

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.14—2010

无铅锡基焊料化学分析方法 第 14 部分：磷含量的测定 结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—
Part 14: Determination of phosphorus content—
Crystal violet phosphorus-vanadium-molybdenum
heteropoly acid 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

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为第 14 部分。

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：云南锡业股份公司、贵研铂业股份有限公司。

本部分主要起草人：张红玲、陈树莲、韩红兰、陈林、苏焰、尚正文、陈建华、石如祥、苏爱萍。

无铅锡基焊料化学分析方法

第 14 部分:磷含量的测定

结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中磷含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中磷含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.100%。

2 方法提要

试料经硝酸、盐酸溶解,在硫酸存在下,用盐酸-氢溴酸挥发排除锡、砷、锑;在 0.24 mol/L 硫酸溶液中,磷和钼酸铵、偏钒酸铵形成磷钒钼杂多酸;在聚乙烯醇存在下,结晶紫与磷钒钼杂多酸形成紫色配合物,在分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.3 氢溴酸(ρ 1.38 g/mL)。
- 3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.5 盐酸-氢溴酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(1+1)。
- 3.7 硫酸(1+8)。
- 3.8 硝酸(1+2)。
- 3.9 偏钒酸铵溶液(2 g/L)。
- 3.10 钼酸铵溶液(40 g/L)。
- 3.11 钼-钒混合液:将 13 mL 钼酸铵溶液与 7 mL 偏钒酸铵溶液混匀,以水稀释至 500 mL,混匀。储存于塑料瓶中备用。
- 3.12 聚乙烯醇溶液(PVA-124)(5 g/L),分析纯。
- 3.13 结晶紫溶液(0.5 g/L)。
- 3.14 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 磷酸二氢钾(基准试剂或优级纯,预先在 105 °C 烘干至恒重),置于 250 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。此溶液 1 mL 含 100 μ g 磷。
- 3.15 磷标准溶液:移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(3.14)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 磷。
- 3.16 对硝基酚溶液(1 g/L),分析纯。