

# ICP-AES 法测定铜基焊料中的 Si, Fe, B

Determination of Si, Fe, B in Copper-based Solder by ICP-AES

王 荣, 韦建环 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

WANG Rong, WEI Jian-huan (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

铜基焊料具有钎焊温度低等特点, 适量 Si, Fe, B 的加入, 可降低焊料的熔点, 提高焊料的润湿性。目前, 国标及航标中尚无铜基焊料的化学成分分析方法。有关铜基焊料的成分分析也未见报道。本研究采用 ICP-AES 法进行了铜基焊料中 Si, Fe, B 的分析方法研究。重点考察了样品的溶解方法, 内标的选择, 基体及共存元素的光谱干扰情况, 从而建立了 ICP-AES 法测定铜基焊料中 Si, Fe, B 的分析方法。

实验过程、方法及结果如下。

仪器选用法国 JY 公司的 JY170 型电感耦合等离子体发射光谱仪。

称取 0.1000g 试样于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10mL HCl, 10mL HNO<sub>3</sub>, 低温加热至反应停止, 向烧杯中滴加约 2mL HF, 并水浴 40~60℃保温 0.5h, 冷却, 加入 5.00mL V 内标溶液, 定容于 100mL 塑料容量瓶中, 摇匀, 待测。随同试样作空白试验。

分析线的选择: 选择不受基体及共存元素谱线的干扰, 相互间也无谱线干扰的谱线作为分析线, 确定 Si251.611nm, Fe239.565nm, B249.773nm 为分析线。

当 HF 用量大于 1.2mL 时, 样品中的 Si 可完全溶解, 因此 HF 用量为 2mL。

为保证样品的完全溶解, 避免 Si 的氯化物的挥发, 选择水浴温度 40~60℃, 水浴时间 0.5h。

试验表明: 内标元素的加入可有效地提高测量精度, 因此选择 V 内标加入量为 1.0mg。

多线光谱元素的谱线重叠 (中心重叠和两翼重叠) 是 ICP 光谱法最主要的光谱干扰之一。

在含 Si0.50%, Fe0.50%, B0.050% 的各 100mL 容量瓶中, 按共存元素的成分含量, 分别加入焊料共存元素, 以试剂空白为低标, 分别以 Si0.50%, Fe0.50%, B0.050% 为高标, 进行 ICP 测定, 结果表明: 铜基焊料中基体及共存元素对 Si, Fe, B 测定无光谱干扰, 因此可以用标准系列纯水溶液制作校准曲线进行测定。

当 Si, Fe 在 0.50%~2.00%, B 在 0.10%~0.50% 的范围内, 其测量精密度 RSD (n=8) 不大于 3%。样品的加入回收率在 97%~102% 之间。试验结果证明: 该方法简便、快速, 有较好的精密度和准确度, 可满足科研及生产测试的要求。

收稿日期: 2001-11-08; 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 王荣 (1967-), 女, 高级工程师, 研究方向: 主要从事材料的光谱分析 (ICP、经典光谱等) 研究工作, 联系地址: 北京市 81 号信箱 19 分箱 (100095)。

## 欢迎订阅 2003 年度《无损检测》

《无损检测》系全国无损检测学会会刊及学会对外交流指定用刊。近年来被评为中国科协、国家机械行业以及上海市优秀科技期刊, 在国内外颇具影响。

《无损检测》是一本集科学性、先进性、实用性于一体的应用技术期刊。本刊坚持普及与提高相结合, 理论联系实际, 面向生产、面向科研、面向行业的办刊宗旨, 内容注重实用、有效, 及时报道国内外无损检测行业的新成果、新技术、新工艺、新经验以及行业技术动态, 内容包括超声、射线、电磁涡流、磁粉、渗透、声发射、红外、微波以及应

力测定等。本刊主要栏目有科研成果及理论研究、综述、试验研究、实践经验、专题讲座、专题论坛、标准化、争鸣园地、教育培训资格认证、读者信箱、资料索引以及信息与动态等。本刊读者对象为工厂企业、大专院校及科研院所的无损检测工作者、工艺设计人员和技术管理人员。

《无损检测》为国内外公开发行人物, 月刊 (每月 10 日出版), 大 16 开本, 彩色胶印, 为扩大期刊信息量, 2003 年内心将从 48 页增至 56 页, 订价仍为 6.00 元/册, 全年 72.00 元, 由全国各地邮政局 (所) 征订, 邮发代号: 4-237。欢迎广大读者到当地邮政局 (所) 订阅 2003 年《无损检测》。漏订者请与本刊编辑部联系, 地址: 上海市邯郸路 99 号, 邮编: 200437, 电话: (021) 65556775-361, 电子信箱: ndt@mat-test.com。