

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—
Pyrogallol acid demasking-lead nitrate titrimetric method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

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

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

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 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 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 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 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。

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

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中锡含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中锡含量的测定。测定范围:30.00%~99.50%。

2 方法提要

试料经混合酸溶解,在 0.5 mol/L~2 mol/L 酸度下,用 Na₂EDTA 络合锡及其他金属离子,在 pH 值 5.8~6.0 的六次甲基四胺缓冲溶液中,以二甲酚橙为指示剂,用硝酸铅滴定过量的 Na₂EDTA,以焦性没食子酸使 EDTA-Sn 配合物解蔽,用硝酸铅标准滴定溶液滴定释放出来的 EDTA。

磷>0.5 mg、钛>0.2 mg 干扰测定。

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 焦性没食子酸。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.5 混合酸:30 mL 硝酸(3.4)、70 mL 盐酸(3.2)、100 mL 水混合。
- 3.6 Na₂EDTA 溶液(100 g/L):称取 100 g Na₂EDTA、100 g 氢氧化钠于 2 000 mL 烧杯中,加入 800 mL 水,加热溶解,冷却至室温,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.7 酒石酸溶液(10 g/L)。
- 3.8 硫脲溶液(50 g/L)。
- 3.9 六次甲基四胺溶液 A(300 g/L):在酸度计上用盐酸(3.3)调节至 pH 值 5.8。
- 3.10 六次甲基四胺溶液 B(300 g/L):在酸度计上用盐酸(3.3)调节至 pH 值 7.0。
- 3.11 碳酸氢钠溶液(饱和)。
- 3.12 硝酸铅溶液 [$c_{\text{Pb}(\text{NO}_3)_2}$ = 0.4 mol/L]。
- 3.13 硝酸铅标准滴定溶液 [$c_{\text{Pb}(\text{NO}_3)_2}$ = 0.04 mol/L]。
 - 3.13.1 配制:称取 13.3 g 硝酸铅于 500 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
 - 3.13.2 标定:分别称取三份 0.150 0 g 锡(\geq 99.99%)于 300 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 混合酸,低温加热至溶解完全。以下按 4.4.2~4.4.4 进行。同时做空白试验。

按公式(1)计算硝酸铅标准滴定溶液的实际浓度(c):

$$c = \frac{m_1}{118.70(V_1 - V_{01}) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$