

中华人民共和国国家标准

电子器件用金铜及金镍钎焊料的分析方法 双硫脲分光光度法测定铅

GB 9621.3—88

降为 SJ/T 11030-96

Analytical methods for gold copper and gold nickel

brazing for electron device

Determination of lead by dithizone

spectrophotometry

本标准规定了用双硫脲分光光度法测定铅，适用于电子器件用金铜及金镍钎焊料。测定范围为 0.0005%~0.006%。

本标准遵守 GB 1467《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以王水分解，在 pH=9 的溶液中铅(Ⅱ)与双硫脲生成络合物，溶于四氯化碳中呈红色，借此进行光度测定。银(Ⅰ)、铜(Ⅱ)等干扰测定，用氰化钾掩蔽；铋(Ⅲ)的干扰在 pH=3.4 的溶液中反萃取而被分离。

2 试剂

- 2.1 王水(硝酸+盐酸+水=1+3+3)。
- 2.2 盐酸(1+1)。
- 2.3 盐酸(1+5)。
- 2.4 盐酸(1+119)。
- 2.5 氢氧化铵(密度 0.90)。
- 2.6 氢氧化铵(1+1)。
- 2.7 氢氧化铵(1+49)。
- 2.8 醋酸乙酯。
- 2.9 三氯甲烷。
- 2.10 四氯化碳。
- 2.11 氰化钾溶液(10%)。
- 2.12 氰化钾溶液(0.5%)。
- 2.13 百里酚蓝乙醇溶液(0.1%)。
- 2.14 双硫脲(二苯基硫卡巴脲)四氯化碳溶液(0.05%)

称取 0.125 g 双硫脲于 100 ml 烧杯中，加 25 ml 三氯甲烷(2.9)溶解，移入 500 ml 分液漏斗，加 100 ml 氢氧化铵(2.7)振荡 30 s。静置分层后，有机相放入另一 500 ml 分液漏斗，再加 100 ml 氢氧化铵(2.7)继续净化，重复此操作三次，弃去有机相，水相合并于 500 ml 分液漏斗中，滴加盐酸(2.2)至黑色沉淀出现时，再过量数滴使其完全沉淀。加 50 ml 四氯化碳(2.10)萃取，重复此操作 4~5 次。有机相合并后加 100 ml 水重复洗三次。将有机相通过双层滤纸干过滤于 250 ml 棕色容量瓶中，用四氯化碳