

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 29783—2013

## 电子电气产品中六价铬的测定 原子荧光光谱法

Determination of chromium (VI) in electrical and electronic products—  
Atomic fluorescence spectrometry

2013-10-10 发布

2014-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
电子电气产品中六价格的测定  
原子荧光光谱法  
GB/T 29783—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2013年12月第一版 2013年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47843

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本标准起草单位:中国电子技术标准化研究院、深圳赛西信息技术有限公司、北京出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:程涛、邢卫兵、高峰、刘霁欣、肖融。

# 电子电气产品中六价铬的测定

## 原子荧光光谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了原子荧光光谱法测定电子电气产品中六价铬的分析方法。  
本标准适用于电子电气产品中的聚合物材料中六价铬的测定。

### 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

GB/T 26125 电子电气产品 六种限用物质(铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚)的测定 (GB/T 26125—2011, IEC 62321:2008, IDT)

### 3 原理

样品中的六价铬用甲苯-碱液提取液提取后,以硝酸调节 pH 值至 2~4 后,过阳离子交换柱,三价铬在柱上保留,六价铬直接流出,流出液经适当稀释后,以原子荧光光谱测定溶液中铬的含量,从而计算出样品中六价铬的含量。

### 4 仪器设备

- 4.1 原子荧光光谱仪,配有铬(Cr)元素高强度空芯阴极灯及相应检测器(检测波长  $357\text{ nm} \pm 10\text{ nm}$ ),电热蒸发样品导入装置和原子化装置(温度  $>900\text{ }^{\circ}\text{C}$ )或相当者。
- 4.2 阳离子交换小柱:强酸型固相萃取小柱,柱容量  $\geq 2\text{ meq}$  或相当者。
- 4.3 样品研磨设备。
- 4.4 分析天平:精度为  $0.1\text{ mg}$ 。
- 4.5 微波辅助萃取装置或其他可加热至  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$  的装置,配备可耐压  $2\text{ MPa}$  的密闭提取罐,容量大于或等于  $25\text{ mL}$ 。
- 4.6 离心机。
- 4.7 pH 计。

### 5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用 GB/T 6682 规定的一级水或相当纯度的水,仅使用分析纯及以上

的试剂。

5.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ): $\rho=1.4\text{ g/mL}$ 。

5.2 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。

5.3 碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。

5.4 提取液( $20\text{ mg/mL NaOH}+30\text{ mg/mL Na}_2\text{CO}_3$ ):称取  $20\text{ g NaOH}$  和  $30\text{ g Na}_2\text{CO}_3$  溶于水中,配成  $1\text{ L}$  提取液,密封保存于聚乙烯瓶中。pH 值应不低于 11.5。

5.5 六价铬标准储备液: $100\text{ mg/L}$ ,于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  下保存。

5.6 六价铬标准工作溶液( $1.0\text{ mg/L}$ ):取  $1.00\text{ mL}$  六价铬标准储备溶液(5.5)加入  $100\text{ mL}$  容量瓶中,以水定容。

5.7  $3\text{ mol/L HNO}_3$  溶液:量取  $270\text{ mL}$  浓硝酸(5.1),加水定容至  $1\ 000\text{ mL}$ 。

5.8  $0.01\text{ mol/L HNO}_3$  溶液:量取  $0.9\text{ mL}$  浓硝酸(5.1),加水定容至  $1\ 000\text{ mL}$ 。

5.9 甲苯。

## 6 样品制备

将样品按 GB/T 26125 进行手工剪切、粗磨、细磨,破碎至  $1\text{ mm}$  以下,备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 萃取

称取  $0.1\text{ g}$  样品(精确称量至  $0.1\text{ mg}$ )于密闭提取罐中。用量筒量取  $10\text{ mL}$  提取液(5.4)和  $5\text{ mL}$  甲苯(5.9)加入到每个试样中,装入密闭提取罐中;盖好密闭提取罐,放入微波辅助萃取装置中,按表 A.1 中给出的参考提取程序进行提取。

提取完毕后待冷却后开罐,冷却并离心,取下层水相溶液,移入  $25\text{ mL}$  容量瓶中,并用水洗有机相两次,水相并入容量瓶中,以去离子水定容,得到提取液。

### 7.2 分离

取  $4\text{ mL HNO}_3$  溶液(5.7),分两次活化阳离子交换柱,以去离子水洗至中性。

取  $2.5\text{ mL}$  提取液,调节 pH 值为  $2\sim 4$ ,上样,并用  $1\text{ mL HNO}_3$  溶液(5.8)清洗两次,收集流出液和清洗液,定容至  $10\text{ mL}$ ,待测。

### 7.3 标准曲线绘制

由六价铬标准工作溶液(5.6)逐级稀释,按 7.2 进行分离处理,得到表 1 的标准溶液系列。按表 A.2 原子荧光光谱仪的工作条件和表 A.3 的电热蒸发条件,绘制工作曲线。

表 1 六价铬标准溶液系列组分表

标准工作溶液(5.6)/mL	0	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
提取液(5.4)/mL	4	4	4	4	4	4
定容体积	10	10	10	10	10	10
Cr(VI)浓度/( $\mu\text{g/L}$ )	0	40	80	120	160	200

#### 7.4 测定

标准曲线绘制后,以相同条件测定空白溶液,依据工作曲线进行定量测定。

若样品溶液的浓度高于标准溶液的最高点,应将样品进一步稀释,使其浓度落于标准溶液的浓度范围内。

#### 7.5 结果计算

样品中的六价铬的含量以质量分数  $w$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(c_x - c_0) \times V \times k}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w$  ——样品中六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_x$  ——试液中六价铬浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$c_0$  ——空白溶液中六价铬浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V$  ——提取液体积,单位为毫升(mL);

$k$  ——待测溶液的稀释倍数;

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

#### 8 质量控制

在分析过程中,每个样品应平行分析两次,两次测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。同时在每一批样品中至少取一个样品进行加标回收率的试验,回收率应在 70%~130%之间。

将标准物质或标准溶液作为质控样品,每 20 个样品间测定一次,可接受的回收率在 80%~120% 之间,否则应重新分析这批样品。

附录 A  
(资料性附录)

微波提取、原子荧光光谱仪和电热蒸发参考工作条件

微波辅助萃取参考程序如表 A.1 所示,原子荧光光谱仪参考工作条件如表 A.2 所示,电热蒸发参考条件如表 A.3 所示。

表 A.1 微波辅助萃取参考程序

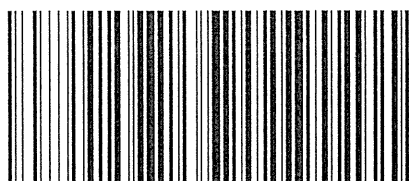
步骤	时间/min	温度/℃
1	5	90
2	5	120
3	30	150

表 A.2 原子荧光光谱仪参考分析条件

检测波长/nm	357±10	炉温/℃	1 000
负高压/V	430	原子化器高度/mm	8
灯电流/mA	100	进样量/μL	10
载气流速/(mL/min)	300	读数时间/s	1
屏蔽气流速/(mL/min)	1 100	延迟时间/s	0.5

表 A.3 电热蒸发参考条件

步骤	电压/V	时间/s
干燥	0.8(~90 ℃)	30
灰化	3(~900 ℃)	45
蒸发	15(~2 200 ℃)	5
清洗	16(~2 400 ℃)	5



GB/T 29783-2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-47843