

无铅锡基焊料化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tin-based lead-free solders—
Part 3: Determination of copper content—
Flame atomic absorption spectrometric method and sodium
thiosulfate titrimetric method

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
YS/T 746.3—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 0.75 字数 14 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*
书号：155066·2-21531 定价 16.00 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



YS/T 746.3-2010

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

V_{01} ——测定时,滴定空白试验溶液所消耗硫代硫酸钠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);
 63.54——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。
 计算结果表示至小数点后两位。

14 精密度

14.1 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)按以下数据采用线性内插法求得:

表 5 重复性限

$w_{Cu}/\%$	2.00	3.02	5.23
$r/\%$	0.08	0.10	0.15

14.2 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 6 数据采用线性内插法求得:

表 6 再现性限

$w_{Cu}/\%$	2.00	3.02	4.23
$R/\%$	0.10	0.15	0.20

15 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。

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_2EDTA 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_2EDTA 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_2EDTA 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 锕含量的测定 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 3 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:云南华联锌铟股份有限公司。

本部分主要起草人:汤凤魁、朵云琨、解惠芳、王巨平、张纹诚、郎富敏、王兴剑、王国梅。

10 方法提要

试料以盐酸-硝酸混合酸分解,以盐酸-氢溴酸挥发排除锡、铋。在乙酸钠-乙酸缓冲溶液中,用氟化钠掩蔽铁及残留锡等离子,二价铜与碘化钾作用析出的碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

11 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 11.1 碘化钾。
- 11.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 11.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 11.4 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)。
- 11.5 过氧化氢(30%)。
- 11.6 淀粉溶液(10 g/L)。
- 11.7 盐酸(1+1)。
- 11.8 硝酸(1+1)。
- 11.9 盐酸-硝酸混合酸:300 mL 盐酸(3.2)和 100 mL 硝酸(3.1)混合。
- 11.10 盐酸-氢溴酸混合酸:盐酸(11.2)和氢溴酸(11.4)等体积混合配制。
- 11.11 乙酸钠-乙酸缓冲溶液(pH=4.5):称取 10 g 氟化钠于 1 000 mL 烧杯中,加入适量水微热溶解,加入 100 g 乙酸钠,溶解后冷至室温,加入 20 mL 冰乙酸,用水稀释至 500 mL。
- 11.12 硫氰酸钾溶液:称取 50 g 硫氰酸钾,溶于 100 mL 水中,用盐酸调整 pH 为 2.5~3.5,加 2 g 碘化钾(11.1),2.5 mL 淀粉溶液(11.6),用 0.02 mol/L 碘溶液滴定至稳定的蓝色,放置 10 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(11.14)滴定至蓝色刚消失,备用。
- 11.13 铜标准溶液:称取 1.000 0 g 铜(\geq 99.99%)于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(11.8),盖上表皿,加热溶解并蒸发至干,稍冷。加入 10 mL 盐酸(11.2),加热至近干,稍冷。加入 5 mL 盐酸(11.2),用少量水吹洗杯壁,微热使盐类溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。
- 11.14 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0.02 \text{ mol/L}$]:
- 11.14.1 配制:称取 5 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶于预先煮沸并冷却过的水中,加入 0.1 g 碳酸钠,溶解后移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以预先煮沸并冷却过的水中稀释至刻度,混匀。放置一周后使用。
- 11.14.2 标定:移取三份 20.00 mL 铜标准溶液,分别置于 400 mL 烧杯中,加入 2 mL 盐酸(11.7),摇匀。以下按 12.4.2 条进行。同时做空白试验。

按公式(2)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho \cdot V_{11}}{63.54 \times (V_{22} - V_{00})} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- ρ ——铜标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_{11} ——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{22} ——标定时,滴定铜标准溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

无铅锡基焊料化学分析方法 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

方法 1 火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中铜含量的测定方法。
本部分适用于无铅锡基焊料中铜含量的测定。测定范围:0.010%~1.000%。

2 方法提要

试料以盐酸-硝酸混合酸分解,在盐酸-硝酸混合酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用火焰原子化器、空气-乙炔火焰,测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 盐酸-硝酸混合酸:300 mL 盐酸(3.2)和 100 mL 硝酸(3.1)混合。
- 3.4 铜标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 铜(\geq 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.3),微热溶解完全,煮沸驱出氮的氧化物,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 铜。
- 3.5 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.4)于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 特征浓度:在与测量溶液的基体一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.035 $\mu\text{g/mL}$;
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 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:将标准曲线按浓度分成五段,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 0.7。