



中华人民共和国国家标准

GB/T 10574.11—2017
代替 GB/T 10574.11—2003

锡铅焊料化学分析方法 第 11 部分：磷量的测定 结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法

Methods for chemical analysis of tin-lead solders—
Part 11: Determination of phosphorus content—Crystal violet
phosphorus-vanadium-molybdeum heteropoly acid spectrophotometry

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锡铅焊料化学分析方法
第 11 部分:磷量的测定
结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法
GB/T 10574.11—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号: 155066 · 1-56185

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 10574《锡铅焊料化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫氰酸钾电位滴定法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 11 部分：磷量的测定 结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法；
- 第 12 部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法；
- 第 13 部分：铈、铋、铁、砷、铜、银、锌、铝、镉、磷和金量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：锡、铅、铈、铋、银、铜、锌、镉和砷量的测定 光电发射光谱法。

本部分为 GB/T 10574 的第 11 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 10574.11—2003《锡铅焊料化学分析方法 磷量的测定》的修订，本部分与 GB/T 10574.11—2003 相比，主要技术变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 样品处理时，硫酸加入量由“5 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)”修改为“10 mL 硫酸(1+1)”；
- 控制“残留硫酸量约为 2 mL”修改为“残留硫酸体积为 2 mL~3 mL”；
- 中和残留硫酸时，修改为固定加入 5.0 mL 氢氧化钠溶液；
- 硫酸(1+8)修改为硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/L}$ ；
- 显色体积由 50 mL 修改为 100 mL；比色皿由 0.5 cm 改为 1 cm；
- 显色时间由 30 min 修改为 1 h；
- 精密度由允许差修改为重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团(控股)有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：张丽、海兰、胡贞贞、周凌波、李蓉、褚宁、周蕾、王燕玲、张红玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 10574.13—1989；
- GB/T 10574.11—2003。

锡铅焊料化学分析方法

第 11 部分:磷量的测定

结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法

1 范围

GB/T 10574 的本部分规定了锡铅焊料中磷量的测定方法。

本部分适用于锡铅焊料中磷量的测定。测定范围为 0.000 5%~0.010 0%。

本部分为仲裁分析方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8012 铸造锡铅焊料

3 方法提要

试料用硝酸和盐酸分解,在硫酸介质中,用盐酸-氢溴酸挥发除去锡、砷、锑,铅呈硫酸铅沉淀。分取试液调整酸度后,在聚乙烯醇存在下,磷钒钼杂多酸与结晶紫形成紫红色离子络合物,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

4 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一级水。

4.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2 盐酸-氢溴酸(1+1):将亚沸蒸馏提纯的氢溴酸($\rho=1.49$ g/mL)与盐酸(4.1)等体积混合,贮存于棕色瓶中。

4.3 硝酸(1+2)。

4.4 硫酸(1+1)。

4.5 硫酸溶液[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2$ mol/L]:移取 56.0 mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL),在搅拌下,缓慢加入盛有 200 mL 水的烧杯中,冷却,以水移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。

4.6 氢氧化钠溶液(200 g/L):由优级纯试剂配制。

4.7 对硝基酚(1 g/L)。

4.8 钼钒铵溶液(40 g/L):称取 40 g 钼钒铵[$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$,GR]溶于 800 mL 热水中,冷却。加入水至 1 000 mL,过滤后使用。贮存于聚乙烯瓶中。

4.9 偏钒酸铵溶液(2 g/L)。

4.10 钼-钒酸铵混合液:将 26 mL 钼钒铵溶液(4.8)与 14 mL 偏钒酸铵溶液(4.9)混合,以水稀释至 500 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。