

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2592.6—2011

电子电气产品中有机锡化合物的测定 第6部分：电感耦合等离子体原子 发射光谱法

Determination of organotin compounds in electrical and electronic equipment—
Part 6: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2011-09-09 发布

2012-04-01 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》系列标准共分为 6 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；
- 第 6 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 SN/T 2592《电子电气产品中有机锡化合物的测定》系列标准的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的要求起草。

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国广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：蔡发、叶曦雯、牛增元、李静、萧达辉、陈向阳。

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6部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

SN/T 2592 的本部分规定了电子电气产品中有机锡的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。本部分适用于电子电气产品塑料部件中有机锡的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经微波消解后,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)在相应分析波长下测定消解液中锡的发射强度,对照标准工作曲线确定锡的浓度,计算出试样中锡的含量。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。水使用符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硝酸($\rho=1.4\text{ g/mL}$):优级纯。

4.2 过氧化氢(30%):优级纯。

4.3 氟硼酸。

4.4 锡标准储备溶液(100 mg/L):10% HCl 基体。

4.5 硝酸与氟硼酸混合溶液:取 5 mL 硝酸(4.1)和 1 mL 氟硼酸(4.3)于适量水中,再稀释至 100 mL。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:工作气体为氩气,纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.2 微波消解仪:配备温度或压力安全控制装置。

5.3 天平:感量 0.1 mg。

5.4 液氮冷冻研磨仪。

6 分析步骤

6.1 试样制备

将试样剪碎至 3 mm×3 mm 以下的小块,再冷冻粉碎至粒径不超过 1 mm 的粉末样待用。

6.2 微波消解

称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)试样于高压消解罐中,加入 5 mL 硝酸(4.1),1 mL 过氧化氢(4.2)和 1 mL 氟硼酸(4.3),加盖,置于夹持装置中,放入微波消解仪,按预设消解程序(参见附录 A)加热。消解程序结束后,冷却至室温,将样液转移至 50 mL 容量瓶中,定容,混匀后样液供 ICP-AES 分析用。

6.3 测定

6.3.1 移取适量锡标准储备溶液(4.4)于 100 mL 容量瓶中,以硝酸与氟硼酸混合溶液(4.5)稀释至刻度,混匀,配置标准工作溶液,参考线性范围为:0.5 μg/mL~20 μg/mL。根据试验要求和仪器情况,设置仪器的分析条件(参见附录 B),点燃等离子体焰炬,待焰炬稳定后,在相应波长下,按浓度由低至高的顺序测定系列工作溶液中锡元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标,锡浓度为横坐标,绘制工作曲线。

6.3.2 按 6.3.1 所设定的仪器条件,测定空白溶液和样液(6.2)中锡元素的光谱强度,从工作曲线上计算出样液中锡的浓度。

7 结果计算

试样中锡的含量,按式(1)计算:

$$X = \frac{(C - C_0)}{m} \times V \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- X —— 试样中锡的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - C —— 从工作曲线计算得出的样液浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
 - C₀ —— 从工作曲线计算得出的空白溶液浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
 - V —— 样液定容体积,单位为毫升(mL);
 - m —— 试样质量,单位为克(g)。

8 回收率及精密度

8.1 回收率

以 ABS、PVC、PS 样品为基质,进行三个水平的标准添加回收试验,回收率为 88.0%~101.5%,数据参见附录 C。

8.2 精密度

本方法精密度数据见表 1。

表 1 方法精密度 单位:mg/kg

元 素	水平(质量分数)	S _e	r	S _R	R
Sn	148	0.76	2.1	2.4	6.7
	1 125	23	64	43	120

附 录 A
(资料性附录)
微波消解程序参数

试样的微波消解程序参数参见表 A.1。

表 A.1 微波消解程序参数

步 骤	最大功率 W	输出比例	升温速率 ℃/min	控制温度 ℃	保持时间 min
1	1 200	100%	20	120	5
2	1 200	100%	10	190	30
注：对于如 ABS 等难消解的塑料样品，可以酌情将控制温度升高至 220 ℃，将保持时间延长至 60 min。					

附录 B
(资料性附录)
ICP-AES 光谱仪的工作条件

ICP-AES 光谱仪的分析条件参见表 B.1。

表 B.1 ICP-AES 光谱仪的工作条件

参 数		设 定 值
高频功率发生器/kW		1.1
气路系统	冷却气流量/(L/min)	18
	辅助气流量/(L/min)	0.2
	雾化气压力/psi	28
	蠕动泵转速/(r/min)	1.1
数据处理	积分时间/s	10
分析线波长	锡(Sn)/nm	189.991

附录 C
(资料性附录)
方法回收率数据

以 ABS、PVC、PS 样品为基质,进行了三个水平的标准添加回收实验,回收率数据参见表 C.1。

表 C.1 方法回收率数据(n=7)

基 体	添加水平	测得平均值	平均回收率	RSD
	mg/kg	mg/kg	%	%
PVC	540	476	88.1	1.88
	5 400	5 072	93.9	1.41
	10 800	10 983	101.5	1.32
PS	285	276	96.8	2.31
	2 850	2 832	99.4	0.82
	5 700	5 353	93.9	2.70
ABS	308	295	95.8	2.18
	3 080	2 966	96.3	2.24
	6 160	5 789	94.0	2.95

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 6 部分:电感耦合等离子体原子
发射光谱法

SN/T 2592.6—2011

*

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 0.75 字数 11 千字
2012 年 3 月第一版 2012 年 3 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号:155066·2-23158 定价 16.00 元



SN/T 2592.6-2011