



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2592.3—2010

电子电气产品中有机锡化合物的测定

第3部分：电感耦合等离子体质谱筛选法

Determination of organotin compounds in electrical and electronic equipment—
Part 3: Screening by inductively coupled plasma mass spectrometry

7 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3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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：赵泉、萧达辉、李政军、周明辉、翟翠萍、郑建国、刘莹峰、戚佳琳、刘志红。

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3部分:电感耦合等离子体质谱筛选法

1 范围

本部分规定了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定电子电气产品聚合物部件中有机锡的筛选方法。

本部分适用于电子电气产品聚合物部件中有机锡的筛选。有机锡的测定低限(以锡计)为 0.5 mg/kg。

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/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 2001.1 电子电气产品中有毒有害物质的检测 机械拆分 第1部分:通用要求

3 方法提要

对电子电气产品中的聚合物样品,经正己烷超声波萃取-低温挥发有机溶剂-硝酸消化的方法进行处理后,采用在线内标-ICP-MS法筛选电子电气产品中的有机锡。

4 试剂和材料

除本部分特殊规定外均使用优级纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 硝酸(65%)。
- 4.2 盐酸(37%)。
- 4.3 硝酸(5+95)。
- 4.4 锡标准储备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.5 正己烷。
- 4.6 内标:铟标准溶液,1 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.7 液氮。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.2 微波消解仪。
- 5.3 低温冷冻破碎机。
- 5.4 超声波萃取仪。
- 5.5 电热板。

5.6 分析天平:精度为 0.1 mg。

5.7 微量取液器。

6 样品制备

参照 SN/T 2001.1,将拆分后电子电气产品中的线路板样品破碎成小于 1 cm×1 cm 的小块,经液氮冷冻后用低温破碎机破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒,破碎后的样品放入袋中备用。

7 分析步骤

7.1 样品处理方法

称取破碎后样品 100 mg,准确至 0.1 mg,置于 10 mL 试管中,加入 5 mL 正己烷,放入超声波萃取仪中,萃取 30 min 后,取 1 mL 萃取液放入 25 mL 钢量瓶中,在电热板上加热挥发有机溶剂,低温挥发至近干后,加入 5 mL 硝酸,当消化近干时取下钢量瓶,冷却,用水稀释至刻度,混匀备用。每个样品做两次平行测定,同时做试剂空白试验。

7.2 校准曲线

参照 GB/T 602 标准要求,准确吸取锡的标准工作溶液(4.4),以 5% 的 HNO₃(4.3)逐级稀释配制浓度为 0 μg/L、1.0 μg/L、3.0 μg/L、10 μg/L、30 μg/L、100 μg/L 的锡标准系列溶液。

7.3 测定

打开 ICP-MS 仪器,参照附录 A 进行仪器条件参数的优化,选取选择¹¹⁵In 作为 Sn 同位素的内标元素,待仪器稳定后,开始测定。若测定结果超出校准曲线范围,应将试液稀释。

7.4 结果计算

电子电气产品中锡的含量以质量分数 X 计,单位以 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f}{1\,000 \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——分析试样的测试溶液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);

c_0 ——试剂空白中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);

V ——测定时的试液体积,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液(试液)稀释倍数;

m ——试样的称样质量,单位为毫克(mg)。

8 样品中有机锡的筛选结果判别

对于电子电气样品锡含量检测结果(以锡计)大于 0.5 mg/kg,须采用其他确证检测方法对样品中有机锡的含量进行定量分析。

附 录 A
(资料性附录)

ICP-MS 仪器参考工作条件

ICP-MS 仪器参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 ICP-MS 仪器参考工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
射频功率	1 300 W	雾化器	同心圆
采样深度	8.0 mm	采样锥类型和直径	镍锥, 0.8 mm
冷却气流量	15 L/min	截取锥类型和直径	镍锥, 0.4 mm
辅助气流量	0.2 L/min	采集模式	Spectrum
载气流量	1.2 L/min	点数/质量	3
S/C 温度	2 ℃	重复次数	3
溶液提升速度	0.10 r/s	检测方式	自动

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 3 部分:电感耦合等离子体质谱筛选法
SN/T 2592.3—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

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

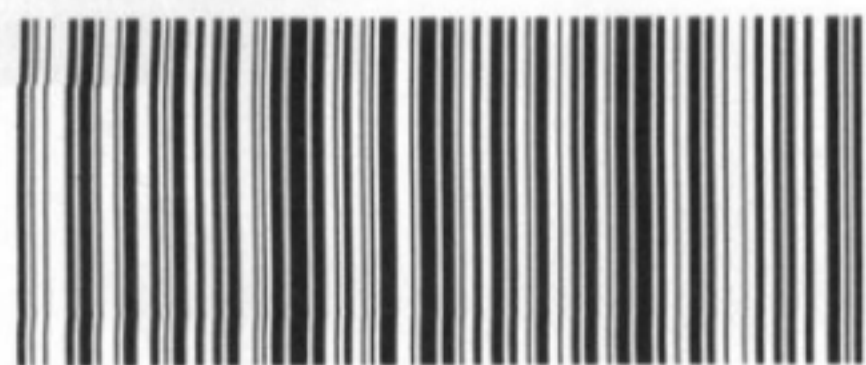
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字

2010 年 10 月第一版 2010 年 10 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-21104



SN/T 2592.3—2010