

中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.1—2003
代替 GB/T 10574.1—1989

锡铅焊料化学分析方法 锡量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders
—Determination of tin 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 10574.1—1989《锡铅焊料化学分析方法 碘酸钾滴定法测定锡量》的修订。修订的主要内容是：

扩展了锡量的测定范围(质量分数),由 1.00%~95.00%修订为 0.40%~97.00%。

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 10574.1—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。

GB/T 10574.1—2003

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：朱映生、和国贤、张红玲、黄薇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.1—1989。

锡铅焊料化学分析方法 锡量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中锡含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中锡含量的测定。测定范围(质量分数):0.40%~97.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4103.1—2000 铅及铅合金化学分析方法 锡量的测定

3 方法提要

试料用硫酸和硫酸氢钾分解。在盐酸溶液中,用铁粉和铝粒将四价锡还原为二价锡。以淀粉作指示剂,用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。

4 试剂

4.1 还原铁粉。

4.2 铝粒(>99.5%)。

4.3 硫酸氢钾。

4.4 氯化钠。

4.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 锡标准溶液:称取 0.500 0 g 金属锡(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 60 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),加热使其完全溶解,冷却至室温,用盐酸(1+9)将溶液移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

4.8 碘酸钾标准滴定溶液:

4.8.1 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$]

4.8.1.1 配制:称取 0.36 g 碘酸钾、9 g 碘化钾、0.3 g 氢氧化钠,置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,加热至完全溶解,用玻璃棉将溶液过滤于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.8.1.2 标定:移取 3 份 25.00 mL 锡标准溶液,分别置于 300 mL 锥形瓶中。同时用另一盛有 20 mL 水的 300 mL 锥形瓶做空白试验,以下按 6.3.1.3~6.3.1.5 条进行标定。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{59.34(V_2 - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——锡标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取锡标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定锡标准溶液所消耗的碘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碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

59.34——锡的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 3 份, 其极差值不大于 4×10^{-5} mol/L 时, 取其平均值, 否则重新标定。

4.8.2 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6KIO_3) = 0.05$ mol/L]

4.8.2.1 配制: 称取 1.81 g 碘酸钾、9 g 碘化钾、0.3 g 氢氧化钠, 置于 500 mL 烧杯中, 加入 200 mL 水, 加热至完全溶解, 用玻璃棉将溶液过滤于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.8.2.2 标定: 称取 3 份 0.100 0 g 金属锡(99.99%), 置于 300 mL 锥形瓶中。随同做空白试验。以下按 6.3.1.2~6.3.1.5 条进行标定。

按式(2)计算碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m \times 10^3}{59.34(V_2 - V_0)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——称取金属锡的质量, 单位为克(g);

c 、 V_2 、 V_0 、59.34 代表的意义与式(1)同。

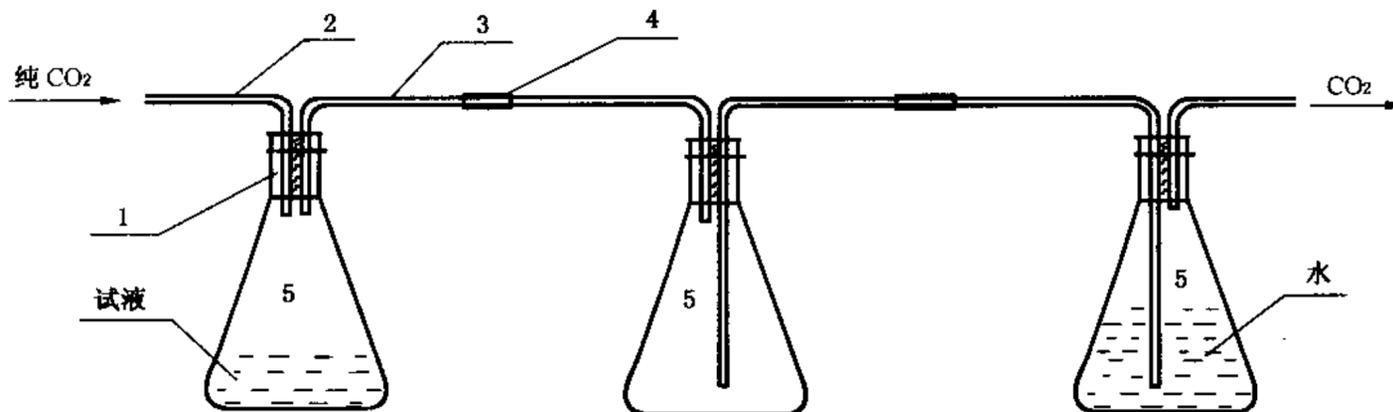
平行标定 3 份, 其极差值不大于 8×10^{-5} mol/L 时, 取其平均值, 否则重新标定。

4.9 淀粉溶液(5 g/L)。

4.9.1 称取 2.5 g 可溶性淀粉, 置于 50 mL 烧杯中, 称取 1 g 氢氧化钠置于盛有约 50 mL 蒸馏水的 300 mL 烧杯中, 摇动溶解后, 立即用少量水将可溶性淀粉移入氢氧化钠溶液中, 摇动至试液清亮, 用水稀释至 500 mL, 混匀。

4.9.2 取 50 mL 淀粉溶液(4.9.1), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 3 g 碘化钾, 摇动至溶解。

5 还原装置示意图(见图 1)



- 1——橡皮塞;
- 2、3——玻璃管;
- 4——橡皮管;
- 5——300 mL 锥形瓶。

图 1 还原装置示意图

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

表 1

锡含量(质量分数)/%	试料量/g	标准滴定溶液浓度	淀粉溶液
0.40~3.00	1.0	$c(1/6 \text{KIO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$	4.9.2
>3.00~5.00	0.5		
>5.00~10.00	0.3		
>10.00~20.00	0.5	$c(1/6 \text{KIO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$	4.9.1
>20.00~30.00	0.4		
>30.00~40.00	0.3		
>40.00~60.00	0.2		
>60.00~70.00	0.15		
>70.00~97.00	0.12		

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 含锡量小于 4 mg、含银量小于 5 mg 的试料。

6.3.1.1 将试料(6.1)置于 300 mL 锥形瓶中。

6.3.1.2 加入 2 g 硫酸氢钾、10 mL 硫酸,加热至冒浓厚白烟,使试料分解完全,取下冷却,沿瓶壁加入 20 mL 水。

6.3.1.3 加入 80 mL 盐酸(4.6)、1 g 还原铁粉,加热使铁粉完全溶解,取下稍冷。

6.3.1.4 用还原装置图中的橡皮塞(1)塞紧试液瓶口,通入纯二氧化碳气(市售)15 s,加入 1 g~2 g 铝粒,充分摇动锥形瓶,待剧烈反应过后剩余少量铝时,加热煮沸至大气泡产生,在二氧化碳气保护下,将锥形瓶置于流水中冷却至室温。

注:还原装置也可用盖氏漏斗,按 GB/T 4103.1—2000 中 12.3.3 条进行。

6.3.1.5 取下试液瓶的橡皮塞(1),立即于试液中加入 5 mL 淀粉溶液(4.9.1),空白溶液中加入 5 mL 淀粉溶液(4.9.2);用碘酸钾标准滴定溶液(4.8.1 或 4.8.2),滴定至试液呈浅蓝色即为终点。

6.3.2 含锡量大于 4 mg 的试料。

6.3.2.1 按 6.3.1.1~6.3.1.2 条进行。

6.3.2.2 加入 50 mL 盐酸(4.6)、1 g~1.5 g 还原铁粉,加热煮沸至沉淀凝聚并残留少量铁粉,稍冷,用快速滤纸过滤,以盐酸(4.6)洗涤锥形瓶及沉淀 7 次~9 次,滤液收集于 300 mL 锥形瓶中,控制试液体积约 110 mL,以下按 6.3.1.4~6.3.1.5 条进行。

6.3.3 含银量大于 5 mg 的试料。

6.3.3.1 按 6.3.1.1~6.3.1.2 条进行。

6.3.3.2 加入 5 g 氯化钠、80 mL 盐酸(4.6)、1 g 还原铁粉,加热使铁粉完全溶解,取下稍冷,以下按 6.3.1.4~6.3.1.5 条进行。

6.3.4 含锡量小于 3% 的试料。

6.3.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 锥形瓶中。

6.3.4.2 加入 2 g 硫酸氢钾、15 mL 硫酸,加热至冒浓厚白烟使试料完全分解,取下冷却,沿瓶壁加入 20 mL 水。以下按 6.3.1.3~6.3.1.5 条进行。

7 分析结果的表述

按式(3)计算锡的质量分数:

$$w(\text{Sn})(\%) = \frac{c(V_s - V_0) \times 10^{-3} \times 59.34}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

c ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_s ——测定时,滴定试料溶液所消耗碘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碘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);

59.34——锡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

8 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

%

锡含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.40~1.00	0.05
>1.00~5.00	0.10
>5.00~10.00	0.15
>10.00~20.00	0.20
>20.00~30.00	0.25
>30.00~50.00	0.30
>50.00~97.00	0.40

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