

电子电气产品中铅、镉、铬的测定

方法：火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于电子电气产品各种材质中铅、镉和铬含量的测定。

2 方法提要

对电子电气产品中的金属材质，直接采用常规酸消解方法处理；对其他材质，采用密闭高温压力罐酸消解法处理。材质中的铅、镉、铬成为可溶性盐类溶解在酸消解液中。消解液导入火焰原子吸收分光光度计中进行测定。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 硝酸(HNO_3)：优级纯。
- 3.2 硝酸溶液(2+98)。
- 3.3 30%过氧化氢(H_2O_2)：分析纯。
- 3.4 盐酸(HCl)：优级纯。
- 3.5 氢氟酸(HF)：优级纯。
- 3.6 铅、镉、铬标准溶液：浓度为 100 mg/L 或 1000mg/L。

4 仪器和设备

- 4.1 火焰原子吸收分光光度计 TAS990F (或 TAS986F)：配备铅、镉和铬空心阴极灯。仪器工作条件参见附录 A。
- 4.2 烘箱：(0~200)°C，控温精度±5°C。
- 4.3 压力罐：聚四氟乙烯内胆及不锈钢罐外套。
- 4.4 电热板。
- 4.5 破碎设备：电锯，研磨机、金属切割机、车床等。

5 样品制备

5.1 聚合物材质

用电锯、研磨机等破碎设备将样品研磨成粒径不超过 1 mm 的粉末样。

5.2 金属材料

用金属切割机、车床等将样品处理成直径不超过 1 mm，长度不超过 5mm 的碎屑或细条。

5.3 其他材质

制备方法同 5.1。

6 分析步骤

6.1 样品消解

6.1.1 压力罐消解法

本方法适用于 5.1 和 5.3 所指样品。

称取样品(0.2~0.5)g, 精确到 1 mg, 置于压力罐(4.3)中, 加入 8mL 硝酸(3.1), 2mL 30%过氧化氢(3.3), 对于玻璃、陶瓷等含硅质较多的材质, 需补加 3 mL 氢氟酸(3.5)。盖上聚四氟乙烯盖子, 拧紧不锈钢罐外套, 置于烘箱(4.2)中, 在(180±5)°C加热 4 h, 待压力罐冷却至室温后, 将消解液转移至 100mL 容量瓶中, 用水洗涤聚四氟乙烯内胆及盖(3~4)次, 将洗涤液并入容量瓶中。用水稀释至刻度。

如果溶液不清亮或有沉淀产生, 过滤, 保留滤液待测。同时做试剂空白实验。

6.1.2 常规酸消解法

本方法适用于 5.2 所指样品。

称取样品(0.5~1.0)g, 精确到 1 mg, 置于烧杯或锥形瓶中, 加入 3mL 水、3mL 硝酸(3.1), 盖上表面皿, 等待反应平息。如果样品尚有残留, 置电热板上加热, 并补加(1~2)mL 硝酸(3.1), 直到样品完全溶解。硝酸不能溶解的金属或合金, 可补加(5~10)mL 盐酸(3.4), 加热, 直至溶解完全。冷却, 并转移至 100mL 容量瓶中。用水洗涤并定容至刻度。同时做试剂空白实验。

6.1.3 其他消解方法

经方法验证可行, 可选用其他消解方法如微波消解法、酸湿式消解法、灰化法等手段处理 5.1 和 5.3 所指样品以及采用 6.1.1 方法未能完全消解的样品。

6.2 测定

6.2.1 工作曲线法

用硝酸溶液(3.2)逐级稀释铅、镉、铬标准溶液(3.6), 配成下列校准溶液系列:

铅(mg/L): 0, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0;

镉(mg/L): 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0;

铬(mg/L): 0, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0。

用火焰原子吸收分光光度计(4.1) 测量标准溶液的吸光度, 以吸光度值对应浓度绘制工作曲线。

同时测量消解液(6.1)的吸光度。如果消解液中铅、镉和铬浓度超出工作曲线最高点浓度值, 则应对消解液进行适当稀释后再测定。根据工作曲线和消解液的吸光度值, 仪器自动给出消解液中待测元素的浓度值。

6.2.2 标准加入法

从消解液(6.1)中分取 5 等份相同体积的溶液到 5 个容量瓶中, 分别加入经适当稀释的标准溶液(3.6), 并用水定容至相同体积, 使溶液中铅、镉和铬的加入浓度分别为:

铅(mg/L): 0, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0;

镉(mg/L): 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5;

铬(mg/L): 0, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0。

测量这些溶液的吸光度, 以吸光度值对应加标浓度值绘制工作曲线, 工作曲线的吸光度值为零时对应的浓度值即为消解液中待测元素的浓度。

注: 金属材质中的铬含量宜采用标准加入法(6.2.2)测定, 金属材质中的铅和镉含量以及其他材质中的铅, 镉和铬含量均可选择工作曲线法(6.2.1)或标准加入法(6.2.2)。

7 结果计算

样品中铅、镉和铬含量以质量分数 W 计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示。按下列公式计算：

$$W=[(A-B)*V*N]/m$$

式中：

W——样品中铅、镉或铬的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A——样品消解液测量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

B——试剂空白消解液测量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V——消解液定容体积，单位为毫升(mL)；

N——消解液稀释倍数；

m——样品称样质量，单位为克(g)。

附录 A

火焰原子吸收分光光度计工作条件

火焰原子吸收分光光度计工作条件如表 A.1 所示。

表 A.1 火焰原子吸收分光光度计工作条件

元素	测定波长 /nm	通带宽度 /nm	灯电流 /mA	火焰	空气压力/ (MPa)	乙炔流量/ (L/min)	背景校正
铅	217.0	0.4	2	C ₂ H ₂ -Air	0.25	1.5	氘灯
镉	228.8	0.4	2	C ₂ H ₂ -Air	0.25	1.4	氘灯
铬	357.9	0.2	4	C ₂ H ₂ -Air	0.25	2.3	无

注：所用仪器型号为北京普析通用仪器有限责任公司 TAS-990F。

北京普析通用仪器有限责任公司

浙江售后服务部

0571—85861357,85861367