



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.2—2003
代替 GB/T 10574.2—1989
GB/T 10574.3—1989

锡铅焊料化学分析方法 锑量的测定

Methods for chemical analysis of Tin-lead solders
—Determination of antimony content

2003-03-11 发布

2003-08-01 实施

前 言

本标准是对 GB/T 10574.1~10574.14—1989《锡铅焊料化学分析方法》的修订。本标准包括 13 个部分：

1. GB/T 10574.1《锡铅焊料化学分析方法 锡量的测定》是对 GB/T 10574.1—1989 的修订,采用碘酸钾滴定法测定锡量。

2. GB/T 10574.2《锡铅焊料化学分析方法 铈量的测定》是对 GB/T 10574.2~10574.3—1989 的修订,有两个方法。方法 1 采用孔雀绿分光光度法测定铈量,方法 2 采用溴酸钾滴定法测定铈量。

3. GB/T 10574.3《锡铅焊料化学分析方法 铋量的测定》是对 GB/T 10574.4—1989 的重新确认,只进行编辑性修改。采用硫脲分光光度法测定铋量。

4. GB/T 10574.4《锡铅焊料化学分析方法 铁量的测定》是对 GB/T 10574.5—1989 的修订,采用火焰原子吸收光谱法代替 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量。

5. GB/T 10574.5《锡铅焊料化学分析方法 砷量的测定》是对 GB/T 10574.6—1989 的修订,采用砷铈钼蓝分光光度法测定砷量。

6. GB/T 10574.6《锡铅焊料化学分析方法 铜量的测定》是对 GB/T 10574.7—1989 的修订,采用火焰原子吸收光谱法代替 2,9-二甲基-1,10,-二氮杂菲分光光度法测定铜量。

7. GB/T 10574.7《锡铅焊料化学分析方法 银量的测定》是对 GB/T 10574.8~10574.9—1989 的修订,有两个方法。方法 1 采用火焰原子吸收光谱法测定银量,方法 2 采用硫氰酸盐滴定法代替电位滴定法测定银量。

8. GB/T 10574.8《锡铅焊料化学分析方法 锌量的测定》是对 GB/T 10574.10—1989 的重新确认,只进行编辑性修改。采用火焰原子吸收光谱法测定锌量。

9. GB/T 10574.9《锡铅焊料化学分析方法 铝量的测定》是对 GB/T 10574.11—1989 的重新确认,只进行编辑性修改。采用铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法测定铝量。

10. GB/T 10574.10《锡铅焊料化学分析方法 镉量的测定》有两个方法。方法 1 是对 GB/T 10574.12—1989 的修订,采用火焰原子吸收光谱法测定镉量,方法 2 为首次制定,采用络合滴定法测定镉量。

11. GB/T 10574.11《锡铅焊料化学分析方法 磷量的测定》是对 GB/T 10574.13—1989 的重新确认,只进行编辑性修改。采用磷钒钼杂多酸-结晶紫分光光度法测定磷量。

12. GB/T 10574.12《锡铅焊料化学分析方法 硫量的测定》是对 GB/T 10574.14—1989 的修订,采用高频感应红外吸收法代替蒸馏示波极谱法测定硫量。

13. GB/T 10574.13《锡铅焊料化学分析方法 铜、铁、镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷量的测定》是新制定的标准。采用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES法)对锡铅焊料中的铜、铁、镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷含量进行测定。

本部分是对 GB/T 10574.2—1989《锡铅焊料化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铈量》、GB/T 10574.3—1989《锡铅焊料化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量》的修订,分列为方法 1、方法 2。方法 1 修订的主要内容是：

减少用苯量,由原来的 30 mL 减为 10 mL 或 20 mL;

磷酸用量由 25 mL 磷酸(1+12)改为 20 mL 磷酸(1+9);

改进工作曲线的绘制;

规定了不同含铈量时的取样量及试液分取量;

GB/T 10574.2—2003

测定下限由 0.002 0% 降至 0.000 5%；

室温下还原改为加热至 50℃~60℃ 时还原。

方法 2 修订的主要内容是：

扩展了测定范围(质量分数)，由 0.5%~7.00% 改为 0.50%~12.00%；另外对试料量和硫酸钾用量作了改动。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分自实施之日起，同时代替 GB/T 10574.2—1989 和 GB/T 10574.3—1989。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由云南锡业股份有限公司起草。

本部分主要起草人：方法 1：杨俊、杨萍、陈林、靳振云、郭维一。方法 2：郭维一、何栋、陈建华、高青、白艳华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.2—1989 和 GB/T 10574.3—1989。

锡铅焊料化学分析方法 铈量的测定

方法1 孔雀绿分光光度法测定铈量

1 范围

本方法规定了锡铅焊料中铈含量的测定方法。

本方法适用于锡铅焊料中铈含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.50%。

2 方法提要

试料用硫酸分解,在盐酸介质中,铈氯络阴离子与孔雀绿形成络合物,用苯或甲苯萃取,于分光光度计波长 640 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(5+2)。

3.5 磷酸(1+9)。

3.6 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。

3.7 尿素溶液(400 g/L)。

3.8 孔雀绿溶液(2 g/L)。

3.9 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 20 mL 盐酸(3.3),微热溶解,冷却,用水稀释至 100 mL。

3.10 铈标准贮存溶液:称取 0.274 2 g 酒石酸铈钾($\text{KSbOC}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ 基准试剂)置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(3.4),搅拌溶解后,用盐酸(3.4)移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

3.11 铈标准溶液:移取 50.00 mL 铈标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铈。

3.12 铈标准溶液:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铈。

3.13 苯(或甲苯)。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

锑含量(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 5~0.020	0.5	25	5.00
>0.020~0.040	0.5	50	5.00
>0.040~0.080	0.25	50	5.00
>0.080~0.200	0.25	50	2.00
>0.200~0.50	0.2	100	2.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸,缓慢加热使试料完全分解,逐渐升温蒸至冒浓硫酸烟,冷却。在摇动下加入 4 mL 水,稍冷,摇动下加入 10 mL 盐酸(3.3),冷却。按照表 1 用盐酸(3.4)将试液移入相应的容量瓶中,并稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

4.3.2 按照表 1 分取上层清液于 100 mL 烧杯中,用盐酸(3.4)补充体积至 5 mL,加热至 50℃~60℃,滴入 5 滴~8 滴氯化亚锡溶液,混匀,冷却。

4.3.3 加入 1 mL 亚硝酸钠溶液,混匀,放置 1 min,加 1.5 mL 尿素溶液,边加边摇动 0.5 min~1 min,使气泡散尽。

4.3.4 移入预先盛有 10 mL 或 20 mL 苯(或甲苯)的 60 mL 分液漏斗中,用 20 mL 磷酸分数次洗涤烧杯,加 8 滴孔雀绿溶液,振荡 1 min,静置分层后,弃去水相。在有机相中加 0.3 g 无水硫酸钠,摇匀。

4.3.5 将部分有机相移入 2 cm 或 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 640 nm 处测量其吸光度,从相应的工作曲线上查出锑量。

注:试料锑含量(质量分数) $\leq 0.003 0\%$,用 10 mL 苯(或甲苯),2 cm 吸收皿;锑含量(质量分数) $> 0.003 0\%$,用 20 mL 苯(或甲苯),1 cm 吸收皿。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50 mL 锑标准溶液(3.12),分别置于一组 100 mL 烧杯中,用盐酸(3.4)补充体积至 5 mL,加热至 50℃~60℃,滴加 5 滴~8 滴氯化亚锡溶液,混匀,冷却。以下按 4.3.3~4.3.4 条进行,将部分有机相移入 2 cm 吸收皿中,与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,测量标准溶液吸光度,以锑量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线(此工作曲线用于锑含量(质量分数) $\leq 0.003 0\%$ 的试料)。

4.4.2 移取 0,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50 mL 锑标准溶液(3.11),分别置于一组 100 mL 烧杯中,用盐酸(3.4)补充体积至 5 mL,加热至 50℃~60℃,滴入 5 滴~8 滴氯化亚锡溶液,混匀,冷却。以下按 4.3.3~4.3.4 条进行,将部分有机相移入 1 cm 吸收皿中,与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,测量标准溶液吸光度。以锑量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线(此工作曲线用于锑含量(质量分数) $> 0.003 0\%$ 的试料)。

5 分析结果的表述

按式(1)计算锑的质量分数:

$$\omega(\text{Sb})(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的锑量,单位为微克(μg);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至3位小数。若铈含量(质量分数)小于0.010%时,表示至4位小数。

6 允许差

实验室内分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

铈含量(质量分数)	允许差(质量分数)	铈含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 5~0.001 0	0.000 4	>0.030~0.050	0.006
>0.001 0~0.003 0	0.000 6	>0.050~0.100	0.010
>0.003 0~0.005 0	0.001 0	>0.100~0.300	0.025
>0.005 0~0.010	0.002 0	>0.300~0.50	0.060
>0.010~0.030	0.003	—	—

方法 2 溴酸钾滴定法测定铈量

7 范围

本方法规定了锡铅焊料中铈的测定方法。

本方法适用于锡铅焊料中铈含量的测定。测定范围(质量分数):0.50%~12.00%。

8 方法提要

试样用硫酸分解,在硫酸-盐酸介质中,温度80℃~90℃条件下,以甲基橙作指示剂,用溴酸钾标准滴定溶液滴定。

9 试剂

9.1 硫酸钾。

9.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

9.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

9.4 铈标准溶液:称取1.000 g金属铈($\geq 99.99\%$)置于400 mL烧杯中,加入100 mL硫酸,加热溶解冷却后加入150 mL硫酸(1+1),冷却后移入1 000 mL容量瓶中。用硫酸(1+1)稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含1 mg铈。

9.5 溴酸钾标准滴定溶液:[$c(1/6 \text{ KBrO}_3) = 0.015 \text{ mol/L}$]。

9.5.1 配制:称取0.42 g溴酸钾,溶于1 000 mL水中,混匀。

9.5.2 标定:称取0.50 g金属锡($\geq 99.9\%$),置于500 mL锥形瓶中,加入20.00 mL铈标准溶液,3 g硫酸钾,加25 mL硫酸,加热溶解至冒白烟,取下冷却。以下按10.3.2~10.3.3条进行,并做空白试验。

按式(2)计算溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{60.88(V_2 - V_0)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——锑标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取锑标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定锑标准溶液所消耗的溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时,滴定空白试液所消耗的溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

60.88——锑的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 3 份,其极差值不大于 7×10^{-5} mol/L,取其平均值,否则重新标定。

9.6 甲基橙溶液(1 g/L)。

10 分析步骤

10.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

锑含量(质量分数)/%	试料量/g
>0.50~3.00	1.0
>3.00~7.00	0.5
>7.00~12.00	0.2

独立地进行两次测定,取其平均值。

10.2 空白试验

称取 0.5 g 金属锡($\geq 99.9\%$)置于 500 mL 锥形瓶中,随同试料做空白试验。

10.3 测定

10.3.1 将试料(10.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 3 g 硫酸钾,沿瓶壁加入 30 mL 硫酸,加热至试料完全分解,继续加热至冒白烟,并除去瓶壁上的硫,取下冷却。

10.3.2 在摇动下沿瓶壁加入 50 mL 水,25 mL 盐酸,加热煮沸 5 min~7 min,取下。

10.3.3 加入 100 mL 水,摇匀,加热至 80℃~90℃,加入 1 滴甲基橙溶液,用溴酸钾标准滴定溶液滴定试液至微红色,再补加 1 滴甲基橙溶液,在摇动下缓慢滴至红色消失为终点。

11 分析结果的表述

按式(3)计算锑的质量分数:

$$w(\text{Sb})(\%) = \frac{c(V_1 - V_0) \times 10^{-3} \times 60.88}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——测定时,滴定试料溶液所消耗的溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——测定时,滴定空白试验溶液所消耗的溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

60.88——锑的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

12 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

锑含量(质量分数)	允许差(质量分数)
>0.50~1.00	0.05
>1.00~3.00	0.10
>3.00~5.00	0.15
>5.00~7.00	0.20
>7.00~9.00	0.25
>9.00~12.00	0.30

附 录 A

(资料性附录)

树脂芯焊锡丝¹⁾样品预处理方法

用干净的不锈钢剪刀将试料剪成约 10 mm 长的短丝,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 无水乙醇、异丙醇或其他有机溶剂,微热并摇动至树脂芯焊剂完全溶解,取出焊锡丝,先后用水、乙醇洗净,晾干,备用。

亦可将供分析测定用的一定量样品(一般为 30 g),放于约 500 mL 不锈钢锅中,加入 100 mL 丙三醇(化学试剂二级品),加热至焊锡丝熔化,轻轻摇动,维持 1 min,停止加热,冷却,倒出金属熔块,先后用水、乙醇洗净,晾干。用不锈钢剪刀减成细末或丝条状,备用。

1) 国家标准 GB/T 3131—2001 锡铅钎料