

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.12—2010

无铅锡基焊料化学分析方法 第 12 部分：铟含量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—
Part 12: Determination of Indium content—
Na₂EDTA titrimetric 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 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 12 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：云南个旧冶金研究院。

本部分主要起草人：白艳华、后红、夏从蓉、孙彪、缪璐、武莲芬、蔡茜、肖忠婷。

无铅锡基焊料化学分析方法

第 12 部分: 铜含量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中铜含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中铜含量的测定。测定范围: 20.00%~60.00%。

2 方法提要

试料经盐酸、过氧化氢溶解,用盐酸、氢溴酸挥发排除锡、锑,在 pH2.0~2.5 的酒石酸-酒石酸钠缓冲液中,以二甲酚橙作指示剂,用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定铜。

铋>0.5 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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)。

3.5 过氧化氢(30%)。

3.6 酒石酸-酒石酸钠缓冲溶液:称取 45 g 酒石酸和 23 g 酒石酸钠于 200 mL 烧杯中,用 200 mL 水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.7 铜标准溶液:称取 2.000 0 g 铜(\geq 99.99%)于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸,盖上表皿,低温加热溶解完全,冷却至室温。用水移入 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 4 mg 铜。

3.8 Na₂EDTA 标准滴定溶液($c_{\text{Na}_2\text{EDTA}}=0.03 \text{ mol/L}$)。

3.8.1 配制:称取 110 g Na₂EDTA 溶于 1 000 mL 水中,加热、搅拌溶解完全,冷却至室温,用水稀释至 10 L,混匀。

3.8.2 标定:移取三份 25.00 mL 铜标准溶液(3.7),分别置于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1),低温蒸至近干,稍冷,沿杯壁加 25 mL 酒石酸-酒石酸钠缓冲溶液(3.6),加入少许水,低温加热至约 60 °C,加入抗坏血酸 0.2 g,摇匀,加 1 滴二甲酚橙溶液,趁热用 Na₂EDTA 标准滴定(3.8)溶液滴定至溶液由红色变为亮黄色为终点。同时做空白试验。

按公式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho \cdot V_1}{(V_2 - V_0) \times 114.82} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c —— Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

ρ —— 铜标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);