



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.11—2003  
代替 GB/T 10574.13—1989

---

## 锡铅焊料化学分析方法 磷量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders  
—Determination of phosphorus 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 10574.13—1989《锡铅焊料化学分析方法 磷钒钼杂多酸-结晶紫分光光度测定磷量》的重新确认，只进行编辑性修改。

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 10574.13—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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：许志雄、王燕玲。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.13—1989。

## 锡铅焊料化学分析方法 磷量的测定

### 1 范围

本部分规定了锡铅焊料中磷含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.010%。

### 2 方法提要

试料用硝酸和少量盐酸分解,在硫酸介质中,用盐酸-氢溴酸挥发除去锡、砷、锑,铅呈硫酸铅沉淀。分取一定量试液调整酸度后,在聚乙烯醇存在下,磷钒钼杂多酸与结晶紫形成紫红色离子络合物,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

### 3 试剂

分析过程用水均为二次离子交换水。

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸-氢溴酸混合酸:先将氢溴酸( $\rho$ 1.49 g/mL)蒸馏提纯,提纯后的氢溴酸与等体积盐酸(3.1)混合,备用。

3.4 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL),优级纯。

3.5 硫酸(1+1),优级纯。

3.6 硫酸(1+8),优级纯。

3.7 硝酸(1+2),优级纯。

3.8 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.9 钼酸铵溶液(40 g/mL),用提纯的钼酸铵配制。

注:钼酸铵的提纯方法:溶解 70 g 钼酸铵于 400 mL 水中,用慢速滤纸过滤于 800 mL 烧杯中,加入 250 mL 乙醇(优级纯),放置 1 h 后,用 4 号砂芯玻璃坩埚抽滤,滤得物再溶于 400 mL 水中,加入 250 mL 乙醇再结晶一次,用 4 号砂芯玻璃坩埚抽滤,以乙醇溶液(1+2)洗涤 2 次~3 次,滤得物在 100℃ 烘干。备用。

3.10 偏钒酸铵溶液(2 g/L),优级纯。

3.11 钼-钒酸铵混合液:将 26 mL 钼酸铵溶液(3.9)与 14 mL 偏钒酸铵溶液(3.10)混匀,用水稀释至 1 000 mL,贮存于聚乙烯塑料瓶中。

3.12 聚乙烯醇(PVA-124,聚合度 2 400~2 500 或平均聚合度  $1\,750 \pm 50$ )溶液(5 g/L):在加热搅拌下溶解。

3.13 结晶紫溶液(0.5 g/L),用提纯的结晶紫配制。

注:结晶紫的提纯方法:取 1 g 结晶紫于 100 mL 水中,充分搅拌后,用快速滤纸滤去不溶物,滤液加入 1 g 氯化钠(优级纯),加热浓缩体积至 50 mL,流水冷却至析出晶体后,用 4 号砂芯玻璃坩埚抽滤,滤干后用玻棒搅拌沉淀,在 50℃ 下烘干备用。

3.14 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 预先在 105℃ 烘干至恒重的磷酸二氢钾(基准试剂或优级纯)于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 磷。

3.15 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 2  $\mu$ g 磷。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.001 g。

表 1

磷含量(质量分数)/%	试料量/g
0.000 5~0.001 0	1.0
>0.001 0~0.005 0	0.5
>0.005 0~0.010	0.3

独立的进行两次测定,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 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,0.5 mL 盐酸,低温加热至完全分解,取下,稍冷,加 5 mL 硫酸(3.2),置于电热板上蒸发至冒白烟,冷却。

4.3.2 加 5 mL 盐酸-氢溴酸,在摇动下蒸发至冒白烟,冷却。再加入 3 mL 盐酸-氢溴酸,蒸发至冒白烟,冷却。如此反复 1 次~2 次。继续冒白烟至残留硫酸量约为 2 mL,取下冷却,用 10 mL 水冲洗杯壁,煮沸 2 min,置烧杯于冷水中冷却,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。静置澄清。

4.3.3 分取 10 mL 上层清液于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至 20 mL 左右。

4.3.4 加入 1 滴对硝基酚溶液,用氨水中和至刚出现黄色,再滴加硫酸(3.6)使黄色刚消失,加入 2.5 mL 硫酸(3.6),10 mL 钼-钒酸铵混合液,混匀。放置 10 min 后,加入 2 mL 聚乙烯醇溶液,混匀,加入 2 mL 结晶紫溶液,用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

4.3.5 将部分试液移入 0.5 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 545 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 称取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 磷标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 0.8 mL 硫酸(3.5),用水稀释至约 20 mL,以下按 4.3.4 条进行。

4.4.2 与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,测量标准溶液吸光度。以磷量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的表述

按式(1)计算磷的质量分数:

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

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的磷量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至 4 位小数。

6 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

%

磷含量(质量分数)	允许差(质量分数)	磷含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 5~0.001 0	0.000 2	>0.003 0~0.006 0	0.000 6
>0.001 0~0.003 0	0.000 4	>0.006 0~0.010	0.001 0

## 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