

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2592.1—2010

### 电子电气产品中有机锡化合物的测定 第 1 部分：气相色谱法

Determination of organotin compounds in electrical and electronic equipment—  
Part 1: Gas chromatography

2010-05-27 发布

2010-12-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

SN/T 2592《电子电气产品中有机锡化合物的测定》分为五个部分：

- 第 1 部分：气相色谱法；
- 第 2 部分：红外光谱筛选法；
- 第 3 部分：ICP-MS 筛选法；
- 第 4 部分：液相色谱-质谱法；
- 第 5 部分：气相色谱-质谱法。

本部分为 SN/T 2592 的第 1 部分。

本部分按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、东南大学、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：何重辉，蒋一昕，曹蓉，戴尽璇，曹丽华，张跃，刘莹峰。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 电子电气产品中有机锡化合物的测定

## 第 1 部分:气相色谱法

### 1 范围

本部分规定了电子电气产品聚合物材料中三氯单丁基锡(MBT)、二氯二丁基锡(DBT)、氯化三丁基锡(TBT)和氯化三苯基锡(TPhT)的气相色谱-火焰光度检测器(GC-FPD)测定方法。

本部分适用于电子电气产品聚合物材料中三氯单丁基锡、二氯二丁基锡、氯化三丁基锡和氯化三苯基锡的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/Z 20288 电子电气产品中有害物质检测样品拆分通用要求

### 3 方法提要

用于电子电气产品的材料或根据 GB/Z 20288 所取得的分析样品,经液氮粉碎,采用甲醇超声波萃取。在合适的酸度下,以四乙基硼化钠为衍生化试剂。用配有火焰光度检测器的气相色谱仪(GC-FPD)测定,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 正己烷。

4.2 甲醇。

4.3 无水硫酸钠:取适量无水硫酸钠,于 650 °C 灼烧 4 h,冷却后贮于干燥器中备用。

4.4 乙酸钠。

4.5 冰乙酸。

4.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 82 g 乙酸钠(4.4)溶解于 900 mL 水中,加入冰乙酸(4.5)35 mL 后,缓慢滴加冰乙酸,调节溶液的 pH 至 4.5±0.1。

4.7 四乙基硼化钠( $\text{NaBEt}_4$ ):纯度大于 98%。

4.8 四乙基硼化钠溶液(质量分数为 2%):在隔绝空气条件下,称取 0.2 g 四乙基硼化钠(4.7),加 10 mL 水溶解,应现用现配。

警告:四乙基硼化钠易燃,有关四乙基硼化钠的安全作业请参照相关化学品安全手册或供应商的安全警告指示。

4.9 有机锡标准物质:纯度大于 96%。

4.10 有机锡标准储备溶液:各有机锡标准储备溶液浓度以有机锡阳离子浓度计。准确称取适量的有机锡标准物质(4.9),用少量甲醇溶解后,稀释定容于棕色容量瓶中,配置方法见附录 A。

4.11 有机锡标准工作溶液( $1\text{ }\mu\text{g/mL}$ ):分别准确移取有机锡标准储备溶液(4.10)各 1 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,此溶液中各有机锡阳离子浓度为  $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ ;移取 10 mL 浓度为  $10\text{ }\mu\text{g/mL}$  的溶液于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀。

4.12 滤膜: $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

## 5 仪器和装置

5.1 气相色谱仪:配有火焰光度检测器(FPD)。

5.2 超声波清洗器:最小功率为 300 W。

5.3 涡旋仪。

5.4 粉碎仪或类似设备。

5.5 分析天平:感量  $0.1\text{ mg}$ 。

## 6 样品制备

用于电子电气产品的材料或依据 GB/Z 20288 所取得的分析样品,剪碎至  $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$  以下,经液氮冷冻后用粉碎仪(5.4)破碎成粒径小于  $1\text{ mm}$  的颗粒。

## 7 分析步骤

### 7.1 提取

称取约  $0.5\text{ g}\sim 1\text{ g}$  粉碎后的试样,精确到  $0.1\text{ mg}$ ,置于 50 mL 具塞试管内,加入 10 mL 的甲醇(4.2),密闭,将试样充分浸润后,在避光条件下放入超声波清洗器(5.2)中,在  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  的条件下,超声 60 min。超声结束后将具塞试管冷却至室温,样液作衍生化用。

### 7.2 衍生化

在具塞试管内添加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.6),摇匀,加入 2 mL 四乙基硼化钠溶液(4.8),剧烈振荡,在  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  的条件下,超声 15 min。准确加入 10 mL 正己烷(4.1),置于涡旋仪(5.3)上振荡 5 min,待静置分层后,取上层有机相经无水硫酸钠(4.5)脱水,用滤膜(4.12)过滤,滤液供 GC-FPD 分析。

### 7.3 标准添加溶液的制备

准确吸取适量的有机锡标准工作溶液(4.11)至 50 mL 具塞试管内,用甲醇(4.2)定容至 10 mL,此溶液作为标准添加溶液,随同样液按 7.2 衍生化。

### 7.4 色谱条件

使用的仪器不同,最佳分析条件也可能不同,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离。下列给出的参数已被证明是可行的。

a) 色谱柱: $30\text{ m}\times 0.32\text{ mm}$ (内径) $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ (膜厚),DB-5 石英毛细管柱或相当者;

b) 色谱柱温度: $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$  $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ (8 min);

- c) 进样口温度:280 ℃;
- d) 检测器温度:290 ℃;
- e) 载气:氮气,纯度≥99.999%,柱流量 1.0 mL/min;
- f) 工作气流量:空气 100 mL/min;氢气 90 mL/min;
- g) 锡滤光片:610 nm;
- h) 进样方式:脉冲不分流进样,1 min 后开阀;
- i) 进样量:2 μL。

7.5 测定

取衍生化后的样液(7.2)和标准添加溶液(7.3),按 7.4 的条件进行操作。有机锡标准品衍生物的 GC-FPD 气相色谱图参见附录 B。

7.6 空白试验

按上述测定步骤对甲醇进行空白试验,以保证试剂的纯度或实验室和仪器的清洁度。

8 结果计算

试样中有机锡化合物的含量(以有机锡阳离子计) $X_i$ 按式(1)计算,计算结果扣除空白值。

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V \times 1\,000}{A_{is} \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$  ——有机锡阳离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $A_i$  ——衍生化样液中有机锡衍生物的峰面积;
- $A_{is}$  ——衍生化标准溶液中有机锡衍生物的峰面积;
- $c_i$  ——标准溶液中有机锡阳离子的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  ——样液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——样液代表的试样量,单位为克(g)。

测定结果以各有机锡阳离子含量分别表示,取两次测定的算术平均值,计算结果表示到小数点后一位。

9 测定低限和回收率

9.1 测定低限

本方法中 GC-FPD 法的有机锡测定低限为 0.1 mg/kg。

9.2 回收率

以聚氯乙烯(PVC)、聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)样品为基质,四种有机锡化合物在 0.6 mg/kg、1.0 mg/kg二个水平进行标准添加回收试验,回收率为 78.2%~109.3%。



附录 A  
(规范性附录)

有机锡标准储备溶液的配制方法

A.1 有机锡标准储备溶液的配制方法见表 A.1。

表 A.1 有机锡标准储备溶液的配制方法

化合物名称	有机锡阳离子浓度 μg/mL	称样量 g	定容体积 mL	有机锡氯化物与阳离子 换算系数
三氯单丁基锡	1 000	0.159 3	100	177/282
二氯二丁基锡	1 000	0.129 9	100	234/304
氯化三丁基锡	1 000	0.112 0	100	291/326
氯化三苯基锡	1 000	0.110 0	100	351/386

附录 B  
(资料性附录)

有机锡标准品衍生物的 GC-FPD 气相色谱图

B.1 有机锡标准品衍生物的 GC-FPD 气相色谱图见图 B.1。

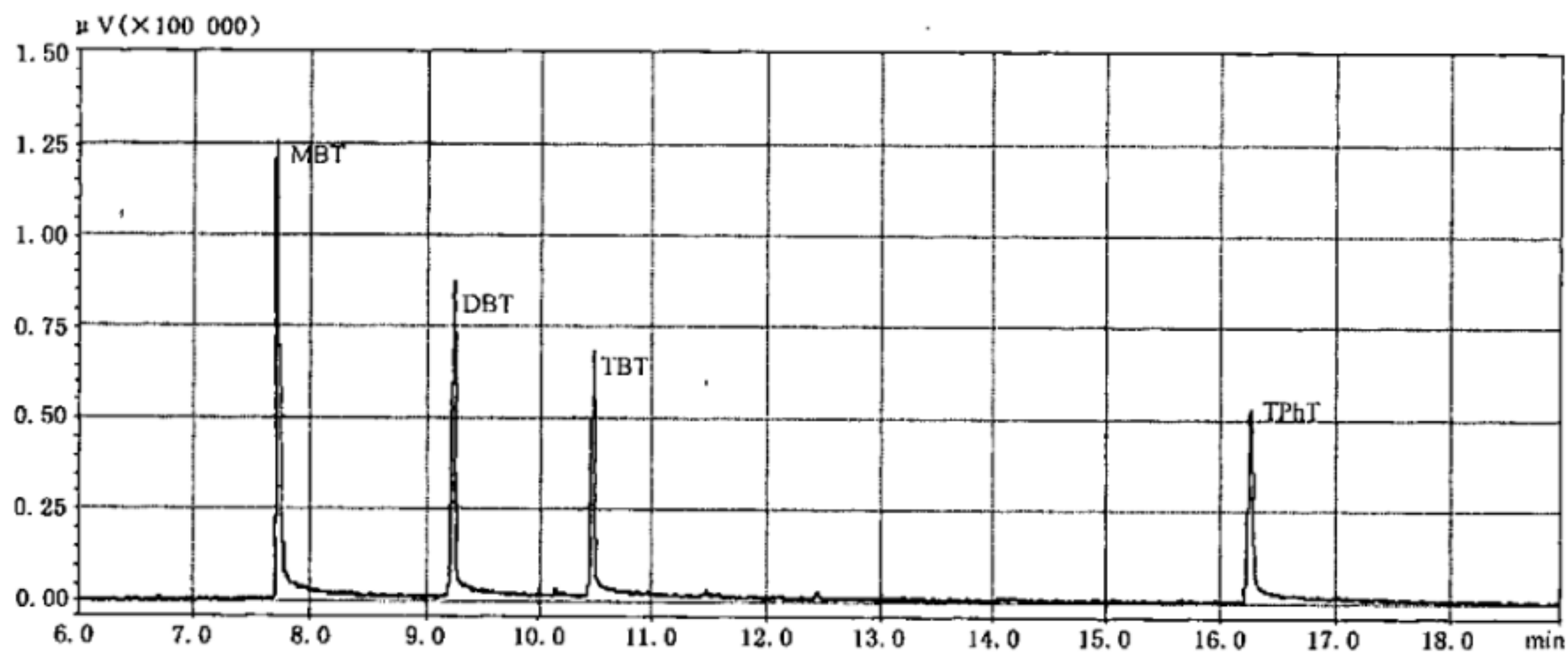


图 B.1 三氯单丁基锡、二氯二丁基锡、氯化三丁基锡和氯化三苯基锡标准品衍生物气相色谱图。

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
电子电气产品中有机锡化合物的测定  
第 1 部分：气相色谱法  
SN/T 2592.1—2010

\*

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](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

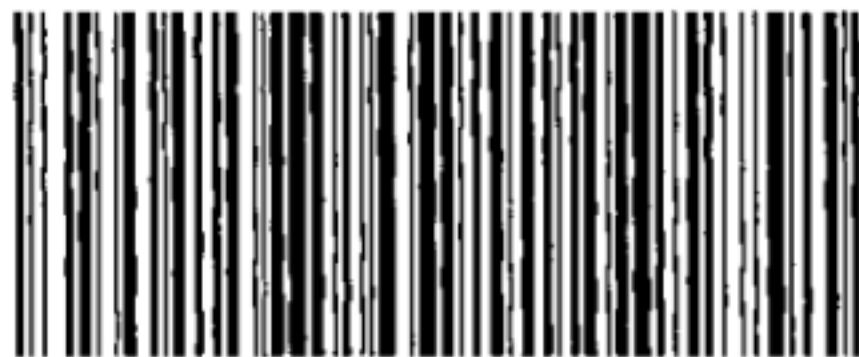
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2010 年 10 月第一版 2010 年 10 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号：155066·2-21102 定价 16.00 元



SN/T 2592.1-2010