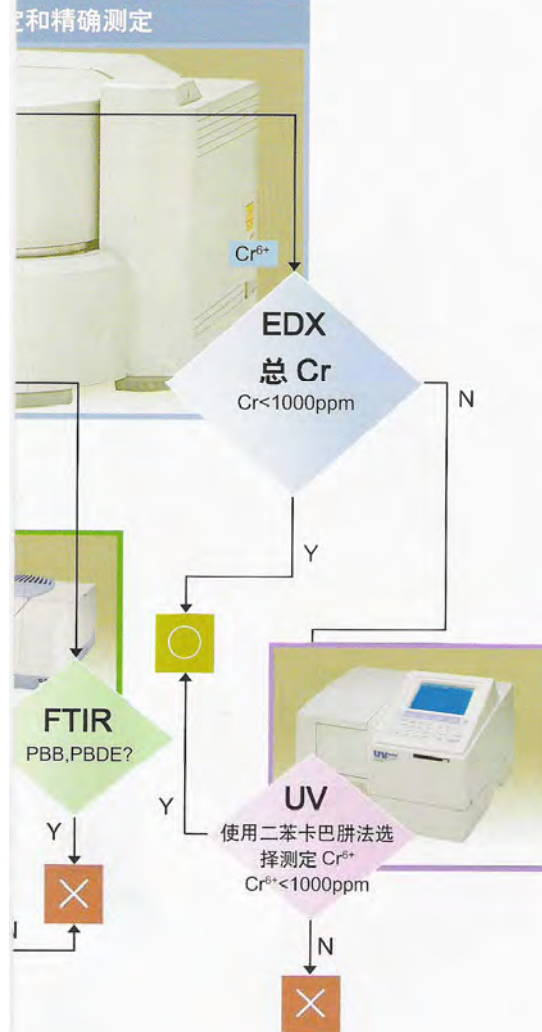
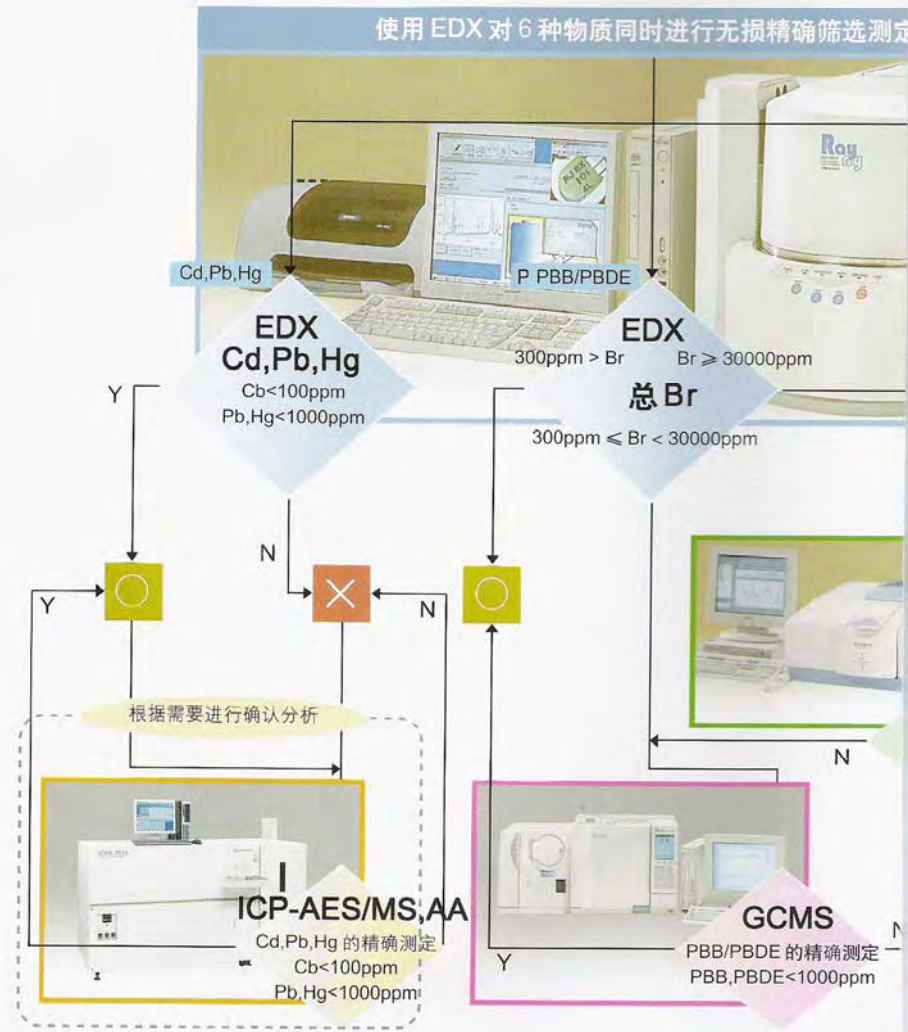
根据已于 2003 年 7 月实施的欧洲 ELV 指令 (报废汽车指令), 作为指令对象的汽车、报废汽车及零部件、材料中若含有镉 (Cd)、铅 (Pb)、汞 (Hg)、六价铬 (Cr⁶⁺), 则不可向欧洲出口。另外, 同样, 在将于 2006 年 7 月实施的 RoHS 指令 (电子电气设备所含特定有害物质限制使用指令) 中预计列入禁止用于作为指令对象的电子电气设备的物质, 除 Cd、Pb、Hg、Cr⁶⁺ 外再增加 2 种溴类阻燃剂 PBB (聚溴化联苯)、PBDE (聚溴化联苯醚), 共 6 种物质。由于汽车、电子电气设备零部件众多, 而且使用各种材料, 因此, 生产者有责任在整个供应链中对产品进行有害物质的管理。

岛津制作所在 RoHS/ELV 指令的检查装置中, 自行开发、制造占行业内绝大多数市场占有率的能量散射型 X 射线荧光光谱仪 (ED-XRF)、以及高频电感等离子体发射光谱仪 (ICP-AES) / 质谱仪 (ICP-MS)、原子吸收分光光度计 (AA)、紫外可见分光光度计 (UV-VIS Spectro Photometer)、傅里叶变换红外光谱仪 (FT-IR)、气相色谱质谱联用仪 (GC-MS), 并在应用开发、检测方法的指导方面, 为客户建立 RoHS/ELV 应对体制提供协助。

限制物质和最大容许含量 (阈值)	ELV	RoHS	备注
镉 (Cd)	100ppm	100ppm	·RoHS 中未决定事项在 TAC 上正在讨论中
铅 (Pb)	1000ppm	1000ppm	·RoHS 中的最大容许含量(阈值)为预测值 ·阈值的分母是 homogeneous (均质材料)
汞 (Hg)	1000ppm	1000ppm	·另在指导中明确了不明确事项
六价铬 (Cr ⁶⁺)	1000ppm	1000ppm	·Penta, Octa-BDE 在其他指令中先定为 1000ppm
聚溴化联苯 (PBB; Poly Brominated Biphenyls)	非限制对象	1000ppm	·Deca-BDE 的使用 (可否使用) 未确定 ·ELV 禁止有意的使用
聚溴化联苯醚 (PBDE; Poly Brominated Di-phenyl Ethers)	非限制对象	1000ppm	·RoHS、ELV 都存在不适用的项目

岛津综合支持 RoHS/ELV 指令的全部限制物质的检测。

RoHS/ELV 综合判断流程



最大容许含量 (阈值)

报废汽车指令 (ELV 指定) 的最大容许含量 (阈值) 已由欧洲委员会 [确定: decision], 但是, 电子电气设备所含特定有害物质限制使用指令 (RoHS 指令) 按 EU 设立条约 95 条运用, 因此欧盟各国正在讨论电子电气设备相关有害物质的最大容许含量 (阈值) 和含量检查方法的通用化, RoHS 指令中的最大容许含量已在 2004 年 7 月基本确定, 并于 2004 年 9 月, 将提案提交给阁僚理事会, 因已经过了一定时间, 所以, 可认为是事实上的 [确定], 而检查方法 (测试方法) 在 EU 内的讨论尚无进展。

测试方法

图为 JBCE (驻欧日系经济协议会) 于 2003 年向 TAC (技术适用委员会) 提出, 之后经多次讨论已明确化的 RoHS 限制的 6 种物质的测试方法。在最初的 JBCE 的意见书上提议使用 hand-held type X 射线荧光光谱仪进行最初筛选检测的检测流程, 但在此作为参考所表示的综合检测流程图是考虑到日本、中国、ASEAN 等亚洲的使用状况, 省略 hand-held type X 射线荧光光谱仪, 从最初使用高性能 deck-top type X 射线荧光光谱仪进行 6 种物质 5 元素的精确筛选测定, 直到全部 RoHS 限制物质检测的流程。

注 1
判断阈值是 ELV 的确定值和 RoHS 讨论中的 EU 行政阈值的预期值。在制造方用于原材料、零部件、产品的进货检查和出厂检查时, 有必要根据交易对方的进货标准, 作为更加严格的标准运用。

注 2
聚溴化联苯 (PBB) 聚溴化联苯醚 (PBDE) 的预期最大容许含量和溴 (Br) 浓度的关系
(按 Br 的质量数: 80, 预期最大容许含量 1000ppm 计算)
mono-BB 不足 1000ppm Br: 1000 × 80/233=343ppm
mono-BDE 不足 1000ppm Br: 1000 × 80/249=321ppm
塑料中的 Br 量明显不足 320ppm 时, 即使是 PBB, PBDE 的任何溴置换体也可判断为不足 1000ppm。

注 3
欧洲共同体设立条约 95 条: 以区域内的统一为目的, 在各国法律中不得附加超过指令的严格限制。

在 EU (欧盟) 的主要化学物质法规

- 关于限制危险物质及配剂上市和使用的指令 (76/769/EEC)
- 关于含特定危险物质的电池、蓄电池的指令 (91/157/EEC)
- 关于包装及其废弃物的指令 (94/62/EC)
- 报废汽车指令 (ELV 指令 2000/53/EC)
- 报废电子电气设备指令 (WEEE 指令 2002/96/EC)
- 电子电气设备所含特定有害物质限制使用指令 (RoHS 指令 2002/95/EC)

ELV 指令 End-of-Life Vehicles

<报废汽车指令>

为预防由汽车产生的废弃物和报废汽车及其部件的再利用、再循环以及通过其他形态的再生促进废弃物消减，加盟国在 2003 年 7 月 1 日以后投放市场的汽车材料和部件确保不含铅、汞、镉和六价铬。

WEEE 指令 Waste Electrical and Electronic Equipment

<报废电子电气设备指令>

以预防产生电子电气废弃物以及为减少废弃物而促进再利用、再循环、再生为目的，2005 年 8 月 13 日起制造者负有：在适合指令的产品上粘贴指定标志，进行产品回收、再循环等义务。

在如下附件中 IA 为类别 (IB 为产品清单)

IA 类别

IB 为产品清单

- | | |
|---------------|------------------------------|
| 1 大型家用电器产品 | : 冰箱、洗衣机、微波炉、空调等 |
| 2 小型家用电器产品 | : 吸尘器、熨斗、干燥机、钟表等 |
| 3 IT 及远距离通信设备 | : 计算机、传真机、电话机、手机等 |
| 4 民用设备 | : 收音机、电视机、录像机、乐器等 |
| 5 照明设备 | : 除家用照明外的荧光灯、灯等、照明控制装置 |
| 6 电动工具 | : 车床、焊接机、喷雾器等 (安装型大型工业用工具除外) |
| 7 玩具、文体设备 | : 电车、赛车组件、游戏机等 |
| 8 医疗器械 | : 放射线治疗仪、心电图测定仪、分析仪器、监控器等 |
| 9 监视控制设备 | : 烟探测器、工厂用监视、控制设备等 |
| 10 自动售货机 | |

RoHS 指令 Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment

<电子电气设备所含特定有害物质限制使用指令>

加盟国在 2006 年 7 月 1 日以后上市电子电气设备中保证不含铅、汞、镉、六价铬、PBB、PBDE。

上述附件中所列的 IA 类别中的 1、2、3、4、5、6、7、10 类 + 电灯、家用照明器具作为对象。8 类的医疗器械和 9 类的监视、控制设备虽在对象以外，但预计在 2005 年 2 月 13 日以前提议作为对象。



有害金属 Cd, Pb, Hg, (Cr, Br)

▶ 筛选分析用

限制物质全元素快速筛选



能量散射型 X 射线荧光光谱仪 EDX-720

岛津的 EDX 系列可快速筛选测定欧洲电子电气设备废弃指令 (WEEE&RoHS) 的环境限制规定的 5 元素 6 物质和报废汽车限制 (ELV) 的环境限制规定的 4 元素 4 物质。

EDX 系列在电子电气行业应对 WEEE&RoHS 方面占有压倒多数的份额，获得很高的评价。岛津为了应对这些法规，在全世界建立了与日本同样的分析咨询、维修体制。确保在全世界任何地区都能达到与日本国内同样的高水平。

特长

- 可对金属、树脂、粉体、液体等任何形态的样品进行无损直接测定。
- 检查方法只须观察 CCD 相机的影像确定目标部位即可。
- 全自动快速测定 ELV 限制的 4 种元素。
- 也适用于其他、一般材料分析、次品解析、电镀膜厚分析等。
- 不需要 X 射线作业负责人，申报简单，谁都可放心地使用。



微区 X 射线荧光光谱仪 μEDX 系列

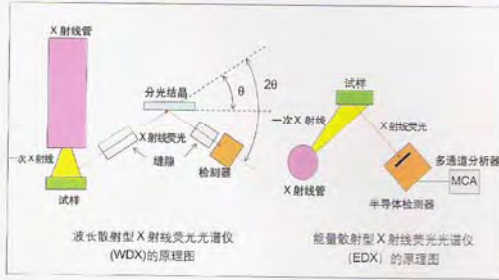


可测定在其他荧光 X 射线分析中难以测定的 50μmφ 的微小区域。岛津微区 X 射线荧光光谱仪 μEDX 系列对过去因测定样品小而不能高灵敏度分析或因分辨率不足而测定困难的电子部件、印刷电路板和食品中异物的测定，通过采用岛津独创的多毛细管可高灵敏度、高分辨率地分析，最小分析径为 50μm 的微小区域。

X 射线荧光分析的特长、原理

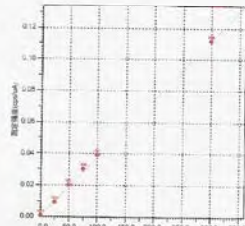
使用X射线直接照射试样,测定由此产生的2次X射线(X射线荧光)的能量强度。用此法可无须破坏样品进行样品定性分析和定量分析。与其他分析方法相比,前处理简单,可快速分析,这是X射线荧光分析的一大特长。

虽然在波长(能量)分辨率,轻元素的灵敏度、精度上不如波长散射型,但在价格,操作性,前处理的简便性上具有优势。因此,非常适于进货检查,生产现场的筛选分析和次品解析。

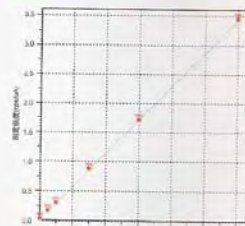


在RoHS规定的5元素测定和ELV规定的4元素测定中采用X射线荧光作为快速、简便的筛选法效果好。定量分析推荐采用AA、ICP等的精密分析法,但使用标准试样也可采用X射线荧光分析进行简易定量分析。

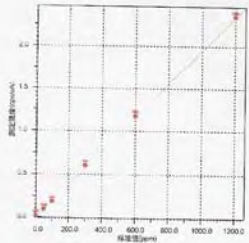
树脂标准试样和5元素的校准曲线



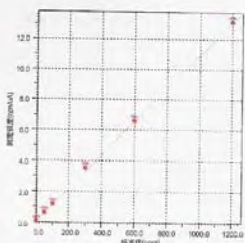
树脂中铅的校准曲线



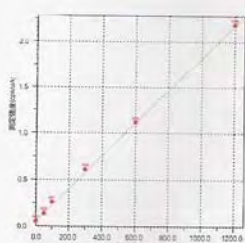
树脂中镉的校准曲线



树脂中铜的校准曲线



树脂中溴的校准曲线



树脂中锌的校准曲线

筛选分析用

可校正试样的厚度、形状

《标准型 EDX-720 能够充分测定 Cd/Pb/Hg/Cr/Br 5 种元素》

■使用标准试样的检测下限

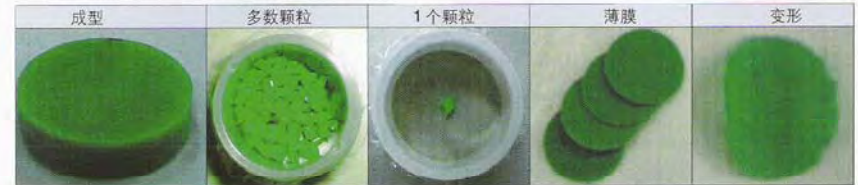
	PVC 中 镉	PVC 中 铅
测定时间 100 秒 (同时分析)	6.5ppm	13ppm
测定时间 30 秒 (同时分析)	12ppm	24ppm

采用 BG 内标校正, 提高非定形试样的定量精度

试样

标准试样: PE (聚乙烯) 标准试样 BCR-680, 681 成型品, PVC 中 cd, pb 各含量

评价试样: 同样 BCR-680 的 5 种形状 (参照下照片)



定量分析结果

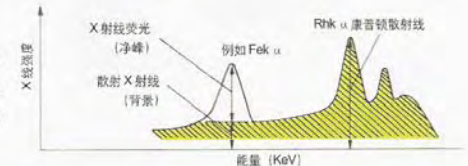
检测了不同形状、量、位置、厚度等的样品。结果如表 1 所示。

表 1 有 / 无 BG 内标修正的定量结果比较

试样 BCR-680	Cb				Pb			
	有修正		无修正		有修正		无修正	
	定量值	与标准值的比	定量值	与标准值的比	定量值	与标准值的比	定量值	与标准值的比
成型 标准值	140.8	1.00	140.8	1.00	107.6	1.00	107.6	1.00
多数	137.2	0.97	85.5	0.61	105.0	0.98	74.1	0.69
1 个 中心	151.9	1.08	15.5	0.11	111.9	1.04	17.3	0.16
1 个 前面	174.5	1.24	26.6	0.19	109.9	1.02	(-8.5)	--
1 个 里面	194.4	1.38	6.8	0.05	65.0	0.60	(-8.3)	--
1 个 横面	224.7	1.60	6.7	0.05	90.6	0.84	(-8.2)	--
薄膜								
1 片	143.4	1.02	57.5	0.41	104.7	0.97	57.9	0.54
2 片	135.1	0.96	99.1	0.70	103.3	0.96	90.6	0.84
3 片	140.7	1.00	132.5	0.94	101.1	0.94	109.6	1.02
4 片	134.5	0.96	138.6	0.98	104.8	0.97	114.6	1.06
变形	146.8	1.04	11.4	0.08	97.0	0.90	15.4	0.14

什么是 BG 内标校正?

内标校正是为了校正因试样的密度或形状、大小造成的测定强度的变动。利用 X 射线管产生的连续 X 射线的散射射线 (=BG)、靶材的特性 X 射线的散射射线及其康普顿散射射线的强度取得与 X 射线荧光强度之比的方法。



简单、快速的数据管理和报告制作

RoHS/ELV规定的镉、铅、汞、铬、溴的测定结果可汇总在一个报告中。报告的文件形式可选择HTML形式和Excel形式。制成的报告清单可用报告一览表确认。

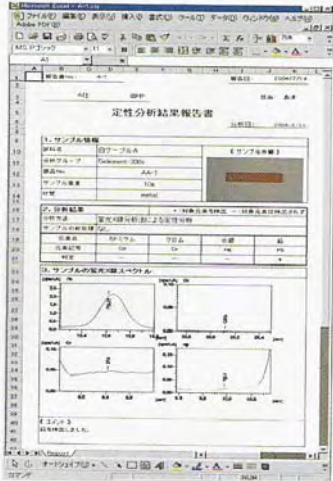


表2 Excel形式的报告例

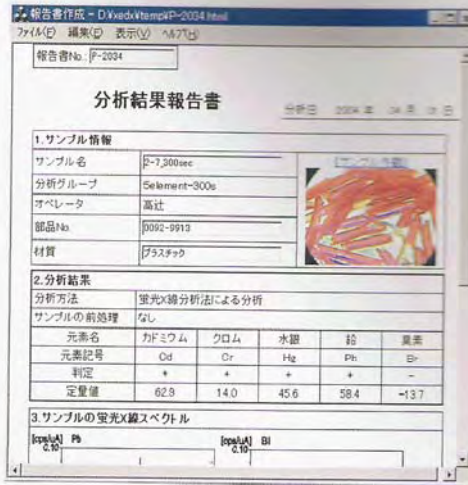


表3 HTML形式的报告例

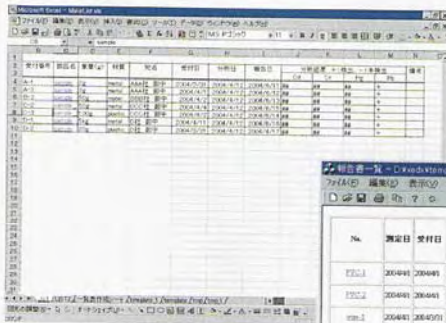


表4 Excel形式的一览表例

No.	測定日	検体日	試料名	部品番号	重量	材料	分析結果						備考			
							Cd	Pb	Cr	Se	Br	判定				
E22.1	2004/01	2004/01	PPC電_000	209-0023	20	PPC	-	0.5	+	0.247	+	3.4	+	0.817	-	0.23
E22.2	2004/01	2004/01	PPC電_100	209-0024	33	PPC	-	0.5	+	0.247	+	3.4	+	0.817	-	0.23
000.1	2004/01	2004/01	其他電線	212-00192	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.2	2004/01	2004/01	其他電線	209-1300	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.3	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.4	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.5	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.6	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.7	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.8	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.9	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.10	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.11	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.12	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.13	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.14	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.15	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.16	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.17	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.18	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.19	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540
000.20	2004/01	2004/01	其他電線	209-0820	10	PPC	-	0.5	+	1.1	+	1.5	+	1.13	+	180540

精确定量分析用

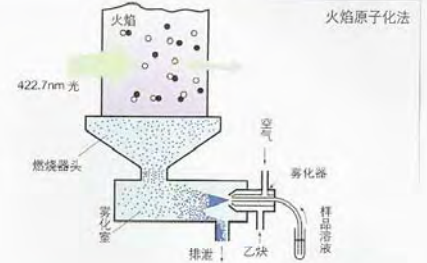
金属元素的精确分析请使用AA/ICP

原子吸收分光光度计
AA-6300



原子吸收分光光度法

雾化器吸入液体试样，向燃烧室喷雾，加热，进行原子化。这时使用空心阴极灯照射测定元素固有波长的光时，光被原子吸收。通过测定此吸收进行元素的定量分析。



原子吸收分析法的特长

- 高灵敏度 (ppb-)
- 使用简便
- 低价格
- 小型化

ICP/AA 法的比较

	火焰 AAS	石墨炉 AAS	ICP-AES	ICP-MS
灵敏度	ppb~ ppm	ppt~ ppb	ppb~ %	ppt~ ppm
动态量程	2位	2位	5位	5位
精确度	○	△	○	○
分光干扰	○	○	△	○
化学干扰	○	△	○	○
物理干扰	○	△	○	○
分析速度	○	△	○	○
多元同时分析	不可	不可	可	可
操作性	○	△	○	△
维护	○	○	○	△

※重要的是根据不同的目的，选择最适宜的方法或进行组合。

◎好 ○中 △差

ICP/AA 的分析对象

- 金属 (钢铁、有色金属)
 - 化学、药品、石油、树脂、陶瓷
 - 生物体、医药品、食品
 - 环境 (自来水、环境水、排水、土壤、大气粉尘)
 - 其他 进行各种试样中金属的分析
- ※固体试样须进行前处理 (液化)。

主要的前处理法

稀释法

试样使用纯水或稀酸、有机溶剂稀释。例) 均匀的试样、电镀液、食品 (乳制品等)、药品、生物体试样。

干式分解法

试样进行高温 (400~550℃) 加热。短时间 (数小时) 分解。操作简便。适用于有机物的分解。低沸点元素 Hg、As、Se、Te、Sb 等有可能挥发。

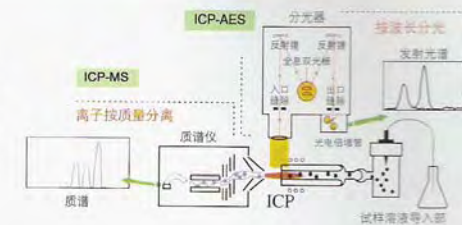


ICP 发射光谱仪

ICPS-7510

ICP 发射光谱分析法、ICP-MS 法

使用高频使氩气形成电离状态，产生高温的等离子体。雾化器吸上液体试样进行雾化，导入该等离子体内时，试样中的原子被激励。对由激发原子产生的元素特有的光进行分光是 ICP 发射光谱分析法。离子化的原子引入真空内进行质量分析是 ICP 质量分析法。



ICP 发射光谱分析法的特长

- 高灵敏度 (ppb-)
- 动态量程宽 (ppb- %)
- 可定性分析，同时多元素定量
- 溶液分析，容易制作校准曲线试样

湿式分解法 (标准的处理法)

试样 + 酸进行低温 (~300°C) 加热。有机物分解需长时间 (数小时~数日)。
须注意避免受容器、氛围气等操作环境、酸的污染

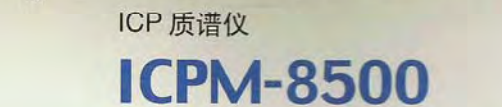
高压分解法、微波高压分解法

试样 + 酸在特氟隆密闭容器中用一百数十°C 加热，在高压下分解。密闭系统中分解具有低沸点元素的挥发少，分解时间快速，不易受操作环境、试剂的污染、酸的使用量少等特点。

例) 底质、土壤、粉尘、陶瓷、生物体、食品等。

碱熔解法

试样 + 碱熔剂进行高温 (1000°C) 加热溶解。难熔的金属化合物、陶瓷等。形成高盐试样，须注意干扰和污染。



ICP 质谱仪

ICPM-8500

ICP 质量分析法的特长

- 超高灵敏度 (ppt~ppm)
- 动态量程宽 (ppt~ppm)
- 可定性分析，同时多元素定量
- 溶液分析，容易制作校准曲线试样
- 可同位素比测定

塑料中的定量下限 (μg/g)

	Cd	Pb	Cr	Hg	As
ICP-AES 法	0.1	1	0.2	0.5	1
ICP-MS 法	0.0003	0.0001	0.001	0.001	0.001
AAS 石墨炉法	0.05	0.1	0.1	0.001*	0.1

聚乙烯的定量例 (μg/g)

试剂	BCR680					BCR681				
	干式灰化法 谢尔达法 认证值 EN1122A 法					干式灰化法 谢尔达法 认证值 EN1122A 法				
元素	Cb	Pb	Cr	Hg	As	Cb	Pb	Cr	Hg	As
前处理	140	105	105	<0.5	27.7	140	105	105	<0.5	27.7
	140	105	112	24.0	31.0	140.8	107.6	114.6	25.3	30.9
	21.0	13.1	16.2	<0.5	3.6	21.4	<1	17.2	4.3	4.1
	21.7	13.8	17.7	4.5	3.93					

低值的原因
——干式灰化法中的 Hg：挥发
——谢尔达法中 Pb：硫化铅沉淀

有害金属 六价铬

六价铬选择分析用

六价铬 (Cr⁶⁺) 分析



紫外可见光分光光度计

UVmini-1240

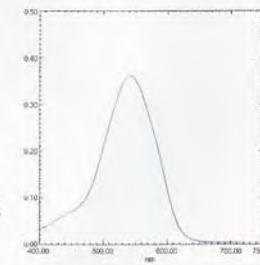
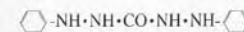


水质程序包的项目选择画面

在岛津分光光度计 UVmini-1240 上安装水质程序包 (选购软件)，使用与此配套的专用试剂，即使非专业人员也可轻松地完成 Cr⁶⁺ 分析

二苯卡巴肼吸光光度法 Cr⁶⁺ 分析

二苯卡巴肼不与 Cr³⁺ 反应，只与 Cr⁶⁺ 反应形成络合物，在 540nm 附近显示特有的吸收曲线。利用此峰，可使用紫外可见分光光度计对 Cr⁶⁺ 进行选择定量。



六价铬-二苯卡巴肼络合体的吸收曲线

UVmini-1240+ 水质程序包系统的特长

- 与配套的专用试剂组合可简单地进行分析。
- 专用试剂用的 Cr⁶⁺ 的校准曲线含在水质程序包内。样品定量时，测定者不必制作校准曲线。
- 按画面的指示操作则自动显示 Cr⁶⁺ 的浓度，蜂鸣器报知测定结束。
- 不需附带设备，只需电源注 1)。

注 1) 备有 100-120V, 220-240V 规格

六价铬 (Cr⁶⁺) 分析系统的构成

Cr⁶⁺ 分析需预先进行前处理，从试样中提取 Cr⁶⁺。这里介绍经铬酸盐处理的螺钉等中 Cr⁶⁺ 分析的系统构成。

- 岛津分光光度计 UVmini-1240
- 选购件软件水质测定程序包
- 实验器具
 - 模块化加热器 (用于从样品中提取 Cr⁶⁺) 模块、100ml 量筒、300ml 烧杯、φ18 × 180mm 带刻度的试管 (50 支装)、Z 型试管架、3ml 移液管、定时器。
- 专用试剂: (株) 共立理化研究所制 Cr⁶⁺ 专用试剂 (试剂 NO.31 Cr⁶⁺)

注 2) 打印机为选购件。



模块化加热器



定时器

根据 JIS H 8625 的 Cr⁶⁺ 的提取法和测定顺序

- 1 试样在放入纯水的容器中沸腾5分钟，提取样品覆膜中的 Cr⁶⁺。
- 2 将部分提取溶液放入比色皿中，进行空白测定。
- 3 取试样 25ml，加入一份专用试剂进行搅拌。
- 4 将充分搅拌显色后的试样溶液加入比色皿中，放入仪器内。
- 5 直接自动显示 Cr⁶⁺ 浓度。



▶ 筛选分析用

使用 FTIR 进行溴类阻燃剂的筛选分析



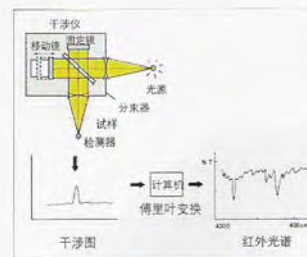
傅里叶变换红外光谱议 IRPrestige-21

在 FTIR 上安装单次反射型 ATR 装置，使用溴类阻燃剂判定宏程序，可在数十秒内判定塑料的种类和是否含有溴类阻燃剂，适用于筛选分析。

FTIR

干涉仪由分束器、固定镜、移动镜构成。来自光源的红外光到达干涉仪，由分束器反射的红外光射向固定镜，而透射的红外光到达移动镜，经分别反射后，再次到达分束器生成干涉光 (干涉图)。干涉光透过试样或由试样反射到达检测器检测。对此干涉光进行傅里叶变换，取得红外光谱。

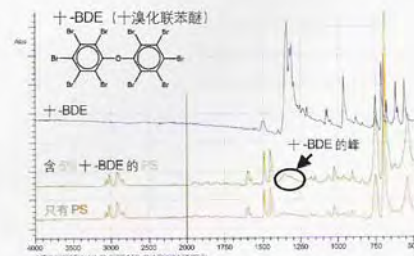
FTIR 的特长是测定时间短，前处理简单等。



为什么可以使用 FTIR 进行溴类阻燃剂的分析

通常塑料中需含 5~10% (v/v) 的溴类阻燃剂方可达到阻燃效果，因此塑料制品中溴类阻燃剂的含量经常超过 RoSH 规定的最大容许量，需对其含量进行监测分析。溴类阻燃剂的吸收峰多与主剂塑料的吸收峰重叠，当含量为 ppm 级时，在红外光谱上无法确认，但当含量达 5~10% 时，则可以在红外光谱上得以确认，因此可以使用 FTIR 进行筛选分析。

FTIR 筛选阴性结果的样品，可再进行 GCMS 分析，进一步判定其含量是否超标。

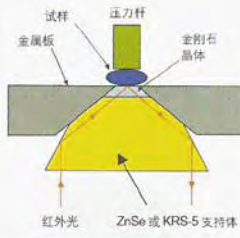


测定方法

- 试样装载在 DuraSAMPL IR II (单次反射型 ATR) 晶体上, 旋转其上方的压力杆, 使样品与金刚石晶体密切接触。
- 红外线的通路如下图所示, 在晶体与样品间的表面发生全反射, 部分光束进入到样品一段距离后反射回来。
- 试样产生吸收时则全反射的红外光衰减, 取得红外光谱。
- 试样只须取其片段或直接置于晶体上, 用压力杆加压, 使其与晶体紧密接触, 即可进行红外光谱测定。



DuraSAMPL IR II



DuraSAMPL IR II 的构造



FTIR 试样室内设置的 DuraSAMPL IR II

溴类阻燃剂判定程序和测定例

溴类阻燃剂判定程序判定塑料的种类和是否含有溴类阻燃剂。操作使用对话方式进行, 判定结果在计算机的 CRT 画面上显示, 并自动纪录测定前输入的文件名和试样名等信息和判定结果。便于试样的管理。

[判定結果]

PBT : OK

确认后请点击 OK 按钮。

不含 PBDE 时的判定结果画面

[判定結果]

ABS+PBDE : NG

确认后请点击 OK 按钮。

含 PBDE 时的判定结果画面

文件名	试样名	日期	成分编码	提供者	采样	表示	操作	申请者	结果
S32	试样 No.32	2004/3/25 16:54	L30	MM	表层	TV	SHK	SSM	PS
S500	试样 No.500	2004/3/25 17:03	LG1	MM	表层	TV	SHK	SSM	PS+PBDE:NG
S550	试样 No.550	2004/3/25 17:08	F100	MM	表层	TV	SHK	SSM	不适用
S300	试样 No.300	2004/3/25 17:17	LT1	MM	表层	TV	SHK	SSM	PS+PBDE:NG
M1	试样 No.1	2004/3/25 17:21	KP1	MM	表层	TV	SHK	SSM	PS+PBDE:NG
M2	试样 No.2	2004/3/25 17:23	PP1	MM	表层	TV	SHK	SSM	PS+PBDE:NG
A2	试样 No.A2	2004/3/25 17:26	AA1	MM	表层	TV	SHK	SSM	不适用

文件名和试样名等测定前输入的信息和判定结果自动记录在 CSV 文件上。

▶ 精确定量分析用

使用 GCMS 的溴类阻燃剂的分析



气相色谱质谱联用仪
热裂解分析系统

GCMS-QP2010

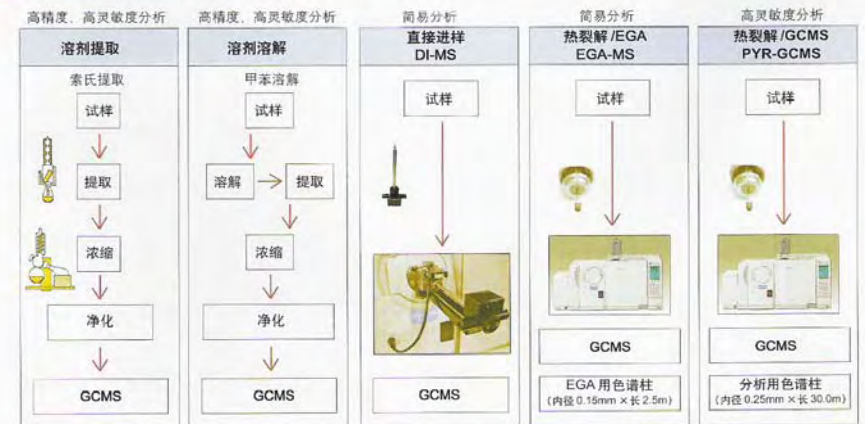
为了准确地测定溴类阻燃剂, 试样(塑料等)需使用溶剂溶解, 将目标成分进行浓缩和精制。这种前处理需要专业分析人员进行长时间、繁琐的操作。气相色谱质谱分析法(GCMS)是可非常简便、准确、快速地分析溴类阻燃剂的方法之一。在数分钟内即可判定塑料中溴类阻燃剂的类型、含量。

特 长

测定塑料中的 PBB, PBDE

- GC/MS 法进行定量分析最有效, 检测下限可达 ppb 级。
- (DI-MS, EGA-MS, EGA-GCMS) 法适于能产生分解的物质的简易测定。

PBB, PBDE 的分析顺序



GCMS

GCMS

GCMS是GC与MS一体化的装置,检测化合物是什么(定性)和多少(定量)的精密装置

GC (气相色谱仪)

GC是通过将气化的试样通入分离色谱柱内,分离各化合物取得色谱图的装置。

MS (质谱仪)

是准确测定构成物质的各个化合物的质量(重量),取得质谱图,根据质量测定化合物的装置。

