

YS/T 746.1—2010

#### 7 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

YS/T 746.1—2010

ICS 77.040.30  
H 13

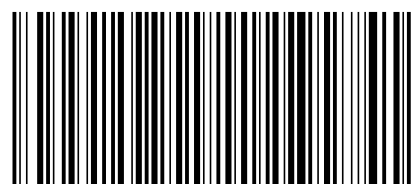
# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.1—2010

### 无铅锡基焊料化学分析方法 第1部分:锡含量的测定 焦性没食子酸解蔽-硝酸铅滴定法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—  
Part 1: Determination of tin content—  
Pyrogallic acid demasking-lead nitrate titrimetric method



YS/T 746.1-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-21529

定价: 14.00 元

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

(3.11)至黄色,滴加盐酸(3.3)至橙红色,充分摇动驱除大量的CO<sub>2</sub>。

4.4.3 加入 15 mL 六次甲基四胺溶液 A(3.9),加入 2 滴二甲酚橙溶液(3.15),混匀。用硝酸铅溶液(3.12)滴定至生成的红色消失缓慢,继续用硝酸铅标准滴定溶液(3.13)滴定至浅红色为终点(不计体积)。

4.4.4 加入 10 mL 六次甲基四胺溶液 B(3.10),补加水至试液体积约为 120 mL,(若试液温度低于 20 ℃时,用 50 ℃~60 ℃的水加热 20 min)。加入 1.5 g 焦性没食子酸(3.1),摇动使焦性没食子酸溶解,放置 5 min。用硝酸铅标准滴定溶液(3.13)滴定至稳定的浅红色为终点。

5 分析结果计算

锡含量以锡的质量分数  $w_{Sn}$  计,数值以%表示,按公式(2)计算。

$$w_{Sn} = \frac{c \cdot (V_2 - V_{02}) \times 118.70 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c$  —— 硝酸铅标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
  - $V_2$  —— 测定时,滴定试料溶液所消耗硝酸铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
  - $V_{02}$  —— 测定时,滴定空白溶液所消耗硝酸铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
  - $m$  —— 试料的质量,单位为克(g);
  - 118.70 —— 锡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。
- 所得结果表示至小数点后二位。

6 精密度

6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果之差的绝对值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 重复性限

$w_{Sn}/\%$	30.01	64.98	99.55
$r/\%$	0.22	0.30	0.30

6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 4 数据采用线性内插法求得:

表 4 再现性限

$w_{Sn}/\%$	30.01	64.98	99.55
$R/\%$	0.22	0.34	0.34

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
无铅锡基焊料化学分析方法  
第 1 部分:锡含量的测定  
焦性没食子酸解蔽-硝酸铅滴定法  
YS/T 746.1—2010

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045  
网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷  
\*  
书号:155066·2-21529 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

式中:

$c$  ——硝酸铅标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m_1$  ——锡的质量,单位为克(g);

$V_1$  ——标定时,滴定锡溶液所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{01}$  ——标定时,滴定空白试液所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

118.70 ——锡的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,其极差值不大于  $1.5 \times 10^{-4}$  mol/L 时,取其平均值,否则重新标定。

3.14 甲基橙溶液(1 g/L)。

3.15 二甲酚橙溶液(5 g/L)。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及 Na<sub>2</sub>EDTA 用量

质量分数/%	试料量/g	Na <sub>2</sub> EDTA 溶液/mL
Sn $\geq$ 80(P<0.25)	0.15	10
Sn<80(P<0.25)	0.20	12
含磷 0.25~0.5 的试料	0.10	6

##### 4.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

##### 4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 4.4 测定

表 2 试剂用量

质量分数/%	混合酸(3.5)/mL	酒石酸溶液(3.7)/mL	硫脲溶液(3.8)/mL
Ag $\geq$ 0.1~0.5	10	—	2
Ag>0.5~2	10	—	5
Ag>2	15	—	10
Sb>1	10	1	—
除上述规定外	10	—	—

4.4.1 将试料(4.1)置于 300 mL 锥形瓶中,按表 2 加入混合酸(3.5),低温加热至溶解完全,取下。

4.4.2 按表 1 加入 Na<sub>2</sub>EDTA 溶液(3.6)、30 mL 水,低温加热煮沸 2 min,取下,冷却至室温。按表 2 加入酒石酸溶液(3.7)和硫脲溶液(3.8),混匀。加入 1 滴甲基橙溶液(3.14),混匀。滴加碳酸氢钠溶液

## 前 言

YS/T 746《无铅锡基焊料化学分析方法》共分为 17 部分:

- 第 1 部分 锡含量的测定 焦性没食子酸解蔽-硝酸铅滴定法
- 第 2 部分 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫氰酸钾电位滴定法
- 第 3 部分 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠滴定法
- 第 4 部分 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分 铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法
- 第 6 部分 锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分 铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分 砷含量的测定 砷锑钼蓝分光光度法
- 第 9 部分 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法
- 第 10 部分 铝含量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 11 部分 镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分 铟含量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法
- 第 13 部分 镍含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 14 部分 磷含量的测定 结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法
- 第 15 部分 锗含量的测定 水杨基荧光酮分光光度法
- 第 16 部分 稀土含量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法
- 第 17 部分 银、铜、铅、铋、锑、铁、砷、锌、铝、镉、镍、铟含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

本部分为第 1 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:云南锡业集团有限责任公司。

本部分参加起草单位:广西华锡集团股份有限公司。

本部分主要起草人:杨自华、万琼荣、杨萍、林文霜、谢雪珍、李宏萍、陈树莲、冯丽荣、陈芳芳。