



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.5—2003  
代替 GB/T 10574.6—1989

---

## 锡铅焊料化学分析方法 砷量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders  
—Determination of arsenic content

2003-03-11 发布

2003-08-01 实施

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 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 铋量的测定》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铋量,方法 2 采用溴酸钾滴定法测定铋量。

3. GB/T 10574.3《锡铅焊料化学分析方法 铊量的测定》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铊量。

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,采用砷铋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 10574.6—1989《锡铅焊料化学分析方法 砷铋钼蓝分光光度法测定砷量》的修订。修订的主要内容是:改进了氢化发生的试液介质,反应时间由 50 min 缩短为 30 min。

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 10574.6—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。

**GB/T 10574.5—2003**

本部分由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：魏怡若、刘影、全洁、董建平。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.6—1989。

## 锡铅焊料化学分析方法 砷量的测定

### 1 范围

本部分规定了锡铅焊料中砷含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中砷含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.200%。

### 2 方法提要

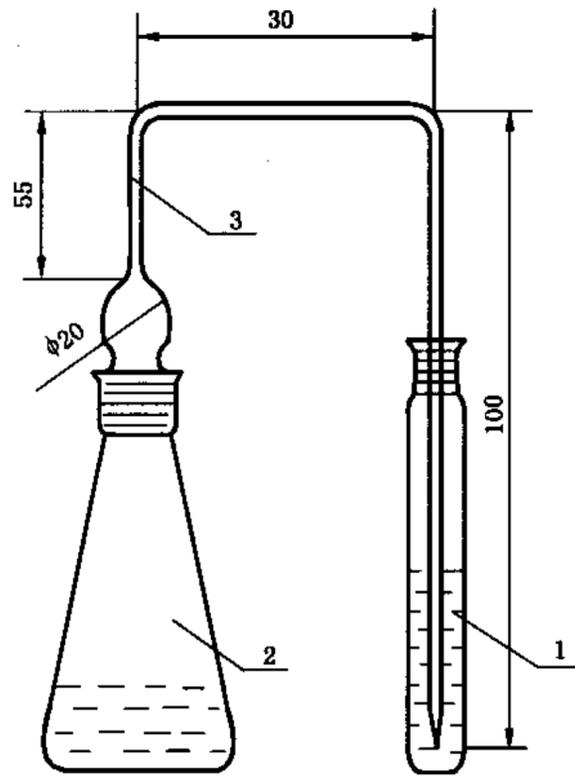
试料以硫酸、过氧化氢溶解。在硫酸-盐酸介质中,用锌粒将砷还原为砷化氢气体与基体分离,逸出气体用碘溶液吸收并氧化至五价,与钼酸铵、酒石酸锑钾、抗坏血酸反应,生成砷锑钼蓝三元络合物,于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。

### 3 试剂

- 3.1 无砷锌粒( $\phi$ 5 mm~7 mm)。
- 3.2 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL),优级纯。
- 3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.4 过氧化氢(30%)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(1+6)。
- 3.7 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 3.8 氯化亚锡溶液(400 g/L):称取 40 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),加入 50 mL 盐酸(3.3),溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.9 吸收液(4 g/L):称取 2 g 碘片和 10 g 碘化钾,混匀后,用水溶解并稀释至 500 mL。
- 3.10 抗坏血酸溶液(35 g/L)。
- 3.11 钼酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.12 酒石酸锑钾溶液(4.5 g/L)。
- 3.13 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 3.14 显色液:取 50 mL 硫酸(3.6),30 mL 抗坏血酸溶液,15 mL 钼酸铵溶液,5 mL 酒石酸锑钾溶液,混匀。用时现配。
- 3.15 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,预先在 105℃ 烘干至恒重)于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液溶解,加 5 mL 硫酸(3.5),0.5 mL 过氧化氢,加热煮沸 10 min,冷却至室温,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷。
- 3.16 砷标准溶液:移取 25.00 mL 砷标准贮存溶液置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  砷。

### 4 装置

砷化氢发生及吸收装置示意图(见图 1)。



- 1——吸收管(25 mL 比色管);
- 2——砷化氢气体发生瓶(150 mL 磨口锥形瓶);
- 3——玻璃磨口塞气体导管。

图 1 砷化氢发生装置示意图

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

砷含量(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 5~0.008 0	0.5	50	全量
>0.008 0~0.020	0.2	50	全量
>0.020~0.080	0.5	50	5.00
>0.080~0.200	0.2	50	5.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中[当砷含量(质量分数) $\leq 0.020\%$ 时,试样直接置于 150 mL 发生瓶中],加入 1 mL 过氧化氢,5 mL 硫酸(3.2),混匀,低温加热分解完全,再提高温度继续分解 2 min,用 0.5 mL 硫酸(3.2)沿杯壁把残余的单体硫洗下,继续加热 2 min,取下冷却。加入 25 mL 水,继续冷却[当砷含量(质量分数) $\leq 0.020\%$ 时,省去 5.3.2 条操作]。

5.3.2 用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。分取 5 mL 试液于 150 mL 发生瓶中,用水稀释至 25 mL。

5.3.3 加入 6 mL 硫酸(3.5),加入 3 mL 氯化亚锡溶液(3.8),5 mL 酒石酸溶液(3.12),6 mL 盐酸

(3.3),加入5 g无砷锌粒(3.1),立即连接吸收装置,吸收管中预先加入15 mL吸收液,吸收逸出的砷化氢气体,30 min后,取下导气管并用少量水吹洗管壁。

5.3.4 向吸收管中加入5 mL显色液(3.14),用水稀释至刻度,混匀。将吸收管置于50℃±5℃水浴中保温10 min,取出冷却。

5.3.5 将部分溶液移入3 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700 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的砷量。

#### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0,1.00,2.00,3.00,4.00,6.00,8.00 mL砷标准溶液,分别置于一组发生瓶中,用水稀释至25 mL,混匀。以下操作按5.3.3~5.3.4条进行。

5.4.2 与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,测量标准溶液的吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

### 6 分析结果的表述

按式(1)计算砷的质量分数:

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

式中:

$V_1$ ——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);

$m_1$ ——从工作曲线上查出的砷量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至3位小数。若砷含量小于0.010%时,表示至4位小数。

### 7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

砷含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 5~0.002 0	0.000 5
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010	0.001 5
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.100	0.010
>0.100~0.200	0.020

附 录 A  
(资料性附录)

树脂芯焊锡丝<sup>1)</sup>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