



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.3—2003
代替 GB/T 10574.4—1989

锡铅焊料化学分析方法 铋量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solder
—Determination of bismuth 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 铈量的测定》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铈量,方法 2 采用溴酸钾滴定法测定铈量。

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 10574.4—1989《锡铅焊料化学分析方法 硫脲分光光度法测定铋量》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 10574.4—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。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司柳州冶炼厂起草。

本部分主要起草人:李志芳、钟海珊、陈旭峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 10574.4—1989。

锡铅焊料化学分析方法 铋量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中铋含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中铋含量的测定。测定范围(质量分数):0.003%~0.25%。

2 方法提要

试料用硝酸-酒石酸-柠檬酸分解,用盐酸沉淀除去大部分铅和银,以硫脲显色,于分光光度计波长425 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+99)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+4)。

3.7 硝酸(1+9)。

3.8 混合酸:称取50 g酒石酸和50 g柠檬酸溶于300 mL硝酸(3.6)中,并用硝酸(3.6)稀释至500 mL,混匀。

3.9 酒石酸钾钠溶液(250 g/L)。

3.10 硫脲溶液(80 g/L)。

3.11 铋标准贮存溶液:称取0.200 0 g金属铋($\geq 99.99\%$),置于250 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(3.5),盖上表皿,加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用硝酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含200 μ g铋。

3.12 铋标准溶液:移取50.00 mL铋标准贮存溶液置于500 mL容量瓶中,以硝酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含20 μ g铋。

4 分析步骤

4.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表 1

铋含量(质量分数)/%	试料量/g
0.003~0.010	1.2
>0.010~0.050	0.6
>0.050~0.100	0.3
>0.100~0.15	0.2
>0.15~0.25	0.1

独立地进行两次测定,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 高型烧杯中,加入 25 mL 混合酸,盖上表皿,低温加热至试料基本分解,沿杯壁加入 4 mL 盐酸(3.3),加热煮沸并保持微沸 15 min,冷却,充分摇动使大量铅沉淀。

注:① 含银试料,在加入混合酸后加入 4 滴盐酸(3.1),再低温加热分解。

② 铅高锡低试料,应在低温加热至微沸,以防溅跳。

4.3.2 用盐酸(3.4)将试液移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀,将试液用慢速滤纸干过滤。弃去初滤液。分取 25 mL 滤液置于 50 mL 容量瓶中。

4.3.3 加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液、10 mL 硫脲溶液,每加一种试剂均需混匀,然后用水稀释至刻度,混匀。在 30℃±5℃水浴中放置 10 min。

4.3.4 将部分溶液移入 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 425 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铋量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00,8.00 mL 铋标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 12.5 mL 混合酸、2 mL 盐酸(3.3),以下按 4.3.3 条进行。

4.4.2 将部分溶液移入 5 cm 吸收皿中,与试料测定相同条件下,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 425 nm 处测量标准溶液吸光度。以铋量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的表述

按式(1)计算铋的质量分数:

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铋量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数。若铋含量小于 0.15% 时,表示至 3 位小数。

6 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

铋含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.003~0.005	0.001
>0.005~0.010	0.002
>0.010~0.030	0.004
>0.030~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.15	0.015
>0.15~0.25	0.02

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