



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.10—2003
代替 GB/T 10574.12—1989

锡铅焊料化学分析方法 镉量的测定

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

2003-03-11 发布

2003-08-01 实施

中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局

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。

本部分分两个方法,方法 1 是对 GB/T 10574.12—1989《锡铅焊料化学分析方法 催化示波极谱法测定镉量》的修订。修订的主要内容是:改用原子吸收光谱法,测定范围(质量分数):0.000 02%~0.005%;方法 2 系首次制定,采用络合滴定法,测定范围(质量分数):10.00%~20.00%。

本部分中附录 A 和附录 B 是资料性附录。

本部分自实施之日起,同时代替 GB/T 10574.12—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 10574.10—2003

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分：方法 1 由云南锡业股份有限公司起草；方法 2 由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分：方法 1 由昆明冶金研究院、广西平桂飞碟公司冶炼厂协助起草；方法 2 由云南新立有色金属有限公司、云南个旧有色金属加工厂协助起草。

本部分主要起草人：方法 1：谭勇、苏晓梅、殷刚、李志红；方法 2：王燕玲、马艳、张红玲。

本部分主要验证人：方法 1：毛禹平、陈淑莲、李蓉、李华立；方法 2：贺春玲、李华民、李宏、董玉玲、董郁斌。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.12—1989。

锡铅焊料化学分析方法 镉量的测定

方法 1 火焰原子吸收光谱法测定镉量

1 范围

本方法规定了锡铅焊料中镉量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中镉量的测定。测定范围(质量分数):0.000 02%~0.005%。

2 方法提要

试样经盐酸、硝酸溶解后,再加入一定量的硫酸,沉淀分离大部分铅。在少量硫酸存在下,以盐酸-氢溴酸排锡,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,测量镉的吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.4 盐酸-氢溴酸:盐酸(3.1)和氢溴酸(3.3)等体积混合配制。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(5+95)。

3.7 硝酸(1+2)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 镉标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属镉(\geq 99.99%)于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.7),盖上表皿,微热至完全溶解,用水洗涤表皿及杯壁,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 镉。

3.10 镉标准溶液:移取 25.00 mL 镉标准贮存溶液置于盛有 10 mL 盐酸(3.1)的 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镉。

3.11 镉标准溶液:移取 25.00 mL 镉标准溶液(3.10)置于盛有 10 mL 盐酸(3.1)的 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镉。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镉空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.009 0 μ g/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.50%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.50%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.9。

仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

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

镉含量(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL	测量时试液体积/mL
0.000 02~0.000 10	2.0	50	25	10
>0.000 10~0.001 0	2.0	50	10	10
>0.001 0~0.005	0.5	50	10	10

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 200 mL 烧杯中,加入 0.1 mL~2.0 mL 盐酸¹⁾(3.1),15 mL 硝酸(3.7),盖上表皿,低温分解完全,蒸至大量沉淀析出,稍冷却,加入 2 mL 硫酸,加盐酸(3.6)至试液体积约 35 mL,加热至沸,微沸 3 min~5 min,取下冷却,用盐酸(3.6)将试液连同沉淀转入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,待大量沉淀物下沉后,用中速滤纸于过滤于 50 mL 烧杯中,按表 1 准确移取 10 mL~25 mL 滤液于 200 mL 烧杯中,加热蒸发至刚冒硫酸烟,取下冷却,沿杯壁加入 5 mL 盐酸-氢溴酸,加热排锡至刚冒硫酸烟,重复排锡 1 次~2 次,高温冒尽硫酸烟,冷却。

5.3.2 加入 1 mL 盐酸(3.5),以少量盐酸(3.6)吹洗杯壁,加盖表皿,低温加热溶解,冷却。以盐酸(3.6)转入 10 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。

5.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液中镉的吸光度。所测吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

5.4 工作曲线的绘制

移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 镉标准溶液(3.11)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

与试料测定相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以镉的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算镉的质量分数:

$$w(\text{Cd})(\%) = \frac{c \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c——从工作曲线查得的镉浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测量吸光度时试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至 4 位小数。若镉含量(质量分数)小于 0.000 10%时,表示至 5 位小数。

1) 视样品含锡量,每 100 mg 锡加入 0.1 mL 盐酸。

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

%

镉含量(质量分数)	允许差(质量分数)	镉含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 02~0.000 10	0.000 02	>0.001 0~0.003 0	0.000 3
>0.000 10~0.000 50	0.000 1	>0.003 0~0.005	0.000 5
>0.000 50~0.001 0	0.000 2		

方法 2 络合滴定法测定镉量

8 范围

本方法规定了锡铅焊料中镉含量的测定方法。

本方法适用于锡铅焊料中镉含量的测定。测定范围(质量分数):10.00%~20.00%。

9 方法提要

试料用酒石酸、硝酸、盐酸混合酸分解后,以二甲苯酚橙作指示剂,调节 pH5.8~6.2,用乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液先滴定铅镉总量,在另一份试液里用邻菲罗啉络合镉而滴定铅,减差法计算镉量。

10 试剂

- 10.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 10.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 10.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 10.4 氨水(1+2)。
- 10.5 酒石酸溶液(200 g/L)。
- 10.6 混合酸:于 150 mL 200 g/L 酒石酸溶液中加入 90 mL 硝酸和 10 mL 盐酸。
- 10.7 乙酸[$c(\text{CH}_3\text{COOH})=1 \text{ mol/L}$]:量取 58 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 10.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6):称取 10 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O)于 100 mL 量杯中,加 10 mL 乙酸(10.7),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 10.9 邻菲罗啉溶液(10 g/L):称取 1 g 邻菲罗啉,先用 50 mL 无水乙醇溶解后,再用水稀至 100 mL。
- 10.10 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)。
- 10.11 镉标准溶液:准确称取 1.000 0 g 金属镉($\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 王水,低温加热溶解并蒸干,加 5 mL 盐酸,微热使盐类溶解,冷后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。
- 10.12 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{EDTA})=0.006 5 \text{ mol/L}$]。
 - 10.12.1 配制:称取 24 g 乙二胺四乙酸二钠(Na₂C₁₀H₁₄N₂O₈·2H₂O)于 250 mL 烧杯中,用水加热溶解,冷却后移入 10 L 下口瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
 - 10.12.2 标定:准确移取三份 25.00 mL 镉标准溶液于 250 mL 烧杯中,加 2 滴 5 g/L 二甲苯酚橙溶液,用氨水(10.4)调至溶液呈现红色,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定至黄色为终点。

按式(2)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{112.41 \times V_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c —— Na_2EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——镉标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取镉标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定镉标准溶液所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

112.41——镉的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 3 份,其极差值不大于 2.5×10^{-5} mol/L 时,取其平均值,否则重新标定。

10.13 二甲苯酚橙溶液(5 g/L)。

11 分析步骤

11.1 试料

称取 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

11.2 测定

11.2.1 将试料(11.1)置于 250 mL 烧杯中,加 12 mL 混合酸(10.6)微热分解,冷却并移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

11.2.2 分取 25.00 mL 试液 2 份于 250 mL 烧杯中。

11.2.3 在一份试液中,加 2 滴二甲苯酚橙溶液,用氨水(10.4)调节溶液呈现红色,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6),用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定,溶液由玫瑰色突变成黄色即为终点,这是铅和镉消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液体积。

11.2.4 在另一份试液中,加 10 mL 酒石酸钾钠溶液,加 2 滴二甲苯酚橙溶液,用同样的方法调节溶液 pH=6,加 10 mL 邻菲罗啉溶液,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定,溶液由玫瑰色突变成黄色即为终点,这是铅所消耗的 Na_2EDTA 标准滴定溶液体积。

12 分析结果的表述

按式(3)计算镉的质量分数

$$(\text{Cd})w(\%) = \frac{c(V_2 - V_3) \cdot V_0 \times 10^{-3} \times 112.41}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

c —— Na_2EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——测定时,滴定铅、镉总量所消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测定时,滴定铅所消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

112.41——镉的质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

13 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 %

镉含量(质量分数)	允许差(质量分数)
10.00~20.00	0.20

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1F2 型原子吸收光谱仪测量镉的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
228.8	1	0.4	8	5	0.8

附 录 B

(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