

微波消解在 RoHS 检测领域应用

贾腾, 张绍辉, 陈硕, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 文章使用微波消解检测 RoHS 领域材质, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: RoHS;微波消解

RoHS 是由欧盟立法制定的一项强制性标准, 它的全称是《关于限制在电子电器设备中使用某些有害成分的指令》。该标准的目的在于消除电机电子产品中的铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚共 6 项物质, 并重点规定了铅的含量不能超过 0.1%。2015 年 6 月 4 日: 欧盟颁布 RoHS 2.0 修订指令正式将 4 种有毒有害物质 (DEHP、BBP、DBP、DIBP) 加入 RoHS 2.0 管控范围, 加上新增的四种限制的有毒有害物质共有 10 种。

RoHS 样品类型及来源等复杂多样, 我们生活中常见的白家电 (电冰箱、洗衣机等), 黑家电 (视频产品、DVD 等), 电动工具, 电动电子玩具, 医疗电气设备等, 在生产的过程中及原材料中就有可能含这十种有害物质。因此, 为了完全破坏复杂的基体, 往往需要使用浓 HNO_3 与不同试剂的组合。一般来说, 以样品完全溶解, 消解液澄清(略显黄色)或含极少量微粒为目视参照, 且经实验证实最终确定选用混酸的组成。

微波消解塑料、橡胶的应用方案

1 仪器与试剂

MASTER 系列微波消解仪, 硝酸, 浓硫酸, 过氧化氢

2 实验方案

称样量	加酸量	步骤	设定温度(°C)	设定功率(16 罐)W	设定时间(min)
0.1g	8ml HNO_3	1	130	1600	10
	1ml H_2O_2	2	160	1600	10
		3	200	1600	20

注意: 用研磨仪等设备将样品切碎成粒径不超过 1mm 的粉末或颗粒。实验初期须严格控制样品用量 (尤其橡胶样品)。首先使用少量样品(不超过 0.05g)建立消解程序, 然后视反应情况适当地增大样品用量。ABS 等难溶塑料可能需加 1 毫升硫酸。

微波消解油墨的应用方案

1 仪器与试剂

MASTER 系列微波消解仪，硝酸，过氧化氢

2 实验方案

称样量	加酸量	步骤	设定温度(°C)	设定功率(16 罐)W	设定时间(min)
0.1g	6mlHNO ₃	1	130	1600	10
	2mlH ₂ O ₂	2	160	1600	10
		3	200	1600	20

注意：需在电热板上预加热反应。

微波消解金属元件应用方案

1 仪器与试剂

MASTER 系列微波消解仪，硝酸，盐酸

2 实验方案

称样量	加酸量	步骤	设定温度(°C)	设定功率(16 罐)W	设定时间(min)
0.1g	2mlHNO ₃	1	130	1600	10
	6mlHCL	2	150	1600	5
		3	180	1600	15

注意：用研磨仪、钳锯等设备和工具将样品处理成粒径不超过 2mm 的颗粒。

微波消解电子元器件应用方案

1 仪器与试剂

MASTER 系列微波消解仪，硝酸，双氧水、氢氟酸

2 实验方案

称样量	加酸量	步骤	设定温度(°C)	设定功率(16 罐)W	设定时间(min)
0.1g	6mlHNO ₃	1	130	1600	10
	2mlH ₂ O ₂	2	160	1600	10
	1mlHF	3	200	1600	20

注意：将样品破碎成粒径不超过 2mm 的粉末或颗粒。

3 总结

绝大多数塑料(如 PE、PVC、PP、PS)能用 $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2+\text{HF}$ 体系消解完全，但 ABS 使用 $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4$ 体系消解效果较好；金属部件可使用王水消解完全；而电子元件消解时，可在 $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HF}/\text{H}_2\text{O}_2$ 中进行组合优选。多溴二苯醚等要采用微波萃取的方式提取。消解后 Pb、Hg、Cd、Cr 均应用 ICP-OES 同时测定，仪器工作条件均选用仪器默认的优化参数。此外，Pb、Cd、Cr 也可用 AAS 测定，Hg 可用 AFS 测定。

参考标准：

[1] EN 71-3: 2014 玩具 19 种重金属测试最新标准

[2] GB 6675.4-2014 《玩具安全 第 4 部分：特定元素的迁移》

[3] EPA3052:1996

[4] GBT 33351.1-2016 电子电气产品中砷、铍、锑的测定 第 1 部分:电感耦合等离子体质谱法