МКС 43.040.10

к ГОСТ IEC 62321-4-2016 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 4. Определение ртути в полимерах, металлах и электронике методами CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	–	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУ ТНПА № 6-2019)

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ IEC 62321-4-2016

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕГЛАМЕНТИРОВАННЫХ ВЕЩЕСТВ В ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЯХ

Часть 4

Определение ртути в полимерах, металлах и электронике методами CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS

ВЫЗНАЧЭННЕ РЭГЛАМЕНТАВАНЫХ РЭЧЫВАЎ У ЭЛЕКТРАТЭХНІЧНЫХ ВЫРАБАХ

Частка 4

Вызначэнне ртуці ў палімерах, металах і электроніцы метадамі CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES і ICP-MS

(IEC 62321-4:2013, IDT)

Издание официальное

Госстандарт
Минск

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 49-2016 от 28 июня 2016 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий межгосударственный стандарт идентичен международному стандарту IEC 62321-4:2013 Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS (Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 4. Определение ртути в полимерах, металлах и электронике методами CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS).

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).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 августа 2016 г. № 66 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 апреля 2017 г.

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

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 таких веществ, как свинец (Pb), ртуть (Hg), кадмий (Cd), шестивалентный хром (Cr(VI)), содержащийся в неорганических и органических соединениях, а также два типа бромированных огнестойких ингибиторов, включая полибромбифенилы (PBB) и полибромированные дифениловые эфиры (PBDE), в электротехнических изделиях регламентируется национальным законодательством.

Целью стандартов серии IEC 62321 является установление методов контроля, которые позволят определить уровень регламентированных веществ в электротехнических изделиях.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕГЛАМЕНТИРОВАННЫХ ВЕЩЕСТВ В ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЯХ
Часть 4
Определение ртути в полимерах, металлах и электронике методами CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS

ВЫЗНАЧЭННЕ РЭГЛАМЕНТАВАНЫХ РЭЧЫВАЎ У ЭЛЕКТРАТЭХНІЧНЫХ ВЫРАБАХ
Частка 4
Вызначэнне ртуці ў палімерах, металах і электроніцы метадамі CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES і ICP-MS

Determination of certain substances in electrotechnical products
Part 4
Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

Дата введения 2017-04-01

1 Область применения

В настоящем стандарте приводится описание методов определения содержания ртути в полимерах, металлах и электронике методами CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS.

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания ртути (Hg) в материалах, которые используются в изделиях электротехнического назначения. К таким материалам относятся полимеры, металлы и электроника (например, печатные платы, флуоресцентные лампы с холодным катодом, ртутные реле). Правила обращения с батареями, содержащими ртуть, приведены в [1]. В ходе межлабораторных исследований была произведена оценка методов испытаний только по отношению к пластмассам; другие матрицы не изучались.

В настоящем стандарте образец рассматривается, как объект, подлежащий обработке и измерениям. Что представляет собой образец или как его получить определяется субъектом, проводящим испытания. Дальнейшие руководство по получению типовых образцов из готовых электронных изделий, которые будут проверены на содержание регламентированных веществ, установлено в IEC 62321-2. Следует отметить, что выбор и/или определение образца может повлиять на интерпретацию результатов испытаний.

В настоящем стандарте приводится описание четырех методов, а именно: CV-AAS (атомно-абсорбционная спектрометрия методом «холодного пара»), CV-AFS (атомно-флуоресцентная спектрометрия методом «холодного пара»), ICP-OES (оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой) и ICP-MS (масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой), а также рассматривается несколько процедур подготовки раствора образца, на основании которого эксперты могут выбрать наиболее подходящий метод анализа.

Спектрометрические способы анализа CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS позволяют определить целевой элемент Hg с высокой точностью (неопределенность находится в нижней части процентного диапазона) и/или высокой чувствительностью (на уровне мкг/кг). Методы испытаний, рассматриваемые в настоящем стандарте, должны обеспечить максимальный уровень точности и достоверности для концентраций ртути в диапазоне от 4 до 1 000 мг/кг. При этом данные методы могут использоваться и для анализа более высоких концентраций.

Для прямого анализа также может быть применен метод термического разложения с последующей амальгамацией золота в сочетании с CV-AAS (TD (G)-AAS) для анализа уровня содержания ртути без разложения образца, хотя значения пределов обнаружения будут выше, чем при применении других методов из-за уменьшенного размера образца.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

IEC 62321-1:2013 Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 1 Introduction and overview (Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 1. Введение и обзор)

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

IEC 62321-3-1:2013 Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 3-1: Screening — Lead, mercury, cadmium, total chromium and total bromine using X-ray fluorescence spectrometry (Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 3-1. Скрининг. Анализ свинца, ртути, кадмия, общего хрома и общего брома методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии)

IEC 62554 Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Подготовка образцов для измерения уровня ртути в люминесцентных лампах)

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

3 Термины, определения и сокращения

3.1 Термины и определения

Для целей настоящего стандарта применяют термины и определения, установленные в IEC 62321-1, а так же следующие:

3.1.1 **достоверность** (accuracy): Точность соответствия между результатами испытаний и принятым эталонным значением.

3.1.2 **холостой калибровочный раствор** (blank calibration solution): Калибровочный раствор, не содержащий аналит .

3.1.3 **калибровочный стандартный образец** (calibration standard): Вещество в твердом или жидком состоянии с известной и стабильной концентрацией аналита (ов), используемое для определения характеристики прибора (калибровочной кривой) по отношению к концентрации аналита (ов).

3.1.4 **калибровочный раствор** (calibration solution): раствор, используемый при калибровке прибора, подготовленный как из исходного раствора так и из сертифицированного стандартного образца.

3.1.5 **сертифицированный стандартный образец** (certified reference material): Эталонный материал, сопровождаемый сертификатом, одно или более значений параметров которого сертифицированы по процедуре, которая устанавливает его неопределенностью и прослеживаемость.

3.1.6 **лабораторный контрольный образец** (laboratory control sample): проба матрицы с известным составом типового представителя целевого аналита, используемая для представления документации лаборатории [2].

3.1.7 **реагентный холостой раствор** (reagent blank solution): раствор, подготовленный на основе добавления в растворяющее вещество количества реагентов равного добавленному в анализируемый раствор образца (равный конечный объем).

3.1.8 **матричный раствор** (stock solution): Раствор с точно известной концентрацией аналита (ов), изготовленный из «чистых химикатов».

3.1.9 **проба** (test portion): Количество материала, отобранного от анализируемого образца (или от лабораторного образца, если они одинаковы), непосредственно на котором проводятся испытания или исследования [3].

3.1.10 **анализируемый раствор образца** (test sample solution): раствор, подготовленный на основе пробы анализируемого образца в соответствии с установленными требованиями таким образом, чтобы он мог использоваться для последующих измерений.

3.2 Сокращения

В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ПК (LOQ)	Предел квантификации
ПО (LOD)	Предел обнаружения
ПОМ (MDL)	Предел обнаружения метода

CCO (CRM)	Сертифицированный стандартный образец
CV-AAS	Атомно-абсорбционная спектрометрия методом «холодного пара»
CV-AFS	Атомно-флуоресцентная спектрометрия методом «холодного пара»
CCFL	Люминесцентная лампа с холодным катодом
CCV	Непрерывная проверка калибровки
LCS	Лабораторный контрольный образец
TD(G)-AAS	Атомно-абсорбционная спектрометрия методом термического разложения (с последующей амальгамацией золота)

Примечание — Обычно под TD(G)-AAS понимается либо прямой анализ ртути либо метод динамического механического анализа.

4 Реактивы и материалы

4.1 Общая информация

Для определения элементов на уровне следов должны использоваться реактивы соответствующей чистоты.

Загрязнение может оказаться основным источником погрешности при работе с приборами в диапазоне 1 нг. Данную проблему можно минимизировать посредством правильной и аккуратной работы с приборами и оборудованием. Используемая вода должна быть только 1 класса (4.2, перечисление a). Все материалы, контактирующие с водой, не должны содержать ртути.

Химические вещества, используемые для подготовки образца, могут оказаться основными источниками загрязнения. Должны использоваться только те реактивы, которые не содержат ртути. Настоятельно рекомендуется проводить измерение контрольных значений восстановительных реактивов и других химических веществ перед тем, как они будут использоваться для приготовления образцов.

4.2 Реактивы

Должны использоваться следующие реактивы:

a) Для приготовления и разбавления всех растворов образцов должна использоваться вода класса 1 по ISO 3696.

b) 65%-ный (по массе) раствор азотной кислоты ($\rho(HNO_3)$ = 1,4 г/мл), пригодный для анализа следовых количеств металлов (“trace metal” grade)».

c) 50%-ный (по массе) раствор азотной кислоты, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

d) Раствор азотной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/л, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

e) 1%-ный (по массе) раствор азотной кислоты, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

f) 1,5%-ный (по массе) раствор азотной кислоты, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

g) 5%-ный (по массе) раствор азотной кислоты, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

h) 50%-ный (по массе) раствор фтороборной кислоты (HBF_4), пригодный для анализа следовых количеств металлов (для микроволнового разложения).

i) 30%-ный (по массе) раствор перекиси водорода (H_2O_2), пригодный для анализа следовых количеств металлов (для микроволнового разложения).

j) Матричный раствор ртути концентрации 1000 мг/л, пригодный для анализа следовых количеств металлов.

k) Раствор тетрагидридобората калия (борогидрида калия) (KBH_4), пригодный для анализа следовых количеств металлов.

l) 5%-ный раствор (по массе/объему), перманганата калия ($KMnO_4$), пригодный для анализа следовых количеств металлов.

Растворить 5 г перманганата калия в 100 мл воды (4.2, перечисление a).

m) Раствор тетрагидридобората натрия (борогидрида натрия) ($NaBH_4$), пригодный для анализа следовых количеств металлов.

n) Раствор гидроксида натрия (NaOH), пригодный для анализа следовых количеств металлов.

o) Раствор тетрахлороаурата (III) водорода (золотохлористоводородной кислоты) тетрагидрата ($HAuCl4 \cdot 4H_2O$), пригодный для анализа следовых количеств металлов.

p) Матричный раствор внутреннего стандарта, пригодный для анализа следовых количеств металлов:

- элементы внутреннего стандарта, которые не создают помех для целевого элемента, используются для ICP-OES и ICP-MS. При этом присутствие данных элементов внутреннего стандарта в растворе образца должно находиться на ничтожно низком уровне. В качестве элементов внутреннего стандарта могут использоваться Sc, In, Tb, Lu, Re, Rh, Bi и Y;
- для использования с ICP-OES рекомендуется Sc или Y. Рекомендуемая концентрация составляет 1000 мг/л;
- для использования с ICP-MS рекомендуется Rh. Рекомендуемая концентрация составляет 1000 мкг/л.

q) Восстановительный реактив для CV-AAS: 3%-ный (по массе) раствор $NaBH_4$ в 1%-ном (по массе) растворе NaOH.

Растворить 10,0 г гидроксида натрия (4.2, перечисление n) в примерно 700 мл воды (4.2, перечисление a) в стакане и размешивать до полного растворения. Добавить 30,0 г тетрагидридобората натрия в виде порошка (4.2, перечисление m), размешать до растворения. В конце переместить в 1 л мерную колбу, добавить воды до метки (4.2, перечисление a) и отфильтровать. Такой раствор приготавливается ежедневно.

Рекомендуется использовать восстановительный раствор, содержащий тетрагидридоборат натрия в растворе гидроксида натрия. Если имеющаяся ртутно-гидридная система не может работать с данным восстановителем, вместо него можно использовать хлорид или сульфат олова (II). При этом необходимо соблюдать инструкции, приведенные в руководстве по эксплуатации прибора.

r) Восстановительный реактив для CV-AFS: 1%-ный (по массе/объему) раствор KBH_4 в 0,05%-ном (по массе) растворе NaOH.

Растворить 0,50 г гидроксида натрия (4.2, перечисление n) в примерно 700 мл воды (4.2, перечисление a) в стакане и размешивать до полного растворения. Добавить 10,0 г тетрагидридобората калия (4.2, перечисление k) размешать до растворения. В конце переместить в 1 л мерную колбу, добавить воды до метки (4.2, перечисление a) и отфильтровать. Такой раствор приготавливается ежедневно.

Рекомендуется использовать восстановительный раствор, содержащий тетрагидридоборат калия в растворе гидроксида натрия. Если имеющаяся ртутно-гидридная система не может работать с данным восстановителем, вместо него можно использовать хлорид или сульфат олова (II). При этом необходимо соблюдать инструкции, приведенные в руководстве по эксплуатации прибора.

s) Консервированный матричный раствор золота (1 мл = 100 мкг).

Рекомендуется приобретать раствор AuCl3 в разбавленной матрице соляной кислоты высокой чистоты.

t) Перлит.

В качестве альтернативы могут использоваться химически чистые реагенты, за исключением проведения методов ICP-MS.

4.3 Материалы

Должны использоваться следующие материалы:

a) Ртутный коллектор для системы теплового разложения с последующей амальгамацией золота.

Раствор из 1 г тетрахлораурата водорода (III) тетра гидрата (4.2, перечисление o) и 20–30 мл воды (4.2, перечисление a) добавить к 3 г перлита с размером частиц 420–590 мкм, который затем смешивают до гомогенного состояния. После сушки при температуре около 80 °C, коллектор загружают в трубчатую печь с циркуляцией воздуха и нагревают в течение 30 мин при температуре приблизительно равной 800 °C.

5 Оборудование

5.1 Общая информация

Сбор и хранение стеклянной лабораторной посуды представляют собой важную часть анализа на содержание ртути независимо от типа испытательного образца. Ввиду высокой чувствительности рассматриваемых методов анализа на содержание ртути выполнение каждой отдельной стадии отбора образцов требует большой осторожности и внимания.

Стаканы, пипетки, мерные колбы и т.д., все основные источники загрязнения металла. Необходимо использовать пластик без содержания ртути, кварцевую стеклянную посуду для обработки проб.

Все оборудование для отбора образцов, их обработки и хранения не должны содержать ртути. Всю стеклянную посуду необходимо погрузить в 50%-ный (м/м) раствор азотной кислоты (4.2, перечисление c) на 24 ч при комнатной температуре, а затем тщательно промыть ее водой (4.2, перечисление a).

Для измерений при использовании методов ICP-OES и ICP-MS, эффект памяти возникает в тех случаях, когда установлены высокие концентрации ртути. Разбавление раствора образца требуется для высоких уровней содержания ртути. Если эффект памяти не уменьшается при разбавлении, требуется тщательное мытье оборудования.

5.2 Оборудование

Должно использоваться следующее оборудование:

a) Аналитические весы с точностью измерения до 0,0001 г.

Для мокрого разложения требуется оборудование согласно 7.1:

b) Нагревательный реактор, оснащенный реакционными сосудами, дефлегматорами и абсорбционными сосудами (для разложения металлов и электроники).

c) Стекловолоконный фильтр 0,45 мкм.

Для микроволнового разложения требуется следующее оборудование согласно 7.2:

d) Микроволновая система приготовления образцов, оснащенная держателем образцов и сосудами из политетрафторэтилена/модифицированного тетрафторэтилена высокого давления (PTFE/TFM) или перфторалкоксилалкановой смолы/модифицированного тетрафторэтилена (PFA/TFM) или другими сосудами из фторуглеродистых материалов (для разложения металлов, содержащих значительные количества кремния (Si), циркония (Zr), гафния (Hf), титана (Ti), тантала (Ta), ниобия (Nb) или вольфрама (W), а также пластмасс).

e) Стекловолоконный фильтр (боросиликатное стекло) с размером ячеек 0,45 мкм и подходящей чашкой фильтра.

f) Мерные колбы 25, 250 мл и т. д. (приспособления из политетрафторэтилена/перфторалкоксилалкановой смолы или стеклянная посуда).

Вместо мерных колб, если возможно, могут использоваться другие типы мерных приспособлений заданной точности и достоверности.

g) Пипетки 1, 2, 5, 10 мл и т. д. (приспособления из политетрафторэтилена/перфторалкоксилалкановой смолы или стеклянная посуда).

h) Микропипетки 200, 500, 1000 мкл и т. д.

i) Пластмассовые контейнеры для стандартных растворов и растворов для разложения (приспособления из политетрафторэтилена/перфторалкоксилалкановой смолы).

j) Атомно-абсорбционный спектрометр холодного пара (CV-AAS).

k) Атомно-флуоресцентный спектрометр холодного пара (CV-AFS).

l) Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES).

m) Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

n) Газообразный аргон, чистота которого составляет не менее 99,99 %.

o) Термическая система амальгамации золота.

6 Подготовка образцов и проб

Для разных методов испытания, которые могут использоваться в качестве альтернативы согласно настоящему стандарту, требуется разное количество образца для обеспечения необходимого качества получаемых результатов.

Образец электроники необходимо сначала механически разрушить (например, посредством дробления, размалывания, измельчения с LN_2-охлаждением до улетучивания ртути), и только после это начать химическое растворение порошка. Чтобы обеспечить репрезентативность образца на данной стадии, необходимо обеспечить определенный размер частиц как функции начального количества образца (см. IEC 62321-2).

Для определения содержания ртути в односторонних (компактных) и двухсторонних (длинных) флуоресцентных лампах, необходимо соблюдать инструкции, приведенные в IEC 62554.

При использовании термической системы амальгамации золота, образец должен быть измельчен в грануляторе и заранее гомогенизирован. Сложные образцы, такие как металлы, должны быть перемолоты так мелко насколько это возможно. Необходимо поместить от 50 до 200 мг образца в лодочку для образца. При использовании присадок, их в количестве 0,5 г необходимо рассыпать тонким слоем на поверхности лодочки для образца, затем равномерно рассыпать образец и поверх него рассыпать еще 2 г присадок.

Рекомендуется проводить анализ водного раствора образца, содержащего ртуть, непосредственно после подготовки образца. Если такая возможность отсутствует, необходимо подходящим способом стабилизировать раствор и хранить его не более 28 дней при комнатной температуре.

7 Процедура испытаний

7.1 Мокрое разложение (разложение электронных компонентов)

Мокрое разложение рекомендуется для переработки металлов и электронных устройств, за исключением металлов, содержащих существенные количества Si, Zr, Hf, Ti, Ta, Nb или W. Для данных материалов, а также для полимеров рекомендуется использовать микроволновое разложение согласно 7.2.

a) Примерно 1 г образца взвешивается в реакционном сосуде, затем добавляется 30 мл концентрированной азотной кислоты (4.2, перечисление b). (Когда количество образца достигнет 500 мг или меньше, следует выполнить требования 7.2, перечисление a).

Сосуд, оснащенный дефлегматором и абсорбционной емкостью (сверху дефлегматора – см. рисунок A.1, приложение A), содержащей 10 мл азотной кислоты 0,5 моль/л (4.2, перечисление d). Для разложения образцов запускается программа нагревания на 1 ч при комнатной температуре и на 2 ч при температуре 90 °C.

После охлаждения до комнатной температуры содержимое абсорбционной трубки помещается в реакционный сосуд и полученный раствор переливается в 250 мл мерную колбу, которая заполняется при этом 5 % (по массе) азотной кислотой (4.2, перечисление g) до метки (если произошло полное разложение образца).

b) Для измерений с применением ICP-OES и ICP-MS полученный раствор образца может быть разбавлен водой (4.2, перечисление a) до необходимой для измерений концентрации. Перед тем как заполнить емкость до заданной метки, необходимо добавить 250 мкл раствора внутреннего стандарта (4.2, перечисление p) на объем 250 мл.

c) Если образец (например, печатная плата) растворился не полностью, его необходимо пропустить через фильтр (5.2, перечисление e), а твердый остаток следует промыть четыре раза с использованием 15 мл 5%-ной (по массе) азотной кислоты (4.2, перечисление g). Полученный раствор необходимо перелить в 250 мл мерную колбу (5.2, перечисление f) и заполнить 5%-ной (по массе) азотной кислотой (4.2, перечисление g) до метки.

d) Остатки образца необходимо отделить с помощью центрифуги или фильтра. Содержание остатков необходимо проверить (например, с помощью рентгено-флуоресцентного анализа (РФА), щелочного плавления, кислотного гидролиза или другого метода) и убедиться в отсутствии в них целевых элементов. Руководство по проведению РФА приведено в IEC 62321-3-1.

7.2 Микроволновое разложение

Микроволновое разложение рекомендуется для следующих материалов, включая:

- металлы, содержащие значительные количества Si, Zr, Hf, Ti, Ta, Nb или W.
- полимеры, если доступное количество образца составляет менее 500 мг.

Рекомендуется, чтобы в рамках одного цикла разложения взвешивались одни и то же количества образцов одного и то того же типа.

Примечание 1 — Содержание ртути можно определить в одном и том же растворе с Pb и Cd, полученном в закрытой системе для кислотного разложения, описание которого приводится в [4].

a) Взвесить примерно 0,1 г образца до ближайшего 0,1 мг в сосуде из PTFE-TFM или PFA-TFM. Добавить 5 мл концентрированной азотной кислоты (4.2, перечисление b), 1,5 мл 50%-ного раствора HBF_4 (4.2, перечисление h), 1,5 мл 30%-ного H_2O_2 (4.2, перечисление i) и 1 мл воды (4.2, перечисление a). Закрыть сосуд и поместить в микроволновую печь для разложения в соответствии с заранее установленной программой. Пример подходящей программы микроволнового разложения приведен в приложении A.

Примечание 2 — Если отсутствует кислота HBF_4 достаточной чистоты, в качестве замены может использоваться фтористоводородная кислота (HF).

Перекись водорода должны быть добавлена только тогда, когда известны реакционноспособные компоненты образца. Перекись водорода может быстро и бурно вступать в реакцию с легко окисляющимися материалами и не должна добавляться, если образец содержит большие количества легко окисляющихся органических компонентов.

b) Сосуд необходимо охладить до комнатной температуры (примерно в течении 1 ч). Открыть сосуд, пропустить раствор через фильтр (5.2, перечисление e) в 25-миллиметровую колбу, промыть и заполнить водой до метки (4.2, перечисление a).

Полученные концентрированные растворы могут быть измерены непосредственно с помощью методов ICP-OES и ICP-MS, то есть разложение раствора может быть проанализировано без какой-либо дополнительной подготовки образца. При использовании методов CV-AAC и CV-AFS до проведения анализа ртуть восстанавливается в элементарное состояние.

7.3 Термическое разложение (система амальгамации золота)

Процедура должна быть выполнена следующим образом, но также необходимо следовать инструкциям по эксплуатации конкретного оборудования для получения более подробной информации:

a) Поставить сосуд с образцом в отверстие устройства автоматической смены образцов.

b) Установить заданную программу диапазона температуры и повысить температуру в камере нагрева образца.

c) Ртуть, соединения ртути и продукты сгорания газов, образующиеся от сгорания образца будут разлагаться в каталитической части печи, после чего они чистятся и подсушиваются в газопромывателе и влагопоглатителе.

d) Ртуть и другие газы попадают в трубку для сбора ртути, где только ртуть, захваченная в форме амальгамы, а также любые другие газы пропускаются через переключающий клапан.

e) Трубку для сбора ртути нагревают при постоянной температуре от 350 °C до 600 °C, и полученная ртуть попадает в абсорбционные или флуоресцентные ячейки. Затем измеряют высоту или площадь абсорбционного пика или интенсивности флуоресценции при длине волны 253,7 нм.

7.4 Подготовка реагентного холостого раствора

Данная процедура идентична процедуре приготовления образца, которая выполняется параллельно без использования образца.

8 Калибровка

8.1 Общая информация

Для всех анализов требуется разработка калибровочной кривой, которая должна охватывать соответствующий диапазон значений концентрации. Для подготовки калибрантов исходный матричный раствор (4.2, перечисление j) разбавляется 1,5%-ной азотной кислотой (4.2, перечисление f). Если используются методы внутреннего стандарта (ICP-OES и ICP-MS), необходимо добавить соответствующее количество раствора в матричный раствор внутреннего стандарта (4.2, перечисление p).

Приготовить реагентный холостой раствор 1,5%-ной азотной кислоты (4.2, перечисление f) и не менее трех калибровочных растворов в градуированных количествах в соответствующем диапазоне линейной части калибровочной кривой.

Калибровочные растворы должны храниться в пластмассовых контейнерах, не содержащих ртути. Матричный раствор (4.2, перечисление j) обычно остается стабильным на протяжении года, в то время как калибровочные растворы должны приготавливаться каждый день.

Стабильность калибровочного раствора Hg может в большой степени зависеть от поглощения на стенках емкости для хранения. Поэтому рекомендуется, чтобы для стабилизации данных растворов добавлялось несколько капель 5%-ного раствора $KMnO_4$ (4.2, перечисление l).

Примечание — Вместо перманганата калия допускается использование 1 %-ной (по массе/объему) раствора золота (Au).

8.2 Разработка калибровочной кривой

Спектрометры необходимо подготовить для квантификации с использованием реагентного холостого раствора и не менее трех калибровочных растворов.

a) Атомно-абсорбционная спектрометрия холодного пара (CV-AAS).

1) Определяются показания для поглощения целевого элемента Hg. Полученная калибровочная кривая показывает взаимосвязь между поглощением Hg и ее концентрацией.

2) Рекомендуемые значения длины волн и примеры рабочих параметров прибора указаны в подразделе A.3 (приложение A).

b) Атомно-флуоресцентная спектрометрия холодного пара (CV-AFS).

1) Определяются показания для флуоресцентной интенсивности целевого элемента Hg. Полученная калибровочная кривая показывает взаимосвязь между флуоресцентной интенсивностью Hg и ее концентрацией.

2) Рекомендуемые значения длины волн и примеры рабочих параметров прибора указаны в подразделе А.3 (приложение А).

c) Оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES).

1) Определяются показания для интенсивности излучения целевого элемента Hg и внутреннего стандарта. Полученная калибровочная кривая показывает взаимосвязь между коэффициентом интенсивностей излучения Hg и внутреннего стандарта и концентрацией Hg.

2) Рекомендуемые значения длины волн для Hg и примеры рабочих параметров прибора указаны в подразделе А.3 (приложение А)..

d) Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

1) Определяются показания для интенсивности масса/заряд (m/z) целевого элемента Hg и внутреннего стандарта. Полученная калибровочная кривая показывает взаимосвязь между коэффициентом m/z ртути и внутреннего стандарта и концентрацией Hg.

2) Рекомендуемые соотношения m/z для Hg и примеры рабочих параметров прибора указаны в подразделе А.3 (приложение А).

e) Атомно-абсорбционная спектрометрия методом термического разложения с последующей амальгамацией золота (TD(G)-AAS)

Четыре или пять калибровочных растворов, в том числе холостой калибровочный раствор, помещают непосредственно в лодочки для образцов с помощью микропипетки, одновременно корректируя количество, но в пределах рабочего диапазона измерений, и измеряют тем же способом, что и образец. Калибровочная кривая затем получают из соотношения корабля между количеством ртути и указанных значений. Например, в случае когда концентрация ртути в образце составляет около 10 мг/кг, используют 50 мкл, 100 мкл, 150 мкл и 200 мкл 100 мкг / мл исходного раствора для измерений и разработки калибровочной кривой от полученных результатов.

8.3 Измерение образца

После разработки калибровочной кривой производится измерение реагентного холостого раствора и анализируемого раствора образца. Если концентрация образца находится выше диапазона кривой концентрации, раствор должен разбавляться азотной кислотой 1%-ной (по массе) (4.2, перечисление e) до области калибровочной кривой с проведением повторных измерений.

Точность измерений проверяется с помощью стандартного образца, калибровочного раствора и т. д. через регулярные интервалы (например, один раз для каждых 10 образцов). Если необходимо, калибровочная кривая создается по-новому.

Если образец разбавляется в пределах области калибровки, концентрация внутреннего стандарта в разбавленном растворе образца должна настраиваться на стандартный раствор.

9 Расчеты

Концентрация, измеренная в 8.3, это концентрация ртути в растворе образца. Концентрация ртути в образце рассчитывается с помощью следующей формулы:

$$c = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V,$$

где c — концентрация ртути в образце, мкг/г;

A_1 — концентрация ртути в растворе образца, мг/л;

A_2 — концентрация ртути в реагентном холостом растворе, мг/л;

V — общий объем раствора образца, мл, который зависит от:

- типа используемого разложения (250 мл для мокрого разложения и 25 мл для микроволнового разложения)
- тип используемой серии разбавленных растворов

m — измеренное количество образца, г.

10 Прецизионность результатов

Когда значения двух независимых результатов одного испытания получены с использованием одного метода на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием того же оборудования в течение короткого промежутка времени, лежат в пределах средних значений, приведенных в таблице 1, абсолютная разница между двумя полученными результатами испытаний, не будет превышать предел повторяемости *r*, полученный путем статистического анализа результатов межлабораторных сравнительных испытаний Nos. 2 (IIS2) и 4A (4A IIS), более чем 5% случаев (см приложение B).

Когда значения двух отдельных результатов испытаний, получены с использованием одного метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, лежат в пределах значений, приведенных в таблице 1, абсолютная разница между двумя результатами не будет превышать предел воспроизводимости *R*, полученный путем статистического анализа результатов межлабораторных сравнительных испытаний Nos. 2 (IIS2) и 4A (4A IIS), более чем 5 % случаев.

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость результатов

Тип материала	Межлабораторное сравнительное испытание	Метод	Среднее значение, мг/кг	Предел повторяемости *r*, мг/кг	Предел воспроизводимости *R*, мг/кг
Полимер	2	CV-AAS	21,4	7,0	Недостаточно данных
			4,2	0,4	
			88,5	3,3	13,7
			883,5	45,1	165,1
	4A		30,0	1,6	3,7
			52,6	4,1	10,6
	2	CV-AFS	24,8	0,6	Недостаточно данных
			4,8	0,4	
	4A		30, 0	5,3	15,0
			52,6	7,1	27,2
	4A	TD(G)-AAS	31,3	0,7	4,2
			56,8	2,1	8,7
			22,7	2,4	5,5
	2	ICP-OES	25,4	7,2	19,2
			3,8	1,4	Недостаточно данных
			90,7	8,8	23,1
			901,7	116,2	192,7

Дополнительная информация приведена в приложении B.

11 Обеспечение качества и контроль

11.1 Общая информация

Раздел об обеспечении качества и контроля в отдельных стандартах на методы контроля должен включать в себя требования к контрольному образцу относительно частоты тестирования и критерия приемки. Этот раздел также должен включать особенности методов контроля установленного качества в отношении определения пределов обнаружения (ПО) и предела квантификации (ПК).

Содержание разделов ПО и ПК должно быть совместимо с описанием, приведенным в 11.2.

Примеры других особенностей методов контроля установленного качества включают в себя требования, касающиеся первоначальной проверки калибровки, холостого метода, контрольного лабораторного образца (LCS) и т. д., перечислены в таблице 2.

Таблица 2 — Критерии приемлемости объектов для контроля качества

Объект	Концентрация мг/кг в испытуемом образце	Критерии приемлемости
Калибровочная кривая		$R^2 > 0.995$
Первичная поверка калибровки	например, для ртути 1 мг/кг	Восстановление: (90–110) %
Непрерывная проверка калибровки	например, для ртути 1 мг/кг	Восстановление: (90–110) %
Холостой метод		< ПОМ
Лабораторный контрольный образец (LCS)	Середина диапазона калибровки	Восстановление: (80–120) %
Дубликат контрольного лабораторного образца	Середина диапазона калибровки	Относительное отклонение < 20 %

a) Первичная поверка калибровки выполняется каждый раз, когда устанавливается калибровочная кривая, с использованием стандарта из источника, отличного от калибровочного стандарта.

b) Должен быть проанализирован один холостой метод на каждую партию. Холостая матрица, которая не содержит ртуть, может быть использована в качестве метода холостой пробы.

c) В каждой партии один контрольный лабораторный образец (LCS) и дубликат лабораторного образца должны быть проанализированы с помощью добавления ртути в холостую матрицу. Кроме того, сертифицированный эталонный материал, содержащий ртуть может быть испытан в двух повторностях.

После прогона каждого десятого образца и в конце каждого набора образцов необходимо произвести анализ стандарта непрерывной проверки калибровки (CCV). Процентная величина восстановления для ртути должна составлять от 90 % до 110 %. Если процентная величина восстановления для ртути в стандарте CCV выходит за пределы данного диапазона, стандарт CCV должен анализироваться повторно в пределах 12 ч. Если величина восстановления остается за пределами диапазона и после этого анализ необходимо прервать и произвести техническое обслуживание системы, чтобы вернуть ее в оптимальное рабочее состояние. Все образцы, загруженные перед последним успешным стандартом CCV, могут указываться в протоколе испытаний, а все образцы, использованные после неудачного стандарта CCV, должны подвергаться повторному анализу с новой калибровкой.

11.2 Предел обнаружения (ПО) и предел квантификации (ПК)

Следующая экспериментальная процедура выполняется для определения предела обнаружения метода и предела квантификации ртути.

Ниже приводится описание экспериментальной процедуры, которая используется для определения ПО и ПК содержания ртути.

a) Произвести точное взвешивание соответствующего количества образца без содержания ртути (например, стандартного, сертифицированного образца) или какого-либо другого соединения, создающего помехи для анализа в соответствии с процедурой, установленной в разделе 7. Поместить образец в каждый лабораторный стакан (5.2, перечисления b или d или o). Данную операцию необходимо повторить не менее 5 раз.

b) Добавить в каждый химический стакан 10 мкг ртути с использованием матричного раствора (4.2, перечисление j).

c) Выполнить процедуру испытания согласно разделу 7 с применением разложения и спектроскопических измерений.

d) Произвести расчет концентрации ртути (мкг/г) согласно разделу 9 и определить процентное восстановление добавленной ртути для каждого из образцов.

$$SR = \frac{C \times M}{SA},$$

где SR — величина восстановления добавленной ртути, %;

C — измеренная концентрация, мкг/г;

M — масса образца, г;

SA — величина добавки (10 мкг) г.

Процентная величина восстановления ртути должна находиться в диапазоне от 80 % до 120 % для каждого из образцов. Если значение восстановления выходит за данные пределы для любой из выборок, всю процедуру экстракции и анализа необходимо повторить.

e) ПОМ можно получить посредством расчета стандартного отклонения *s* для выборок (минимум 6) анализа. Затем стандартное отклонение умножается на значение критерия Стьюдента (t-критерия) для общего числа выборок (n) для степени свободы n – 1. Список значений критерия Стьюдента (t-критерия) для 6–10 выборок приводится в таблице 3.

Пример – Для 6 выборок и 6 – 1 = 5 степеней свободы значение t будет составлять 3,36.

Примечание — Все анализы, используемые для расчета ПОМ, должны быть последовательными.

Таблица 3 — Пределы обнаружения метода = t × sn – 1

Число образцов (выборок)	Значение критерия Стьюдента (t-критерия) (доверительный уровень 99 %)
6	3,36
7	3,14
8	3,00
9	2,90
10	2,82

f) ПК определяется посредством умножения ПОМ на коэффициент 5.

Разные лаборатории могут иметь разные значения ПОМ и ПК.

В общем ПОМ со значением 2 мкг/г (ПК 10 мкг/г) считается достижимым при использовании данного метода, однако эти значения зависят от каждого прибора.

Приложение А
(справочное)

Практическое определение содержания ртути в полимерах, металлах и электронных устройствах посредством CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES и ICP-MS

А.1 Оборудование

Ниже приведен пример используемого оборудования.



Рисунок А.1 — Нагревательный реактор, оснащенный реакционным сосудом, дефлегматором и абсорбционным сосудом

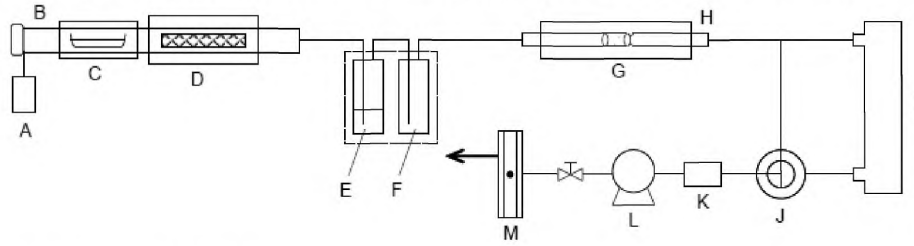
Таблица А.1 — Программа микроволнового разложения (пример) образцов (выходная мощность для пяти сосудов)

Операция	Время, мин	Выходная мощность, Вт	Давление ограничено до, МПа
1	5	400	3,5
2	5	600	3,5
3	12	800	3,5
4	20	800	4,0
5	3	500	4,0
Стадия вентиляции	20	0	–

А.2 Термическое разложение — система амальгамации золота

А.2.1 Общая информация

Система состоит из фильтра для удаления ртути, печи для нагрева образца, печи для разложения образца, охлаждающий осушитель, печь для сбора ртути, абсорбционная ячейка для атомно-абсорбционной спектрометрии методом «холодного пара» или флуоресцентная ячейка для атомно-флуоресцентной спектрометрии методом «холодного пара», переключающий клапан, аспиратор, расходомер и т.д. Однако некоторые из таких факторов как эффект матрицы, коэффициент разбавления и искажения полученных результатов должны быть подтверждены для данного метода.



A — Фильтр для удаления ртути;
B — Трубка для сгорания;
C — Печь для нагрева образца;
D — Печь для разложения образца;
E — Газовая промывалка;
F — Осушитель;
G — Печь для сбора ртути;
H — Трубка для сбора ртути;
I — Атомно-абсорбционная ячейка «холодного пара»;
J — Переключающий клапан;
K — Ловушка ртути;
L — Аспиратор;
M — Расходомер

Рисунок А.2 — Схема оборудования с AAS (пример)

А.2.2 Газ-носитель

В качестве газа-носителя обычно используется воздух. Газ, обогащенный кислородом, также может быть использован в качестве газа-носителя.

Кислород может привести к взрыву вследствие быстрого сгорания в печи для нагрева образца, в результате чего мгновенно появляется большое количество продуктов сгорания, которые могут превышать катализаторную способность нижнего потока печи разложения, или часть ртути, получаемой при разложении, может изменяться в оксид ртути. Следовательно, температура нагрева и скорости потока должны быть тщательно подобраны. Для флуоресцентной спектрометрии необходимо применение газа Ar.

Вся ртуть в газе-носителе должна быть удалены с помощью фильтра, изготовленного из активированного угля или золотой сетки.

А.2.3 Нагревательный элемент

Трубка для сгорания изготовлена из керамики или кварца. Сосуды для образцов сделаны из жаропрочных материалов. При анализе жидких образцов, сосуд должен быть изготовлен из кварца или керамики (не содержащих ртуть).

А.2.4 Печь для разложения

Катализатор, такой как оксид марганца, оксид меди, оксид кобальта или оксид платины, помещают через трубку для сжигания в печь для разложения таким образом, чтобы разложить любые органические веществ., и соединения ртути, при этом температура и скорость газа-носителя должны быть тщательно установлены для предотвращения образования оксида ртути.

А.2.5 Оборудования для мытья и сушки

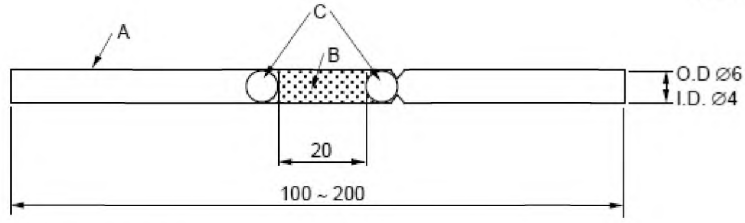
Если система имеет точку переохлаждения в ее трубах и нуждается в осушения влаги, охлаждающий осушитель удобнее в обращении и обслуживании, чем осушители, в которых в качестве влагопоглатителя используют перхлорат магния. Также более эффективные результаты были получены, когда газовые промывалки использовались до сушки. Стандартный буферный раствор должен быть использован для стирки газа.

А.2.6 Трубка для сбора ртути

Пример трубки для сбора ртути приведен на рисунке А.3.

В центре кварцевой стеклянной трубки расположено углубление, содержащее, в указанном порядке, мелкую стружку кварцевого стекла, ртутную ловушку, и мелкую стружку кварцевого стекла.

Размеры в миллиметрах



A — Кварцевая стеклянная трубка;
B — Ртутная ловушка;
C — Мелкая стружка кварцевого стекла;

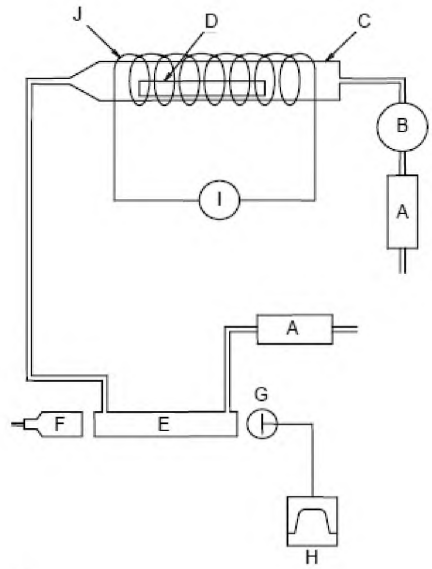
Рисунок А.3 — Трубка для сбора ртути (пример)

Термоустойчивый пористый носитель (перлит), покрытый золотом, используется в качестве ртутной ловушки. Печь для сбора ртути должна быть предварительно нагрета до 150 °С, чтобы предотвратить сбор органических газов и воды в ловушке. Органические газы и вода, при попадании в абсорбционную или флуоресцентную ячейку, будут создавать помехи для измерения ртути.

А.2.7 Анализ содержания ртути в CCFL

В случае CCFL-образца, пары ртути возбуждают часть паров ртути полученных при нагревании осколков CCFL-лампы. Полученные пары ртути затем попадают в атомно-абсорбционный спектрометр для измерения количества ртути без амальгамации. Интегратор начинает излучать ультрафиолетовые лучи, как только начинается нагрев.

Схема (пример) спектрометра для термического разложения/атомной абсорбции для CCFL показана на рисунке А.4.



A — Устройство удаления ртути;
B — Воздушный насос;
C — Кварцевая нагревательная трубка;
D — Кварцевая лодочка;
E — Кварцевая абсорбирующая кюветка;
F — Ртутная лампа;
G — Атомно-абсорбционный детектор;
H — Сумматор;
I — Элемент питания с контроллером;
J — Нагреватель

Рисунок А.4 — Схема (пример) спектрометра для термического разложения/атомной абсорбции для CCFL

А.3 Параметры приборов

Указанные параметры приборов — это примеры рабочих параметров приборов, которые могут быть разными, так как для отдельных приборов могут понадобиться альтернативные параметры. Рекомендуется использовать указанные значения длины волн и отношения массы к заряду; выбор других параметров в данном контексте может привести к недостоверным результатам.

a) CV-AAS (Атомно-абсорбционная спектрометрия холодного пара):
- Источник света: безэлектродная разрядная лампа или лампа с полым катодом;
- Длина волны: 253,7 нм;
- Ширина спектральной полосы: 0,7 нм;
- Продувочный газ: N_2 или Ar.

b) CV-AFS (Атомно-флуоресцентная спектрометрия холодного пара):
- Источник: Hg лампа с полым катодом, ток 30 мА, длина волны: 253,7 нм;
- Отрицательное высокое напряжение 360 В;
- Температура печи 800 °C;
- Газ-носитель потока Ar 0,6 л/мин, защитный газ 1,0 л/мин;
- Промывочная вода: 6%-ная HNO_3.

c) ICP-OES (Оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой):
- Длина волны Hg: 194,227 × 2 (2-й порядок) нм;
- Мощность высокочастотного генератора: 1150 Вт;
- Частота высокочастотного генератора: 27,12 МГц;
- Давление Ar: 0,16 МПа;
- Газ-носитель Ar: охлаждающий газ 14 л/мин, вспомогательный газ: 0,5 л/мин;
- Интенсивность поглощения образца 1,6 л/мин.

d) ICP-MS (масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой):
- m/z = 199, 200, 201, 202 (отношение массы к заряду Hg);
- Мощность высокочастотного генератора: 1200 Вт;
- Частота высокочастотного генератора: 27,12 МГц;
- Давление Ar: 0,28 МПа;
- Газ-носитель Ar: охлаждающий газ 16 л/мин, вспомогательный газ 1,0 л/мин.

Положение горелки, отбор образца по глубине, горизонтали, вертикали; линзы - все условия должны быть оптимизированы перед проведением измерения.

e) TD(G)-AAS (Атомно-абсорбционная спектрометрия методом термического разложения (амальгамации золота)
- Источник света: Ртутная (с парами) лампа низкого давления;
- Длина волны:253,7 нм;
- Газ-носитель: воздух или кислород.

Приложение B
(справочное)

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний Nos. 2 (IIS2) и 4A (IIS 4A)

Таблица B.1 — Статистические данные для TD(G)-AAS

Образец из полимера	Параметр	*m*, мг/кг	*v*, мг/кг	*n*	*s(r)*, мг/кг	*r*, мг/кг	*s(R)*, мг/кг	*R*,мг/кг
IIS 4A-04	Hg	31,28	33	18	0,246	0,69	1,50	4,19
IIS 4A-05	Hg	56,83	63	9	0,76	2,1	3,10	8,70
IIS 4A-08	Hg	22,67	24	15	0,856	2,40	1,96	5,47

Таблица B.2 — Статистические данные для CV-AAS

Образец из полимера	Параметр	*m*, мг/кг	*v*, мг/кг	*n*	*s(r)*, мг/кг	*r*, мг/кг	*s(R)*, мг/кг	*R*, мг/кг
IIS2-C10	Hg	21,4	25,3	3	2,5	7,0	Недостаточно данных	
IIS2-C11	Hg	4,2	4,5	2	0,1	0,4		
IIS2-C12	Hg	88,5	100,0	8	1,2	3,3	4,9	13,7
IIS2-C13	Hg	883,5	1 000	8	16,1	45,1	59,0	165,1
IIS 4A-04	Hg	30,03	33	15	0,55	1,55	1,32	3,70
IIS 4A-05	Hg	52,58	63	13	1,45	4,07	3,78	10,59

Таблица B.3 — Статистические данные для CV-AFS

Образец из полимера	Параметр	*m*, мг/кг	*v*, мг/кг	*n*	*s(r)*, мг/кг	*r*, мг/кг	*s(R)*, мг/кг	*R*, мг/кг
IIS2-C10	Hg	24,8	25,3	3	0,2	0,6	Недостаточно данных	
IIS2-C11	Hg	4,8	4,5	3	0,2	0,4		
IIS 4A-04	Hg	30,2	33	18	1,90	5,32	5,35	14,99
IIS 4A-05	Hg	54,6	63	18	2,55	7,14	9,70	27,16

Таблица B.4 — Статистические данные для ICP-OES

Образец из полимера	Параметр	*m*, мг/кг	*v*, мг/кг	*n*	*s(r)*, мг/кг	*r*, мг/кг	*s(R)*, мг/кг	*R*, мг/кг
IIS2-C10	Hg	25,4	25,3	6	2,6	7,2	6,8	19,2
IIS2-C11	Hg	3,8	4,5	3	0,5	1,4	Недостаточно данных	
IIS2-C12	Hg	90,7	100,0	9	3,1	8,8	8,2	23,1
IIS2-C13	Hg	901,7	1 000	9	41,5	116,2	68,8	192,7

где: *m* — среднее арифметическое результатов испытаний;
v — ожидаемое значение;
n — число принятых результатов;
s(*r*) — стандартное отклонение повторяемости;
r — предел повторяемости;
s(*R*) — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — предел воспроизводимости.

Библиография

[1] Battery Industry (EPBA, BAJ and NEMA), Standard Analytical Method for the Determination of Mercury, Cadmium and Lead in Alkaline Manganese Cells using AAS, ICP-OES and “Cold Vapor”, 1998

[2] US EPA 3015A:1998 Microwave assisted acid digestion of aqueous samples and extracts
(СВЧ-излучения с применением кислотного гидролиза водных образцов и экстрактивных веществ)

[3] ISO 6206:1979 Chemical products for industrial use — Sampling — Vocabulary
(Продукты химические технические. Отбор проб. Словарь)

[4] IEC 62321-5:2013 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-MS3
(Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 5. Определение кадмия, свинца и хрома в полимерах и электронных частях систем, а также кадмия и свинца в металлах методами AAS, AFS, ICP-OES и ICP-MS)

Дополнительные источники, не процитированные по тексту

US EPA 6010C:2000 Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry
(Метод эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой)

US EPA 6020A:1998 Inductively coupled plasma-mass spectrometry
(Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой)

US EPA 1631 Mercury in water by oxidation, purge and trap, and cold vapor atomic fluorescence spectrometry
(Определение содержания ртути в воде с применением оксидирования, деаэрации, фильтров-ловушек и атомно-флуоресцентной спектрометрии методом «холодного пара»)

US EPA 245.7 Mercury in water by cold vapor atomic fluorescence spectrometry
(Определение содержания ртути в воде с применением атомно-флуоресцентной спектрометрии методом «холодного пара»)

US EPA 7473:1998 Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation and atomic absorption spectrophotometry
(Определение содержания ртути в твердых веществах и растворах с применением термического разложения, амальгамации и атомно-абсорбционной спектрометрии)

US EPA 7474:1998 Mercury in sediment and tissue samples by atomic fluorescence spectrometry
(Определение содержания ртути в отложениях и тканевых образцах с применением атомно-флуоресцентной спектрометрии)

US EPA SW-846 Chapter 1 – Quality Control
(Глава 1 – Контроль качества)

JEL303 Practical quantitative analysis procedure for mercury contained in fluorescent lamps
(Практическая процедура количественного анализа ртути, содержащейся во флуоресцентных лампах)

JEL305 Practical method for the determination of mercury filled in fluorescent lamps for backlighting
(Практический метод для определения ртути, содержащейся во флуоресцентных лампах для заднего освещения)

EU Comol/Lission, Decision of 9 September 2002 establishing revised ecological criteria for the award of the community eco-label to light bulbs and amending decision 1999/568/EC; 2002/747/EC

California Environmental Protection Agency, Procedural SOP No. 914-S, Preparation of Cold Cathode Fluorescent Lamps for Mercury Testing, including WET and TCLP, Department of Toxic Substances Control Revision No. 2, 2004

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1 — Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочному международным стандартам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
IEC 62321-1:2013 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 1. Введение и обзор	IDT	ГОСТ IEC 62321-1-2016 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 1. Введение и обзор (IEC 62321-1:2013, IDT)
IEC 62321-2:2013 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 2. Разборка, отсоединение и механическая подготовка образца	IDT	ГОСТ IEC 62321-2-2016 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 2. Разборка, отсоединение и механическая подготовка образца (IEC 62321-2:2013, IDT)
IEC 62321-3-1:2013 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 3-1. Скрининг. Анализ свинца, ртути, кадмия, общего хрома и общего брома методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии	IDT	ГОСТ IEC 62321-3-1-2016 Определение регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Часть 3-1. Скрининг. Анализ свинца, ртути, кадмия, общего хрома и общего брома методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии (IEC 62321-3-1:2013, IDT)
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	IDT	ГОСТ ISO 3696-2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля (ISO 3696:1987, IDT)

УДК 621.3:543.272.81(083.74)(476) МКС 43.040.10 IDT
Ключевые слова: регламентированные вещества, оборудование электротехническое

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 21.09.2016. Подписано в печать 05.10.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 3,14 Уч.-изд. л. 1,42 Тираж 2 экз. Заказ 1807

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru