

无铅锡基焊料化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tin-based lead-free solders—
Part 2: Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometric method and potassium
thiosulfate titrimetric method

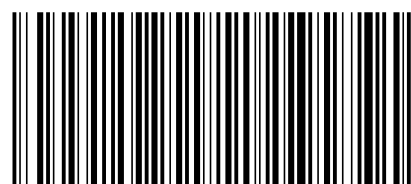
中华人民共和国有色金属
行业标准
无铅锡基焊料化学分析方法
第2部分：银含量的测定
火焰原子吸收光谱法和
硫氰酸钾电位滴定法
YS/T 746.2—2010

*
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 13 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*
书号：155066·2-21530 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 746.2-2010

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

15.2 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5数据采用线性内插法求得:

表5 再现性限

$w_{Ag}/\%$	0.500	2.48	4.83
$R/\%$	0.015	0.15	0.20

16 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 锆含量的测定 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2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:云南锡业股份有限公司。

本部分主要起草人:黄瑜、汤建所、朱锐、谭勇、黄劲松、曾婷、赵如琳、苏晓梅、王美。

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。

方法2 硫氰酸钾电位滴定法

9 范围

本部分规定了无铅锡基焊料中银含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中银含量的测定。测定范围:0.500%~5.00%。

10 方法提要

试样用硝酸-酒石酸混合酸溶解,于自动电位滴定仪上,以银电极作指示电极,甘汞电极作参比电极,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定。

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 酒石酸。

11.2 硝酸(ρ_1 1.42 g/mL)。

11.3 硝酸(1+1)。

11.4 硝酸-酒石酸混合酸:于400 mL水中,加入100 mL硝酸(11.2),混匀,加入150 g酒石酸(11.1),摇动溶解,混匀。

11.5 银标准溶液:称取2.000 0 g银($\geq 99.99\%$)于200 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(11.3),加热溶解,冷却后,移入1 000 mL棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含银2 mg。

11.6 硫氰酸钾标准滴定溶液($c_4=0.02$ mol/L)。

11.6.1 配制:称取2 g硫氰酸钾于200 mL烧杯中,加少许水溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。

11.6.2 标定:移取三份10.00 mL(V_1)银标准溶液(11.5)于200 mL烧杯中,加入25 mL硝酸-酒石酸混合酸(11.4),加入10 mL硝酸(11.3),加水至约90 mL,置于电位滴定仪上测定,记录终点电位时消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积(V_2)。

按公式(2)计算硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho_1 \cdot V_1}{107.87 \times V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

ρ_1 ——银标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定银标准溶液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,其极差值不大于 1.4×10^{-4} mol/L,取其平均值,否则重新标定。

12 仪器

电位滴定仪,附银电极、甘汞电极。

无铅锡基焊料化学分析方法 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

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银含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中银含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.500%。

2 方法提要

试样以盐酸-硝酸混合酸溶解,以盐酸-氢溴酸挥发排锡、铈,在10%的盐酸-硝酸混合酸介质中,于原子吸收光谱仪波长328.1 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 1.42 g/mL)。

3.2 盐酸(ρ_1 1.19 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ_1 1.49 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 盐酸-氢溴酸混合酸:盐酸(3.2)和氢溴酸(3.3)等体积混合。

3.7 混合酸:300 mL盐酸(3.2)和100 mL硝酸(3.1)混合。

3.8 银标准贮存溶液:称取0.100 0 g银($\geq 99.99\%$),置于200 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(3.5),微热溶解完全,煮沸驱出氮的氧化物,取下冷却至室温,移入500 mL棕色容量瓶中,加入20 mL硝酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含200 μ g银。

3.9 银标准溶液:移取25.00 mL银标准贮存溶液(3.8)于250 mL容量瓶中,加入20 mL硝酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含20 μ g银。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

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,银的特征浓度应不大于0.037 μ 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的1%;用