

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2004.3—2005

电子电气产品中六价铬的测定 第3部分：二苯碳酰二肼分光光度法

Determination of Chromium(VI) in electrical and electronic equipment—
Part 3: 1,5-Diphenylcarbohydrazide spectrophotometric method

2005-07-18 发布

2006-01-18 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

本部分为 SN/T 2004 的第 3 部分。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分由中华人民共和国深圳出入境检验检疫局负责起草,中华人民共和国吉林出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人:刘志红、刘丽、于开国、郭艳、陈麒宇、李英、刘贤杰、李辉。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

电子电气产品中六价铬的测定

第3部分：二苯碳酰二肼分光光度法

1 范围

本部分规定了电子电气产品中六价铬的二苯碳酰二肼分光光度测定方法。
本部分适用于电子电气产品中六价铬的测定。

2 方法提要

使用碱性浸提液将样品中水溶性和非水溶性的六价铬化合物浸取出来，浸出液中的六价铬在酸性溶液中与二苯碳酰二肼反应生成紫红色络合物，在波长 540 nm 处进行分光光度法测定。

3 试剂和材料

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

- 3.1 硝酸：优级纯。
- 3.2 硫酸：优级纯。
- 3.3 氢氧化钠。
- 3.4 无水碳酸钠。
- 3.5 磷酸氢二钾。
- 3.6 磷酸二氢钾。
- 3.7 重铬酸钾：基准物质。
- 3.8 二苯碳酰二肼。
- 3.9 丙酮。
- 3.10 硫酸溶液(1+9)。
- 3.11 硝酸溶液(5 mol/L)：量取 31 mL 硝酸(3.1)加到 69 mL 水中，混匀。不应使用有棕色烟雾的硝酸来配制。
- 3.12 浸提液：称取 20.0 g 氢氧化钠(3.3)和 30.0 g 无水碳酸钠(3.4)，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，转移至塑料瓶中保存。
- 3.13 缓冲液：溶解 87.09 g 磷酸氢二钾(3.5)和 68.04 g 磷酸二氢钾(3.6)于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度(此缓冲液 pH=7)。
- 3.14 六价铬标准储备液，100 mg/L：准确称取于 120℃ 下烘干 2 h 后的重铬酸钾(3.7)0.282 8 g，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 3.15 六价铬标准溶液，5.0 mg/L：吸取 5.0 mL 标准储备液(3.14)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用时现配。
- 3.16 二苯碳酰二肼(DPC)显色剂：称取 0.5 g 二苯碳酰二肼(3.8)溶于 100 mL 丙酮(3.9)中，保存在棕色瓶中。溶液退色时，应重新配制。

4 设备

- 4.1 紫外可见分光光度计。
- 4.2 振荡水浴锅。


 MACY 美析仪器
 MACY INSTRUMENT
 专业光度计系列生产厂家
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

4.3 酸度计。

5 分析步骤

5.1 样品制备

将已拆分的电子电气产品用破碎设备处理成直径不超过 1 mm, 长度不超过 5 mm 的细条状或粉末状样品。

5.2 样品浸提

准确称取(0.5~2.5)g(精确到 1 mg)经 5.1 步骤处理的样品于锥形瓶中, 加入 25.0 mL 浸提液(3.12)和 0.5 mL 缓冲液(3.13), 浸提液需完全浸没样品, 充分摇匀。在(90~95)℃水浴[或振荡水浴锅(4.2)]中连续搅拌 1.5 h。取出, 冷却至室温, 过滤, 用水洗涤锥形瓶和样品, 将滤液和洗涤液收集到烧杯中。滴加 5 mol/L 硝酸(3.11), 用酸度计(4.3)将溶液 pH 值控制在(7.5±0.5), 如果出现絮状沉淀, 需再过滤, 留取滤液。同时做试剂空白实验。

5.3 显色

加 2.0 mL 二苯碳酰二肼显色剂(3.16)到滤液(5.2)中, 混匀, 滴加硫酸溶液(3.10), 使滤液 pH 值达到(2±0.5), 然后将滤液全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。摇匀, 放置 0.5 h。

5.4 校准溶液

分别吸取 0.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL 六价铬标准溶液(3.15)至 100 mL 容量瓶中, 加水 50 mL, 加 2.0 mL 显色剂(3.16), 混匀, 滴加 2 滴硫酸溶液(3.10), 使滤液 pH 值达到(2±0.5), 用水稀释至刻度。此校准系列含六价铬浓度分别为 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mg/L。摇匀, 放置 0.5 h。

校准溶液和浸出液的显色反应要同时进行。

5.5 测定

用 1 cm 吸收池, 在吸收波长 540 nm 处用紫外可见分光光度计(4.1)测量校准溶液的吸光度值, 以吸光度值对应浓度值绘制校准曲线。

在同样条件下读取样品浸出液的吸光度, 根据校准曲线计算浸出液中六价铬浓度。如果浸出液的吸光度超出校准曲线最高浓度点的吸光度, 则应对浸出液进行适当稀释后再测定。显色后的溶液应在当日测定完毕。

5.6 结果计算

样品中六价铬含量以质量分数 W 计, 数值以毫克每千克(mg/kg)表示, 按下列公式计算:

$$W = \frac{(A - B) \cdot V \cdot N}{m}$$

式中:

W ——样品中六价铬浓度, 单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——从校准曲线计算得出的浸出液浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

B ——从校准曲线计算得出的空白溶液浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V ——浸出液定容体积, 单位为毫升(mL);

N ——浸出液稀释倍数;

m ——样品称样质量, 单位为克(g)。

M **美析仪器**
MACY MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品中六价铬的测定
第 3 部分：二苯碳酰二肼分光光度法
SN/T 2004.3—2005

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.bzcb.com

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

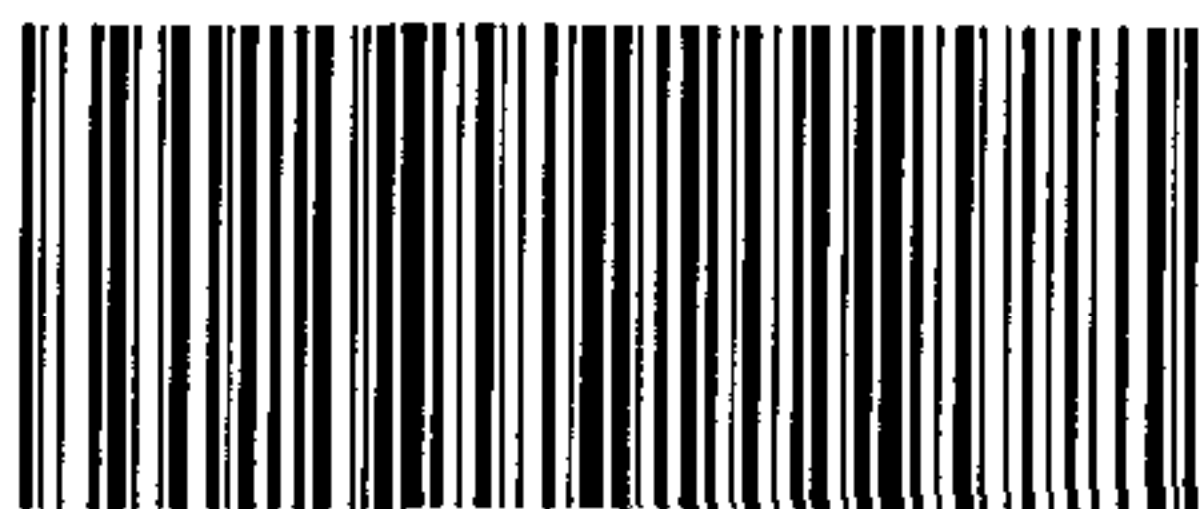
2005 年 8 月第一版 2005 年 8 月第一次印刷

*

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)68533533



SN/T 2004.3—2005