



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4116—2015

锡铅焊料中锡、铅、锑、铋、银、铜、锌、 镉和砷的测定 光电发射光谱法

Determination of tin, lead, antimony, bismuth, silver, copper, zinc, cadmium and
arsenic content in tin-lead solders—Optical emission spectrometry

2015-02-09 发布

2015-09-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、云南锡业股份有限公司冶炼分公司、云南锡业锡材有限公司、昆明冶金研究院、北京康普锡威科技有限公司、上海减摩机电有限公司、中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李岩、董秀文、谭勇、孙彪、罗舜、卢彩涛、龙月平、王雷。

锡铅焊料中锡、铅、锑、铋、银、铜、锌、 镉和砷的测定 光电发射光谱法

1 范围

本标准规定了锡铅焊料中锡、铅、锑、铋、银、铜、锌、镉和砷含量的光电发射光谱分析方法。
本标准适用于锡铅焊料中锡、铅、锑、铋、银、铜、锌、镉和砷的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 测定元素和范围

元素	测定范围(质量分数) %
Sn	29.5~67.0
Pb	32.5~69.0
Sb	0.001 0~3.00
Bi	0.001 0~0.30
Ag	0.000 2~0.055
Cu	0.000 6~0.15
Zn	0.000 2~0.045
Cd	0.000 3~0.020
As	0.000 3~0.030

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 8012—2000 铸造锡铅焊料

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

将制备好的块状试样作为一个电极,用光源发生器使样品与对电极之间激发发光,并将该光束引入分光室,经分光系统色散后形成光谱,对选定的光谱线经光电转换系统及测量系统进行光电转换并测量谱线强度,根据标准样品制作的工作曲线测定试样中待测元素的质量分数。

4 试剂和材料

4.1 标准样品。

4.2 激发间隙保护气体:氩气(纯度大于 99.995%)或按仪器说明书选用。

5 仪器设备

5.1 光电发射光谱仪:应根据测定元素的需要进行选择,并能满足分析任务所要求的波长范围、灵敏度和精度,推荐的分析线参见附录 A。

光电发射光谱仪环境条件:应无电磁干扰、无振动及无气体腐蚀,温度、相对湿度按仪器要求控制。

5.2 试样加工设备:车床或铣床。

6 取样和试样制备

6.1 从熔体中取样时,用铸铁模或钢模浇铸成型。铸模自选,但要保证试样均匀、无物理缺陷。

6.2 成品或半成品按照 GB/T 8012—2000 中 6.3 的规定取样,并参照 B.1 熔融浇铸。粉末样品可采用压片法制备分析试样,见 B.2。

6.3 试样用车床或铣床加工成光洁、平整、无气孔、无夹杂、无裂纹等缺陷的平面,测试面应去除 1 mm~3 mm。加工过程中应防止试样过热氧化,必要时可用酒精冷却。试样应有足够的厚度,保证光谱分析时不被击穿。

6.4 试样应当有一个新鲜的测试表面,有明显的脏污、陈旧、氧化,或被反复分析已经污染时应当重新加工,试样测试表面应当有与标准样品相同的粗糙度。

7 分析步骤

7.1 标准化

7.1.1 标准样品

标准样品用于绘制工作曲线。标准样品中各分析元素含量应有适当的梯度,并覆盖所要检测元素的含量范围,应优先选用有证标准样品。

7.1.2 标准化样品

由于仪器状态的变化导致测定结果的偏离,应在合理的周期内对仪器进行标准化。标准化样品可以从有证标准样品(7.1.1)中选择,也可以使用控制样品(7.1.3),但样品必须均匀并准确定值,其化学组成及冶金铸造过程应与分析试样基本一致。当使用两点标准化时,其含量分别取每个元素工作曲线的上限和下限附近含量。

7.1.3 控制样品

具有准确定值的且与待测试样具有相似基体、相近组织结构的标准样品。

7.2 工作曲线绘制

在选定的工作条件下,测试一系列标准样品(7.1.1),每个样品激发 3 次~5 次。以标准样品中每个

待测元素的浓度值为横坐标,该元素的相对强度平均值为纵坐标,绘制工作曲线。

7.3 工作曲线的漂移校正

测定试样前,首先要分析一个或多个控制样品(7.1.3),确认所应用的分析曲线是否漂移,如曲线已经漂移则用标准化样品(7.1.2)进行曲线漂移校正,然后再用控制样品(7.1.3)予以确认。

7.4 试样分析

按选定的工作条件测试试样,每个试样激发 3 次~5 次,数据稳定且满足测试要求时取其平均值作为分析结果。

- 注 1: 按照仪器操作手册要求,试样激发点距边缘要有一定的距离,激发点不得重叠。
- 注 2: 试样表面的熔化物容易附在电极上,这种熔化物会改变电极间隙,影响分析结果。所以,每次激发后都要使用金属刷清扫电极。
- 注 3: 如果分析结果不一致或者怀疑仪器出现故障,可按 7.4 在同一试样的新鲜表面上另行测试。此时,试样分析表面的切削深度应不小于 0.5 mm。

8 结果表示

测试结果以质量分数表示,按照 GB/T 8170 修约到规定的位数。

9 精密度

- 9.1 本标准的精密度是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 由 8 个实验室对 9 个元素的 4 个~6 个水平进行共同试验和统计确定的,结果见表 2。
- 9.2 重复性:在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值应不超过表 2 所列重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。
- 9.3 再现性:在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表 2 所列再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 精密度

元素	W_x %	r %	R %
Sn	29.61	0.25	0.28
	41.60	0.30	0.35
	49.63	0.35	0.40
	60.00	0.37	0.42
	66.79	0.38	0.43
Pb	32.95	0.25	0.28
	39.90	0.30	0.34
	47.21	0.32	0.36
	57.67	0.35	0.38
	68.68	0.38	0.40

SN/T 4116—2015

表 2 (续)

元素	W_x %	r %	R %
Sb	0.003 6	0.000 4	0.000 7
	0.019	0.002	0.004
	0.093	0.004	0.009
	0.53	0.013	0.034
	1.66	0.04	0.07
	2.80	0.06	0.09
Bi	0.002 7	0.000 3	0.000 5
	0.008 2	0.000 8	0.001 0
	0.030	0.002	0.004
	0.15	0.006	0.012
	0.27	0.007	0.022
Ag	0.000 2	0.000 1	0.000 2
	0.003 8	0.000 4	0.000 9
	0.009 8	0.000 9	0.002 0
	0.028	0.002	0.006
	0.055	0.003	0.006
Cu	0.000 85	0.000 15	0.000 36
	0.002 1	0.000 3	0.000 7
	0.020	0.001	0.003
	0.074	0.003	0.006
	0.14	0.007	0.018
Zn	0.000 24	0.000 10	0.000 18
	0.000 93	0.000 25	0.000 56
	0.004 1	0.000 6	0.000 9
	0.042	0.004	0.008
Cd	0.000 4	0.000 1	0.000 2
	0.006 0	0.000 5	0.001 0
	0.010	0.001	0.002
	0.021	0.002	0.004
As	0.000 26	0.000 13	0.000 18
	0.000 54	0.000 18	0.000 40
	0.001 8	0.000 4	0.000 7
	0.013	0.002	0.004
	0.027	0.003	0.005

附 录 A
(资料性附录)
分 析 线

表 A.1 光电发射光谱仪分析锡铅焊料中各元素的常用分析线

元 素	分析线 nm
Sn	317.50;189.99;278.50 ^a
Pb	405.78;322.05 ^b
Sb	217.59;231.15
Bi	306.77
Ag	328.07
Cu	324.75;223.01
Zn	334.50
Cd	226.50
As	189.04
^a 278.50 nm 分析线为 Sn 的参比线。 ^b 322.05 nm 分析线为 Pb 的参比线。	

SN/T 4116—2015

附录 B
(资料性附录)
试样制备

B.1 熔铸法

B.1.1 设备

- B.1.1.1 箱式电阻炉。
- B.1.1.2 带盖高纯石墨坩埚, 见图 B.1。
- B.1.1.3 熔铸模: 可以用碳钢或不锈钢材料制成, 见图 B.2。

单位为毫米

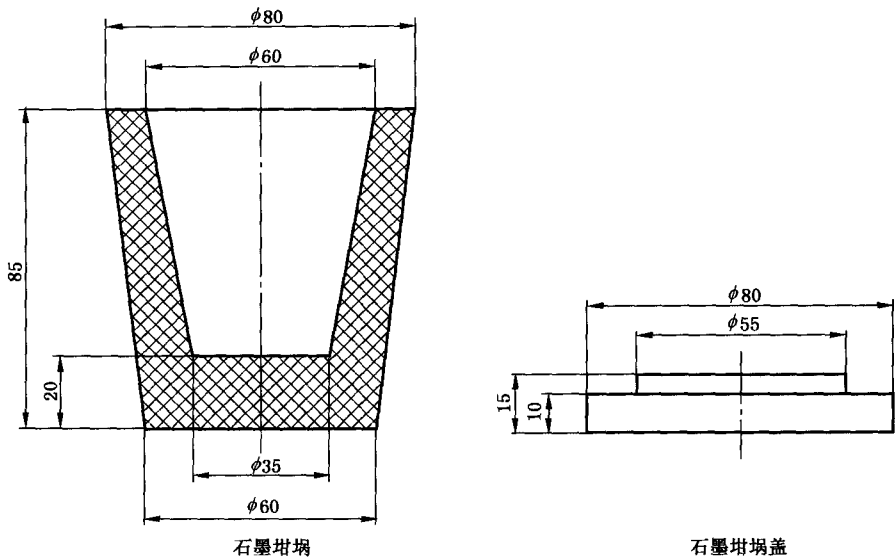


图 B.1

单位为毫米

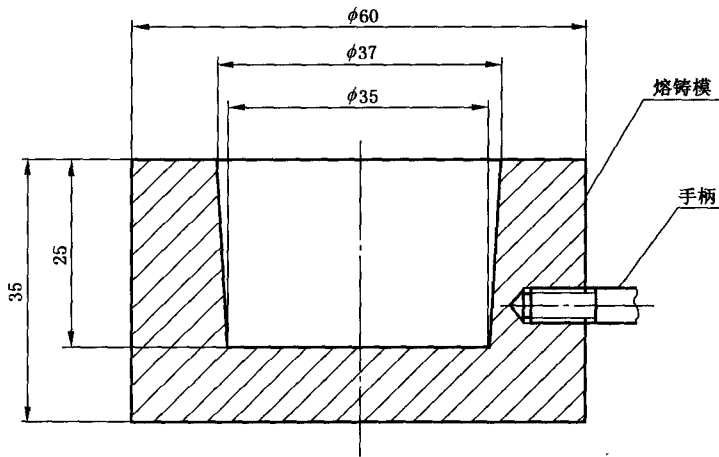


图 B.2

B.1.2 熔铸方法

称取约 150 g 样品(6.2),装入坩埚(图 B.1)中,盖上坩埚盖,移入已升至设定温度的箱式电炉中,焊料的熔化温度参见 GB/T 8012—2000 中的附录 A。为使样品完全熔化,样品熔体温度应在 GB/T 8012—2000 中的液相线温度上提高 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的过热度(对于常用焊料,炉温可以设定在 $420\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$)。保温 10 min~15 min 后,从炉中取出坩埚,并轻轻摇动(或用石英棒适当搅动),迅速将其倒入熔铸模(图 B.2)中,冷却至室温,脱模。

B.2 压片法

B.2.1 设备

B.2.1.1 压力机:压力不小于 300 kN。

B.2.1.2 样品环:可以用软铝或塑料制成。样品环内径不小于 25 mm,高度不小于 4 mm。

B.2.2 压片方法

将适量粉末样品倒入已置于压机模具上的样品环中,加载到 300 kN,保持 30 s 后,缓慢卸载,取出试料片,待测。
