



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.7—2003
代替 GB/T 10574.8—1989
GB/T 10574.9—1989

锡铅焊料化学分析方法 银量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders
—Determination of silver 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 10574.8—1989《锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量》和 GB/T 10574.9—1989《锡铅焊料化学分析方法 电位滴定法测定银量》的修订。列为方法 1 和方法 2。

方法 1 修订的主要内容是:当银含量(质量分数)小于 0.005 0%时,用氢溴酸分解,以盐酸-氢溴酸挥发分离基体元素锡,测定范围(质量分数)由 0.005 0%~0.600%修订为 0.001 0%~0.50%。

方法 2 修订的主要内容是:采用硫氰酸盐滴定法,测定范围(质量分数):0.50%~5.00%。

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 10574.8—1989 和 GB/T 10574.9—1989。

GB/T 10574.7—2003

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分由云南新立有色金属有限公司、云南个旧有色金属加工厂协助起草。

本部分主要起草人：方法 1：施宝芝、赵如琳；方法 2：蔡静、张秦、林庆权。

本部分主要验证人：张健、李华民、陈艳、董玉玲、董郁斌。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.8—1989 和 GB/T 10574.9—1989。

锡铅焊料化学分析方法 银量的测定

方法 1 火焰原子吸收光谱法测定银量

1 范围

本方法规定了锡铅焊料中银量的测定方法。

本方法适用于锡铅焊料中银量的测定。测定范围(质量分数):0.001 0%~0.50%。

2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢或氢溴酸溶解,在低温下以盐酸-氢溴酸或盐酸-过氧化氢排除锡,在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 盐酸(3+1)。

3.5 盐酸(1+10)。

3.6 硝酸(1+3)。

3.7 过氧化氢(1+2)。

3.8 银标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属银(\geq 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),加热至完全溶解,冷却,移入盛有预先煮沸并冷却的 50 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)的 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 银。

3.9 银标准溶液:移取 20.00 mL 银标准贮存溶液置于盛有 30 mL 盐酸(3.1)的 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 银。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.027 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 1.5%,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成 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

试样处理类别	银含量(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL	测量时试液体积/mL
不分离锡	0.005 0~0.030	0.5	50	全量	—
	>0.030~0.200	0.2	100	全量	—
	>0.200~0.50	0.2	100	10	50
分离锡	0.001 0~0.005	1.0	—	—	25
	>0.005~0.050	1.0	50	10	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 测定

5.3.1 银含量(质量分数) $>0.05\%$ 的试样或者银含量(质量分数) $0.005\ 0\% \sim 0.05\%$ 、且锡含量(质量分数) $<50\%$ 的试样。

5.3.1.1 将试料(5.1)置于100 mL烧杯中,加入15 mL~20 mL盐酸(3.4),盖上表皿,分次加入1 mL~2 mL过氧化氢(3.3),加热至试料完全分解,冷却。

5.3.1.2 按照表1用盐酸(3.4)将试液移入相应的容量瓶并稀释至刻度,混匀。按表1分取试液于相应容量瓶内,稀释至刻度,混匀。

注:含铅(质量分数) $>70\%$ 的试料,用20 mL硝酸(3.6)溶解,加4.5 mL盐酸(3.1),用盐酸(3.4)移入容量瓶中并稀释至刻度。

5.3.1.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长328.1 nm处,以水调零,与系列标准溶液同时测量试液中银的吸光度,所测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银浓度。

5.3.2 银含量(质量分数) $0.005\ 0\% \sim 0.05\%$ 、且锡含量(质量分数) $>50\%$ 的试样。

5.3.2.1 将试料(5.1)置于100 mL烧杯中,加入25 mL~30 mL盐酸(3.4),盖上表皿,分次加入1 mL~2 mL过氧化氢(3.3),加热至试料完全溶解,加4 mL盐酸(3.1),加热至沸,冷却。

5.3.2.2 用盐酸(3.4)将试液移入50 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀,放置澄清。

5.3.2.3 分取10.00 mL上层清液于100 mL烧杯中,加热蒸发至约2 mL,加入几滴过氧化氢(3.3),加热蒸干,再加入3 mL盐酸(3.1)、几滴过氧化氢(3.3),加热蒸干,加入3.5 mL盐酸(3.1),加热溶解残渣,冷却。用水移入50 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀。以下按5.3.1.3条进行。

5.3.3 银含量(质量分数) $<0.005\ 0\%$ 的试样。

5.3.3.1 将试料(5.1)置于200 mL烧杯中,加入5 mL氢溴酸,盖上表皿,低温加热溶解蒸发至2 mL,取下稍冷;加入4 mL氢溴酸,加入2 mL盐酸(3.1),摇动下滴加1 mL~3 mL过氧化氢(3.7),加热至试料完全分解,蒸发至近干。

5.3.3.2 稍冷,加入3 mL盐酸(3.1),滴加10滴~15滴过氧化氢(3.7),挥发排尽溴后,反复至无溴的红色出现,蒸至近干。

5.3.3.3 稍冷,加入3 mL盐酸(3.1),加入3滴~5滴过氧化氢(3.7),加热蒸至近干,冷却,加入3.5 mL盐酸(3.1)及少量蒸馏水冲洗杯壁,微热溶解,取下冷却,将溶液移入25 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。静置澄清。以下按5.3.1.3条进行。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0,2.00,5.00,10.00,15.00,20.00,30.00 mL银标准溶液,置于一组100 mL容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测量相同条件下,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,以银的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算银的质量分数:

$$w(\text{Ag})(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的银浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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);

V_2 ——测量时试液的总体积,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。若银含量小于0.010%时,表示至4位小数。

7 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

%

银含量(质量分数)	允许差(质量分数)	银含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.001 0~0.005 0	0.000 5	>0.050~0.100	0.010
>0.005 0~0.010	0.001 5	>0.100~0.300	0.020
>0.010~0.030	0.003	>0.300~0.600	0.040
>0.030~0.050	0.005		

方法 2 硫氰酸盐滴定法测定银量

8 范围

本方法规定了锡铅焊料中银含量的测定方法。

本方法适用于锡铅焊料中银含量的测定。测定范围(质量分数):0.50%~5.00%。

9 方法提要

试料用硝酸分解后,加入硫酸铁铵溶液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定。

10 试剂

10.1 硝酸($\rho 1.42 \text{ g}/\text{mL}$)。

10.2 硝酸(1+1)。

10.3 硫酸铁铵溶液(200 g/L):称取 20 g 硫酸铁铵于 100 mL 量杯中,加 50 mL 水溶解,加硝酸(10.1)至褐色褪去,再用水稀释至刻度,混匀。

10.4 银标准溶液:称取 2.500 0 g 金属银($\geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(10.2),加热溶解,冷却后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 银。

10.5 硫氰酸钾标准滴定溶液[$c(\text{KSCN})=0.06 \text{ mol}/\text{L}$]。

10.5.1 配制:称取 6 g 硫氰酸钾于 200 mL 烧杯中,加少许水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释

至刻度,混匀。

10.5.2 标定:移取 3 份 25.00 mL 银标准溶液于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(10.2),用水稀释至 100 mL。加 3 mL 硫酸铁铵溶液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至浅褐红色为终点。

按式(2)计算硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{107.87 \times V_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——银标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V_1 ——移取银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定银标准溶液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行标定 3 份,其极差值不大于 2×10^{-4} mol/L 时,取其平均值,否则重新标定。

11 分析步骤

11.1 试料

称取 2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

11.2 空白试验

随同试料用同量的纯锡、纯铅做空白试验。

11.3 测定

将试料(11.1)置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿。加入 20 mL 硝酸(10.2),加热至试料分解完全并煮沸 2 min~3 min,赶氧化氮,冷却后,用水稀释至 100 mL。加 3 mL 硫酸铁铵溶液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至浅褐红色为终点。

12 分析结果的表述

按式(3)计算银的质量分数:

$$w(\text{Ag})(\%) = \frac{c(V_s - V_0) \times 10^{-3} \times 107.87}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c ——硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_s ——测定时,滴定试料溶液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——测定时,滴定空白溶液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

13 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 %

银含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.50~1.00	0.03
>1.00~2.50	0.05
>2.50~5.00	0.10

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定银量的参考工作条件如下表 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)
328.1	1	0.4	9	5.0~6.0	0.9

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