

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 746.13—2010

无铅锡基焊料化学分析方法 第 13 部分：镍含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin-based lead-free solders—
Part 13: Determination of nickel content—
Flame atomic absorption spectrometric 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 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

本部分为第 13 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：深圳格林美高新技术股份有限公司、贵研铂业有限责任公司。

本部分主要起草人：张红玲、石如祥、陈树莲、韩红涛、黄小兰、尚正文、陈建华、海兰、王骏峰。

无铅锡基焊料化学分析方法

第 13 部分:镍含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 746 本部分规定了无铅锡基焊料中镍含量的测定方法。

本部分适用于无铅锡基焊料中镍含量的测定。测定范围:0.002 5%~1.000%。

2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解,用盐酸-氢溴酸排除大量锡,在 5%的硝酸介质中,采用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 232.0 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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢溴酸(ρ 1.38 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸-氢溴酸(1+1)。

3.6 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 镍(\geq 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+1),加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,以水移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.7 镍标准溶液:移取 50.00 mL 镍标准贮存溶液(3.6)于 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镍。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镍空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,镍的特征浓度应不大于 0.042 μ g/mL。

——精密性:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将标准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.70。