

**SN**

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3766—2014

## 电子电气产品高分子材料部件中有毒有害 有机物提取技术通用要求

General requirements of extraction technology for hazardous organisms  
in polymer parts of electrical and electronic products

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李全忠、杨汝辉、方邢有、许志钦、周明辉、刘莹峰、翟翠萍、肖前、郑建国。

# 电子电气产品高分子材料部件中有毒有害 有机物提取技术通用要求

## 1 范围

本标准规定了电子电气产品高分子材料部件中有毒有害有机物提取的通用方法和要求。

本标准适用于电子电气产品高分子材料及部件中有毒有害有机物的提取。

## 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 提取原则

3.1 采用适当的提取方法将电子电气产品拆分获得的检测单元材料转化成适合于分析测定的形态。

3.2 提取方法应考虑消除影响测定的干扰物质,选择待测组分回收率高、结果重现性好的提取方法,应避免待测组分发生化学变化,避免试剂、器具和环境对试样的污染。

3.3 在满足检测要求的前提下,应选择常用的提取设备,所选择提取方法应对设备不产生不良影响。

3.4 在满足检测要求的前提下,应选择对操作人员健康、环境及设备不良影响小的提取方法。

## 4 取样和拆分

取样和拆分按照 GB/Z 20288。

## 5 提取程序

### 5.1 提取流程

电子电气产品高分子材料部件中有毒有害有机物提取流程见图 1。

### 5.2 样品制备

#### 5.2.1 粉碎

聚合物试样须在低温冷冻粉碎机中低温粉碎成规定的粒度,避免粉碎、研细过程发热引起试样待测组分改变。

#### 5.2.2 过筛

过筛可获得规定的粒度,应反复粉碎,直到全部通过为止。

### 5.2.3 混合

经粉碎、过筛后的试样,应加以混合,使其组成均匀。

### 5.2.4 存放

制备好的样品密封保存,尽快检测。

## 5.3 提取方法的选择

根据待测目标化合物及样品基体的性质,选择适当的处理方法和程序,将待测组分从样品中提取出来,使其转化为与所用的测定技术相匹配的形式,以满足定性、定量分析测定的要求。常用提取方法比较参见附录 A。

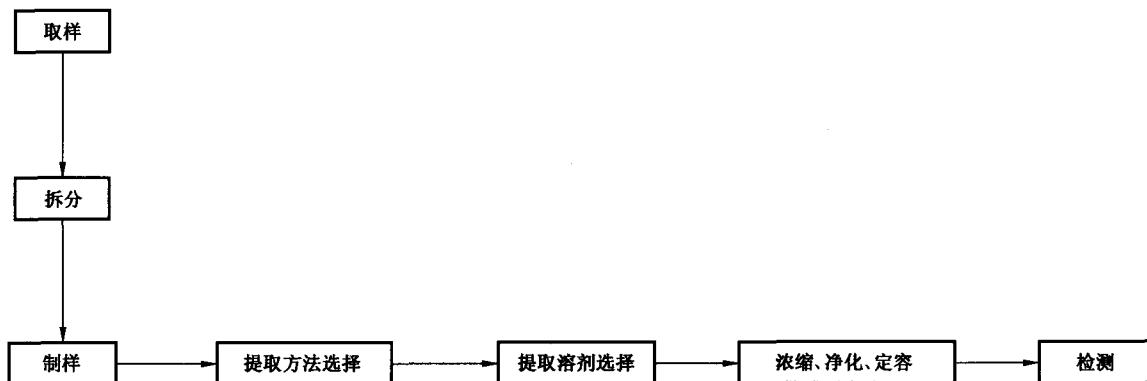


图 1 电子电气产品高分子材料部件中有毒有害有机物提取流程图

### 5.4 提取溶剂的选择

根据“相似相溶”原理选择合适的溶剂,即提取溶剂极性与样品待测组分相似,应考虑试样材料、待测组分及干扰化合物在溶剂中的溶解情况,电子电气产品中常见聚合物溶剂参见附录 B。

## 5.5 提取液处理方法

### 5.5.1 总则

提取液应经浓缩、净化、定容后,上机检测。对于具体样品,可根据样品种类和分析要求选择其中一部分或全部操作。

### 5.5.2 浓缩

根据提取溶剂及待测组分的不同情况,选择通过旋转蒸发、氮吹等方式将样品提取液浓缩。

### 5.5.3 净化

选择固相萃取、离心、过滤等方式净化提取液。

### 5.5.4 定容

采用与检测方法相匹配的溶剂将浓缩后的提取液定容,经滤膜过滤后供上机分析测定。

## 5.6 应用举例

应用举例参见附录 C。

**附录 A**  
**(资料性附录)**  
**有机化合物常用提取方式比较**

表 A.1 有机化合物常用提取方式比较

样品提取方式	优点	缺点
加速溶剂萃取	溶剂用量少, 提取效率高, 快速, 安全, 适用范围广	仪器设备成本高, 设备复杂
索氏提取	仪器设备便宜, 操作简便, 适用范围广	提取时间长, 热不稳定组分易因长时间加热而分解, 溶剂用量大
微波萃取	溶剂用量少, 速度快, 提取效率高	仪器设备成本较高, 设备较复杂, 存在微波辐射
超声波萃取	仪器设备成本较低, 操作简便, 适用范围广	固体颗粒大小、致密程度对提取效率影响显著
溶解-沉淀法	提取完全, 成本较低	仅有部分高分子材料能溶于溶剂, 适用面较窄

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**电子电气产品中常见聚合物的溶剂**

表 B.1 电子电气产品中常见聚合物的溶剂

聚合物类别	溶解聚合物的溶剂
聚乙烯(PE)	十氢萘、四氢萘、对二甲苯、甲苯
聚丙烯(PP)	十氢萘、四氢萘、对二甲苯
聚异丁烯	己烷、苯、四氯化碳、四氢呋喃、二硫化碳
橡胶	芳香族碳氢化合物、氯代碳氢化合物
聚丁二烯	脂肪族和芳香族碳氢化合物
聚异戊二烯	碳氢化合物、卤代碳氢化合物、二硫化碳
聚苯乙烯(PS)	苯、甲苯、三氯甲烷、环己酮、醋酸丁酯、二硫化碳
丙烯腈-苯乙烯-丁二烯共聚物 (ABS)	甲苯、二甲苯、乙酸乙酯、甲乙酮、三氯甲烷、 四氯化碳
聚氯乙烯(PVC)	四氢呋喃、环己酮、二甲基甲酰胺、甲乙酮
氯化聚氯乙烯	苯、氯代碳氢化合物、丙酮、醋酸乙酯
偏二氯乙烯-氯乙烯共聚物	四氢呋喃、环己酮
聚氯丁二烯	苯、氯代碳氢化合物、吡啶、二氧六环、环己酮
聚甲基丙烯酸甲酯	苯、二氯甲烷、丙酮、醋酸乙酯
聚氟乙烯	二甲基甲酰胺、四甲基脲
聚碳酸酯(PC)	二氯甲烷、氯仿、二氧六环、吡啶、二甲基甲酰胺
聚甲醛(POM)	二甲基亚砜、酚、甲酰胺、二甲基甲酰胺
三聚氰胺甲醛树脂	无机酸、吡啶、甲酸
聚酰胺(PA)	甲酸、乙酸、三氯醋酸、间甲酚、二甲基甲酰胺
聚甲基丙烯酰胺	水、甲醇、乙二醇、丙酮
脲醛树脂	甲酸、吡啶、无机酸
聚氨基甲酸酯	甲酸、二甲基甲酰胺、间甲酚
聚丙烯腈	二甲基甲酰胺、苯二胺、二甲基亚砜、二甲基乙酰胺

附录 C  
(资料性附录)  
应用举例

电子电气产品中限用物质多溴联苯(PBBs)、多溴联苯醚(PBDEs)提取方法

### C.1 样品制备

将电子电气产品拆分的样品破碎成粒径小于 1 cm 的小块,经液氮冷冻粉碎机破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

### C.2 提取

#### C.2.1 索氏提取

准确称取 0.5 g~2 g 粉碎后的样品,精确到 0.000 1 g,放入纤维素套管中,然后将其放至安装好的索氏提取装置中,加入 1.5 倍虹吸体积的甲苯:正丙醇(1:1)到接受瓶中,抽提 6 h。用旋转蒸发器将提取液浓缩至 2 mL~3 mL,按 C.2.5 进行净化处理。

#### C.2.2 微波萃取

准确称取 0.5 g~2 g 粉碎后的样品,精确到 0.000 1 g,放入萃取罐中,准确移取 20 mL 的甲苯:甲醇(10:1),密封置于微波萃取仪中,在 5 min 内升温至 115 °C,保持 15 min,冷却至室温,将萃取液完全转移,并用萃取溶剂分次洗涤萃取罐,合并以上溶液,用旋转蒸发器将提取液浓缩至 2 mL~3 mL,按 C.2.5 进行净化处理。

#### C.2.3 加速溶剂提取

准确称取 0.5 g~2 g 粉碎后的样品,精确到 0.000 1 g,放入加速溶剂萃取池中,将其放在加速溶剂萃取仪圆盘式传送装置上,采用甲苯:正丙醇(1:1)为萃取溶剂,萃取条件为:温度:115 °C;压力:14 MPa;静态萃取时间:10 min;冲洗体积分数:60%;萃取循环次数:2 次;氮气吹扫时间:60 s。用旋转蒸发器将收集瓶中的提取液浓缩至 2 mL~3 mL,按 C.2.5 进行净化处理。

#### C.2.4 超声波辅助萃取

准确称取 0.5 g~2 g 粉碎后的样品,精确到 0.000 1 g,放入具塞玻璃超声波辅助萃取中,准确移取 20 mL 的甲苯:正丙醇(10:1),于 100 °C 下超声波辅助萃取 45 min,冷却至室温,将萃取液用旋转蒸发器浓缩至 2 mL~3 mL,按 C.2.5 进行净化处理。

#### C.2.5 净化

在按 C.2.1、C.2.2、C.2.3 或 C.2.4 处理后的样品溶液中加入 8 mL 正己烷,溶液如有沉淀产生,静置后,将上层清液通过硅胶固相萃取柱,控制流速为每 2 秒 1 滴,沉淀用 5 mL 正己烷分 2 次洗涤后过柱,合并正己烷淋洗液,用氮气吹至近干,用甲苯定容后,用 0.45 μm 滤膜将样液过滤入样品瓶中供上机测定;如无沉淀产生,溶液直接过已活化的硅胶小柱,用 5 mL 正己烷淋洗,合并正己烷淋洗液,用氮气吹至近干,用甲苯溶液定容后,用 0.45 μm 滤膜将样液过滤入样品瓶中供上机测定。