

微波消解在 IEC 62321-5:2013 中的应用

一、前言

RoHS 指令即《关于限制在电子电气设备中使用某些有害成分的指令》，是由欧盟立法制定的一项强制性标准，旨在减少电子电气产品中有害物质的使用，降低对环境和人体健康的危害。在 RoHS 指令中，铅（Pb）和镉（Cd）是受限的重金属，其含量分别不得超过 1000 mg/kg（0.1%）和 100 mg/kg（0.01%）。

IEC 62321 系列标准是国际电工委员会（IEC）发布的针对电子电器产品中特定有害物质的检测标准，也是 RoHS 指令中重金属检测的主要依据。其中 IEC 62321-5:2013 规定了使用原子吸收光谱法（AAS）、原子荧光光谱法（AFS）、电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）和电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定电技术产品中铅（Pb）、镉（Cd）和铬（Cr）的测试方法。它适用于三种类型的基质：聚合物/塑料部件、金属和合金以及电子产品。使用微波消解仪将样品中的有机物和无机物分解为可溶性盐类，根据检测结果判断样品是否符合 RoHS 指令的限值要求。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硝酸（68%），过氧化氢（30%）、盐酸（37%），氢氟酸（40%），硫酸（98%）

三、实验方法

3.1、样品制备

将电子电气产品拆解为均质材料（如塑料、金属、橡胶等），以便单独检测。将拆解分类好的样品研磨或粉碎成较小的颗粒或粉末状，使化学试剂能够充分与样品混合。

3.2、方法一（适用橡胶样品）

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	40

3.3 方法二（适用塑料样品）

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 1mL 硫酸，将消解罐放置在赶酸器上 120℃加热 30min 取下冷却后，补加 8mL 硝酸，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	60

3.4、方法三（适用金属和合金样品）

称取样品 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，静置 10min 左右（如样品仍在反应产生气泡，需延长静置时间或添加预处理），组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	20

3.5、方法四（适用陶瓷样品）

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 5mL 硝酸和 5mL 氢氟酸，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	30

3.6、方法五（适用电子元件样品）

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	30

3.7、方法六（适用油墨样品）

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 6mL 硝酸、1mL 过氧化氢和 1mL 氢氟酸，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	200	5
4	220	40

四、注意事项

由于样品种类繁多复杂，试剂种类繁多，实验环境各不相同，所以消解时选择的压力、升温及保温时间、溶剂的选择和配比等，仅供用户参考。希望用户根据自己样品的特点，参考我们所提出的方法及条件，进行试验。

双氧水和硫酸都具有增强混酸氧化能力的作用，但硫酸使用需要特别注意，对于有些样品如果加硫酸消解，会发生剧烈反应，所以只有对那些仅硝酸和双氧水不能消解完全的样品，才滴加硫酸。

五、参考标准

IEC 62321-1:2013: 简介和概要。

IEC 62321-2:2013: 样品的拆卸、拆解和机械拆分。

IEC 62321-3-1:2013: 使用 X 射线荧光光谱仪对铅、汞、镉等进行筛选。

IEC 62321-4:2013: 使用 CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定汞。

IEC 62321-5:2013: 使用 AAS、AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定镉、铅等。