



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.13—2003

锡铅焊料化学分析方法 铜、铁、 镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders
—Determination of copper, iron, cadmium, silver, gold,
arsenic, zinc, aluminium, bismuth, phosphorous 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。

本部分是首次发布。采用电感耦合等离子体发射光谱法(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。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES法)是目前国际上逐渐流行的分析检测方法，此次制定只作为生产过程中快速分析使用，不作为仲裁分析方法。

本部分中附录 A 和附录 B 是资料性附录。

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。

本部分由信息产业部电子第 46 研究所、云南省分析测试中心、云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：王春梅、张淑珍、贺与平、蔡静、邹德犁、洪颖。

本部分主要验证人：林庆权、赵庆芝、褚连青。

锡铅焊料化学分析方法

铜、铁、镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中铜、铁、镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中铜、铁、镉、银、金、砷、锌、铝、铋、磷含量的测定。

测定范围见表 1。

表 1

元素	测定范围(质量分数)/%		元素	测定范围(质量分数)/%	
	不分离基体	分离基体		不分离基体	分离基体
Cu	0.000 5~1.00	0.000 02~0.1	As	0.001~1.00	
Fe	0.000 5~1.00	0.000 1~0.1	Zn	0.001~1.00	0.000 1~0.1
Cd	0.000 5~1.00	0.000 02~0.1	Al	0.001~1.00	0.000 2~0.1
Ag	0.001~5.00		Bi	0.001~0.50	0.000 2~0.1
Au	0.001~1.00		P	0.002~0.50	

2 方法提要

试样中杂质元素含量较高时,采用不分离基体的方法,试料用硝酸和盐酸的混合酸溶解,在稀酸介质中,用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES法)进行测定。

试样中杂质元素含量较低时,采用分离基体的方法,试料用盐酸、硝酸溶解后,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,用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES法)进行测定。

3 试剂

分析用水均为去离子水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL,优级纯)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL,优级纯)。

3.3 过氧化氢(30%,优级纯)。

3.4 盐酸-氢溴酸:以盐酸(ρ 1.19 g/mL)和氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)等体积混合配制。

3.5 硝酸(1+2,优级纯试剂配制)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 盐酸(2+98)。

3.8 硫酸(1+1,优级纯试剂配制)。

3.9 标准贮存溶液:

3.9.1 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜($\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表皿,微热至完全溶解,用水洗涤表皿及杯壁,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.9.2 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸

(1+1) 和 0.5 mL 过氧化氢, 盖上表皿, 微热至完全溶解, 取下冷却, 用水洗涤表皿及杯壁, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

3.9.3 镉标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属镉($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(3.5), 盖上表皿, 微热至完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

3.9.4 银标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属银($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(3.5), 盖上表皿, 加热至完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 棕色容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸(3.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.9.5 金标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金箔($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 25 mL 盐酸(3.1)-硝酸(3.2)混合液(3+1), 盖上表皿, 加热至完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

3.9.6 砷标准贮存溶液: 称取 0.132 0 g 预先在 105℃ 烘干至恒重的三氧化二砷(As_2O_3 , 基准试剂)于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解, 加入 25 mL 盐酸(3.1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.9.7 锌标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属锌($\geq 99.99\%$)于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 盐酸(3.6), 盖上表皿, 低温加热至完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.9.8 铝标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属铝($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸(3.6), 盖上表皿, 微热使之完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.9.9 铋标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属铋($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(1+1), 盖上表皿, 加热至完全溶解, 用水洗涤表皿及杯壁, 冷却。移入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸(3.2), 混匀, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.9.10 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(KH_2PO_4 , 基准试剂或优级纯)于 250 mL 烧杯中, 加水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 磷。

3.9.11 混合元素标准溶液: 分别移取 10.00 mL 标准贮存溶液(3.9.1~3.9.10, 3.9.4 除外)于 100 mL 容量瓶中, 加入 4 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此混合元素标准溶液的浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.9.12 银标准溶液: 移取 10.00 mL 银标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸(3.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 银。

4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

波长可以采用表 2 所列波长或其他波长。

表 2

元素	分析波长/nm	元素	分析波长/nm
Cu	324.75	As	189.04
Fe	259.94	Zn	213.86
Cd	226.50, 214.41	Al	308.22
Ag	328.07	Bi	223.06
Au	242.80	P	178.29

5 分析步骤

5.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

试料类别或处理方法类别	试料量/g	测量时试液体积/mL
分离基体	1.0	25
不分离基体	0.25	50
银含量(质量分数)0.01%~5.00%	0.1	50

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 分析试液的制备

5.3.1 不分离基体:

将试料(5.1)置于 100 mL 石英烧杯或聚四氟乙烯烧杯中,加入 0.5 mL 盐酸(3.6)、15 mL 硝酸(3.5),盖上表皿,低温加热分解完全,冷却。用水洗涤表皿及杯壁,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 分离基体¹⁾:

5.3.2.1 将试料(5.1)置于 200 mL 石英烧杯或聚四氟乙燃烧杯中,加入 0.1 mL~1.0 mL 盐酸²⁾(3.1)、15 mL 硝酸(3.5),盖上表皿,低温加热分解完全,蒸至大量沉淀析出,稍冷却。

5.3.2.2 加入 2 mL 硫酸(3.8),加盐酸(3.7)至试液体积约 30 mL,加热微沸 3 min~5 min,冷却,用中速滤纸过滤于 200 mL 烧杯中,用盐酸(3.7)吹洗烧杯和沉淀 3 次~4 次。

5.3.2.3 将滤液摇匀,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(3.4),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。

5.3.2.4 加入 1 mL 盐酸(3.6),以少量盐酸(3.7)吹洗杯壁,加盖表皿,低温加热溶解,冷却,移入 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 银含量(质量分数)0.01%~0.5%的试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.1),低温加热,慢慢滴加 2 mL 过氧化氢至溶解完全,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

5.3.4 银含量(质量分数)0.5%~5%的试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.1),低温加热,慢慢滴加 3 mL 过氧化氢至溶解完全,冷却。移入 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.4 标准溶液的配制

5.4.1 标准溶液:移取 0、1.00、5.00 mL 混合元素标准溶液分别置于 3 个 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸(3.1),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液含铜、铁、镉、金、砷、锌、铝、铋、磷分别为 0、1、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.4.2 银标准溶液:移取 0、1.00、5.00 mL 银标准溶液分别置于 3 个 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸(3.2),摇匀,用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液含银分别为 0、1、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

1) 使用本法时,应特别注意避免环境污染。

2) 视试料含锡量,每 100 mg 锡加 0.1 mL 盐酸。

5.5 测定

5.5.1 测定条件按附录 A(资料性附录)进行。

5.5.2 将分析试液(5.3)与标准溶液(5.4)同时进行氩等离子体光谱测定。

5.5.2.1 接通仪器电源线路,连通氩气气路,点燃等离子体火炬,稳定 20 min。

5.5.2.2 采用扣背景程序,依次运行测定系列标准溶液,绘制工作曲线。

5.5.2.3 运行测定随同试料的空白试验溶液和分析溶液,并输入试料质量和试液体积,仪器自动输出试料的分析结果并扣减空白。

分析结果表示至两位小数。若含量(质量分数)小于 0.10%时,表示至 3 位小数;小于 0.010%时,表示至 4 位小数。

6 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

不分离基体		分离基体	
含量范围(质量分数)	允许差(质量分数)	含量范围(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 5~0.001 0	0.000 4	<0.000 1	0.000 05
>0.001 0~0.004 0	0.000 8	>0.000 1~0.000 5	0.000 1
>0.004 0~0.010	0.002 0	>0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.010~0.040	0.004	>0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.040~0.100	0.006	>0.005 0~0.010	0.002 0
>0.10~0.40	0.01	>0.010~0.050	0.004
>0.40~1.00	0.04	>0.050~0.100	0.008
>1.00~5.00	0.10		

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 3580 型电感耦合等离子体发射光谱仪测量杂质元素的参考工作条件如表 A. 1。

表 A. 1

观测高度/mm	样品提升量 (mL/min)	正向功率 /kW	反向功率 /W	载气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	积分时间/s
15	1.72	1.1	<5	1	12	0.8	10

使用 PS 1000 型电感耦合等离子体发射光谱仪测量杂质元素的参考工作条件如表 A. 2。

表 A. 2

入射功率 /kW	冷却气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化压力 /kPa	样品提吸速率 (mL/min)	观测高度
1.0	14	0.5	310.5	1.1	利用 Mn 线 折衷调整

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 锡铅焊料