

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.16—2010

无铅锡基焊料化学分析方法 第 16 部分：稀土含量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—
Part 16: Determination of total rare earth content—
Arsenazo Ⅲ spectrophotometry

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 16 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：石如祥、张红玲、陈树莲、解惠芳、万琼蓉、王立新、黄劲松、张丽。

无铅锡基焊料化学分析方法

第 16 部分:稀土含量的测定

偶氮胂Ⅲ分光光度法

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中稀土总量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中稀土总量的测定。测定范围:0.005 0%~0.200%。

2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解,在硫酸介质中,用盐酸-氢溴酸挥发排除锡、铈、锆及部分铋;在 pH3 的乙酸-乙酸钠缓冲体系中,用铜试剂沉淀分离残留的锡、铜、铈、银、铋、铅、镍、铁、砷、镉、铟等杂质离子;用磺基水杨酸掩蔽钙、铝等金属离子,少量锌不干扰偶氮胂Ⅲ的比色测定。稀土元素与偶氮胂Ⅲ在 pH3 的乙酸-乙酸钠缓冲体系中形成蓝色络合物,以水为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度,减去用氟化氢铵使络合物褪去蓝色后的吸光度即为络合物的吸光度。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 氢溴酸(ρ 1.38 g/mL)。
- 3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.5 过氧化氢(30%)。
- 3.6 盐酸-氢溴酸(1+1)。
- 3.7 硫酸(1+1)。
- 3.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3):称取 25 g 无水乙酸钠,溶解于水中,加入 180 mL 冰乙酸,以水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.9 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(DDTC)(200 g/L):称取 20 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠于 200 mL 量杯中,加水至 100 mL,溶解完全,用滤纸过滤,用时现配。
- 3.10 磺基水杨酸溶液(100 g/L):称取 10 g 磺基水杨酸和 1 g 抗坏血酸,溶解于 70 mL 水中,用氨水(3.4)调节酸度至 pH3,用水移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。用时现配。
- 3.11 氟化氢铵溶液(pH3):称取 30 g 氟化氢铵、5 g 氟化铵,溶解于水中,以水稀释至 100 mL,混匀,储存于塑料容器中。
- 3.12 偶氮胂Ⅲ溶液(0.5 g/L)。
- 3.13 稀土标准贮存溶液:称取 0.296 2 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (于 105 °C 烘干并恒重)于 400 mL 烧杯中,加入 6 mL 硫酸(3.7)、100 mL 水,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。
- 3.14 稀土标准溶液:移取 10.00 mL 稀土标准贮存溶液(3.13)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铈。此溶液三天内使用。