

# 中华人民共和国国家标准

## 电子器件用纯银钎焊料的分析方法 马钱子碱-碘化钾分光光度法测定铋

Analytical methods for pure silver brazing for electron device  
Determination of bismuth by strychnine  
-potassium iodide spectrophotometry

GB 9619.6—88

降为 SJ/T 11066-96

本标准规定了用马钱子碱-碘化钾分光光度法测定铋,适用于电子器件用纯银钎焊料。测定范围为0.0005%~0.003%。

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

试样以硝酸分解,在氨性溶液中,用氢氧化铁作载体同铋共沉淀与银分离。在2N硫酸介质中,铋(Ⅲ)与碘化钾及马钱子碱形成三元络合物,被三氯甲烷萃取呈黄色,借此进行光度测定,铋(Ⅲ)干扰测定,加氟化钠溶液消除干扰,铜(Ⅱ)铁(Ⅲ)影响测定,加硫脲溶液掩蔽。

### 2 试剂

- 2.1 硝酸(1+1)。
- 2.2 硝酸铁溶液(1%)。
- 2.3 氢氧化铵(密度0.9)。
- 2.4 硫酸(1+3)。
- 2.5 氟化钠溶液(4%);用沸水配制。
- 2.6 三氯甲烷。
- 2.7 硫脲溶液(5%)。
- 2.8 碘化钾溶液(10%)。
- 2.9 马钱子碱溶液(1%)

称25g柠檬酸于200ml烧杯中加水至100ml溶解后,加1g马钱子碱。

- 2.10 氢氧化铵洗液(1+25)。
- 2.11 铋标准溶液
  - 2.11.1 称取0.1000g纯铋,置于200ml烧杯中,加5ml硝酸(2.1),加热溶解完全后,冷却,加80ml硫酸(2.4),移入1000ml容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液1ml含100 $\mu$ g铋。
  - 2.11.2 移取25.00ml铋标准溶液(2.11.1),置于500ml容量瓶中,加40ml硫酸(2.4),稀释至刻度,摇匀。此溶液1ml含5 $\mu$ g铋。

### 3 分析步骤

- 3.1 称取0.8000~1.0000g试样,置于100ml烧杯中,盖上表皿。随同试样作空白。
- 3.2 加5ml硝酸(2.1),加热溶解,并排除氮的氧化物,冷后洗表皿及杯壁,使体积约为35ml。