МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ IEC 62321-7-2— 2022

Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях

Часть 7-2

ХРОМ ШЕСТИВАЛЕНТНЫЙ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА ШЕСТИВАЛЕНТНОГО Cr(VI) В ПОЛИМЕРАХ И ЭЛЕКТРОНИКЕ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

(IEC 62321-7-2:2017,
Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 7-2: Hexavalent chromium — Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method,
IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 16 мая 2022 г. № 151-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 апреля 2024 г. № 401-ст межгосударственный стандарт ГОСТ IEC 62321-7-2—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту IEC 62321-7-2:2017 «Определение некоторых веществ в электротехнических изделиях. Часть 7-2. Шестивалентный хром. Определение содержания шестивалентного хрома (Cr(VI)) в полимерах и электронных приборах колориметрическим методом» («Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 7-2: Hexavalent chromium — Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации IEC TC 111 «Стандартизация в области окружающей среды относительно электрических и электронных товаров и систем» Международной электротехнической комиссии (IEC).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© IEC, 2017
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 2
4 Реактивы 2
5 Приборы 3
6 Отбор образцов 4
7 Метод контроля 5
8 Калибровка 7
9 Обработка результатов испытаний 8
10 Прецизионность измерений 9
11 Обеспечение и контроль качества 10
12 Предел обнаружения (LOD) и предел количественного определения (LOQ) 11
13 Протокол испытаний 13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 14
Библиография 15

Введение

Широкое использование изделий электротехнического назначения повысило внимание к их воздействию на окружающую среду. Во многих странах мира были приняты технические документы, предусматривающие определенный порядок работы с отходами, веществами и затраченной энергией при использовании электротехнических изделий.

Использование шестивалентного хрома в электротехнических изделиях вызывает проблему во многих странах мира.

Настоящий стандарт применяют совместно с IEC 62321-1.

В настоящем стандарте установлены методы контроля наличия и определения предельно допустимой концентрации шестивалентного хрома в электротехнических изделиях в соответствии с основополагающими требованиями.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях

Часть 7-2

ХРОМ ШЕСТИВАЛЕНТНЫЙ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА ШЕСТИВАЛЕНТНОГО Cr(VI) В ПОЛИМЕРАХ И ЭЛЕКТРОНИКЕ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Determination of regulated substances in electrotechnical products
Part 7-2
Hexavalent chromium. Determination of hexavalent chromium Cr(VI)
in polymers and electronics by the colorimetric method

Дата введения — 2025—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы количественного определения шестивалентного хрома Cr(VI) в образцах полимеров и электроники. В данном методе используется органический растворитель для растворения или набухания матрицы образца с последующим методом щелочного разложения для извлечения шестивалентного хрома Cr(VI) из образцов. Исследования показали, что органический/щелочной раствор более эффективен, чем кислотный раствор, при извлечении шестивалентного хрома Cr(VI) из растворимых и нерастворимых образцов. Минимальное восстановление шестивалентного хрома Cr(VI) до трехвалентного хрома Cr(III) или окисление трехвалентного хрома Cr(III) до шестивалентного хрома Cr(VI) происходит в щелочных условиях.

Для растворимых полимеров, состоящих из акрилонитрил-бутадиен-стирола (АБС), поликарбоната (ПК) и поливинилхлорида (ПВХ), образцы сначала растворяют в подходящем органическом растворителе, а затем шестивалентный хром Cr(VI) экстрагируют щелочным экстракционным раствором.

Для нерастворимых/неизвестных полимеров или материалов, используемых в электронике, не содержащих сурьму (Sb), образцы нагревают в толуоле/щелочном растворе при температуре от 150 °С до 160 °С. Затем органическая фаза в экстрактах отделяется и отфильтровывается; неорганическая фаза сохраняется для анализа шестивалентного хрома Cr(VI).

Концентрация шестивалентного хрома Cr(VI) в экстракте определяется его реакцией в кислой среде с 1,5-дифенилкарбазидом. В реакции взаимодействия дифенилкарбазида с шестивалентным хромом Cr(VI) в растворе реагент восстанавливает шестивалентный хром Cr(VI) до трехвалентного хрома Cr(III) с образованием окисленной формы реагента — дифенилкарбазона, который образует с ионами Cr(III) комплексное соединение дифенилкарбазоната хрома Cr(III) красно-фиолетового цвета.

Специфические химико-аналитические характеристики этого окрашенного комплекса широко используются для спектрофотометрического определения шестивалентного хрома Cr(VI) на длине волны 540 нм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

Издание официальное

IEC 62321-1, Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 1: Introduction and overview (Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 1. Введение и обзор)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для аналитических лабораторий. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины, определения и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по IEC 62321-1.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в области стандартизации, которые доступны по следующим ссылкам:

- Электропедия IEC: gost.e-ecolog.ru ;
- платформа онлайн-просмотра ISO: gost.e-ecolog.ru .

3.2 Сокращения

В настоящем стандарте применены сокращения по IEC 62321-1.

4 Реактивы

4.1 Общие требования

Если не указано иное, то необходимо использовать только ч. д. а. (чистые для анализа) реактивы соответствующего класса чистоты.

4.2 Реактивы

Должны использоваться следующие реактивы:

a) N-метилпирролидон (NMP), ч. д. а. Добавляют 10 г активированных молекулярных сит (в соответствии с перечислением r) 4.2) на 100 мл вновь открытого NMP, плотно закрывают крышку, хранят в темноте, периодически встряхивая, и выдерживают в течение 12 ч перед первым использованием. Следует хранить при температуре от 20 °C до 25 °C с молекулярными ситами в плотно закрытом коричневом стеклянном сосуде и избегать прямого воздействия света. Рекомендуемый максимальный срок хранения — четыре недели после открытия сосуда;

b) азотная кислота, раствор с объемной долей 35 %. Разбавляют 50 мл азотной кислоты HNO_3 (ч. д. а.) в мерной колбе вместимостью 100 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем водой до метки (в соответствии с перечислением p) 4.2). Хранят раствор при температуре от 20 °C до 25 °C в темном месте. Не допускается использовать концентрированную азотную кислоту HNO_3, если ее раствор имеет окраску желтого цвета, так как при хранении на свету она разлагается от иона NO_3^- до иона NO_2^- , и восстановитель для шестивалентного хрома Cr(VI);

c) углекислый натрий Na_2CO_3 (безводный), ч. д. а.;

d) гидроокись натрия NaOH, ч. д. а.;

e) хлорид магния $MgCl_2$ (безводный), ч. д. а. Масса 200 мг хлорида магния $MgCl_2$ приблизительно эквивалентна 50 мг иона Mg^{2+};

f) фосфатный буфер. Для того чтобы приготовить буферный раствор с показателем pH, равным 7, растворяют 87,09 г двузамещенного фосфорнокислого калия K_2HPO_4 (ч. д. а.) и 68,04 г однозамещенного фосфорнокислого калия KH_2PO_4 (ч. д. а.) в 700 мл воды (в соответствии с перечислением p) 4.2). Переливают в мерную колбу вместимостью 1 л (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем раствора водой до метки. Получают раствор двузамещенного фосфорнокислого калия K_2HPO_4 молярной концентрацией 0,5 моль/л и однозамещенного фосфорнокислого калия KH_2PO_4 молярной концентрацией 0,5 моль/л;

g) хромовокислый свинец $PbCrO_4$ (ч. д. а.). Хранят при температуре от 20 °C до 25 °C в плотно закрытом сосуде. Этот контрольный реактив используется для коррекции реакции восстановления методом добавок;

h) разлагающий раствор. Растворяют (20,0 ± 0,05) г NaOH и (30,0 ± 0,05) г Na_2CO_3 в воде (в соответствии с перечислением p) 4.2), помещают в мерную колбу вместимостью 1 л (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем водой до метки. Хранят раствор в плотно закрытой полиэтиленовой бутылке при температуре от 20 °C до 25 °C в течение месяца и затем используют свежеприготовленный раствор. Перед использованием необходимо проверять pH разлагающего раствора. Если pH менее показателя 11,5, раствор следует забраковать и приготовить свежую порцию;

i) толуол, ч. д. а.;

j) исходный раствор дихромата калия $K_2Cr_2O_7$. Растворяют 141,4 мг (высушенного при температуре 105 °C) дихромата калия $K_2Cr_2O_7$ (ч. д. а.) в воде (в соответствии с перечислением p) 4.2) и доводят объем водой в мерной колбе вместимостью 1 л до метки (в соответствии с перечислением j) 5.2) (1 мл раствора содержит 50 мкг хрома Cr);

k) стандартный раствор дихромата калия. Разбавляют 10 мл исходного раствора дихромата калия (в соответствии с перечислением j) 4.2) водой в мерной колбе (в соответствии с перечислением p) 4.2) вместимостью 100 мл и доводят объем до метки (в соответствии с перечислением j) 5.2) (1 мл раствора содержит 5 мкг хрома Cr);

l) серная кислота H_2SO_4, раствор объемной долей 10 %. Разбавляют 10 мл серной кислоты H_2SO_4 (ч. д. а. или спектрально чистой) в мерной колбе вместимостью 100 мл (в соответствии с перечислением p) 4.2) и доводят объем водой до метки (в соответствии с перечислением j) 5.2);

m) раствор дифенилкарбазида. Растворяют 250 мг 1,5-дифенилкарбазида в 50 мл ацетона (в соответствии с перечислением q) 4.2). Хранят раствор в посуде из непрозрачного (коричневого) стекла. Перед использованием раствор проверяют на предмет обесцвечивания. Хранят раствор в течение двух недель; если окраска раствора изменила цвет, его необходимо забраковать и использовать свежеприготовленный раствор;

n) дихромат калия $K_2Cr_2O_7$, контрольный раствор (1 000 мг/л шестивалентного хрома Cr(VI)). Растворяют 2,829 г (высушенного при температуре 105 °C) дихромата калия $K_2Cr_2O_7$ в воде (в соответствии с перечислением p) 4.2) в мерной колбе вместимостью 1 л (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем водой до метки. В качестве альтернативы контрольного раствора может использоваться 1 000 мг/л шестивалентного хрома Cr(VI) — сертифицированного стандартного образца. Хранят перед использованием до шести месяцев при температуре от 20 °C до 25 °C в сосуде с плотно закрытой крышкой;

o) дихромат калия $K_2Cr_2O_7$, матричный контрольный раствор (100 мг/л Cr(VI)): добавляют 10,0 мл раствора 1 000 мг/л Cr(VI), приготовленного из контрольного раствора дихромата калия $K_2Cr_2O_7$ (в соответствии с перечислением p) 4.2), в мерную колбу вместимостью 100 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем водой до метки (в соответствии с перечислением p) 4.2). Хорошо перемешивают;

p) вода третьей степени чистоты по ISO 3696, без каких-либо примесей/загрязнений;

q) ацетон, ч. д. а.;

r) молекулярные сита (4A), CAS: 70955-01-0, осушитель (адсорбент).

Предупреждение — Со всеми образцами и реагентами, используемыми в методе, потенциально содержащими шестивалентный хром Cr (VI), следует обращаться с соответствующими мерами предосторожности. Растворы или отходы, содержащие шестивалентный хром Cr(VI), должны быть утилизированы соответствующим образом. Например, аскорбиновая кислота или некоторые другие восстановители могут быть использованы для восстановления шестивалентного хрома Cr(VI) до трехвалентного хрома Cr(III).

5 Приборы

5.1 Общие требования

Все лабораторное оборудование многократного использования (из стекла, кварца, полиэтилена, политетрафторэтилена (PTFE) и т. д.), включая чашки для образцов, должно погружаться на ночь в воду с моющим средством лабораторного класса, затем ополаскиваться проточной водопроводной водой и вновь погружаться на 4 ч или более в раствор азотной кислоты HNO_3 (с объемной долей 20 %) или в смесь разбавленных азотной и соляной кислот (HNO_3 : HCl : H_2O = 1 : 2 : 9) с последующим ополаскиванием водой (в соответствии с перечислением f) 4.2). Допускается использование и других способов

очистки при условии, что они смогут обеспечить необходимый уровень чистоты, который можно продемонстрировать посредством анализа холостых растворов в рамках данного метода.

5.2 Приборы

Для анализа должны использоваться следующие элементы:

a) аппарат для вакуумной фильтрации;

b) нагревающее или микроволновое устройство, способное поддерживать разлагающий раствор при температуре от 150 °С до 160 °С;

c) ультразвуковая водяная баня, способная поддерживать температуру от 60 °С до 65 °С;

d) калиброванный pH-метр для определения pH в диапазоне показателей от 0 до 14 с точностью ±0,03 единицы pH;

e) аналитические весы с точностью измерения 0,1 мг;

f) термометр, термистор или другое устройство для измерения температуры до 160 °С;

g) прибор колориметрический: спектрофотометр для использования при длине волны 540 нм, обеспечивающий оптический путь измерения 1 см или более, или фотометр с фильтром, обеспечивающий оптический путь измерения 1 см или более, оснащенный желто-зеленым фильтром с максимальным коэффициентом пропускания при длине волны примерно 540 нм;

h) криогенный измельчитель с охлаждением жидким азотом или без него, предназначенный для измельчения образцов полимеров и электронных компонентов;

i) стакан градуированный из боросиликатного стекла или кварца вместимостью 150 мл или его аналог;

j) мерная посуда: посуда класса А или аналоги, обеспечивающие приемлемую точность и прецизионность. Допускается также использование другого мерного оборудования для измерения объема (например, автоматические разбавители) с приемлемой точностью и прецизионностью;

k) градуированные пипетки в ассортименте: стеклянная посуда класса А или аналоги, обеспечивающие приемлемую точность и прецизионность;

l) сосуд для разложения: стеклянная бутылка с резьбой (широкое горлышко) вместимостью 50 мл и минимальным внутренним диаметром 3 см;

m) стеклянная разделительная воронка вместимостью 100 мл;

n) фильтрующие мембраны (пропускная способность 0,45 мкм) предпочтительно на целлюлозной основе или из поликарбоната; шприцевой фильтр (пропускная способность 0,45 мкм): из нейлона или поливинилиденфторида;

o) шприцевой фильтр (насадка) С18;

p) сосуд для микроволнового разложения или подходящий градуированный сосуд из боросиликатного стекла или кварца, оснащенный мембраной для сброса давления свыше 1,0 МПа и вместимостью 50 мл или его аналог.

6 Отбор образцов

Образцы должны отбираться и храниться с использованием устройств и контейнеров, которые не содержат нержавеющую сталь.

Для растворимых полимеров (таких, как АБС, ПК и ПВХ) допустимые размеры частиц более 250 мкм, однако для полного растворения полимерной матрицы может потребоваться более длительное время растворения.

Нерастворимые или неизвестные полимеры и электронные компоненты, не содержащие сурьму Sb, должны быть измельчены в мелкодисперсный порошок (в соответствии с перечислением h) 5.2) перед разложением, чтобы способствовать экстракции, при этом 100 % материала должно быть просеяно через сито с размером ячеек 250 мкм, например стандартное сито № 60 ASTM.

Если идентификация полимерной матрицы неизвестна, то можно провести испытание на растворимость путем испытания небольшого количества образца с использованием органического растворителя. В качестве альтернативы может быть проведена инфракрасная спектроскопия (ИК) для идентификации полимерной матрицы. Присутствие сурьмы Sb может быть обнаружено с помощью рентгено-флуоресцентной спектроскопии (XRF).

7 Метод контроля

7.1 Экстракция Cr(VI) в растворимых полимерах — матрицах АБС, ПК и ПВХ

a) Взвешивают навеску образца массой 0,1 г. Помещают образец в сосуд для разложения (в соответствии с перечислением l) 5.2).

Примечание — Могут использоваться альтернативные количества для образцов с потенциально очень низкими или очень высокими концентрациями шестивалентного хрома Cr(VI).

b) Помещают 10 мл N-метилпирролидона (NMP) (в соответствии с перечислением a) 4.2) в сосуд для разложения (в соответствии с перечислением l) 5.2) и плотно закрывают крышку.

c) Растворяют каждый образец полимера с помощью ультразвуковой ванны (в соответствии с перечислением c) 5.2) при температуре 60 °C в течение 1 ч. Встряхивают сосуд с образцом вручную в течение примерно 10 с, так, чтобы суспендировать нерастворимые частицы, а затем снова помещают в ультразвуковую ванну при температуре 60 °C в течение 1 ч. Перед переходом к следующему этапу матрицу образца необходимо полностью растворить.

d) Для испытания на предмет восстановления в каждой матрице необходимо произвести точное взвешивание второго образца 0,1 г (или другого выбранного количества образца). Необходимо поместить его в сосуд для разложения (в соответствии с перечислением l) 5.2) и добавить в сосуд 10 мл N-метилпирролидона (NMP) (в соответствии с перечислением a) 4.2), затем плотно закрыть крышку. Затем выполняют анализ (в соответствии с перечислением c) 7.1), выбрав матричный контрольный раствор (в соответствии с перечислением o) 4.2) и добавив его непосредственно в образец. Выполняют анализ в соответствии с перечислениями e) и o) 7.1.

e) Встряхивают сосуд для разложения вручную и хорошо перемешивают, затем добавляют 200 мг $MgCl_2$ (в соответствии с перечислением e) 4.2) и 0,5 мл фосфатного буфера молярной концентрацией 0,5 моль/л (в соответствии с перечислением f) 4.2) в каждый сосуд для разложения. Снова встряхивают сосуд для разложения и хорошо перемешивают.

f) Отмеряют 20 мл раствора для разложения (в соответствии с перечислением h) 4.2), используя мерный цилиндр (в соответствии с перечислением j) 5.2), и медленно вливают в каждый сосуд для разложения (в соответствии с перечислением l) 5.1). Хорошо перемешивают.

g) Обрабатывают вышеуказанный раствор в ультразвуковой ванне при температуре 60 °C в течение 1 ч (встряхивают сосуд для разложения вручную и хорошо перемешивают через 0,5 ч).

h) Переносят вышеуказанное содержимое в стакан вместимостью 150 мл (перечисление i) 5.2). При постоянном перемешивании контролируют pH раствора, по каплям добавляя в стакан азотную кислоту HNO_3 (в соответствии с перечислением b) 4.2). Доводят pH раствора до показателя (7,5 ± 0,5).

i) Испытуемый раствор не фильтруют, даже если раствор образца мутный или присутствуют хлопьевидные осадки.

j) Добавляют 2,5 мл раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2) в каждый сосуд. Медленно добавляют в сосуд раствор серной кислоты H_2SO_4 (в соответствии с перечислением l) 4.2) и доводят pH раствора до показателя (2,0 ± 0,5).

k) Переносят количественно содержимое сосуда в мерную колбу вместимостью 100 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем водой до метки (в соответствии с перечислением p) 4.2). Хорошо перемешивают.

l) Отфильтровывают окрашенный раствор образца с помощью шприцевого фильтра с пропускной способностью 0,45 мкм (в соответствии с перечислением n) 5.2).

m) Переливают соответствующую часть раствора в абсорбционную ячейку размером 1 см и измеряют ее коэффициент поглощения при длине волны 540 нм с помощью колориметрического прибора (в соответствии с перечислением g) 5.2). Измерения проводят в течение 30 мин при изменении цвета.

n) Необходимо откорректировать показания коэффициента поглощения образца посредством вычитания значения коэффициента поглощения холостой пробы при изменении окраски раствора в ходе проведения анализа.

o) Используют откорректированные показания коэффициента поглощения, определяют наличие шестивалентного хрома Cr(VI) по его концентрации с помощью калибровочной кривой.

7.2 Экстракция Cr(VI) в нерастворимых/неизвестных полимерах и электронике — без Sb

a) Производят точное взвешивание образца 0,15 г. Помещают образец в сосуд для разложения (в соответствии с перечислением p) 5.2).

Примечание — Могут использоваться альтернативные количества для образцов с потенциально очень низкими или очень высокими концентрациями Cr(VI).

b) К каждому образцу добавляют 10 мл раствора для разложения (в соответствии с перечислением h) 4.2) и 5 мл толуола (в соответствии с перечислением i) 4.2), отмеренного с помощью мерного цилиндра (в соответствии с перечислением j) 5.2).

c) Для испытания на предмет восстановления в каждой матрице необходимо произвести точное взвешивание второго образца 0,15 г и поместить его во второй сосуд для разложения (в соответствии с перечислением p) 5.2). Выбирают контрольный раствор (в соответствии с перечислением h) или o) 4.2) и добавляют его непосредственно в образец. Добавляют 10 мл раствора для разложения (в соответствии с перечислением h) 4.2) и 5 мл толуола (в соответствии с перечислением i) 4.2), отмеренного мерным цилиндром (в соответствии с перечислением j) 5.2).

d) К каждому образцу добавляют 400 мг хлорида магния $MgCl_2$ (в соответствии с перечислением e) 4.2) и 0,5 мл фосфатного буфера молярной концентрацией 1,0 моль/л (в соответствии с перечислением f) 4.2) и хорошо перемешивают.

Хлорид магния $MgCl_2$ добавляют в раствор для коррекции возможной реакции окисления/восстановления хрома, которое может быть вызвано аналитическим методом.

e) Нагревают каждый образец до температуры от 150 °C до 160 °C в закрытом сосуде для разложения (в соответствии с перечислением p) 5.2), используя микроволновую печь или подходящее нагревательное устройство (в соответствии с перечислением b) 5.2). Затем поддерживают температуру от 150 °C до 160 °C в течение 1,5 ч и дают образцу остыть до комнатной температуры.

f) Отделяют органическую фазу в сосуде с помощью делительной воронки (в соответствии с перечислением m) 5.2) и удаляют ее. Водную фазу фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм (в соответствии с перечислением n) 5.2).

Промывают сосуд для разложения (в соответствии с перечислением p) 5.2) три раза водой (в соответствии с перечислением p) 4.2) и отфильтровывают. Если фильтр с пропускающей способностью 0,45 мкм забивается, необходимо использовать фильтровальную бумагу с большим размером пор для предварительной фильтрации образцов.

g) Промывают внутри колбу для фильтрования водой (в соответствии с перечислением p) 4.2) и переливают фильтрат и промывочные растворы в чистый сосуд вместимостью 150 мл (в соответствии с перечислением i) 5.2).

h) В полученный раствор (в соответствии с перечислением g) 7.2) при постоянном перемешивании и контроле pH добавляют по каплям азотную кислоту HNO_3 (в соответствии с перечислением b) 4.2). Доводят pH раствора до показателя (7,5 ± 0,5).

i) Если образец раствора прозрачный после корректировки pH, добавляют 2,5 мл раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2) в каждый сосуд. Медленно добавляют в сосуд раствор серной кислоты H_2SO_4 (в соответствии с перечислением l) 4.2) и доводят pH раствора до (2,0 ± 0,5). Переходят к анализу в соответствии с перечислением l) 7.2. Если раствор мутный или содержит хлопьевидный осадок (мутный, хлопьевидный и некристаллический) или наблюдается окраска раствора, то необходимо выполнить анализ в соответствии с перечислением j) 7.2.

j) Если раствор мутный или присутствует хлопьевидный осадок, образец необходимо пропустить через мембранный фильтр 0,45 мкм (в соответствии с перечислением n) 5.2). Если в образце раствора присутствует цвет, отфильтровывают раствор с помощью шприцевого фильтра C18 (в соответствии с перечислением o) 5.2) перед добавлением раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2). Если раствор остается прозрачным после любой стадии фильтрации, добавляют в сосуд 2,5 мл раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2). Медленно добавляют в сосуд раствор серной кислоты H_2SO_4 (в соответствии с перечислением l) 4.2) и доводят pH раствора до (2,0 ± 0,5). Выполняют анализ в соответствии с перечислением l) 7.2. Если раствор окрашен или мутен после какой-либо стадии фильтрации, медленно добавляют раствор серной кислоты H_2SO_4 (в соответствии с перечислением l) 4.2) в сосуд и доводят pH раствора до 2,0 ± 0,5. Выполняют анализ в соответствии с перечислением k) 7.2.

k) Количественно помещают каждый из окрашенных или мутных растворов в мерную колбу емкостью 50 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят до необходимого объема водой (в соответствии с перечислением p) 4.2). Переворачивают несколько раз для перемешивания. Отливают из колбы примерно 5 мл и регистрируют значение коэффициента поглощения с помощью колориметрического прибора (в соответствии с перечислением g) 5.2). Добавляют 2,5 мл раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2) к каждому образцу раствора для разложения, перемешивают и доводят объем образца раствора водой до метки 50 мл (в соответствии с перечислением p) 4.2). Переворачивают несколько раз для перемешивания и дают отстояться в течение 5—10 мин для полного проявления цвета. Выполняют анализ в соответствии с перечислением l) 7.2.

l) Количественно переливают содержимое сосуда в мерную колбу вместимостью 50 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем образца раствора водой до метки 50 мл (в соответствии с перечислением p) 4.2. Переворачивают несколько раз для перемешивания и дают отстояться 5—10 мин для полного проявления цвета.

m) Переливают соответствующую часть раствора в абсорбционную ячейку размером 1 см и измеряют ее коэффициент поглощения при длине волны 540 нм с помощью колориметрического прибора (в соответствии с перечислением g) 5.2). Анализ должен быть проведен как можно скорее с максимальной задержкой в 30 мин после экстракции.

n) Необходимо откорректировать показания коэффициента поглощения образца посредством вычитания значения поглощения холостой пробы в рамках процедур проявления цвета. Для окрашенных или мутных растворов после фильтрации в соответствии с перечислением j) 7.2 значение коэффициента поглощения необходимо откорректировать посредством вычитания показаний коэффициента поглощения, как указано в способе определения в соответствии с перечислением k) 7.2.

o) Используя откорректированные показания коэффициента поглощения, определяют наличие шестивалентного хрома Cr(VI) по концентрации с помощью калибровочной кривой.

8 Калибровка

8.1 Приборы с постоянной калибровкой

Колориметрические приборы, разработанные специально для обнаружения шестивалентного хрома Cr(VI) при длине волны 540 нм, могут иметь постоянную калибровку, предоставленную изготовителем, и тогда дальнейшая калибровка не требуется. Необходимо обратиться к инструкциям изготовителя, чтобы убедиться, что прибор работает должным образом и его рабочий диапазон подходит для данного анализа.

8.2 Калибровка приборов

8.2.1 Общие требования

Калибровка колориметрического прибора должна проводиться с использованием как минимум холостой пробы и трех стандартных растворов.

Устанавливают колориметрический прибор на нуль с помощью холостого стандарта с концентрацией 0,0 мкг/мл и сохраняют данный раствор для повторной установки прибора на нуль перед измерением образцов и стандартных растворов.

Проводят измерения стандартных растворов. Выстраивают калибровочную кривую и определяют линейную зависимость коэффициента поглощения (ордината или ось y) от концентрации шестивалентного хрома Cr(VI) в мкг/мл (абсцисса или ось x) по результатам измерения каждого стандартного раствора, включая результат измерения холостой пробы с концентрацией 0,0 мкг/мл. Калибровочные кривые могут использоваться в течение одного месяца с момента их создания.

Внутренняя проверка с помощью калибровочного стандарта должна выполняться каждый день для контроля качества.

a) Для приготовления калибровочных стандартов матрица должна быть такой же, как и образец раствора. После стадии разложения (в соответствии с перечислением g) 7.1 или перечислением g) 7.2) добавляют подходящий объем стандартного раствора шестивалентного хрома Cr(VI) (в соответствии с перечислением k) 4.2). Используют стандартный раствор шестивалентного хрома Cr (VI) (в соответствии с перечислением j) 4.2) для создания концентраций в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/л шестивалентного хрома Cr(VI). Готовят пробу и минимум три стандартных раствора.

Можно использовать альтернативный диапазон концентраций стандартных растворов, если концентрация шестивалентного хрома Cr(VI) в образце раствора находится за пределами исходной калибровочной кривой. Растворы образцов также могут быть разбавлены, если они более концентрированны, чем самая высокая концентрация калибровочного раствора. Кроме того, в случаях, когда доступен базовый полимер без шестивалентного хрома Cr(VI), рекомендуется подготовить калибровочные стандарты с базовым полимером для достижения наиболее близкого соответствия калибровки матрицы.

b) При постоянном перемешивании контролируют pH, по каплям добавляя в стакан азотную кислоту HNO_3 (в соответствии с перечислением b) 4.2), как установлено в соответствии с перечислением g) 7.2. Доводят pH раствора до показателя 7,5 ± 0,5.

c) Добавляют 2,5 мл раствора дифенилкарбазида (в соответствии с перечислением m) 4.2) в каждый сосуд. Медленно добавляют в сосуд раствор серной кислоты H_2SO_4 (в соответствии с перечислением l) 4.2) и доводят pH раствора до показателя 2,0 ± 0,5.

d) Переносят количественно содержимое сосуда в мерную колбу вместимостью 50 мл (в соответствии с перечислением j) 5.2) и доводят объем образца раствора водой до метки 50 мл (в соответствии с перечислением p) 4.2). Переворачивают несколько раз для перемешивания и дают отстояться 5—10 мин для полного проявления цвета.

e) Переливают соответствующую часть раствора в абсорбционную ячейку размером 1 см и измеряют ее коэффициент поглощения при длине волны 540 нм с помощью колориметрического прибора (в соответствии с перечислением g) 5.2).

f) Необходимо откорректировать показания коэффициента поглощения образца посредством вычитания значения коэффициента поглощения холостой пробы в рамках процедур проявления цвета.

g) Необходимо построить калибровочную кривую путем построения скорректированных значений поглощения в зависимости от концентрации шестивалентного хрома Cr(VI). Для построения калибровочной кривой можно применить линейную регрессию или квадратичную аппроксимацию. Калибровочная кривая должна иметь коэффициент корреляции (R^2) > 0,995, в противном случае должна быть построена новая калибровочная кривая.

9 Обработка результатов испытаний

Концентрацию шестивалентного хрома Cr(VI) рассчитывают по формуле (1):

$$C = \frac{A \cdot D \cdot F}{S}, \quad (1)$$

где C — общая концентрация шестивалентного хрома Cr(VI) в образце, мкг/г;

A — наблюдаемая концентрация шестивалентного хрома Cr(VI) в растворе, мкг/мл или мкг/г;

D — коэффициент разбавления;

F — конечный объем раствора, мл; или конечная масса раствора, г;

S — начальная масса образца, г.

Относительную разницу, %, рассчитывают по формуле (2):

$$R = \frac{|S - D|}{0{,}5 \cdot (S + D)} \cdot 100, \quad (2)$$

где R — относительная разница в процентах, %;

S — концентрация Cr(VI) в образце, наблюдаемая в начальном испытании, мкг/г;

D — концентрация Cr(VI) в образце, наблюдаемая в повторном испытании, мкг/г.

Примечание 1 — Аналогичный расчет, приведенный в формуле (1), также может использоваться для получения концентраций шестивалентного хрома Cr(VI) в начальных и повторных испытаниях.

Восстановление растворов рассчитывают по формуле (3):

$$SR = \frac{SS - US}{SA} \cdot 100, \quad (3)$$

где SR — восстановление контрольного раствора в процентном выражении, %;

SS — концентрация Cr(VI) в образце с добавкой, мкг/г;

US — концентрация Cr(VI) в образце без добавок, мкг/г;

SA — концентрация Cr(VI), используемая в растворе для игл, мкг/г.

Примечание 2 — Формула (1) также может быть использована для получения концентраций шестивалентного хрома Cr(VI) в образце с добавлением или без добавления добавок.

10 Прецизионность измерений

Международное межлабораторное исследование (IIS), организованное Техническим комитетом IEC TC 111, во время разработки данного метода показало, что на экстракцию шестивалентного хрома Cr(VI) значительное влияние оказывают матрица образца и присутствие сурьмы (особенно Sb^{+3}). Следовательно, пригодность данного метода варьируется и зависит от конкретной композиционной матрицы испытуемого образца. IIS показало широкий диапазон результатов для четырех типов полимеров, содержащих уровни шестивалентного хрома Cr(VI) от 106 до 1 325 мкг/г. Воспроизводимость результатов, полученных для всех материалов, составила от 2,8 % до 5,7 % относительного стандартного отклонения.

- Четыре лаборатории предоставили по три результата измерений, полученных при испытании образца АБС (IIS4C-A1), содержащего шестивалентный хром Cr(VI), а также сурьму. Все двенадцать результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Две лаборатории предоставили по три результата измерений, полученных при испытании АБС (IIS4C-B2), содержащего шестивалентный хром Cr(VI). Все шесть результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Две лаборатории предоставили по три результата измерений, полученных при испытании ПК (IIS4C-C3), содержащего шестивалентный хром Cr(VI). Все шесть результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Четыре лаборатории предоставили по три результата измерений, полученных при испытании ПК (IS4C-D4), содержащего шестивалентный хром Cr(VI), а также сурьму. Одиннадцать из двенадцати результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Шесть лабораторий предоставили по три результата измерений, полученных при испытании ПВХ (IIS4C-E5), содержащего шестивалентный хром Cr(VI). Все восемнадцать результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Шесть лабораторий предоставили по три результата измерений, полученных при испытании ПВХ (IIS4C-F6), содержащего шестивалентный хром Cr (VI), а также сурьму. Все восемнадцать результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Пять лабораторий предоставили по три результата измерений, полученных при испытании полипропилена (ПП) (IIS4C-G7), содержащего шестивалентный хром Cr (VI). Четырнадцать из пятнадцати результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

- Шесть лабораторий предоставили по три результата измерений, полученных при испытании ПП (IIS4C-H8), содержащего шестивалентный хром Cr (VI). Все восемнадцать результатов хорошо коррелировали с ожидаемым значением.

Статистические данные приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Статистические данные IIS

Образец	Аналит	Среднее значение, мг/кг	Ожидаемое значение, мг/кг	Номер результата испытания [*n*]	Стандартное отклонение повторяемости, мг/кг	Повторяемость, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости, мг/кг	Воспроизводимость, мг/кг	Количество участвующих лабораторий [*n*]
IIS4C-A1 (АБС/Sb)	Cr(VI)	1028	1082	12	61,9	173,4	109,3	306,2	4

Окончание таблицы 1

Образец	Аналит	Среднее значение, мг/кг	Ожидаемое значение, мг/кг	Номер результата испытания [*n*]	Стандартное отклонение повторяемости, мг/кг	Повторяемость, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости, мг/кг	Воспроизводимость, мг/кг	Количество участвующих лабораторий [*n*]
IIS4C-B2 (АБС)	Cr(VI)	760	787	6	21,0	58,8	30,7	85,9	2
IIS4C-C3 (ПК)	Cr(VI)	716	803	6	22,6	63,4	25,6	71,6	2
IIS4C-D4 (ПК/Sb)	Cr(VI)	983	1043	11	40,5	113,4	127,2	356,1	4
IIIS4C-E5 (ПВХ)	Cr(VI)	1281,4	1300	18	45,1	126,2	246,7	970,9	6
IIS4C-F6 (ПВХ/Sb)	Cr(VI)	425,5	418,8	18	17,5	49,1	86,3	241,6	6
IIS4C-G7 (ПП)	Cr(VI)	91,1	106	14	3,9	10,9	15,7	43,9	5
IIS4C-H8 (ПП)	Cr(VI)	888,1	1325	15	40,8	114,3	147,6	413,4	5

11 Обеспечение и контроль качества

11.1 Общий метод

Образцы должны испытываться партиями не более чем по 20 образцов, включая все образцы, холостые пробы, дополнительные образцы и испытания на восстановление раствора. Необходимо подготовить и проанализировать не менее одной холостой пробы на партию для проверки на загрязнение и эффекты памяти. В каждой партии должен быть приготовлен как минимум один образец в двух экземплярах. Результаты для дубликатов образцов должны иметь относительную разницу ≤20 %; в противном случае партию следует повторно проанализировать. Лабораторный контрольный образец должен анализироваться с частотой один анализ на партию.

11.2 Метод коррекции восстановления матричного эффекта

Так как данный метод испытаний подвергается воздействию относительно сильных матричных эффектов, необходимо указать восстановление матричного раствора для каждого образца, имеющего уникальное происхождение. Уникальное происхождение может включать в себя любое из следующих обстоятельств: разные заказчики (даже если полимер аналогичен предыдущему образцу); разные партии (даже если полимер аналогичен предыдущему образцу); разные полимеры; разные добавки (даже если полимер аналогичен предыдущему образцу), а также все остальные изменения в источнике происхождения образца. Испытание на восстановление матричного раствора начинают с усиления образца перед разложением, поддерживая пиковые значения на стадиях разложения и проявления окраски.

а) Предварительно разложенный матричный образец должен анализироваться для каждого отдельного образца. Выбирают один из двух следующих вариантов:

- добавляют к образцу 1,0 мл матричного раствора (в соответствии с перечислением о) 4.2) или повышают концентрацию, в два раза превышающую концентрацию образца, в зависимости от того, что больше;
- взвешивают с требуемой точностью навеску 1,0 мг $PbCrO_4$ и добавляют к образцу раствора (в соответствии с перечислением g) 4.2) определенное количество $PbCrO_4$ для удвоения концентрации образца, в зависимости от того, что больше.

b) Производят разложение и колориметрические измерения такого образца.

c) Допустимый диапазон степени извлечения матричного раствора образца должен составлять от 50 % до 125 %, или образец должен быть повторно испытан. В случае, если степень извлечения менее 50 %, количество матричного раствора для повторного испытания необходимо удвоить. В случае, если степень извлечения более 125 %, необходимо повторить испытание с использованием такого же количества раствора. Если значение степени извлечения, полученное в ходе повторных испытаний, выходит за пределы диапазона значений 50 % — 125 %, то метод считается непригодным для анализируемого образца, а результаты не фиксируются.

Примечание 1 — Степень извлечения матричного раствора образцов АБС, ПК, ПВХ и нерастворимых/неизвестных полимеров и электроники без сурьмы Sb ожидается на уровне значений от 75 % до 125 %. Другие материалы могут иметь степень извлечения матрицы менее 75 %.

d) Если значение степени извлечения находится в пределах значений свыше 75 % или менее 125 %, то результат для образца и предел обнаружения (LOD) не должны корректироваться.

e) Если значение степени извлечения образца находится в пределах от 50 % до 75 %, то результат и предел обнаружения (LOD) для образца должны корректироваться согласно степени извлечения. То есть результат должен умножаться на коэффициент (100%-ное извлечение добавочного количества). Затем необходимо умножить предполагаемое значение предела обнаружения (LOD) на такой же коэффициент.

f) Если результат испытания образца откорректирован в соответствии с перечислением e) 11.2, то результат превышает полученное значение предела обнаружения (LOD), откорректированное в соответствии с перечислением e) 11.2; следовательно, необходимо зафиксировать откорректированные результаты испытания образца. В противном случае следует сообщить исправленное значение предела обнаружения (LOD) как результат для этого образца.

Примечание 2 — Допустим, что значение предела обнаружения (LOD) составляет 2 мкг/г для испытываемого образца, содержащего шестивалентный хром Cr(VI), а значение степени извлечения матричного раствора образца равняется 50 %, тогда откорректированное значение предела обнаружения (LOD) для данного испытываемого образца равно 2 мкг/г · (100 %/50 %) = 4 мкг/г. Если результат испытания составляет 100 мкг/г, то откорректированный результат испытания равен 100 мкг/г · (100 %/50 %) = 200 мкг/г. В данном случае в протоколе испытаний будет указано значение 200 мкг/г.

12 Предел обнаружения (LOD) и предел количественного определения (LOQ)

12.1 Общие положения

Предел обнаружения (LOD) или предел обнаружения метода (MDL) в общем случае представляет собой наименьшее количество или концентрацию аналита в испытуемом образце, которые можно достоверно отличить от нуля для данной системы измерения.

Предел обнаружения прибора представляет собой способность прибора отличать низкие концентрации аналита от нуля в холостой пробе или стандартном растворе и обычно используется изготовителем для демонстрации измерительных возможностей системы (например, атомно-абсорбционного спектрометра). Хотя предел обнаружения прибора может использоваться, он часто значительно ниже, чем предел обнаружения полного процесса измерения аналитическим методом.

Пределы обнаружения всех аналитических методов лучше всего определяются экспериментальным путем посредством проведения повторных независимых измерений матриц образцов с низким уровнем или обогащенных образцов, охватывающих всю процедуру испытаний, включая экстракцию или разложение образца. Для анализа рекомендуется провести не менее шести измерений с концентрацией аналита, которая в 3—5 раз превышает расчетный предел обнаружения метода. Для того чтобы определить весь предел обнаружения метода для всей процедуры испытания, стандартное отклонение повторных измерений следует умножить на соответствующий коэффициент. Международный союз теоретической и прикладной химии (IUPAC) рекомендует использовать коэффициент 3 для минимального количества из шести измерений, в то время как Управление по охране окружающей среды США (US EPA) использует односторонний доверительный интервал с множителем, равным значению критерия Стьюдента (*t*-критерий), выбранному для нескольких повторных испытаний, и значению дове-

рительной вероятности (например, t = 3,36 для шести повторных испытаний для 99%-ной доверительной вероятности).

Предел количественного определения (LOQ) или расчетный предел количественного определения для заданной измерительной системы можно выразить как наименьшую концентрацию, которая может быть точно определена с заданной или допустимой погрешностью в условиях лабораторных испытаний. Допустимый предел прецизионности определяется как 10%-ное относительное стандартное отклонение или выражается как постоянная величина, кратная (от 2 до 10) пределу обнаружения метода.

12.2 Определение предела обнаружения (LOD) и предела количественного определения (LOQ)

Для определения предела обнаружения метода и предела количественного определения шестивалентного хрома Cr(VI) в полимерах и электронике проводят следующий метод:

a) взвешивают с требуемой точностью соответствующее количество полимера или образца материала, используемого для изделий электроники, заведомо не содержащего шестивалентный хром Cr(VI) (например, эталонный образец материала IRMM VDA) или другие соединения, которые могут оказывать влияние на ход испытаний, в соответствии с методом, приведенным в разделе 7. Помещают образец в сосуд вместимостью 50 мл (в соответствии с перечислением l) 5.2). Повторяют данный шаг минимум пять раз;

b) добавляют в каждый из сосудов (в соответствии с перечислением l) 5.2) навеску 10 мкг шестивалентного хрома Cr(VI), используя 100 мкл раствора для добавления матричного раствора (в соответствии с перечислением o) 4.2);

c) проводят метод испытания, указанный в разделе 7, путем процесса разложения и колориметрических измерений;

d) вычисляют концентрацию шестивалентного хрома Cr(VI) (мкг/г), как указано в разделе 9, и определяют степень извлечения шестивалентного хрома Cr(VI) с добавлением добавок для каждого из образцов.

$$SR = \frac{S \cdot M}{SA} \cdot 100, \quad (4)$$

где SR — степень извлечения добавленного шестивалентного хрома Cr(VI), %;

S — измеренная концентрация, мкг/г;

M — масса образца, г;

SA — количество добавок (10 мкг).

- степень извлечения шестивалентного хрома Cr(VI) должна составлять значение от 70 % до 125 % для каждого из образцов. Если степень извлечения выходит за пределы для любого из повторных испытаний, то испытания и определение степени извлечения повторяют;

e) предел обнаружения метода получают путем вычисления стандартного отклонения s для повторных испытаний (минимум 6 испытаний). Затем стандартное отклонение умножают на значение t-критерия Стьюдента для общего количества повторных испытаний (n) для $n - 1$ степеней свободы. Перечень значений t-критерия Стьюдента для 6—10 образцов приведен в таблице 2.

Пример — Для 6 повторных испытаний и 6 − 1 = 5 степеней свободы значение t будет 3,36.

Все анализы, используемые для расчета предела обнаружения метода (MDL), должны быть последовательными.

Таблица 2 — Предел обнаружения метода ($t \cdot (s_{n-1})$)

Количество образцов	t-критерий Стьюдента (99%-ная доверительная вероятность)
6	3,36
7	3,14

Окончание таблицы 2

Количество образцов	*t*-критерий Стьюдента (99%-ная доверительная вероятность)
8	3,00
9	2,90
10	2,82

f) предел количественного определения определяется умножением предела обнаружения метода на коэффициент 5.

Пределы обнаружения метода и предел количественного определения варьируются от лаборатории к лаборатории.

Как правило, предел обнаружения метода 8 мкг/г и предел количественного определения от 20 до 40 мкг/г оказались достижимыми с использованием данного метода.

13 Протокол испытаний

В разделе приводится информация, которая должна быть отражена в протоколе испытаний, содержащем следующие результаты испытаний:

a) образец;

b) применяемый стандарт (включая год его публикации);

c) применяемый метод (7.1 или 7.2);

d) предел обнаружения (LOD) или предел количественного определения (LOQ);

e) любые допустимые отклонения от процедуры (объем выборки, объем извлечения и т. д.);

f) любые наблюдаемые необычные особенности;

g) дата испытаний;

h) численное значение результата, округленное до двух значащих цифр.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
IEC 62321-1	IDT	ГОСТ IEC 62321-1—2016 «Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 1. Введение и обзор (IEC 62321-1:2013)»
ISO 3696	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - IDT — идентичный стандарт; - MOD — модифицированный стандарт.		

Библиография

[1] United States Environmental Protection Agency (EPA), EPA method 7196A, «Chromium, Hexavalent (colourimetric)», July 1992 (Агентство по охране окружающей среды США (EPA), метод EPA 7196A «Хром шестивалентный (колориметрический метод)»)

[2] United States Environmental Protection Agency (EPA), EPA method 7196A, «Chromium, Hexavalent (colorimetric)», July 1992 (Агентство по охране окружающей среды США (EPA), EPA-метод 7196A «Шестивалентный хром (колориметрический метод)»)

[3] Korea Agency of Technology and Standard (KATS), KS M 0169:2010, «Determination of Hexavalent Chromium in Polymers by UV-Visible Spectrophotometry (Organic Solvent Dissolution Method)", October 2010 (Корейское агентство технологий и стандартов (KATS), KS M 0169:2010 «Определение шестивалентного хрома в полимерах с помощью УФ-видимой спектрофотометрии (метод растворения органических растворителей)», октябрь 2010 г.)

[4] Inui, T., Fujita, K., Kitano, M. and Nakamura, T., «Determination of Cr(III) and Cr(VI) Sub-ppb Levels in Water with Solid-Phase Extraction/Metal Furnace Atomic absorption Spectrometry», Analytical Sciences, Vol. 26, p. 1093, October 2010 (Определение уровней Cr(III) и Cr(VI) в воде с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии твердофазной экстракции/металлической печи)

[5] IEC 62321:2008, Electrotechnical products — Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers) (Продукция электротехническая. Определение уровней шести регламентированных веществ (свинца, ртути, кадмия, шестивалентного хрома, полибромбифенилов, полибромированных дифениловых эфиров)

[6] Jeong Sook K., Young Rak C., Youn Sung K., Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in plastics using organic-assisted alkaline extraction. Analytica Chimica Acta, vol. 690, p. 182—189, 2011 (Определение шестивалентного хрома (Cr(VI)) в пластмассах с использованием щелочной экстракции с добавлением органических веществ)

[7] Kil Jae L., Yeo Jin L., Young Rak C., Jeong Sook K., Youn Sung K., Determination of new materials for the determination of cadmium, chromium, mercury and lead in polycarbonate. Analytica Chimica Acta. vol. 758, p. 19—27, 2013 (Определение новых материалов для определения кадмия, хрома, ртути и свинца в поликарбонате)

[8] IEC 62321-2, Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation (Определение некоторых веществ в электротехнических изделиях. Часть 2. Разборка, отсоединение и механическая подготовка образца)

[9] ASTM E1272-02, Standard specification for laboratory glass graduated cylinders (Стандартная спецификация для лабораторных стеклянных мерных цилиндров)

[10] ISO 648, Laboratory glassware — Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

[11] Youn Sung K, Young Rak C, Jeong Sook K., Tetrahydrofuran (THF) — assisted alkaline extraction to determine hexavalent chromium (Cr (VI)) in retandant polymer containing Sb (III). J. Anal. At. Spectrom., 30, p. 225—231, 2015 (Тетрагидрофуран (ТГФ) — щелочная экстракция для определения шестивалентного хрома (Cr(VI)) в полимере, удерживающем твердость, содержащем Sb(III))

[12] IEC 62321-5, Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS (Определение некоторых веществ в электротехнических изделиях. Часть 5. Определение кадмия, свинца и хрома в полимерах и электронике, а также кадмия и свинца в металлах методами AAS, AFS, ICP-OES и ICP-MS)

УДК 621.3:543.632.495 МКС 31.020; 71.040.50 IDT

Ключевые слова: хром шестивалентный, колориметрический метод, экстракция, реактивы

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 04.04.2024. Подписано в печать 09.04.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru