

中华人民共和国国家标准

GB/T 1838—1995

镀锡钢板(带)镀锡量试验方法

Tin coated sheet(strip)—Tin coating mass
testing method

1995-06-01 发布

1995-12-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镀锡钢板(带)镀锡量试验方法
GB/T 1838—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 12 千字
1995 年 11 月第一版 1995 年 11 月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066·1-12018 定价 8.00 元

*

标 目 276—09

镀锡钢板(带)镀锡量试验方法

代替 GB 1838—80

Tin coated sheet(strip)—Tin coating mass
testing method

本标准中容量法等效采用国际标准 ISO 1111/1-1983(E)附录 C《测定镀锡量的容量法(碘量法)》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用容量法和库仑法测定镀锡钢板(带)镀锡量的原理、试样、试验溶液和材料、试验装置、试验条件和步骤、试验结果计算及试验报告。容量法作为测定镀锡钢板(带)镀锡量的仲裁法。

本标准适用于测定电镀锡和热镀锡钢板(带)的镀锡量,重现性为 $\pm 0.1 \text{ g/m}^2$,容量法的有效测量范围是 $2.5 \sim 50 \text{ g/m}^2$ 。

2 容量法

2.1 原理

将试样表面的镀锡层溶解于盐酸中,用金属铝将全部锡还原成二价态,接着在二氧化碳气氛保护下用碘酸钾标准溶液进行滴定。根据消耗的标准溶液的体积和试样面积,算出单位面积的镀锡量。

2.2 试样

取样方法按有关技术条件或协议规定,试样为直径不小于 57 mm 的圆片。

2.3 试验溶液和材料

2.3.1 试剂和水:试剂均采用分析纯级。配制溶液及测定过程中所用的水必须为当天煮沸过的蒸馏水。

2.3.2 盐酸溶液:取 750 mL 盐酸($\rho 1.16 \text{ g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL。

2.3.3 三氯化铁溶液:将 100 g 水合三氯化铁溶解于 100 mL 盐酸($\rho 1.16 \text{ g/mL}$)中,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.4 碘酸钾标准溶液:[$c(1/6\text{KIO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ (用于等厚镀层电镀锡板)]:先称取 0.5 g 氢氧化钠和 19 g 碘化钾溶解于 200 mL 水中;将碘酸钾在 180℃ 下干燥至恒重后称取 1.783 5 g 再溶入该溶液,待完全溶解后移入容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.5 碘酸钾标准溶液:[$c(1/6\text{KIO}_3)=0.025 \text{ mol/L}$ (用于差厚镀层电镀锡板)]:先称取 0.5 g 氢氧化钠和 10 g 碘化钾溶解于 200 mL 水中;将碘酸钾在 180℃ 下干燥至恒重后称取 0.891 8 g 再溶入该溶液,待完全溶解后移入容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.6 碘酸钾标准溶液:[$c(1/6\text{KIO}_3)=0.10 \text{ mol/L}$ (用于热镀锡板)]:先称取 0.5 g 氢氧化钠和 37.5 g 碘化钾溶解于 200 mL 水中;将碘酸钾在 180℃ 下干燥至恒重后称取 3.567 0 g 再溶入该溶液,待完全溶解后移入容量瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.7 淀粉溶液:将 1 g 可溶性淀粉加入 10 mL 水中制成悬浊液,加沸水至 100 mL,煮沸 2~3 min 后冷却。

2.3.8 铝箔:纯度 99.99%,不含锡。

2.3.9 铂丝:直径为 0.6 mm,长约为 750 mm,卷成直径约为 125 mm 的双股螺旋圈。

- 2.3.10 二氧化碳:不含氧。
- 2.3.11 乙醚:工业纯。
- 2.3.12 漆:在空气中容易干燥的纤维素漆。
- 2.3.13 丙酮:工业纯。

2.4 试验装置

2.4.1 脱锡装置

在直径约为 200 mm 的玻璃皿内放入铂丝圈(见图 1)。

2.4.2 锡还原装置

容量 500 mL 的广口锥形瓶,在 200 mL 处有一标线,瓶颈装有三孔橡皮塞,一孔插入利比西(Liebig)冷凝器,一孔插入二氧化碳导管,另一孔插入一段短管作为滴定入口,用橡皮塞封住(见图 2)。

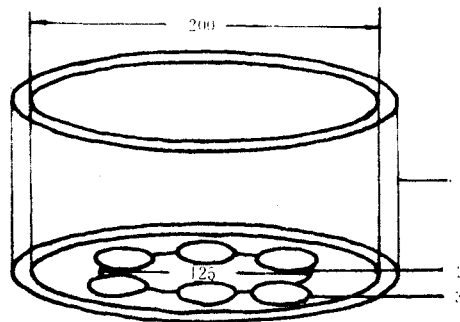


图 1 脱锡装置

1—玻璃皿;2—铂丝;3—试样

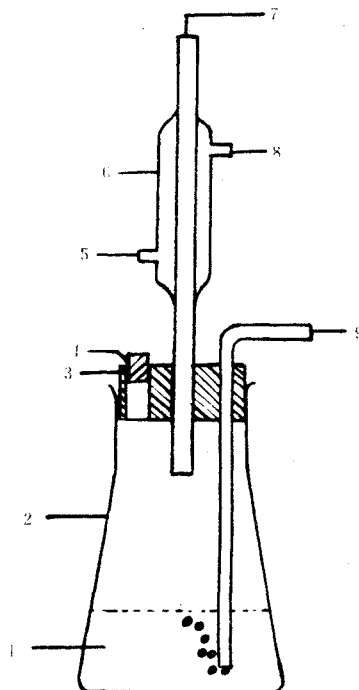


图 2 锡还原装置

1—锡溶液;2—500 mL 广口锥形瓶;3—三孔橡皮塞;4—橡皮塞和玻璃管;
5—进水;6—冷凝器;7—气体出口;8—出水;9—二氧化碳入口

2.5 试验条件和步骤

2.5.1 电镀锡等厚镀层镀锡量的测定

取六片试样用乙醚脱脂后,放在脱锡装置的铂丝圈上,注入 150 mL 盐酸溶液(2.3.2),待试样两面镀锡层完全溶解、裸露出光洁的钢基表面后,将锡溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用约 25 mL 蒸馏水洗涤试样和脱锡装置两次,将洗涤水并入容量瓶中。再用另外六片试样重复上述步骤,将锡溶液和冲洗水移入同一容量瓶中,最后用蒸馏水稀释至 1 000 mL。用移液管移取 100 mL 锡溶液于广口锥形瓶中,加入 75 mL 盐酸溶液(2.3.2)和 10 mL 三氯化铁溶液(2.3.3),用蒸馏水稀释至标线。加入 2 g 铝,装上三孔橡皮塞,通入二氧化碳和冷却水,封住滴定管入口。通入二氧化碳约 5 min 后,将锥形瓶置于电热板上,注意避免剧烈沸腾。待铝完全溶解后,再轻微煮沸 5~10 min,在持续通入二氧化碳的条件下,让锥形瓶在流水中冷却到 20℃ 以下,去掉滴定管入口的橡皮塞加入 5 mL 淀粉溶液,立即用碘酸钾标准溶液 [$c(1/6KIO_3)=0.05 \text{ mol/L}$] 滴定,直至出现不退色的蓝色为止。

对于镀锡量小于 2.5 g/m^2 的镀锡板,也可参照本方法测定镀锡量,但应适当增加试样片数,用碘酸钾标准溶液 [$c(1/6KIO_3)=0.025 \text{ mol/L}$] 滴定。

2.5.2 电镀锡差厚镀层镀锡量的测定

试样用乙醚脱脂。将镀锡量较大的一面涂上纤维素漆,自然干燥 15 min 后再次涂漆并干燥 1 h。然后将六片试样放入脱锡装置内的铂丝圈上,未涂漆的一面与铂丝接触。接着按照(2.5.1)的步骤操作直至完成滴定,滴定时使用碘酸钾标准溶液 [$c(1/6KIO_3)=0.025 \text{ mol/L}$]。为了测定第二面的镀锡量,要将冲洗过的试样立即用乙醚脱水进行干燥,用丙酮把漆膜清除干净后,放入脱锡装置内的铂丝圈上,让钢基裸露面与铂丝接触。重复上述操作,直至完成滴定。

2.5.3 热镀锡层镀锡量的测定

试样用乙醚脱脂。以下按(2.5.1)的步骤操作。但用移液管移取 100 mL 锡溶液于广口锥形瓶中后,加入 55 mL 盐酸($\rho=1.16 \text{ g/mL}$),滴定时用碘酸钾标准溶液 [$c(1/6KIO_3)=0.10 \text{ mol/L}$]。

2.6 试验结果计算

镀锡量按公式(1)计算:

$$M = \frac{V c \times 5.935 \times 10^5}{A} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: M ——每平方米面积上的镀锡量(若为差厚镀锡板应注明所测定的面), g/m^2 ;

V ——消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

c ——碘酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

A ——试样的总面积, mm^2 。

2.7 试验报告

试验报告应包括以下项目:

- a. 产品名称及产品标准号;
- b. 本试验方法标准号,注明容量法;
- c. 试样形状、尺寸、数量及试样总面积;
- d. 试验结果。

3 库仑法

3.1 原理

以试样为阳极在盐酸电解液中通过恒定电流使镀锡层溶解。由于纯锡层、合金层和钢基相对于参考电极的电位不同,因此通过记录溶解过程中试样电位随时间的变化,可以分别得到纯锡层和合金层完全

溶解所用的时间,计算出各自完全溶解所消耗的电量;根据法拉第电解定律求出纯锡量和合金锡量。纯锡量与合金锡量的和即为镀锡量。

3.2 试样

取样方法按有关技术条件或协议规定。试样为直径不小于 57 mm 的圆片,试样必须平坦。

3.3 试验溶液

3.3.1 脱脂溶液:1%碳酸钠溶液。

3.3.2 脱锡溶液:1 mol/L 盐酸溶液。

3.4 试验装置

3.4.1 电解脱脂装置

由塑料脱脂槽、不锈钢电极板、试样夹和直流电源组成(见图 3)。

3.4.2 电解脱锡装置

由塑料脱锡槽、碳电极、参考电极、试样夹、恒电流直流电源和函数记录仪组成(见图 4)。碳电极直径为 10 mm、长为 110 mm 的碳棒;参考电极为饱和甘汞电极或经氯化处理的银棒,直径为 5 mm、长为 150 mm。

3.5 试验条件和步骤

3.5.1 电解脱脂

将试样圆片放入试样夹具夹紧。按图 3 所示接线。将试样夹具放入脱脂槽,完全浸没在脱脂溶液中,使试样片正对不锈钢电极板并保持平行,相距约为 10~20 mm。接通脱脂电流,电流强度约为 1 A,通电约 30 s,使试样表面不出现水珠为止。关断电流,取出试样夹,在流水中把脱脂溶液冲洗干净。

3.5.2 电解脱锡

试样脱脂后,按图 4 所示接线,记录仪的电位量程可按 25 mV/cm 调定,走纸速度可按 30 mm/min 调定,将试样夹放入脱锡槽,完全浸没在脱锡溶液中,使试样片中心对准碳电极,相距约为 10 mm,电解电流可在 50~250 mA 范围内选取。接通脱锡电流和记录仪走纸开关,开始电解并记录。观察所记录的电位-时间曲线(图 5),当镀锡层达到完全溶解时,关断脱锡电流和走纸开关,取出试样夹,在流水中把电解液冲洗干净。根据电位-时间曲线分别测量出纯锡层和合金层完全溶解所用的时间。若要测量试样的另一面,则从试样夹中取出试样片,翻面重新夹入后,按上述步骤脱脂、脱锡。

在生产检验中也可以用秒表分别计量纯锡层和合金层完全溶解所用的时间。

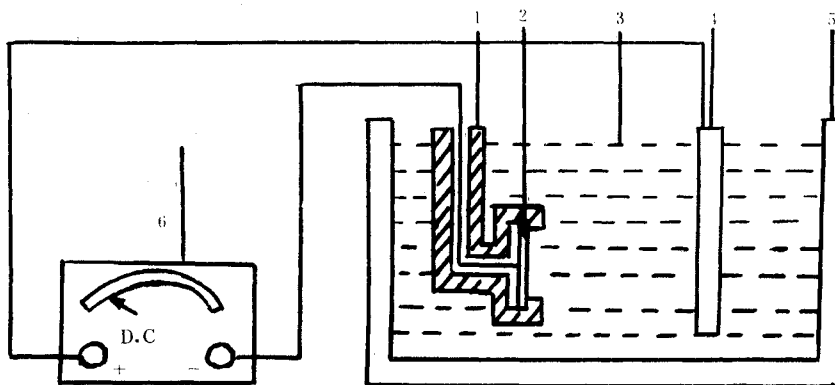


图 3 电解脱脂装置

1—试样夹;2—试样;3—脱脂溶液;4—不锈钢电极板;5—脱脂槽;6—直流电源

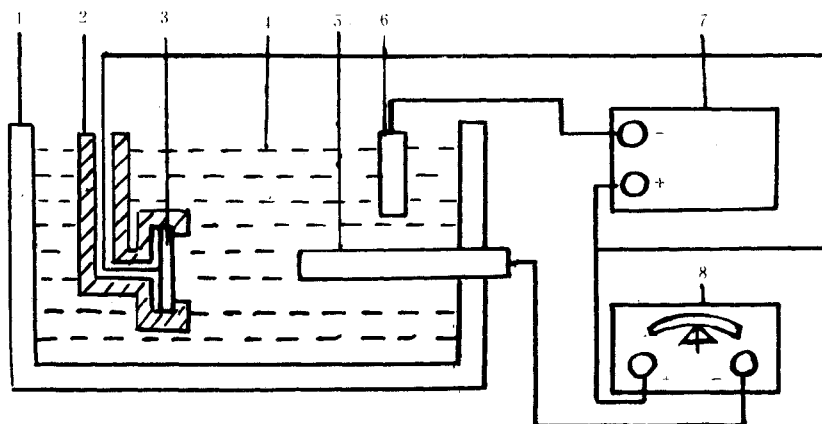


图4 电解脱锡装置

1—脱锡槽；2—试样夹；3—试样；4—脱锡溶液；5—碳电极；
6—参考电极；7—记录仪；8—恒电流直流电源

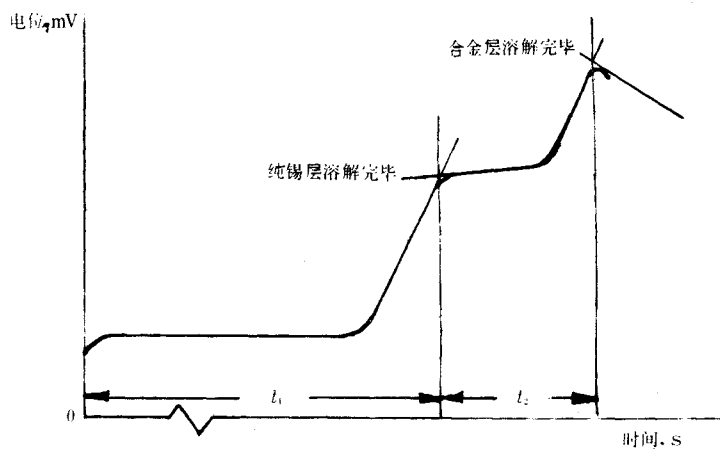


图5 镀锡层溶解的电位-时间曲线

3.6 试验结果计算

3.6.1 纯锡量按公式(2)计算

$$M_1 = \frac{F_1 I t_1}{A} \dots\dots\dots(2)$$

式中： M_1 ——每平方米面积上的纯锡量， g/m^2 ；

F_1 ——常数 0.615 57；

I ——脱锡用电流强度，mA；

t_1 ——纯锡层溶解完毕所用的时间，s；

A ——试样片的试验面积， mm^2 。

3.6.2 合金锡量按公式(3)计算：

$$M_2 = \frac{F_2 J t_2}{A} \dots\dots\dots(3)$$

式中： M_2 ——每平方米面积上的合金锡量，g/m²；

$$F_2 = \frac{2}{3} F_1 = 0.41038；$$

t_2 ——合金层溶解完毕所用的时间，s。

注：合金层是 FeSn₂，溶解锡的电量只占 2/3。

3.6.3 镀锡量按公式(4)计算：

$$M = M_1 + M_2 \dots\dots\dots(4)$$

式中： M ——每平方米面积上的镀锡量，g/m²。

3.7 试验报告

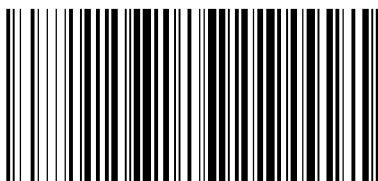
试验报告应包括以下项目：

- a. 产品名称及产品标准号；
- b. 本试验方法标准号，注明库仑法；
- c. 试样形状、尺寸、数量及试验面积；
- d. 试验结果，包括 M_1 、 M_2 和 M 。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。
 本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。
 本标准由武汉钢铁公司负责起草。
 本标准主要起草人何明文、单凯军。

本标准水平等级标记 GB/T 1838—1995 I



GB/T 1838—1995

版权专有 不得翻印

*

书号：155066·1-12018

定价： 8.00 元

*

标目 276—09