



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.8—2003  
代替 GB/T 10574.10—1989

---

## 锡铅焊料化学分析方法 锌量的测定

Methods for chemical analysis of tin-lead solders  
—Determination of zine 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 10574.10—1989《锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锌量》的重新确认，只进行编辑性修改。

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 10574.10—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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：顾文道、杨自华。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 10574.10—1989。

## 锡铅焊料化学分析方法 锌量的测定

### 1 范围

本部分规定了锡铅焊料中锌含量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中锌含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 3%~0.005%。

### 2 方法提要

试样用氢溴酸和过氧化氢分解,用盐酸-氢溴酸挥发排除锡、锑,在稀盐酸-氢溴酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,测量其吸光度。

### 3 试剂

配试剂用水均为二次离子交换水。

3.1 氢溴酸( $\rho$ 1.48 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸(5+95)。

3.4 过氧化氢(1+2)。

3.5 锌标准贮存溶液:称取 0.125 0 g 金属锌( $\geq$ 99.99%)置于 200 mL 聚四氟乙烯塑料烧杯中,加入 5 mL 氢溴酸,低温加热至完全溶解,冷却,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 125  $\mu$ g 锌。

3.6 锌标准溶液:移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.5  $\mu$ g 锌。

### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附锌空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,锌的特征浓度应不大于 0.008  $\mu$ 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五段,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 0.9。

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

锌含量(质量分数)/%	试料量/g
0.000 3~0.002 5	1.0
>0.002 5~0.005	0.5

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 将试料(5.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯塑料烧杯中,加入 6.0 mL 氢溴酸,在垫有石棉板的低温电炉上加热至试液体积为 2 mL~3 mL,稍冷,加入 4.0 mL 氢溴酸、2.0 mL 盐酸(3.2),在摇动下滴加过氧化氢,加热至试料完全分解,蒸发至干。

5.3.2 趁热加入 1.0 mL 氢溴酸,摇动至残渣溶解,加入 2.0 mL 盐酸(3.2)、13 mL 水摇匀,加热至沉淀凝聚后,冷却。

5.3.3 用盐酸(3.3)将试液移入 25 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀,静置澄清。

5.3.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,以水调零,与标准溶液系列同时测量试液中锌的吸光度。所得吸光度减去空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的锌浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 7.00, 10.00 mL 锌标准溶液,分别置于一组 25 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 氢溴酸、1.5 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,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。以锌浓度为横坐标,以吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算锌的质量分数:

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

式中:

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

V——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 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

%

锌含量(质量分数)	允许差(质量分数)	锌含量(质量分数)	允许差(质量分数)
0.000 3~0.000 5	0.000 1	>0.001 0~0.002 0	0.000 4
>0.000 5~0.001 0	0.000 2	>0.002 0~0.005 0	0.000 5

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

使用 WFX-1B 型原子吸收光谱仪测定锌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)
213.9	2	0.4	9	4.8	1.0

附 录 B

(资料性附录)

树脂芯焊锡丝<sup>1)</sup>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