

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2592.2—2010

### 电子电气产品中有机锡化合物的测定 第2部分:傅立叶变换红外光谱筛选法

Determination of organotin compounds in electrical and electronic equipment—  
Part 2: Screening by Fourier transform infrared spectrometry

2010-05-27 发布

2010-12-01 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

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：傅立叶变换红外光谱筛选法；
- 第3部分：电感耦合等离子体质谱筛选法；
- 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2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。

本部分负责起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国南京出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：岳大磊、萧达辉、周明辉、刘莹峰、翟翠萍、郑建国、何坚刚、徐琴。

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2部分:傅立叶变换红外光谱筛选法

#### 1 范围

本部分规定了电子电气产品塑料部件中有机锡的傅立叶变换红外光谱(FT-IR)定性筛选方法。  
本部分适用于电子电气产品塑料部件中有机锡的红外定性筛选。

#### 2 方法提要

采集电子电气产品用聚合物材料样品,冷冻破碎后加入正己烷超声提取试样中的有机锡,过滤后将提取液浓缩。将浓缩后的提取液滴加到溴化钾片上采集红外光谱,观察光谱是否具有有机锡的 C-Sn 键在  $630\text{ cm}^{-1}\sim 440\text{ cm}^{-1}$  间的特征吸收,从而判断样品是否含有有机锡。

#### 3 试剂

本部分除特殊规定外均使用优级纯试剂。

- 3.1 溴化钾(KBr),光谱纯。
- 3.2 四丁基锡,纯度 99.0%。
- 3.3 四丙基锡,纯度 99.0%。
- 3.4 四苯基锡,纯度 99.0%。
- 3.5 一丁基三氯化锡,纯度 96.0%。
- 3.6 二丁基二氯化锡,纯度 99.0%。
- 3.7 二丙基二氯化锡,纯度 99.5%。
- 3.8 二苯基二氯化锡,纯度 97.0%。
- 3.9 三丁基氯化锡,纯度 96.5%。
- 3.10 三丙基氯化锡,纯度 99.0%。
- 3.11 三苯基氯化锡,纯度 96.0%。
- 3.12 正己烷,分析纯。

#### 4 仪器设备和材料

- 4.1 傅立叶变换红外光谱仪,波数范围: $4\ 000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ,最小分辨率: $0.3\text{ cm}^{-1}$ 。
- 4.2 电子天平,精确到 0.1 mg。
- 4.3 玛瑙研钵。
- 4.4 红外压片机。
- 4.5 旋转蒸发器。
- 4.6 红外线快速干燥箱。
- 4.7 鼓风烘箱,可控温( $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ )。
- 4.8 玻璃干燥器。
- 4.9 200 目不锈钢筛。

4.10 破碎设备:低温破碎机、研磨机、电锯或电钻。

4.11 超声波清洗器。

## 5 样品制备

### 5.1 溴化钾的预处理

将光谱纯级的 KBr 用玛瑙研钵充分研磨,过 200 目不锈钢筛,收集筛下颗粒,置于鼓风烘箱(4.7) 120 °C 下烘干超过 4 h,存放于玻璃干燥器中。

### 5.2 聚合物样品的处理

将聚合物样品置于低温破碎机中低温粉碎,小心收集所有筛下粉末,置于红外线快速干燥箱(4.6)内,快速烘干。称取 2 g 样品粉末于锥形瓶中,分两次分别加入 10 mL 正己烷,置于超声波清洗器中每次超声萃取 10 min,合并两次收集的提取液。将提取液置于旋转蒸发仪中 40 °C 浓缩至约 0.5 mL,待测。

## 6 分析步骤

### 6.1 测定条件

- 1) 干涉仪动镜移动速度:0.632 9 cm/s;
- 2) 光栅孔径:100%;
- 3) 分辨率:4 cm<sup>-1</sup>;
- 4) 扫描次数:32。

### 6.2 有机锡标准物质的红外光谱采集

称取有机锡相关标准物质 2 mg~5 mg 和经预处理的 KBr 粉末 100 mg~120 mg 放在玛瑙研钵中充分研磨均匀,直至混合物无明显样品颗粒为止。以上操作应在红外线快速干燥箱(4.6)内完成。将混合物用红外压片机进行压片。将所得的 KBr 片置于红外光谱仪样品舱中,以洁净的 KBr 薄片为背景,采集 4 000 cm<sup>-1</sup>~400 cm<sup>-1</sup>。(波长 2.5 μm~25 μm)间吸收光谱(参见附录 A)。

### 6.3 样品红外光谱采集

将经 5.2 步骤处理的样品提取液滴加到 KBr 薄片上,置于鼓风烘箱(4.7)40 °C 下烘 2 min 待正己烷挥发干净后置于样品舱中,以洁净的 KBr 薄片为背景,采集 4 000 cm<sup>-1</sup>~400 cm<sup>-1</sup>(波长 2.5 μm~25 μm)间的红外光谱。

## 7 样品中有机锡的定性判别

对比样品红外光谱和有机锡标准物质红外光谱,观察样品图谱在 630 cm<sup>-1</sup>~440 cm<sup>-1</sup>间是否具有有机锡标准物质红外光谱中的 C-Sn 振动吸收特征组峰,对样品中是否含有有机锡类化合物进行定性筛选。

对定性筛选结果为阳性的样品,须采用其他确证检测方法对样品中有机锡化合物的含量进行定量分析。

## 8 方法测定低限

方法对有机锡的定性筛选的测定低限为 500 mg/kg。

## 附录 A

(资料性附录)

## 有机锡标准物质的红外光谱图

有机锡标准物质的红外光谱图见图 A.1~图 A.10。

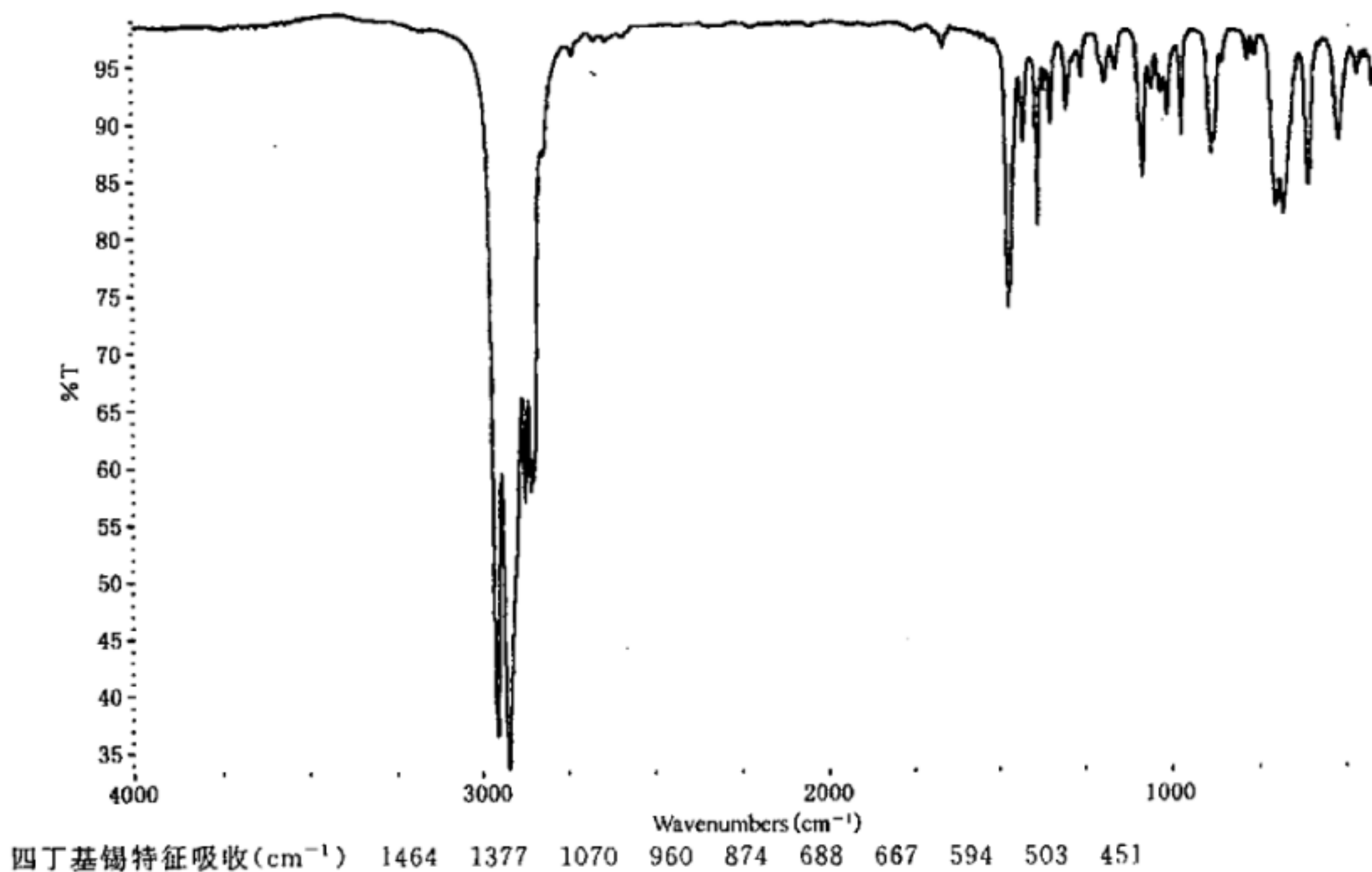


图 A.1 四丁基锡的红外光谱图

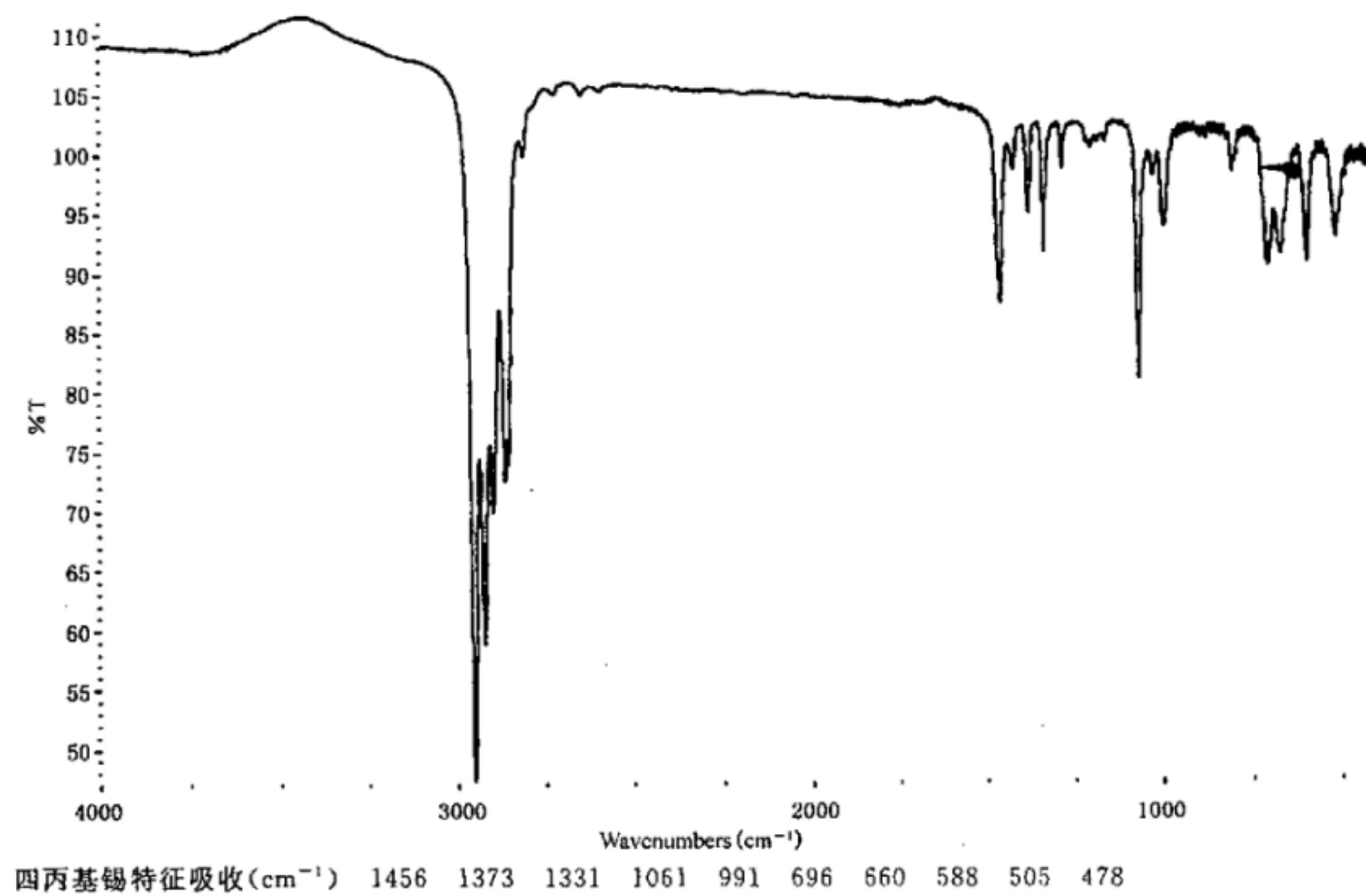
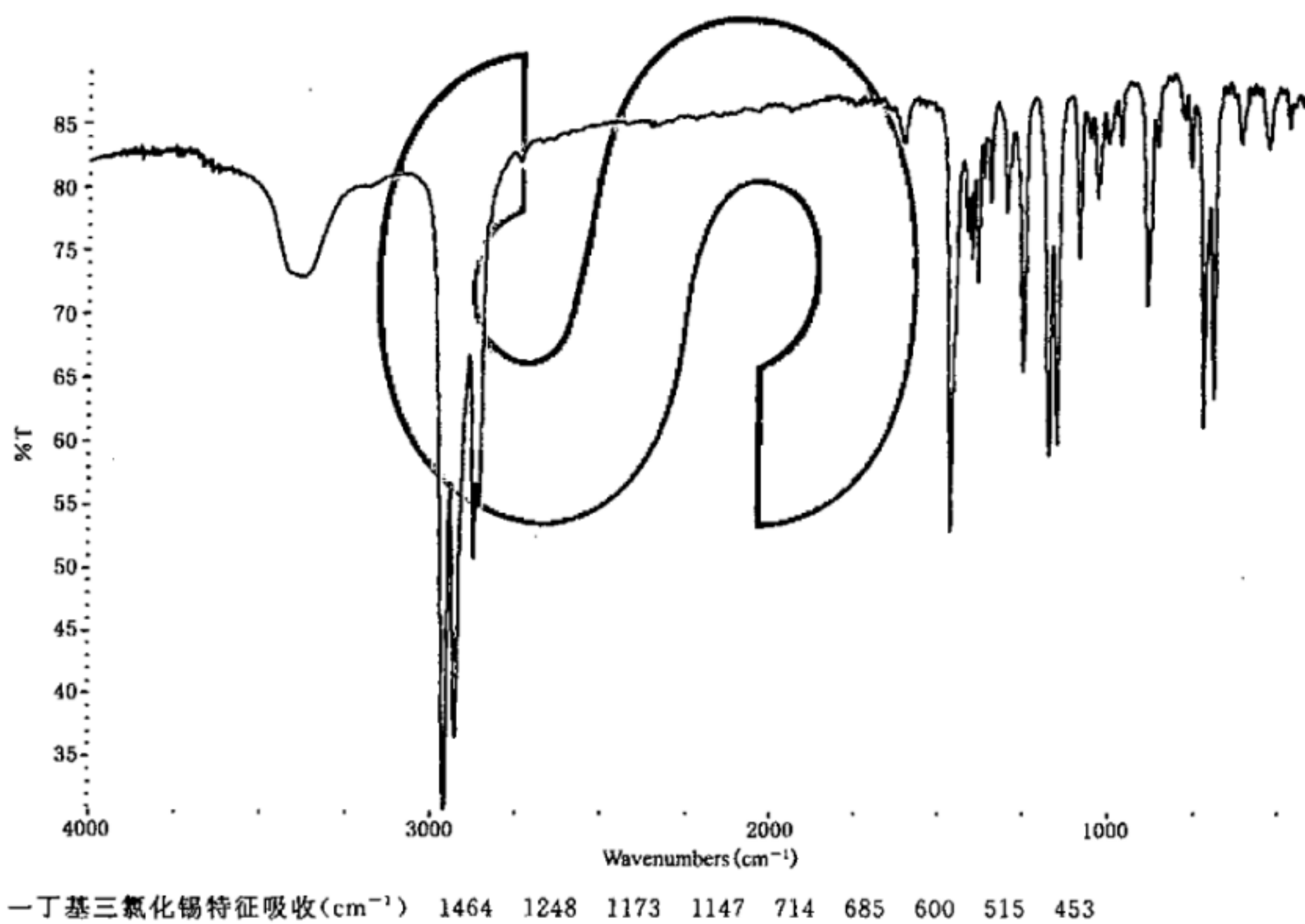
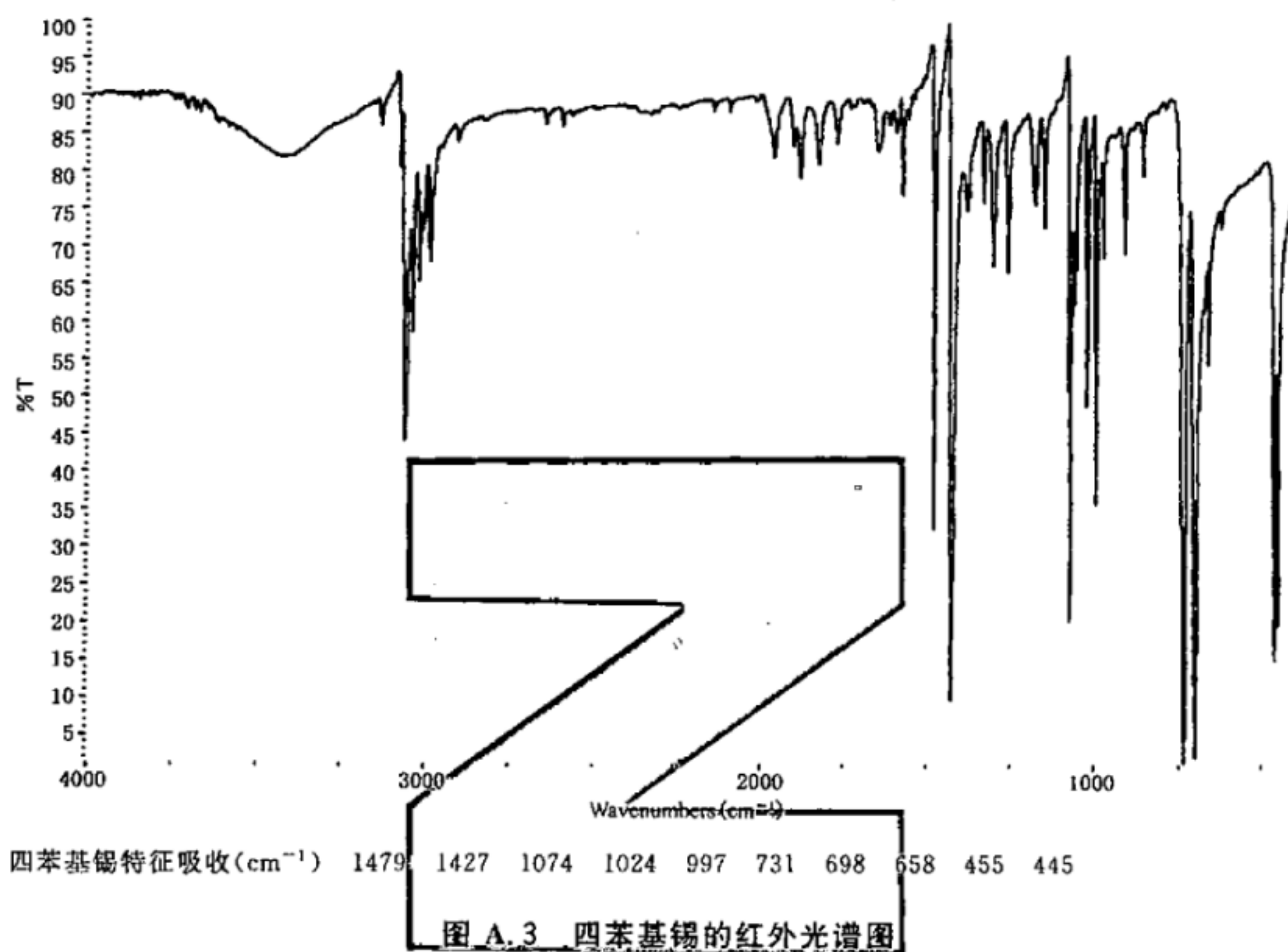
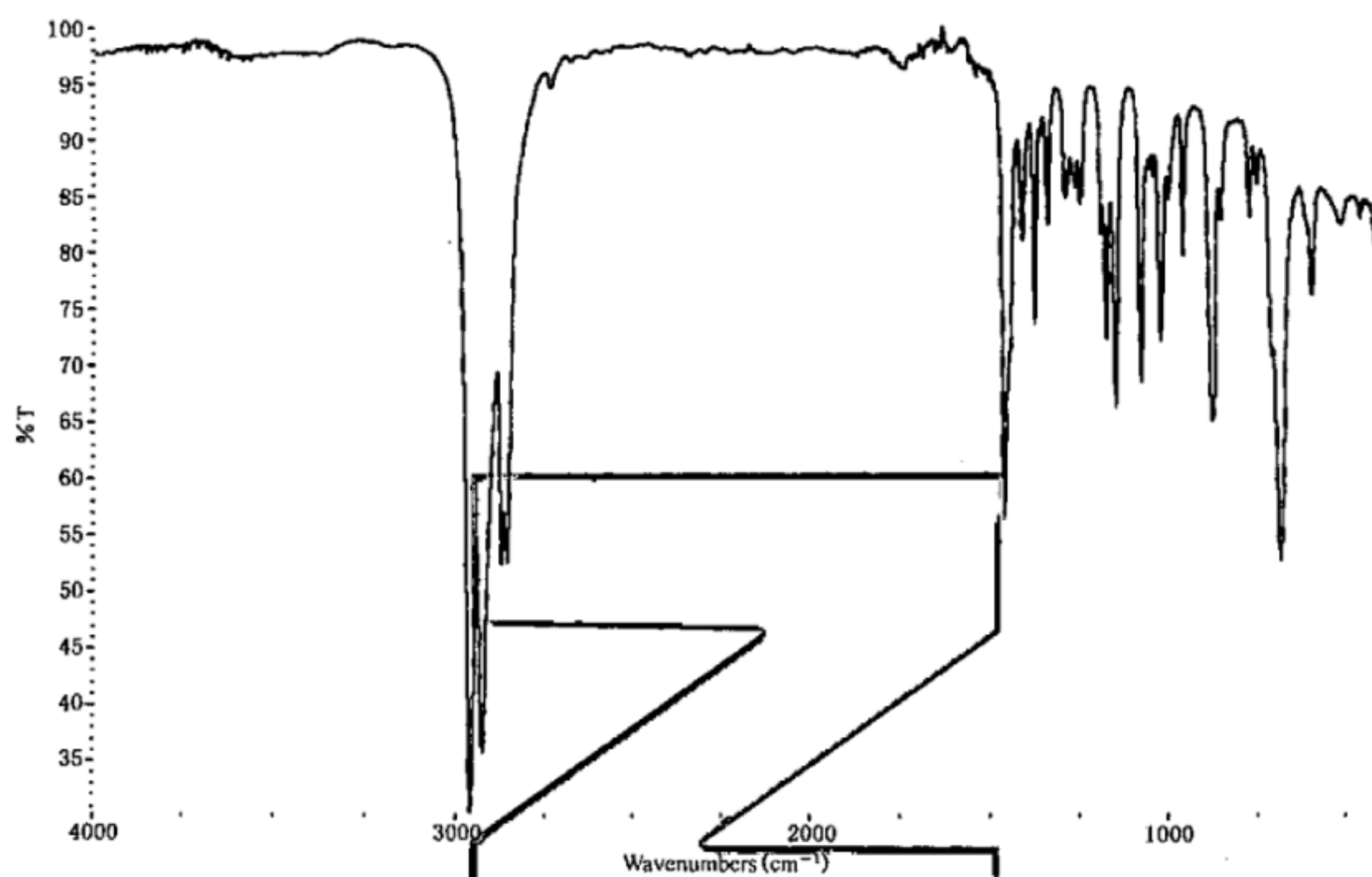


图 A.2 四丙基锡的红外光谱图

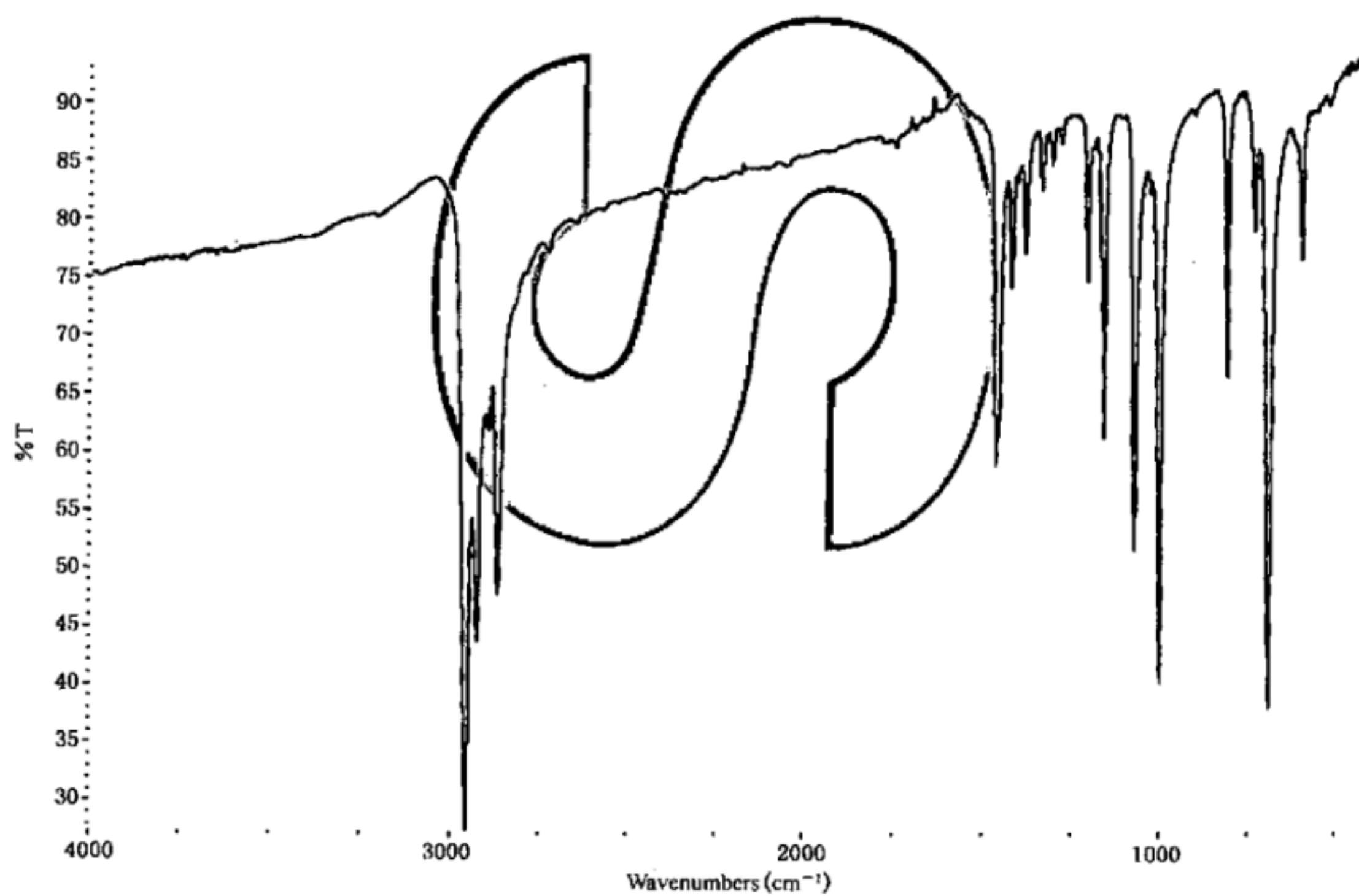






二丁基二氧化锡特征吸收(cm<sup>-1</sup>) 1464 1379 1153 1078 872 683 592 513 453

图 A.5 二丁基二氧化锡的红外光谱图



二丙基二氧化锡特征吸收(cm<sup>-1</sup>) 1460 1201 1155 1066 997 800 685 588 505

图 A.6 二丙基二氧化锡的红外光谱图

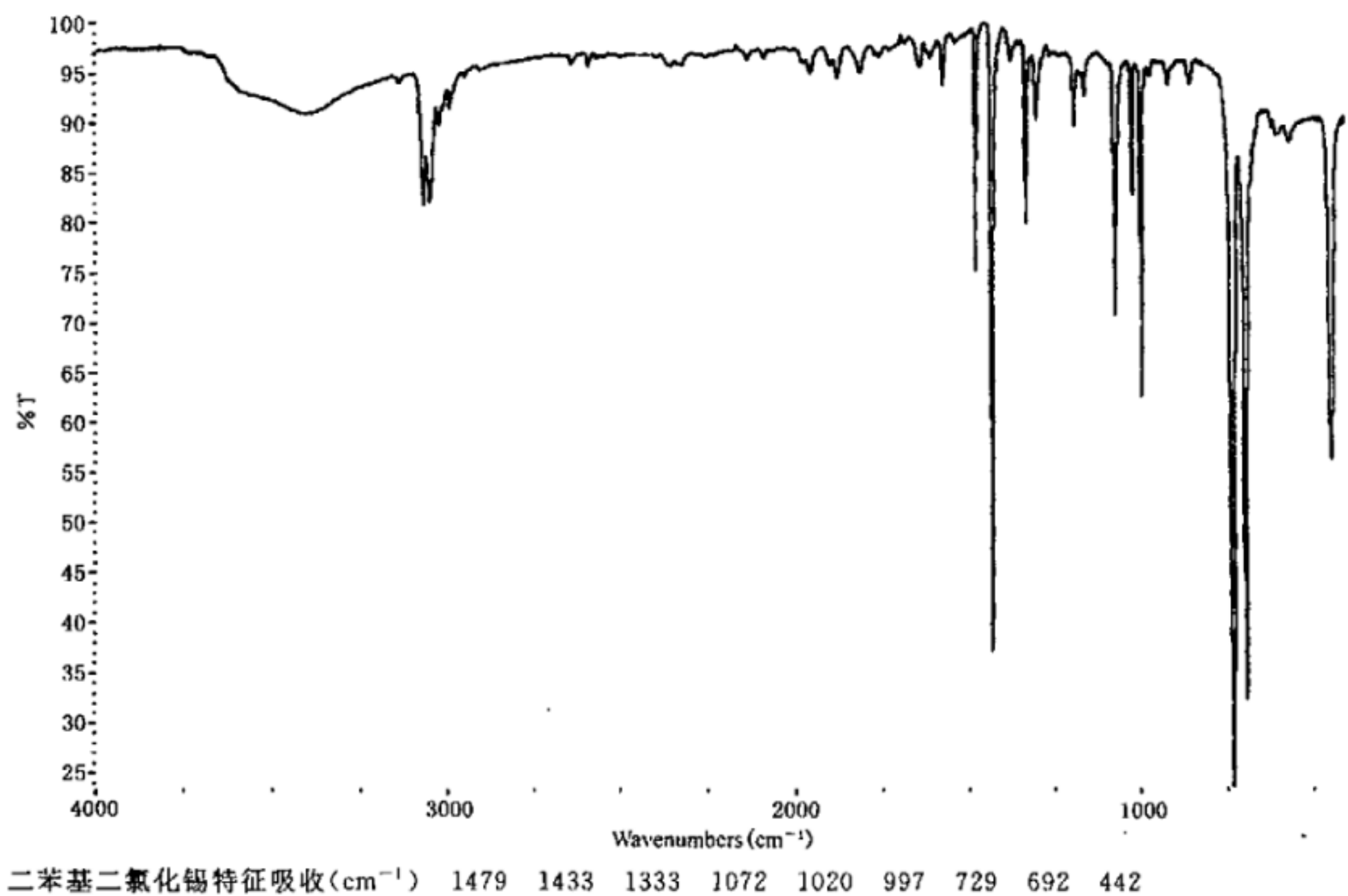


图 A.7 二苯基二氯化锡的红外光谱图

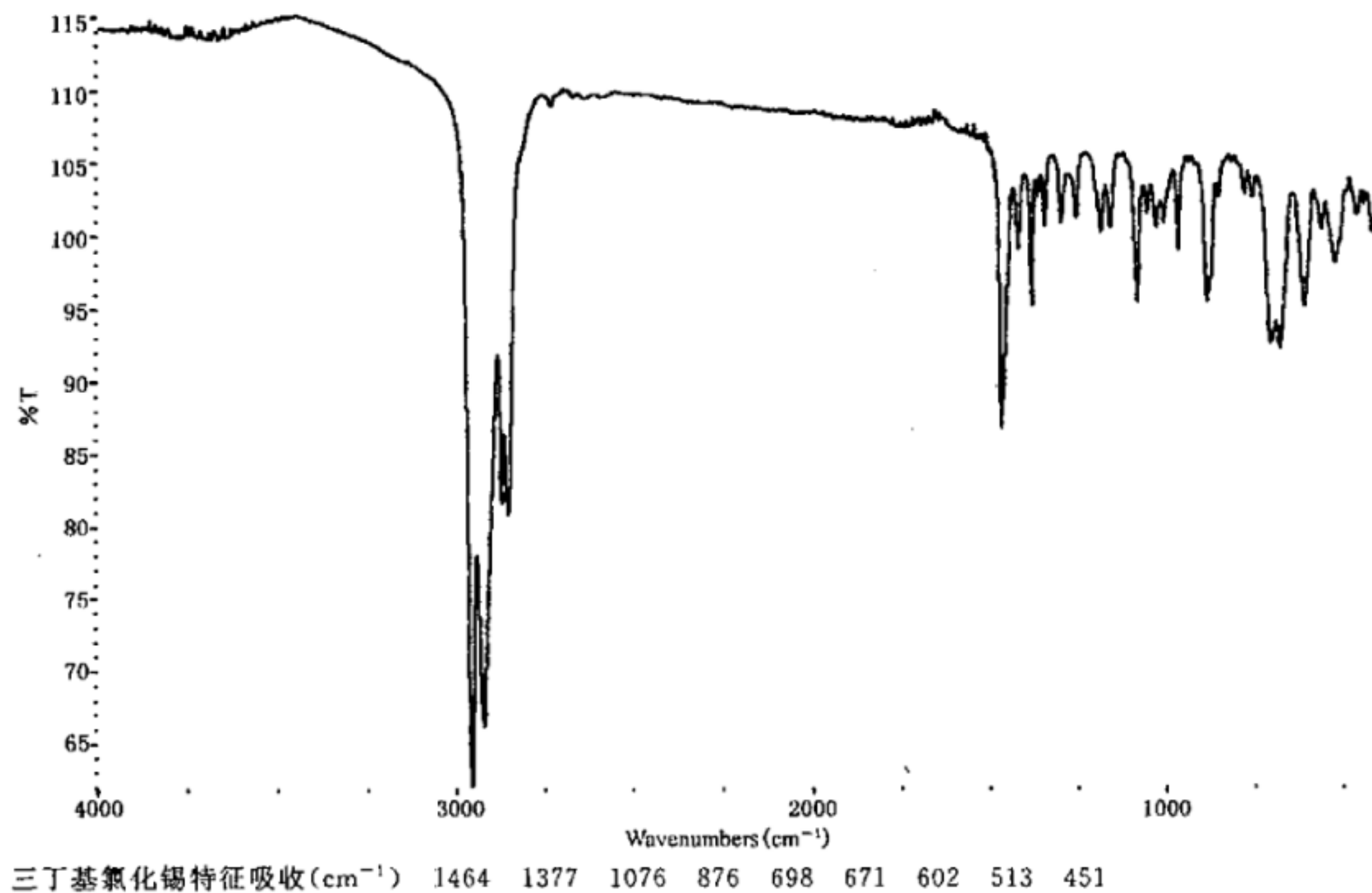
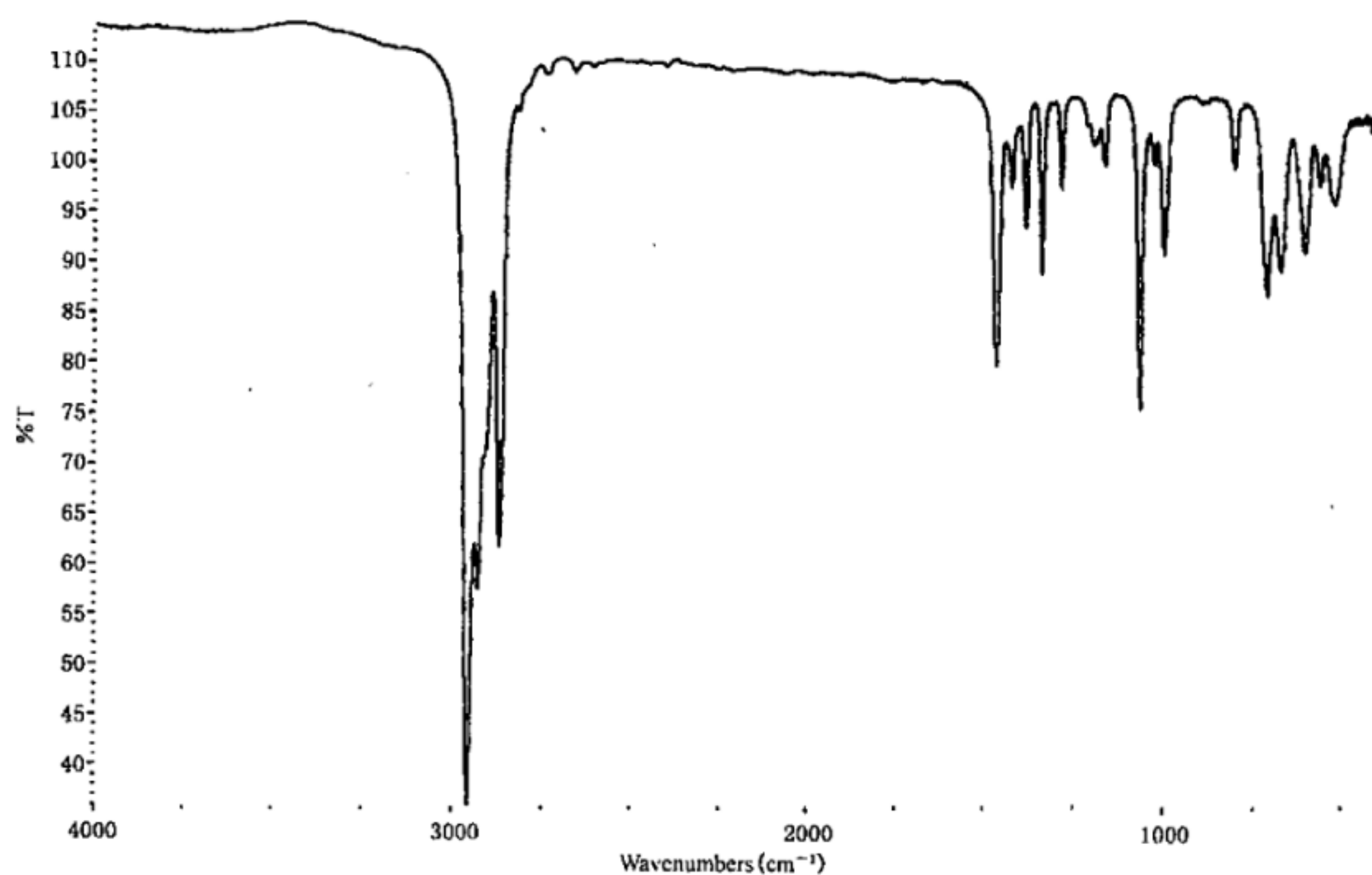


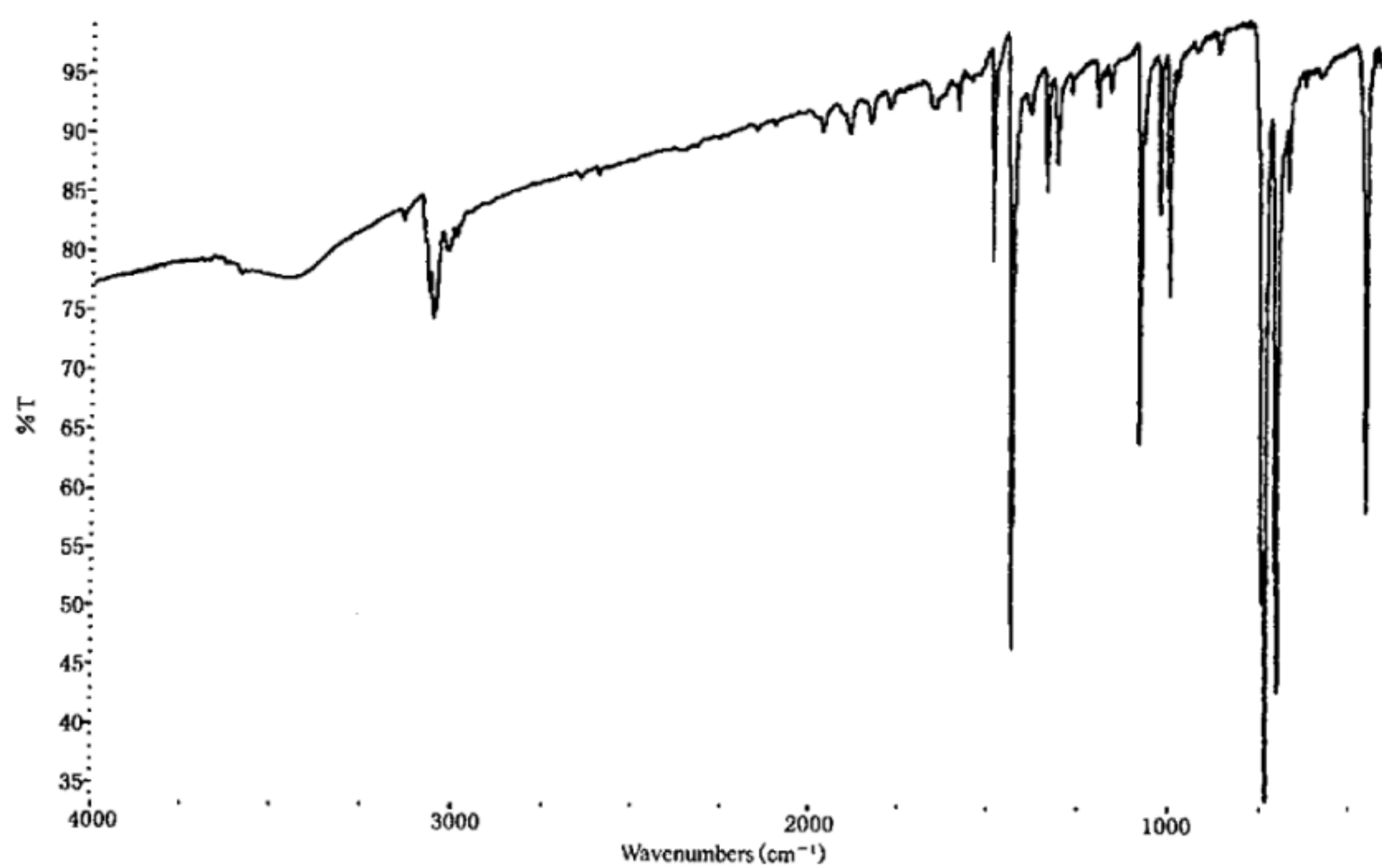
图 A.8 三丁基氯化锡的红外光谱图





三丙基氯化锡特征吸收 (cm<sup>-1</sup>) 1458 1333 1065 997 708 667 600 554 511

图 A.9 三丙基氯化锡的红外光谱图



三苯基氯化锡特征吸收 (cm<sup>-1</sup>) 1481 1429 1076 1022 997 737 729 696 444

图 A.10 三苯基氯化锡的红外光谱图

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 2 部分:傅立叶变换红外光谱筛选法  
SN/T 2592.2—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 15 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 · 2-21103 定价 16.00 元



SN/T 2592.2-2010