



中华人民共和国国家标准

GB/T 39560.1—2020/IEC 62321-1:2013

电子电气产品中某些物质的测定 第1部分：介绍和概述

**Determination of certain substances in electrical and electronic products—
Part 1: Introduction and overview**

(IEC 62321-1:2013, Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 1: Introduction and overview, IDT)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义、缩略语	1
3.1 术语和定义	1
3.2 缩略语	2
4 检测方法——概述	3
4.1 应用领域	3
4.2 样品	4
4.3 检测方法——流程图	4
4.4 质量保证与控制	6
4.5 空白溶液	6
4.6 基体匹配	6
4.7 检出限(LOD)和定量限(LOQ)	6
4.8 检测报告	7
4.9 替代的检测方法	7
附录 A (资料性附录) 检出限(LOD)或方法检出限(MDL)——计算实例	8
参考文献	10
图 1 检测方法流程图	4
表 1 典型的元素筛选和确证检测程序概要——制样方法	5
表 2 典型的元素筛选和确证检测程序概要——基于不同待测物质的分析方法	6
表 A.1 检测结果	8
表 A.2 t 分布值	8
表 A.3 计算结果	9

前 言

GB/T 39560《电子电气产品中某些物质的测定》目前分为以下几个部分：

- 第 1 部分：介绍和概述；
- 第 2 部分：拆解、拆分和机械制样；
- 第 3-1 部分：X 射线荧光光谱法筛选铅、汞、镉、总铬和总溴；
- 第 4 部分：CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物、金属和电子件中的汞；
- 第 5 部分：AAS、AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物和电子件中的镉、铅和铬与金属中的镉和铅；
- 第 6 部分：气相色谱-质谱仪(GC-MS)测定聚合物中的多溴联苯和多溴二苯醚；
- 第 7-1 部分：六价铬 比色法测定金属上无色和有色防腐镀层中的六价铬[Cr(VI)]；
- 第 7-2 部分：六价铬 比色法测定聚合物和电子件中的中六价铬[Cr(VI)]；
- 第 8 部分：气相色谱-质谱仪(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱仪(Py/TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯。

本部分为 GB/T 39560 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 IEC 62321-1:2013《电工产品中某些物质的测定 第 1 部分：介绍和概述》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 27025—2019 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025: 2017, IDT)

本部分还做了下列编辑性修改：

- 为了与我国现有标准系列一致，将标准名称改为《电子电气产品中某些物质的测定 第 1 部分：介绍和概述》。

本部分由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本部分起草单位：中国电子技术标准化研究院、深圳赛西信息技术有限公司、兰州北科维拓科技股份有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广东升威电子制品有限公司、浙江七星电子股份有限公司、深圳力先达科技有限公司、爱普生(中国)有限公司、广州海关技术中心、中国信息通信研究院、宁波检验检疫科学技术研究院、中兴通讯股份有限公司、纳优科技(北京)有限公司、搏力谋自控设备(上海)有限公司、海格电气(惠州)有限公司。

本部分主要起草人：邢卫兵、高坚、程涛、张涛、白洪海、洪金镛、杨宏辉、陈正辉、刘文敬、周明辉、柯桢、陈建国、王显、杨李锋、冯玉娟、杜佳琳。



电子电气产品中某些物质的测定

第 1 部分:介绍和概述

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 39560 的本部分只涉及样品的处理和检测,样品的类别和取样方式由检测机构确定。

需要注意的是样品的选择可能会影响检测结果的表述。

虽然本系列标准提供了取样的拆分程序指南,但它不确定或指定:

- 获得样品所需拆分程度的程序;
- 样品“单元”或“均质材料”的定义;
- 符合性评价程序。

注:关于符合性评价程序的进一步指南,可以参考 GB/Z 30374—2013^[2]。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 78-2:1999 化学 标准的格式 第 2 部分:化学分析方法 (Chemistry—Layouts for standards—Part 2:Methods of chemical analysis)

ISO/IEC 17025 检测和校准实验室能力的通用要求 (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

3 术语和定义、缩略语

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

分析物 analyte

被检测的物质。

3.1.2

电子件 electronics

电子电气产品中不能实际拆分到独立分离的材料,它不是金属或塑料(例如:陶瓷)或成分均一的材料。

示例:电阻、电容、二极管、集成电路、混合电路、专用集成电路、绕线元件、继电器及其材料。

注:电子件可包含聚合物材料,例如导电胶、带树脂封装的半导体器件(一般不含引脚)等,或者不包含聚合物材料,例如电子玻璃器件、电子陶瓷器件等。

3.1.3

现场可替换部件 **field replaceable unit**

使用普通工具就容易拆除(机械拆解)的零件、元器件或组件。

注：“容易拆除”的意思包括使用普通工具,如旋拧或分离等操作,但不包括对设备进行不可还原的破坏。

[IEC Guide 114:2005,定义 3.7]^[3]

3.1.4

基体 **matrix**

以某种形式或状态嵌入或附着分析物的材料或物质。

3.1.5

性能评价系统 **performance-based measurement system**

在数据需求、委托书或任务或项目的限制要求中规定的一组要求,这组要求可作为判断所选方法是否以成本效益的方式满足规定需求的准则。

注:该准则文件可以以规范、技术指南文件、许可证、工作计划或行政法规或规章的形式发布。

3.1.6

精密度 **precision**

规定条件下独立试验结果一致性的接近程度。

3.1.7

标准物质 **reference material**

一种充分均匀且特性稳定的材料,其制成预定适合用于标称特性的测量或检查。

3.1.8

重复性 **repeatability**

重复性条件下的精密度。

[GB/T 6379.1—2004,定义 3.13]^[1]

3.1.9

再现性 **reproducibility**

在再现性条件下的精密度。

[GB/T 6379.1—2004,定义 3.17]^[1]

3.1.10

筛选 **screening**

确定产品的代表性部分或部件中是否含有某些物质的分析方法,该方法通过与物质存在、不存在和进一步检测设定的对应限值比对以确定物质存在、不存在或需要进一步检测。

注:如果筛选方法测得的值不能判定是否含有待测物质,则可能需要进行进一步的确证分析或采用其他流程做出最终存在或不存在的决定。

3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

AAS:原子吸收光谱(Atomic Absorption Spectrometry)

C-IC:燃烧-离子色谱(Combustion-Ion Chromatography)

CV-AAS:冷蒸气原子吸收光谱(Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry)

CV-AFS:冷蒸气原子荧光光谱(Cold Vapour Atomic Fluorescence Spectrometry)

EPA:环境保护署(Environmental Protection Agency)

FRU:现场可替换部件(Field Replaceable Unit)

GC-MS:气相色谱-质谱法(Gas Chromatography-Mass Spectrometry)

GLP:良好实验室规范(Good Laboratory Practice)
 HPLC-UV:高效液相色谱-紫外光谱(High Performance Liquid Chromatography-Ultraviolet)
 IC:离子色谱法(Ion Chromatography)
 IAMS:离子附着质谱法(Ion Attached Mass Spectrometry)
 ICP-MS:电感耦合等离子体质谱(Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)
 ICP-OES:电感耦合等离子体发射光谱(Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry)
 IS:内标(Internal Standard)
 IUPAC:国际纯粹与应用化学联合会(International Union of Pure and Applied Chemistry)
 LOD:检出限(Limit of Detection)
 LOQ:定量限(Limit of Quantification)
 MDL:方法检出限(Method Detection Limit)
 PBB:多溴联苯(Polybrominated Biphenyl)
 PBDE:多溴二苯醚(Polybrominated Diphenyl Ether)
 PBMS:性能评价系统(Performance-Based Measurement System)
 PWB:印制线路板(Printed Wiring Board)
 QC:质量控制(Quality Control)
 UV-VIS:紫外可见光谱(Ultraviolet-Visible Spectroscopy)
 XRF:X射线荧光光谱(X-Ray Fluorescence Spectroscopy)

4 检测方法——概述

4.1 应用领域

某些物质含量的检测方法分为两个重要步骤:

- a) 分析检测方法;
- b) 实验室实施。

分析检测方法的制定和验证可以保证与其任务相适应。检测方法的结构与 ISO 78-2:1999 适用规定保持一致,举例如下:

- 前言;
- 引言;
- 检测方法名称;
- 警告;
- 范围;
- 规范性引用文件;
- 定义;
- 原理;
- 反应;
- 试剂和材料;
- 仪器;
- 采样;
- 程序;
- 计算;
- 精密度;

- 质量保证和控制规程；
- 特殊情况；
- 检测报告；
- 附录；
- 参考文献。

考虑到实验室具备实施其他来源的检测方法和标准的能力,因此,本部分未涉及实验室实施。实验室实施步骤包括采用合适的质量保证措施和使用实验室所用仪器设备对分析方法性能进行验证的方案。鼓励实验室建立质量保证体系,如采用良好实验室规范(GLP)和/或通过类似的国际或国家级的实验室认可(例如 ISO/IEC 17025)。

4.2 样品

本部分所指样品是指按照测定某些物质含量的检测方法进行检测和处理的对象。样品可以是聚合物、金属或者电子件。

实施检测方法的机构按照适用的规范性文件来确定样品或取得样品。

注:这里的机构是指委托检测工作的单位或实施检测工作的单位。实际上委托单位和实施检测单位应就检测样品达成一致意见。

机构可以从均质材料中准备样品。对于这类样品,宜选择适合于金属或聚合物的检测方法。

机构也可以从电子元器件、电子组件或现场可替换部件(FRU)准备样品。对于这类样品,宜选择适合于电子件的检测方法。

4.3 检测方法——流程图

图 1 给出了电子电气产品中某些物质含量检测方法的流程图。

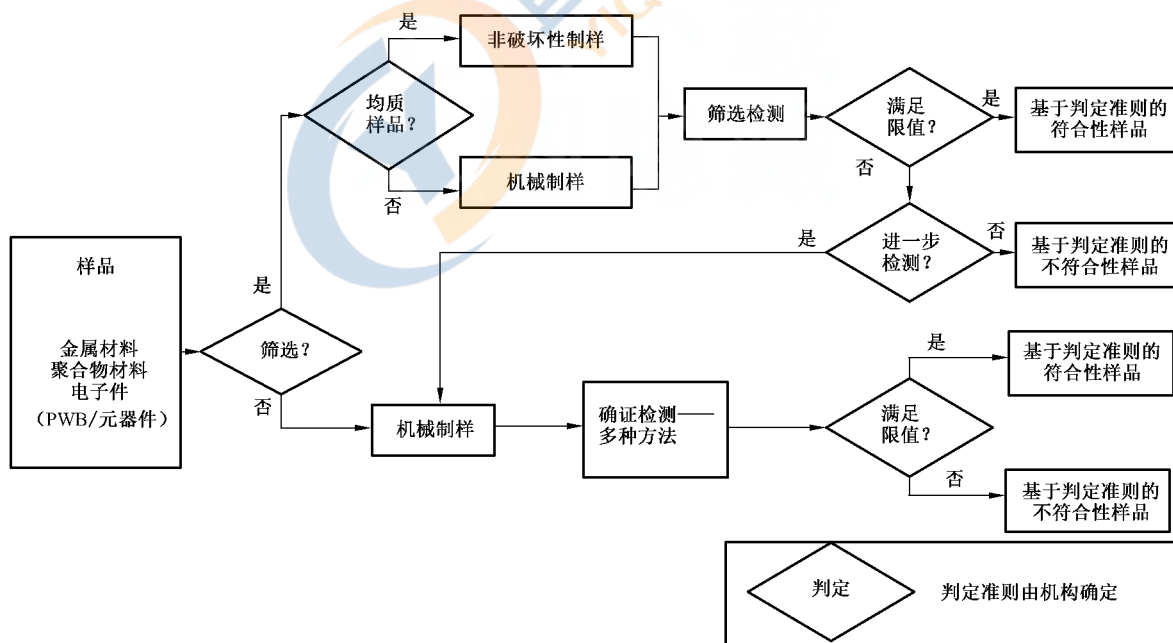


图 1 检测方法流程图

在获得样品后,需要确定是采用筛选程序还是采用确证检测程序。

用来评价电子电气产品中某些物质(如铅、镉、六价铬等)含量的“筛选”术语已被分析检测方法广泛引用。筛选方法为分析工作者提供了一种便捷评价样品中是否存在某些物质或某些物质有多少含量的

方法。筛选一般采用定性方法或半定量方法。如果在某些情况下实际目标物质难以直接分析,也可以使用定量的方法进行筛选(例如六价铬)。

然而,根据筛选结果,可能需要采用进一步的分析方法对某些物质是否存在或含量进行确证。这些确定性的分析方法称为确证检测方法。

虽然 X 射线荧光光谱法(XRF)是最常用的筛选方法,但筛选方法并不局限于这种分析检测技术。本系列标准的用户都能了解到有多种检测技术都可以用来进行“筛选”。

例如六价铬[Cr(VI)]的筛选,可以通过使用非破坏性的 XRF 法分析总铬含量来实现。同样,总铬含量可以通过使用破坏性的电感耦合等离子体发射光谱法测定。由于六价铬的含量不可能大于总铬含量,因此,这两种方法中的任意一种检测方法都可以充分有效的评价六价铬是否存在或者有多少含量。

同理,使用非破坏性 XRF 分析方法或 C-IC 方法可以用来测定总溴的含量。当总溴含量与这些化合物成分关联,这两种方法中的任意一种检测方法都可以有效地评价样品中多溴联苯或多溴二苯醚是否存在或者有多少含量。

然而在上述二例中,如果测得的元素总量比较高时,就需要用进一步的分析方法(如 UV-VIS 方法或 GC-MS 方法)来确证六价铬[Cr(VI)]或多溴联苯或多溴二苯醚化合物种类是否存在或有多少含量。

由此可见,经验丰富的分析人员可以有效采用不同的筛选程序来得到相同的结果。

筛选程序既可以通过直接检测样品(非破坏性制样)完成,也可以通过将样品粉碎均质化(机械制样)后完成。这一选择取决于样品的均匀性。许多均质材料(如聚合物、合金、玻璃)的代表性样品可以进行无损筛选,而对于其他复杂的样品(如 FRU),则使用机械制样比较合适。用于筛选检测和确证检测的机械制样程序是相同的。

确证检测程序通常是在筛选程序完成后(如需确定“筛选出的”溴是否源自所关注的溴化合物)来确认所关注的某些物质是否存在或有多少含量。或者,不依赖于筛选程序而直接使用确证检测程序。

确证检测程序通常是在样品经过机械制样和化学处理后选用适合被测样品和被测物质的方法进行,样品可以是聚合物、金属或电子件。

表 1 和表 2 给出了典型的筛选/确证检测方法概要,在具体的某些物质检测方法标准中有详细描述。

表 1 典型的元素筛选和确证检测程序概要——制样方法

程序	样品制备	聚合物	金属	电子件 (PWBs/组件)
样品制备	非破坏性	无须制样	无须制样	无须制样
	机械制样	粉碎或研磨	粉碎或研磨	粉碎或研磨
	化学制样	<ul style="list-style-type: none"> ● 水/碱萃取 ● 酸消解 ● 干法灰化 ● 有机溶剂萃取 ● 燃烧/萃取 ● 热汞齐法 	酸消解	<ul style="list-style-type: none"> ● 水/碱萃取 ● 酸消解 ● 有机溶剂/萃取 ● 燃烧/萃取

表 2 典型的元素筛选和确证检测程序概要——基于不同待测物质的分析方法

程序	待测物质类型	聚合物	金属	电子件 (PWBs/元器件)
分析检测	有机化合物(如 PB-DEs)	<ul style="list-style-type: none"> ● GC-MS ● IAMS ● HPLC-UV 	NA	<ul style="list-style-type: none"> ● GC-MS ● IAMS ● HPLC-UV
	元素溴	<ul style="list-style-type: none"> ● XRF ● IC 	NA	<ul style="list-style-type: none"> ● XRF ● IC
	离子形态[如 Cr(VI)]	比色法/UV-VIS	比色法/UV-VIS	比色法/UV-VIS
	元素(金属)分析 (如 Pb、Cd)	XRF、AAS、CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS		

确证检测程序完成后,方可判断样品是否满足机构对某些物质的限量要求。

4.4 质量保证与控制

适用时,各个检测方法标准的质量保证与控制条款将会包含对质控样的检测频率和接受准则的要求。这些条款还应包括关于测定检出限(LOD)和定量限(LOQ)等特定质量控制的方法。适用时,LOD和 LOQ 部分应与 4.7 所述内容一致。其他与方法有关的质量控制示例包括与方法空白、校准曲线核查标准、加标或替代样品和内标响应等有关的要求。

4.5 空白溶液

适用时,各个检测方法标准的精密度条款应包括重复性和再现性的表述(见 ISO 78-2:1999 中的附录 B),这些表述应有来自实验室间方法研究或等效研究的统计数据作支撑。

4.6 基体匹配

对于某些待测物质含量较低而其他化学元素或化合物含量相对较高的样品,或主要成分为某些待测物质的样品,其某些待测物质的检测方法常常与材料或基体相关。因此,应针对所测材料通过使用合适的空白样品和基体匹配的标准样品,或者通过将分析物与附着材料或基体分离的预处理步骤,对检测方法进行调整。电子产品中的主要材料(或基体)是聚合物(大多数工程塑料含有各种添加剂,有时还有表面涂层)、金属或合金(表面也可能有涂层)和电子件。对于电子产品,基体匹配可能比较困难。

4.7 检出限(LOD)和定量限(LOQ)

检出限(LOD)或方法检出限(MDL)通常是以最为简捷的方式给出某一测量系统从样品中能可靠地检出区别于零的分析物最低含量或浓度。

仪器检出限表示仪器能够检出空白或标准溶液中分析物的最低浓度,制造厂商常用它来表征其系统的测量能力(如原子吸收光谱仪)。尽管仪器检出限有用,但它们通常大大低于代表整个分析过程的方法检出限。

方法检出限(MDL)大多是通过低含量样品或基体加标样品(如塑料)进行重复、独立的全过程检测来确定,完整的检测包括样品消解或萃取。这种检测宜采用 6 个平行样,且平行样中分析物浓度为方法检出限估算值的 3~5 倍。整个检测过程的方法检出限是将上述平行测定结果的标准偏差乘以一个适当的系数。IUPAC 对于至少 6 次平行检测的情况建议这个系数取 3,而美国 EPA 则使用单边置信区间,其系数等于检测重复数和置信度所对应“学生-t 分布”值(如当重复数为 6 和置信度为 99%

时, $t=3.36$)。

注: 附录 A 中给出了一个解释性的计算实例。

某一测量系统的定量限(LOQ)或估算的定量限通常是指在实验室的常规操作条件下,在规定的或可接受的精密度限内能够可靠地检测出样品中分析物的最低含量。可接受的精密度限值通常定义为相对标准偏差的 10%,或者简单地表述为方法检出限的 2~10 倍。

4.8 检测报告

检测报告应涵盖检测实验室所做的工作,并准确、清晰和明确地给出每一项检测结果和其他相关信息等。每份检测报告至少应包括以下信息:

- a) 参与分析检测实验室名称、地址和检测地点以及操作者姓名;
- b) 样品接收日期和样品检测日期;
- c) 检测报告的唯一性标识(如:序列号)和每一页的标识,以及报告的总页数;
- d) 样品的描述和标识,包括产品拆分以获得测试样品的描述;
- e) 对本部分的引用,所采用的方法或性能等效方法(包括消解方法和仪器)的说明;
- f) 检出限(LOD)或定量限(LOQ);
- g) 样品检测结果,以毫克每千克(mg/kg)表示;
- h) 本部分中未明确规定的部分(可以作为报告的可选内容)以及任何可能影响结果的其他因素。

通过协议或其他方式规定的与检测方法的任何偏离。

当需要时,应能提供所有质量控制结果(如:方法空白结果、基体加标结果等)和所用标准物质清单及其来源。

对已发布的检测报告进行更正或补充,应仅以追加文件的形式并加以合适的标记,例如:“对序列号为×××检测报告的更正或补充(或者其他标识)”,并且应满足 4.2~4.6 的相关要求。

4.9 替代的检测方法

对于替代的检测方法、消解方法或者分析技术,只要其性能指标能通过检测方法中质量控制条款对应的性能评价系统(PBMS)准则的有效性确认,就可以被采用。与所述检测方法的任何偏离都应进行评估并且在检测报告中予以说明。

附录 A
(资料性附录)

检出限(LOD)或方法检出限(MDL)——计算实例

一个含镉量(约 9.5 mg/kg)约为估算方法检出限(约 2 mg/kg)3~5 倍的样品经 9 次平行单独消解和定量测定,其镉含量检测结果如表 A.1 所示。

表 A.1 检测结果

重复(消解)次数	测得的镉含量 mg/kg
1	9.49
2	10.20
3	9.79
4	9.44
5	9.42
6	9.80
7	9.94
8	8.89
9	10.20

根据表 A.2 选择合适的 t 分布值和式(A.1)计算出检出限(LOD)或方法检出限(MDL)。

表 A.2 t 分布值

平行测定次数(n)	$t_{(n-1, \alpha=0.99)}$
3	6.96
4	4.54
5	3.75
6	3.36
7	3.14
8	3.00
9	2.90
10	2.82

$$\text{LOD 或 MDL} = t_{(n-1, \alpha=0.99)} \times \text{标准偏差}(s_{n-1}) \dots\dots\dots (A.1)$$

定量限(LOQ)或估算定量限可以按表 A.3 所示检出限(LOD)或方法检出限(MDL)的固定倍数(例如 5)来计算表示。

表 A.3 计算结果

平均值	9.69 mg/kg
$t_{(n-1, \alpha=0.99)}$	2.90
标准偏差(s_{n-1})	0.42 mg/kg
LOD 或 MDL	1.22 mg/kg
LOQ 即 $5 \times \text{MDL}$	6.09 mg/kg

基于上述计算结果,将估算的 LOD 计为 1.2 mg/kg,LOQ 计为 6.0 mg/kg 是合适的。



参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(ISO 5725-1:1994, IDT)
- [2] GB/Z 30374—2013 电子电气产品中限用物质评价指南(IEC/TR 62476:2010, IDT)
- [3] IEC Guide 114:2005 Environmentally conscious design—Integrating environmental aspects into design and development of electrotechnical products(withdrawn)
- [4] ISO 5725 (all parts) Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
- [5] IEC 60730-1:2010 Automatic electrical controls for household and similar use—Part 1: General requirements
- [6] IEC/TS 62239:2008 Process management for avionics—Preparation of an electronic components management plan
- [7] ISO 6206 Chemical products for industrial use—Sampling—Vocabulary
- [8] ISO/IEC Guide 98-3 Uncertainty of measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- [9] ISO/IEC Guide 99 International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM)
- [10] ISO Guide 30 Terms and definitions used in connection with reference materials
- [11] ISO Guide 32 Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials
BECKER, D., Use of NIST Standard Reference Materials for Decisions on Performance of Analytical Chemical Methods and Laboratories, National Institute of Standards and Technology (NIST) Special Publication 829, 1992
- [12] International Union of Pure and Applied Chemistry, Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validation of Methods of Analysis (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 2002, vol. 74, no. 5, p. 835-855
- [13] International Union of Pure and Applied Chemistry, Nomenclature in Evaluation of Analytical Methods Including Detection and Quantification Limits, Pure Appl. Chem., 1995, vol. 67, no. 10, p. 1699-1723, United States Environmental Protection Agency (EPA), EPA SW-846, Chapter 1, Quality Control
-