



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.4—2003
代替 GB/T 10574.5—1989

锡铅焊料化学分析方法 铁量的测定

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

2003-03-11 发布

2003-08-01 实施

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 10574.5—1989《锡铅焊料化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》的修订。修订的主要内容是:采用火焰原子吸收光谱法,测定范围(质量分数):0.000 5%~0.12%。

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 10574.5—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 10574.4—2003

本部分由云南锡业集团有限责任公司、西北铜加工厂起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司柳州冶炼厂、广西平桂飞碟公司冶炼厂协助起草。

本部分主要起草人：黄瑜、王青、王君、谷长明。

本部分主要验证人：韦秀周、陈淑莲、陈旭峰、李华立。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.5—1989。

锡铅焊料化学分析方法 铁量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中铁含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.12%。

2 方法提要

在低温下,以盐酸-氢溴酸-过氧化氢分解样品,用盐酸-氢溴酸挥发锡、锑,在盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL),分析纯。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.4)和 2 滴~3 滴过氧化氢,微热溶解完全,取下冷却,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 μ g 铁。

3.6 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

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:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.030 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 1.0%;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 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分 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 0.7。

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

铁含量(质量分数)/%	试料量/g	盐酸量/mL	试液体积/mL
0.000 5~0.001 0	1.0	1.5	25
>0.001 0~0.005 0	0.5	1.5	25
>0.005 0~0.025	0.5	3.0	50
>0.025~0.12	0.2	6.0	100

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 铁含量(质量分数) $\geq 0.001 0\%$ 的试样或铁含量(质量分数) $< 0.001 0\%$ 、锡含量(质量分数) $\leq 50\%$ 的试样。

5.3.1.1 将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 6 mL 氢溴酸,盖上表皿,于 140℃~160℃分解至 2 mL~3 mL,取下,稍冷,加 4 mL 氢溴酸,2 mL 盐酸(3.1),3 mL 过氧化氢,低温分解完全,移去表皿,蒸发至大量沉淀析出,低温蒸发至近干,取下,稍冷,用少量水吹洗杯壁,按表 1 加入盐酸(3.1),微热溶解,冷却至室温,将溶液移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.1.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液中铁的吸光度,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铁浓度。

5.3.2 铁含量(质量分数) $< 0.001 0\%$ 、锡含量(质量分数) $> 50\%$ 的试样。

5.3.2.1 将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 6 mL 氢溴酸,盖上表皿,于 140℃~160℃分解至 2 mL~3 mL,取下,稍冷,加 4 mL 氢溴酸,2 mL 盐酸(3.1),3 mL 过氧化氢,低温分解完全,移去表皿,蒸发至大量沉淀析出,低温蒸发至近干,取下,稍冷,加 2 mL 盐酸(3.1),1 mL 过氧化氢,低温蒸发至近干,稍冷,用少量水吹洗杯壁,加入 1.5 mL 盐酸(3.1),微热溶解,冷却至室温,移入 25 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。以下按 5.3.1.2 条进行。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00 mL 铁标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 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,以铁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铁的质量分数:

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

式中:

c ——从工作曲线上查得的试液中铁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液的体积,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 3 位小数;若铁含量小于 0.010%时,表示至 4 位小数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铁含量(质量分数)	允许差(质量分数)	铁含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 5~0.001 0	0.000 3	>0.010~0.030	0.003
>0.001 0~0.003 0	0.000 6	>0.030~0.050	0.005
>0.003 0~0.005 0	0.001 0	>0.050~0.12	0.012
>0.005 0~0.010	0.001 5	—	—

附 录 A
(资料性附录)
仪器的工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定铁量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)
248.3	1	0.4	3	5.0~6.0	1.4

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