

焊锡—铅量的测定—原子吸收光谱法

1. 适用范围

本方法适用于 Bi58Sn、Sn96.5Ag、Sn95Sb 牌号产品中铅的测定（小于 0.1%）。

2. 原理

用盐酸、硝酸的混酸分解样品后，加热浓缩。定容后静置滤除析出的沉淀，用空气-乙炔火焰原子吸收法测定滤液中的铅。

3. 试剂

3.1. 混酸 A （盐酸 85+ 硝酸 10+水 5）

3.2. 混酸 B （盐酸 1+硝酸 3+水 8）

3.3. 金属锡 （纯度大于 99.90%）

3.4. 金属铋 （纯度大于 99.90%）

3.5. 金属银 （纯度大于 99.99%）

3.6. 金属锑 （纯度大于 99.90%）

3.7. 铅标准溶液（100 μg/mL） 称取 0.100g 铅（纯度大于 99.99%）用 5.mL 硝酸（1+1）加热分解，冷却后定容于 100mL 容量瓶中。使用时用硝酸（1+10）准确稀释 10 倍作为铅标准溶液。

4 操作步骤

4.1 试料

试料称取量 1.0g。

注：为了提高测定准确度和精密度，也可以增加称样量。

4.2 试样分解

称取试料置于烧杯中，加入 50mL 混酸 A 加热分解，溶解后浓缩至 10~20mL。冷却后用水定容于 100mL 容量瓶中。放置 1h 后干过滤，滤液用于测定。

注：铅含量低的样品可以用混酸 B 分解。

含有铋的样品，应注意保持酸度，防止在最后定容时铋水解。

4.3 测定

使用原子吸收分光光度计，用空气-乙炔火焰，以水调节仪器零点。于 283.3nm 处测定试料溶液和铅标准溶液系列。

注：原则上使用空气乙炔火焰，如果准确度和精密度满足要求，也可以使用空气-氢火焰或其他火焰。

4.4 标准曲线的制备

称取 1.0g 与试料成分相同的合金数份，分别加入不同量的铅标准液（0-20mL，含铅 0-2000 μg），以下按试料处理手续操作。与试料溶液同步测定标准溶液系列。根据铅的量与吸光度的对应关系制作标准曲线。

注：确认试料中不含铋时，可以不加合金。

5. 结果计算

按下式计算 Pb 的含量，以质量分数表示：

$$w_{Pb} = A \times 100/m$$

式中： w_{Pb} —Pb 的质量分数，%；
A—试料溶液中铅的检出量（g）
m—试料称取量（g）

6. 参考文献

JIS Z 3910—1990

有色金属工业分析丛书—重金属冶金分析 P377

中国五金网