

锡铅焊料化学分析方法  
蒸馏示波极谱法测定硫量

GB 10574.14—89

Tin-lead solders—Determination of  
sulphur content—Oscillopolarographic  
method after distillation

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锡铅焊料中硫含量的测定方法。

本标准适用于锡铅焊料中硫含量的测定。测定范围：0.000 10% ~ 0.030 00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

以氢碘酸-盐酸-次磷酸混合酸分解试料并将其中硫还原为硫化氢，在氮气（载带下，为氢氧化钠溶液吸收，示波极谱测定。

4 试剂

分析过程用水均为三次离子交换水。

4.1 氮气：纯度大于99.7%。

4.2 还原剂：

4.2.1 精制氢碘酸：于1 000 mL氢碘酸（ $\rho$ 1.55g/mL）中加入20g次磷酸钠，放入蒸馏瓶中，加热，控制蒸馏速度为150~200mL/h，弃去前段馏分，收集沸点达125℃后的馏分（最后几毫升除外）。

4.2.2 铜溶液：称取5g纯金属铜于200mL烧杯中，加入20mL王水溶解，加热蒸干，用盐酸（ $\rho$ 1.19g/mL）蒸干数次驱尽硝酸根后，加入20mL盐酸（1+1）溶解盐类，用水移入50mL容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100mg铜。

4.2.3 铂溶液：称取1g海绵铂于100mL烧杯中，加入10mL王水溶解，加热蒸干，用盐酸（ $\rho$ 1.19g/mL）蒸干数次驱尽硝酸根后，加入10mL盐酸（1+1）溶解盐类，用水移入100mL容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含10mg铂。

4.2.4 还原剂的配制：移取200mL盐酸（ $\rho$ 1.19g/mL，优级纯）、300mL氢碘酸（4.2.1）、150mL次磷酸（ $\rho$ 1.597g/mL），置于还原剂提纯装置（5.3）的三颈瓶中，按每100mL上述混酸加入0.5mL铜溶液（4.2.2）、0.5mL铂溶液（4.2.3）的比例加入铜溶液和铂溶液、50mL水，混匀。加热并控制温度使还原剂保持微沸，在通氮气条件下回流5~8h，至还原剂中的硫空白值低于3 $\mu$ g/L为止。冷却后，贮于棕色瓶中（两周内有效，久置应重新回流提纯，检查合格后再用）。

4.3 吸收液：称取40g氢氧化钠（优级纯）、14g盐酸羟胺，用水溶解，再加入10mL聚乙烯醇溶液（0.5%），用水稀释至1 000mL（两周内有效）。

4.4 硫标准溶液：称取0.543 5 g预先在105℃下干燥1 h的硫酸钾（优级纯），溶于水，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg硫。

4.5 硫标准溶液：移取10.00 mL硫标准溶液（4.4）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg硫。

4.6 硫标准溶液：移取10.00 mL硫标准溶液（4.5）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 μg硫。

5 仪器和装置

5.1 线性扫描示波极谱仪，附三电极系统。

5.2 还原蒸馏装置，见图1。

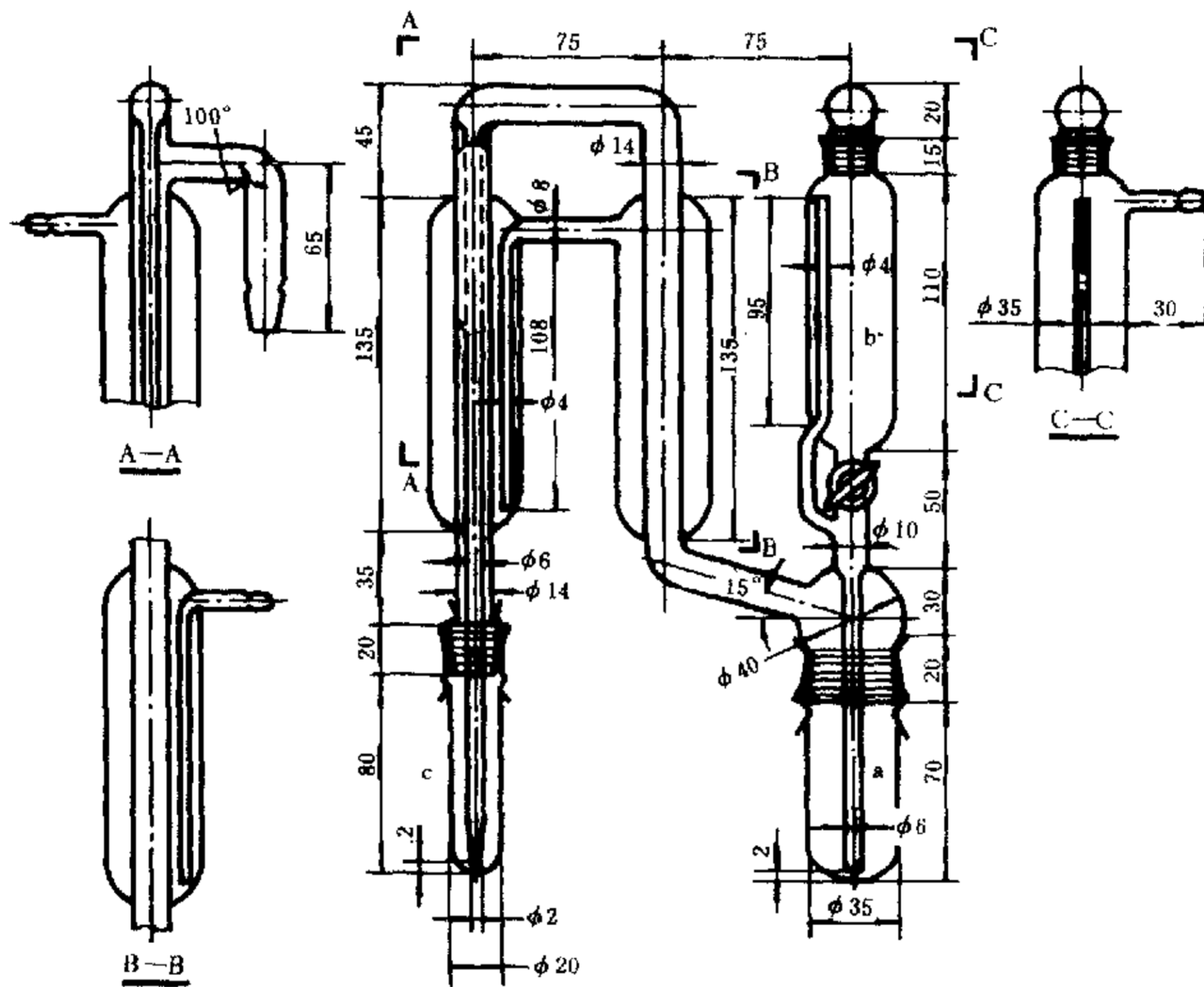


图1 还原蒸馏装置

a—主还原瓶；b—贮液瓶；c—二次还原瓶

5.3 还原剂提纯装置，见图2。

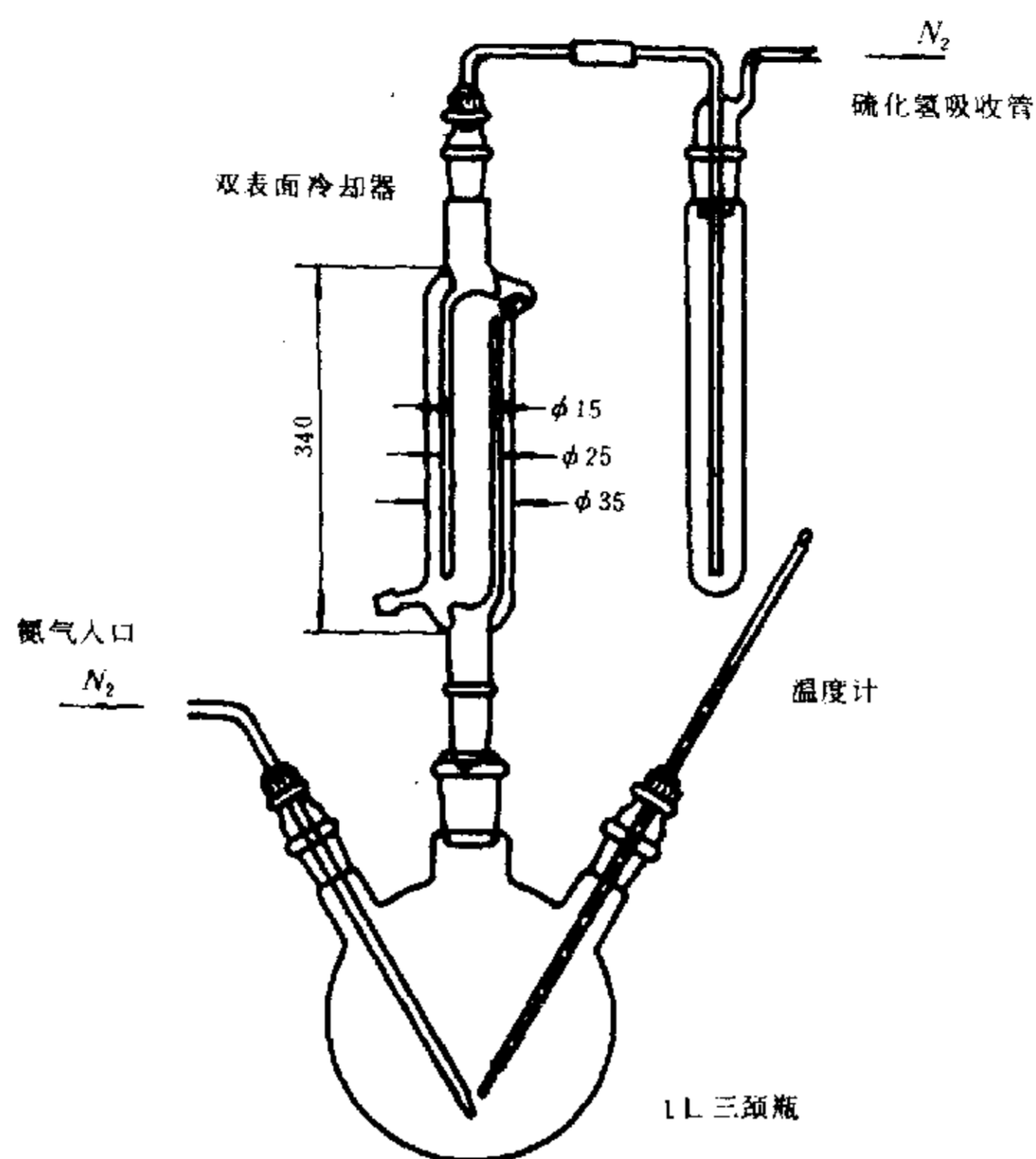


图 2 还原剂提纯装置

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.001 g。

表 1

硫含量，%	试料，g	吸收液，mL
0.000 10~0.001 00	0.500	10
>0.001 00~0.005 00	0.200	25
>0.005 00~0.030 00	0.100	50

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

**6.3.1** 将试料 (6.1) 置于还原装置 (图 1) 主还原瓶 a 中。在贮液瓶 b、二次还原瓶 c 中，分别加入 30 mL 和 5 mL 还原剂 (4.2)，吸收管内按表 1 预先加入吸收液 (4.3)。控制流速为约 50 mL/min 通入氮气 (4.1)。

6.3.2 加热二次还原瓶c,使还原剂保持微沸。

6.3.3 将还原剂以贮液瓶b放入主还原瓶a,启动主还原加热器,迅速升温,使还原剂在3min内沸腾,分解试料,调节温度使还原剂保持微沸30min,停止加热,5min后停止通氮气,通气毛细管自动吸入吸收液至约10mm的高度,再通氮气,重复2~3次后,取下吸收管。

6.3.4 移取部分吸收液于电解池中,选用适当的电流灵敏度倍率(以峰电流值大于满刻度的一半为准),于-0.45V(相对于饱和甘汞电极)为起始电位,电极插入溶液1min后,记录阴极峰电流值。

6.3.5 取两份与试料含硫量大体相近的硫标准溶液(4.4~4.6),以下按6.3.1~6.3.4条进行。两份溶液测量值之间相对偏差不得大于10%,取其平均值。

注:所取标准溶液体积控制在2mL以内。

## 7 分析结果的计算与表述

硫的百分含量(%)按下式计算:

$$S(\%) = \frac{I_1 \cdot m_2}{I_2 \cdot m_1} \times 100$$

式中:  $I_1$ ——试液的峰电流值;

$I_2$ ——硫标准溶液的峰电流值;

$m_2$ ——所取硫标准溶液硫含量, g;

$m_1$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

硫含量	允许差
0.000 10~0.000 30	0.000 08
0.000 30~0.000 80	0.000 15
0.000 80~0.002 00	0.000 25
0.002 00~0.005 00	0.000 50
0.005 00~0.012 00	0.001 20
0.012 00~0.030 00	0.003 00

### 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。

本标准由云南锡业公司负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人金静如、袁军。