



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.12—2003
代替 GB/T 10574.14—1989

锡铅焊料化学分析方法 硫量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders
—Determination of sulphur 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 锑量的测定》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锑量,方法 2 采用溴酸钾滴定法测定锑量。

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,采用砷锑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 10574.14—1989《锡铅焊料化学分析方法 蒸馏示波极谱法测定硫量》的修订。修订的主要内容是:采用高频感应红外吸收法。测定范围(质量分数):0.000 2%~0.03%。

本部分附录 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 10574.14—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 10574.12—2003

本部分由北京有色金属研究总院、云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分由广州有色金属研究院、云南出入境检验检疫局协助起草。

本部分主要起草人：杨萍、周海收、汤建所、海兰、王青、金静如、宸军。

本部分主要验证人：肖红新、徐伟、戴凤英。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.14—1989。

锡铅焊料化学分析方法 硫量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中硫含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中的硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 2%~0.030%。

2 方法提要

在助熔剂存在下,在高频炉内通入氧气流,使试样在高温下燃烧,硫生成二氧化硫气体进入红外吸收池,仪器自动测量其对红外能的吸收,并与标准样品比较、测量,计算结果。

3 试剂与材料

3.1 净化剂和催化剂

3.1.1 无水过氯酸镁。

3.1.2 烧碱石棉。

3.1.3 稀土氧化铜。

3.1.4 玻璃棉。

3.1.5 脱脂棉。

3.1.6 镀铂硅胶。

3.2 助熔剂

3.2.1 低硫锡粒。

3.2.2 低硫钨锡粒:钨:锡=93:7。

3.3 坩埚

陶瓷坩埚($\phi 24\text{ mm} \times 24\text{ mm}$),使用前应在 $<1\ 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 氧气流中灼烧1 h~1.5 h,取出置于干燥器内冷却备用。

3.4 标准样品

标准锡铅焊料样品或标准锡样品,其含硫量(质量分数)0.000 2%~0.10%。

4 仪器设备

高频感应红外气体分析仪(附电子交流稳压器)。

高频炉功率:1.0 kW~2.5 kW。

频率: $>6\text{ MHz}$ 。

检测器灵敏度:0.000 1%。

仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.5 g试样,精确至0.001 g。

独立的进行两次测定,取其平均值。

5.2 仪器准备

按附录 A(资料性附录)确定测定条件,按仪器说明书准备好仪器待用。

5.3 仪器的稳定性

5.3.1 通过燃烧几个类似于待测试样的样品来调整和稳定仪器。

5.3.2 仪器通氧循环几次,再将空白调至零。

5.4 校正仪器

5.4.1 加入 5 g 低硫锡粒,再称取 0.500 g 的标准样品,置于坩埚中,加入约 2 g 低硫钨锡粒。

5.4.2 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明中“自动”校准步骤进行操作,重复做 3 个~5 个标样,得到一个重现性较好的平均结果。通过“自动”校准空白的方式扣除标准样品中硫的质量分数(%),得到的空白值储存于计算机中。

5.4.3 按 5.4 条重复一次标准样品的测定,测定结果应稳定在误差范围内,再选择一个与被测试样含硫量相当的标样复验。

5.5 测定

5.5.1 低硫锡粒的空白测定:加入 5 g 低硫锡粒置于坩埚中,加入约 2 g 低硫钨锡粒。按 5.4.2 进行测定。通过“自动”校准空白的方式扣除标准样品中硫的质量分数(%),得到的空白值储存于计算机中。

5.5.2 试样测定:加入 5 g 低硫锡粒,再称取试料(5.1)置于坩埚中,加入约 2 g 低硫钨锡粒。

5.5.3 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”分析步骤进行操作,仪器自动扣除空白值后显示,并打印出硫的质量分数(%)。

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 1 所列允许差。

表 1%

硫含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 2~0.000 3	0.000 1
>0.000 3~0.000 8	0.000 2
>0.000 8~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.012 0	0.001 2
>0.012 0~0.030 0	0.003 0

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 CS-444 HF-400 型高频感应红外气体分析仪测量硫的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

载气	输入氧气压力 /MPa	系统气体压力 /MPa	最短分析时间 /s	气动气流量 /(L/min)	氧气流量 /(L/min)
氧气(体积分数)99.5%	35~37	12	40	1	3

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