

GB/Z 21275—2007

### 3.3.2 测试步骤

3.3.2.1 滴加 1 滴~5 滴显色液(3.2.5)于样品表面上,5 min 内观察是否出现红色或紫红色斑点。

注:不要考虑时间更长时出现的颜色,例如液滴干燥形成的颜色。

3.3.2.2 若结果呈红色或紫红色,表示样品可能存在六价铬,需要用方法一进行定量测试。

3.3.2.3 若不变色,在样品表面选取一块未测试过的区域,用细砂纸轻轻擦拭,以除去可能存在的被还原的铬酸盐表层,切勿完全除去所有的镀层,在该区域重复 3.3.2.1。若结果呈红色或紫红色,表示样品可能存在六价铬,需要用方法一进行定量测试。若结果仍不变色,表示样品中六价铬含量小于 2.0 mg/kg。

GB/Z 21275—2007

ICS 31.020  
L 10



# 中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 21275—2007

## 电子电气产品中限用物质六价铬检测方法

Determination of regulated substance (hexavalent chromium) in electrical and electronic equipment



GB/Z 21275—2007

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-31168

定价: 10.00 元

2007-12-20 发布

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

分混合;在添加显色剂后 2 min,准时添加缓冲液 B(2.2.15)10 mL,稀释到刻度并混合。用另外 5 瓶重复此程序。

标准溶液和提取液的显色反应要同时进行。显色后的溶液应在添加显色剂后的 25 min 内测定完毕。

#### 2.4.4 测定

以标准曲线零点作参比,测量标准溶液在 540 nm 的吸光度值,以吸光度值对应浓度绘制标准曲线。

在同样条件下读取样品提取液的吸光度,根据标准曲线计算提取液中六价铬浓度。如果提取液的吸光度超出标准曲线最高浓度点的吸光度,则应对提取液进行适当稀释后再测定。

#### 2.4.5 结果表示

样品中六价铬含量计算公式如下:

$$X = \frac{(A - B) \times V \times N}{W}$$

式中:

X——样品中六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——从标准曲线计算得出的提取液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

B——从标准曲线计算得出的空白溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V——提取液定容体积,单位为毫升(mL);

N——提取液稀释倍数;

W——样品称样质量,单位为克(g),(对于金属电镀涂层,该项为电镀层重量)。

结果以两次测试平均值表示。

#### 2.4.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

### 3 方法二 斑点法

#### 3.1 原理

六价铬与二苯碳酰二肼反应生成红色或紫红色络合物,定性显示六价铬的存在。

#### 3.2 试剂

除非另有说明,均使用符合国家标准或行业标准的试剂,去离子水或等同纯度的水(电阻率为 18.2 MΩ)。

3.2.1 1,5 二苯碳酰二肼:分析纯。

3.2.2 丙酮:分析纯。

3.2.3 乙醇:分析纯,95%。

3.2.4 磷酸:分析纯。

3.2.5 斑点法显色液:称取 0.4 g 1,5 二苯碳酰二肼(3.2.1),用 20 mL 丙酮(3.2.2)和 20 mL 乙醇(3.2.3)溶解后,加入 20 mL 磷酸(3.2.4)和 20 mL 水,混匀后保存于棕色瓶中,在使用前 8 h 内配备此溶液。

#### 3.3 分析步骤

##### 3.3.1 样品制备

试验前,样品表面应无污染、指印或其他外来色斑。若表面涂有油膜,则应于试验前在室温下用干净的软布蘸取合适的溶剂除去油膜,或直接用合适的溶剂冲洗样品表面。不允许在超过 35℃ 的温度下强制干燥样品。不允许用碱液处理样品,否则铬酸盐转化膜会被碱破坏。如果样品表面有聚合物涂层,可用 800 目以上细砂纸(如碳化硅砂纸)或其他有效方法轻轻擦去聚合物涂层。

中华人民共和国  
国家标准化指导性技术文件  
电子电气产品中限用物质六价铬检测方法  
GB/Z 21275—2007

\*

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.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 10 千字

2008 年 4 月第一版 2008 年 4 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-31168 定价 10.00 元

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

## 2.3 设备

- 2.3.1 紫外可见分光光度计。
- 2.3.2 加热和搅拌装置。
- 2.3.3 酸度测量仪(pH计),精度为 $\pm 0.03$  pH。
- 2.3.4 低温粉碎机。
- 2.3.5 真空抽滤装置。
- 2.3.6 万分位天平。

## 2.4 分析步骤

### 2.4.1 样品制备

将样品粉碎成直径不超过 1 mm,长度不超过 5 mm 的细条状或粉末状样品。

### 2.4.2 样品提取

#### 2.4.2.1 碱液提取法

2.4.2.1.1 聚合物、玻璃、陶瓷类材料:准确称取 5 g(精确到 0.000 1 g)样品于锥形瓶中,加入 50 mL 提取液(2.2.13)、0.5 mL 缓冲液 A(2.2.14),充分摇匀,盖上表面皿。在搅拌情况下升温至(90~95)°C,保持(90~95)°C 至少 1 h,使六价铬提取完全。在搅拌的情况下,使提取液逐步冷却至室温,用滤纸或滤膜过滤提取液,再用水洗涤锥形瓶和样品,滤液和洗涤液收集到烧杯中。滴加 10% 硫酸(2.2.11),控制溶液的 pH 值到  $7.5 \pm 0.5$ ,如果此时溶液出现絮状沉淀,用滤纸或滤膜过滤,留取滤液,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。同时做试剂空白实验。

注:可加入约 400 mg 的无水氯化镁(2.2.4)以抑制铬的氧化反应的发生;

对于聚合物样品,可加入 1 滴~2 滴滴润剂(2.2.16),以增加样品在提取液中的润湿性。

2.4.2.1.2 金属电镀涂层用水或中性洗涤剂洗涤、擦干后,裁取表面积不小于 50 cm<sup>2</sup> 的样品于锥形瓶中,加入 50 mL 提取液(2.2.13,要完全浸没,否则需补加提取液至完全浸没)、0.5 mL 缓冲液 A(2.2.14),充分摇匀,盖上表面皿。以下按 2.4.2.1.1,自“在搅拌情况下升温至(90~95)°C,保持(90~95)°C 至少 1 h……”起依法操作。

#### 2.4.2.2 沸水提取法

金属电镀涂层用水或中性洗涤剂洗涤、擦干后,裁取表面积不小于 50 cm<sup>2</sup> 的样品,放入盛有沸腾的 50 mL 蒸馏水的适当容器中,使试样全浸,在水继续沸腾的条件下,保持浸入时间至少 5 min,使六价铬提取完全;取出试样,在容器上方淋洗。将容器及其内容物冷到室温,加入 7.5 mL 10% 硫酸(2.2.11),并混合,待显色。同时做试剂空白实验。

### 2.4.3 显色及标准溶液的配制

#### 2.4.3.1 碱液提取法

定量吸取滤液(2.4.2.1.1 和 2.4.2.1.2)到 250 mL 的烧杯中,加 2 mL 显色剂(2.2.12),加入一定量的水使溶液体积接近 95 mL,混匀,滴加 10% 硫酸(2.2.11),使滤液 pH 值达到  $2 \pm 0.5$ ,此时将滤液全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。摇匀,放置(5~10) min,让显色反应完全。

分别吸取 0、2、4、6、8、10 mL 六价铬标准使用液(2.2.18)到 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 显色剂(2.2.12),加入一定量的水使溶液体积接近 95 mL,混匀,滴加 10% 硫酸(2.2.11)约 2 滴,使滤液 pH 值达到  $2 \pm 0.5$ ,用水稀释至刻度。此标准系列的六价铬浓度分别为 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/L。摇匀,放置(5~10) min,让显色反应完全。

#### 2.4.3.2 沸水提取法

将提取液(2.4.2.2)移至 250 mL 容量瓶,加入 5 mL 显色剂(2.2.12),并混合,添加显色剂后 2 min,准时加入缓冲液 B(2.2.15)25 mL,稀释到刻度并混合。

分别在 6 个 100 mL 容量瓶中准确移取 0、2、4、6、8、10 mL 六价铬标准使用液(2.2.18)到 100 mL 容量瓶中,在每瓶中加 50 mL 水和 3 mL 10% 硫酸(2.2.11)。向一个瓶中加 2 mL 显色剂(2.2.12),充

# 前 言

本指导性技术文件由全国电工电子产品与环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本指导性技术文件主要起草单位:深圳市计量质量检测研究院。

本指导性技术文件参与起草单位:深圳出入境检验检疫局、成都市产品质量监督检验所、浙江方圆检测集团股份有限公司,中国质量认证中心、北京谱尼理化分析测试中心。

本指导性技术文件主要起草人:李翔、杨万颖、李碧芳、罗美中、陈泽勇、黄小龙、刘志红、李英、宋薇、向旭、陈小珍、周玉林、董永升。

本指导性技术文件为首次发布。