金锡合金化学分析方法

第1部分：金量的测定

火试金重量法

编制说明

（预审稿）

金锡合金分析方法 第一部分：金量的测定 火试金重量法

编制说明

1 工作简况

1.1任务来源与协作单位

金锡合金焊料（AuSn20、AuSn25、AuSn30、AuSn50、AuSn90等）具有强度高，抗氧化性能好，抗热疲劳和蠕变性能优良，熔点低，流动性好等特点，金锡合金焊料的性能优良，可靠性高，无污染，使其成为光电子封装的最佳焊料。随着光电子器件的快速发展，对金锡合金焊料的需求也越来越大。已逐渐被越来越多的人认识和应用。为了对产品质量的更好监控，使得建立一个准确、快速的测定金锡合金中常量金的方法成为必要。迄今为止，尚未见到金锡合金中金量的测定。GB/T 15249.1-2009合质金化学分析方法第1部分：金量的测定 火试金重量法，测定范围30.00%～99.90% 。GB/T11066.1-2008金化学分析方法 火试金法测定金量，测定范围：99.50%～99.95% 。GB/T 9288-2006金合金首饰 火试金法测定金量，测定范围：33.3%～99.95%这些标准中均为对锡有研究。由于金锡合金中，锡易水解、且次此合金为复合材料存在样品不均匀等情况影响测定结果，采用火试金重量法测定取样量较大、方法准确稳定、结果偏差小、测定结果令人满意。

综合以上情况，研究了火试金重量法测定金锡合金试料中金的含量，进行了加标回收及方法紧密度实验，与电位滴定法进行了比对，建立了一个准确可靠的测定方法，适用于金锡合金焊料中金含量的测定。测定范围:5%～85%;方法加标回收率：99.74%～100.27%；RSD＜0.2%。

 贵研铂业股份有限公司于2013年底向上级主管部门提出制定金锡合金中金量的测定火试金重量法行业标准计划书，于2014年11月获全国有色金属标准化技术委员会批准，计划编号为2014-1442T-YS，项目起止时间为2014年11月～2015年12月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，标准起草单位为贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司等。

本标准主要起草人为：曾荷峰 甘健壮 金娅秋 邢银娟 付仕梅 赵文虎 杨辉 王腾 马媛 许昆 朱武勋等。

 本标准委托以下单位进行验证：

第一验证单位：1、北京矿冶研究总院；

 2、广州有色金属研究院；

 第二验证单位：1、北京有色金属与稀土应用研究所理化中心；

 2、铜陵有色稀贵金属分公司；

 3、紫金矿业集团股份有限公司；

1.2 主要工作过程、标准主要起草人所做工作

接到标准制定任务后，贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司明确了标准的进度安排、任务分工、确定了编制标准的工作计划及技术路线。为确保制定标准的质量和水平，贵研铂业股份有限公司主持召开了该标准的内部预审会。同时，根据全国有色金属标准化技术委员会的要求，我们于2015年4月开展样品分析验证工作，并将标准分析方法讨论稿、编制说明和样品提交验证单位，以进行标准分析方法主要技术条件和样品分析结果准确度、精密度的验证实验。

2 标准编制原则和标准主要内容的确定

2.1 编制原则

本标准在编制时，对国内外相关方面标准进行了详细的查新检索，在确定未见与标准相同的资料时，提出以下编制原则。

2.1.1 本标准所涉及的试料加银量，应能满足试料的捕集及分金的要求。

2.1.2 本标准所涉及的试料加铅粒的量，应能满足试料熔融完全、灰吹时间、环保等要求。

2.1.3 本标准所涉及的金-锡比例，选择采取熔炼、灰吹或直接灰吹，应能满足分析结果的准确、可靠。

2.1.4 本标准涉及分金的酸度（硝酸浓度），应能满足试金分金的需要。

2.2确定标准主要内容的依据

2.2.1 关于试料中加银量的确定

 金与银的比例为1：3对于分金是必要的［5］，试验了Au:Ag为1：2、1：2.5、1：3的比例，试验结果表明，此类比例对分金没有明显的影响，Au:Ag＞1：2,则分金困难，银量过多会有少量银未被溶解，或者分解金易碎不成片，造成损失。试验选择金银比例Au:Ag=1:2.5。

2.2.2 关于试料中加入铅量的选择

2.2.2.1 金锡合金中，锡量≤35%

 试验选择了加入铅量为10g 、15g、20g分别进行实验，结果表明，所测数据没有明显差异，加入铅量过少则试料不能完全熔化，过多则延长了灰吹时间。本次试验选择加入量为15g。

2.2.2.2 金锡合金中，锡量＞35%的

试验过程中，称取试样直接加入适量银与铅粒灰吹会导致试料灰吹后灰皿中有残留渣灰吹不彻底，结果偏低。试验表明：试料中加入混合剂（10+1）20g约含铅18g，铅粒10g熔炼氧化掉锡和其他杂质，然后在进行灰吹才能得到完整的金银合金粒，结果准确可靠。

2.2.3 试料直接灰吹与熔炼后灰吹的选择

 经试验表明，Sn:Au＞0.5：1的金锡合金试料直接灰吹后，灰皿都会存在灰吹残留渣，导致测定结果的偏低，进行熔炼后在灰吹，测定结果准确、可靠。

2.3 本标准的试用范围：

 金锡合金试料中金含量的测定。

2.4 元素的测定范围：

 金含量为：5%～85%。

3 验证试验结果

3.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过5%为前提。重复性限（r）按表1采用线性内插法求得。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 金的质量分数/% | 10.01 | 50.11 | 80.09 |
| 重复性限（r）/% | 0.036 | 0.034 | 0.046 |

3.2 允许差

实验室之间分许结果的差值应不大于下表2所列允许差。

 表2 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
|  金的质量分数 | 允许差 |
|  5.00～15.00 |  0.06  |
| ＞15.00～65.00 |  0.08 |
|  ＞65.00～85.00 |  0.10 |

4 与国内外同类标准对比

对国内外标准进行了查阅，未检索到“金锡合金化学分析方法 第一部分：金量的测定火试金重量法”相关标准。

5 参考文献

［1］陈菲菲、陈永红、马丽军等.GB/T 29509.1-2013载金碳化学分析方法 金量的测定 火试金重量法［S］.

［2］管有祥，温结胜，甘健壮，等.火试金测定锡铅金锑合金中金含量［J］.贵金属，2005，26（4）：31-34

［3］刘泽光，陈登权，罗锡明，等.微电子封装用金锡合金钎料［J］.贵金属，2005，26（1）：62-65.

［4］甘健壮，管有祥，李楷中，等.火试金法测定金锡合金中金含量［J］.贵金属，2008，29（4）：34-36.

［5］布格比 E E.试金分析［M］.龚心若，译.北京：地质出版社，1960：67-72.

［6］陈杰、王自森、邢桂珍，等.GB/T 15249.1-2009 合质金化学分析方法 金量的测定 火试金重量法［S］.

［7］王自森、陈杰、赖茂明，等.GB/T 11066.1-2008 金化学分析方法 金量的测定 火试金法［S］.
 ［8］李素青、李玉鹍、范积芳，等. GB/T 9288-2006 金合金首饰 金含量的测定 灰吹法(火试金法)［S］.