

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.4—2010

无铅锡基焊料化学分析方法 第4部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—
Part 4: Determination of lead content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

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 Na₂EDTA 滴定法
- 第 6 部分 铈含量的测定 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 砷铈钼蓝分光光度法
- 第 9 部分 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 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 Na₂EDTA 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 锑含量的测定 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、铈、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 4 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：红河出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：深圳格林美高新技术股份有限公司、昆明贵研铂业股份有限公司。

本部分主要起草人：曹海涛、江寨伸、王泽、胡昱炜、韩红涛、黄小兰、尚正文、陈建华。

无铅锡基焊料化学分析方法

第4部分:铅含量的测定

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铅含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中铅含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.100%。

2 方法提要

试料以混合酸分解,在稀混合酸介质中,用盐酸-氢溴酸挥发除去锡、铈,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,使用空气-乙炔火焰测量其吸光度。

当试料中铜含量大于 10%时,使用氙灯或其他方式扣背景测量。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.5 盐酸-氢溴酸:盐酸(3.1)和溴酸(3.4)等体积混合。

3.6 硫酸(1+1)。

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

3.8 铅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 铅(\geq 99.999%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,微热至完全溶解,取下冷却至室温。用水洗涤表皿及杯壁,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.9 铅标准溶液:移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(3.8)于 200 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,具有扣背景装置,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

——灵敏度:在与测量溶液的基体一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.24 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 1.0%;用最低浓度的标准溶液(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%。