



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.9—2003
代替 GB/T 10574.11—1989

锡铅焊料化学分析方法 铝量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders
—Determination of aluminum 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,采用砷铋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 10574.11—1989《锡铅焊料化学分析方法 铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法测定铝量》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 10574.11—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。

本部分由西北铜加工厂起草。

本部分主要起草人:吉春芳、李继和。

本部分所代替的历次版本发布情况为:

——GB/T 10574.11—1989。

锡铅焊料化学分析方法 铝量的测定

1 范围

本部分规定了锡铅焊料中铝含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中铝含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 3%~0.010%。

2 方法提要

试料用盐酸、氢溴酸分解,并以盐酸、氢溴酸挥发除去锡、锑、砷,以氯化物形态除去银及大部分铅,用DL-半胱氨酸盐酸盐和硫脲掩蔽铜,用抗坏血酸掩蔽铁。在微酸性溶液中铝与铬天青S及聚乙二醇辛基苯基醚显色,于分光光度计波长610 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(ρ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.2 氢溴酸:用分析纯氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)蒸馏提纯。
- 3.3 过氧化氢(30%),优级纯。
- 3.4 盐酸(1+20),优级纯。
- 3.5 氨水(1+1),优级纯。
- 3.6 氨水(1+10),优级纯。
- 3.7 氯化铵溶液(200 g/L)。
- 3.8 DL-半胱氨酸盐酸盐溶液(20 g/L)。
- 3.9 硫脲溶液(30 g/L)。
- 3.10 抗坏血酸溶液(20 g/L),当日配制。
- 3.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取300 g乙酸钠溶于水中,加3 mL冰乙酸用水稀释至1 000 mL。
- 3.12 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)溶液(1+99)。
- 3.13 铬天青S溶液(1 g/L):称取0.1 g铬天青S溶于50 mL无水乙醇中,用水稀释至100 mL,混匀。
- 3.14 百里香酚蓝乙醇溶液(1 g/L)。
- 3.15 铝标准贮存溶液:称取0.100 0 g金属铝($\geq 99.99\%$),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(1+1),微热使之完全溶解,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 μ g铝。
- 3.16 铝标准溶液:移取10.00 mL铝标准贮存溶液置于500 mL容量瓶中,加10 mL盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含2 μ g铝。

4 分析步骤

4.1 试料

按表1称取试样,精确至0.001 g。

表 1

铝含量(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取体积/mL
0.000 3~0.001 0	0.5	全量测定	
>0.001 0~0.003 0	0.5	50	20
>0.003 0~0.006 0	0.5	50	10
>0.006 0~0.010	0.5	50	5

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 200 mL 石英烧杯中,加 5 mL 氢溴酸、2 mL 盐酸(3.1)、5 滴过氧化氢,盖上表皿,微热,待试料分解后,滴加过氧化氢至试液呈红色,移去表皿,低温蒸发至干,升温冒烟至尽,稍冷,加入 2 mL 盐酸(3.1)、5 滴过氧化氢,低温蒸干,加入 1 mL 盐酸(3.1)、10 mL 水,煮沸,冷却。

4.3.2 用经过盐酸处理的脱脂棉-纸浆过滤,滤液收集于 50 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯及沉淀 4 次~5 次。

4.3.3 将试液用水稀释至刻度,混匀。按照表 1 分取试液置于 50 mL 容量瓶中,加水至溶液体积为 20 mL。

注:试料中铝量小于 5 μg 时,应省去 4.3.3 条操作,控制滤、洗液总体积不超过 20 mL,以下从 4.3.4 条开始进行。

4.3.4 加入 5 mL 氯化铵溶液、2 mL DL-半胱氨酸盐酸盐溶液、2 mL 硫脲溶液、3 mL 抗坏血酸溶液、4 滴百里香酚蓝溶液,用氨水(3.5)中和至微红色,再用氨水(3.6)调至微黄色,用盐酸(3.4)调至微红色并过量 4 滴,加入 3 mL 铬天青 S 溶液、2.5 mL 聚乙二醇辛基苯基醚溶液、5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

4.3.5 将部分溶液移入 1 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度,减去随同试料的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL 铝标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加水稀释至 20 mL,以下按 4.3.4 条进行。

4.4.2 与试料测定相同条件下,以水为参比,测量标准溶液吸光度,减去试剂空白溶液吸光度。以铝量为横坐标,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)计算铝的质量分数:

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

式中:

- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——从工作曲线上查出的铝量,单位为微克(μg);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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 %

铝含量(质量分数)	允许差(质量分数)	铝含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 3~0.000 6	0.000 2	>0.002 5~0.005 0	0.000 8
>0.000 6~0.001 2	0.000 3	>0.005 0~0.010	0.001 2
>0.001 2~0.002 5	0.000 5		

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