

文章编号: 1673—9620 (2008) 02—0072—03

# 火焰原子吸收法测定电子元器件引脚中的铅与镉<sup>\*</sup>

佟卫莉, 王文昌, 孔 泳, 陈智栋

(江苏工业学院 化学化工学院, 江苏 常州 213164)

**摘要:** 用硝酸和盐酸的混酸溶液溶解电子元器件引脚 (10 mL 20% 硝酸、5 mL 浓盐酸), 用火焰原子吸收光谱法测定溶解样品中的铅与镉含量。为了消除基体元素及其它共存元素的干扰, 采用标准加入法进行了测定。该方法的加标回收率为 97% ~ 105%, 且快速、准确、可靠, 可满足大量电子元器件引脚中铅和镉的测定。

**关键词:** 火焰原子吸收光谱法; 电子引脚; 铅; 镉

**中图分类号:** O 657.32

**文献标识码:** A

## Determination of Pb and Cd in Electronic Components/ Devices Lead Frame by FAAS

TONG Wei—li, WANG Wen—chang, KONG Yong, CHEN Zhi—dong

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213164, China)

**Abstract:** The electronic components/devices lead frame was dissolved in a mixture of nitric acid and hydrochloric acid (10 mL 20%  $\text{HNO}_3$  and 5 mL  $\text{HCl}$ ), then Pb and Cd in the sample were determined by FAAS. Method of standard addition was used to eliminate matrix effects and interferences of the coexisting impurities. Values of recovery test obtained by standard addition method on the sample were in the range of 97% to 105%. The method was proved to be rapid, accurate and creditable, and massive determination of Pb and Cd in electronic components/devices lead frame can be performed using this method.

**Key words:** FAAS; electronic components/devices lead frame; Pb; Cd

通常电子厂商为节约生产成本其所生产的电子元器件 (电阻、电容等) 的引线是镀 Sn63/Pb37 合金的铜线或镀 Sn63/Pb37 合金铜包钢线。由于铅对儿童的智力发育有明显的阻碍, 可通过呼吸道及消化道进入人体并蓄积于体内, 不能全部排泄。当血液中铅含量为  $0.6 \sim 0.8 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  时, 会引起血管病, 脑溢血及肾炎, 甚至引起骨骼变化<sup>[1]</sup>。欧洲近年来非常重视电子产品中有害元素的环境污染问题, 在颁布的《RoHS 指令》<sup>[2]</sup>中提出了 2006 年

6 月以后的电子产品, 禁止使用含铅焊料, 同时规定所用材料中铅含量不超过  $10^{-6} \text{ kg} \cdot \text{L}^{-1}$ , 镉含量不超过  $10^{-7} \text{ kg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。由此, 现在出口欧盟的电子元器件引线镀层由 Sn99.5/Cu0.5 和 Sn97/Ag3 等代替过去的 Sn63/Pb37 镀层合金, 而在中国国内销售的产品尚没有这一规定。由于欧盟 RoHS 指令的出台, 使得过去不必进行分析检测的铅和镉等项目变成必须检测, 但是欧盟并没有给出针对具体产品的分析检测方法, 对此中国企业强烈呼唤着欧

\* 收稿日期: 2007—04—02

基金项目: 常州市科技计划项目 (CZ2006003)

作者简介: 佟卫莉 (1980—), 女, 山东沂水人, 硕士生。

盟检测标准的出台。目前国内的各认证公司实验室大多是按照世界上现行的一些检测方法进行上述有害物质测试, 如 EPA 3050、BEN1122; 2001、EPA 3060A、EPA 7196A、EPA 3052、ISO 3613; 2001、EPA 3540C 和 EPA 8270D。但是这些检测方法并不是专门针对电子电器产品的, 如 EPA 系列标准就是针对土壤中金属元素进行检测的一个标准, 对铅和镉的测定, 指定的仪器为等离子体发射光谱仪和原子吸收光谱仪。对于电子元器件的引线而言, 由于该基体为铁, 而用等离子体发射光谱法分析铅时, 基体铁会带来很大干扰<sup>[3]</sup>。对于用原子吸收法测定食物、铜合金和锌合金中铅和镉等方法虽有文献报道<sup>[4~6]</sup>, 但是用该法对电子元器件的引线中的铅和镉的分析未见报道, 通过用原子吸收分光光度计对电子元器件的引线中的铅和镉进行了分析, 发现大量的基体铁和镀层铜、锡存在时不影响铅和镉的测定, 且准确度高, 获得了满意的结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

SP-3520AAPC 型原子吸收分光光度计(上海光谱仪器有限公司), 铅(1 000 g/mL)和镉(1 000 g/mL)标准溶液(国家标准物质中心)。其他试剂均为分析纯, 实验用水为二次去离子水。

### 1.2 仪器测定条件

铅、镉的分析线波长分别为 283.30 nm、228.85 nm, 灯电流分别为 1.0、2.0 mA, 光谱通带宽度均为 0.2 nm, 燃烧器高度分别为 5 mm、7.5 mm, 空气流量均为 6 L/min, 乙炔气流量均为 1.2 L/min。

### 1.3 样品处理

准确称取 1.000 0~1.500 0 g 样品于 100 mL 烧杯中, 加入混酸(5 mL 浓 HCl 和 10 mL 20% HNO<sub>3</sub>) 加热溶解样品至体积约为 5~10 mL, 冷却后用去离子水定容至 50 mL, 作为待测溶液, 同时做空白试验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 测定介质酸度的影响

样品用混酸加热溶解及去离子水定容后, 用酸

性介质稀释样品溶液。本实验考察了盐酸和硝酸两种酸性介质以及不同酸浓度对测定结果的影响, 结果如表 1、表 2 所示。由结果可知, 在 5% 左右的盐酸介质中, 镉的吸光度大且稳定, 背景吸收小。铅的测试结果与镉相同, 故本实验选用 5% 的盐酸作介质。

表 1 酸度对镉吸光度的影响

Table 1 Relationship between acidity and absorbceny of Cd			
酸度/ %	镉吸光度		
	盐酸	硝酸	王水
1	0.022 4	0.019 3	0.016 7
5	0.023 1	0.019 1	0.015 8
10	0.022 5	0.021 8	0.016 7
20	0.022 2	0.022 5	0.017 6

表 2 酸度对铅吸光度的影响

Table 2 Relationship between acidity and absorbceny of Pb			
酸度/ %	铅吸光度		
	盐酸	硝酸	王水
1	0.006 1	0.005 8	0.004 7
5	0.006 7	0.003 0	0.005 9
10	0.006 6	0.003 4	0.006 3
20	0.006 5	0.003 4	0.006 5

### 2.2 干扰试验

电子引脚的主要成分是铁、铜和锡, 本实验主要考察了铁、铜和锡离子对测定铅、镉的干扰, 对于 2 mg·L<sup>-1</sup> 的 Pb<sup>2+</sup> 和 2 mg·L<sup>-1</sup> Cd<sup>2+</sup> 的标准溶液, 10 000 倍浓度的铁、铜和锡对铅和镉的测定不产生干扰, 其测定相对误差小于 3%, 该干扰离子的加入量均已达到电子引脚的主要成分铁、铜和锡的量。

### 2.3 样品分析

分别移取 10 mL 样品于 50 mL 容量瓶中, 分别加入 5、10、15、20 mL 10 mg·L<sup>-1</sup> 的铅标准溶液, 1、2、3、4 mL 10 mg·L<sup>-1</sup> 的镉标准溶液。以 5% 盐酸定容至刻度, 混匀。使用空气-乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 283.30 nm、228.85 nm 处分别测量铅、镉的吸光度, 以标准系列浓度为横坐标, 以扣除空白溶液的吸光度值为纵坐标作图, 见图 1, 图 2, 根据所绘制的直线外延与横轴的交点求出铅、镉元素浓度, 再计算试样中铅、镉元素的含量。

### 2.4 精密度实验

按照实验方法对电子引脚样品中的 Pb<sup>2+</sup> 和 Cd<sup>2+</sup> 含量进行测定, 测定结果见表 3。由表 3 可知

相对标准偏差小于 3%，说明该方法有比较好的精密度。

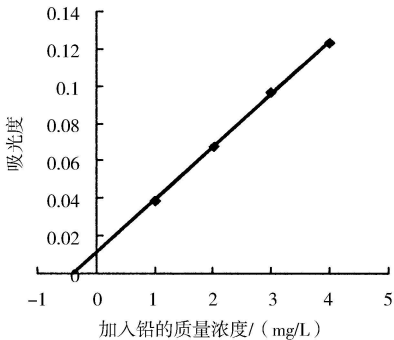


图 1 铅标准加入曲线

Fig 1 The standard addition curve of lead

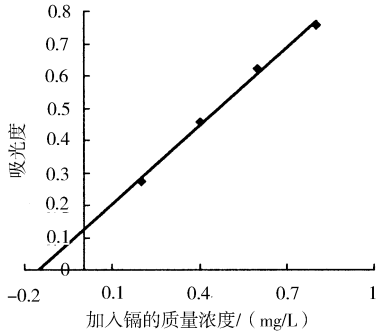


图 2 镉标准加入曲线

Fig 2 The standard addition curve of cadmium

表 3 电子引脚测定结果 (n=5)

Table 3 Determination results of electronic components/ devices lead frame

元素	测定值/ (μg/ mL)										平均值/ $D_{ss}$ /	
											(μg/ mL)	%
铅	90	77	92	46	86	56	88	23	93	10	90	22
镉	37	05	36	93	36	25	38	72	36	62	37	11

2 5 加标回收实验

在样品中加入一定量的标准溶液，按样品测定方法测定。求得溶液中铅和镉含量，并计算回收率，结果如表 4、表 5 所示。由结果可知回收率都在 97%~105%之间，说明该方法具有比较高的准确度。

表 4 铅加标回收结果

Table 4 Recovery results after adding standard solution of Pb

加入铅标准量/ μg	回收量/ μg	回收率/ %
20	19 94	99 70
50	48 51	97 01
100	99 83	99 83
150	154 10	102 70
200	206 10	103 10

表 5 镉加标回收结果

Table 5 Recovery results after adding standard solution of Cd

加入镉标准量/ μg	回收量/ μg	回收率/ %
2	2 03	101 5
5	4 87	97 40
10	10 20	102 00
15	14 60	97 13
20	20 80	103 90

3 结 论

本实验通过火焰原子吸收光谱法研究了电子元器件引脚中的铅与镉的测定，结果表明共存基体如铁、铜和锡不影响其分析测试结果，该方法可以满足为应对欧盟 RoHS 指令而进行的电子元器件引脚中的铅与镉的测定。

参考文献:

[ 1 ] 朱亦仁. 环境污染治理技术 [ M ] . 北京: 中国环境科学出版社, 1996.

[ 2 ] 陈伟. 限制使用有毒有害物质 (RoHS) 认证 [ J ] . 标准与检测, 2005, 12 (1): 70—72.

[ 3 ] 陈宗宏, 孙明里, 楚民生, 等. 微波消解等离子体发射光谱法测定铁矿石中 14 种元素的研究 [ J ] . 化学世界, 2006, 7 (1): 401—406.

[ 4 ] 刘建华, 于美, 李松梅. 石墨炉原子吸收光谱法测定航空铜合金中微量铅 [ J ] . 理化检验—化学分册, 2006, 42 (4): 272—273.

[ 5 ] Jurado J M, Marín M J, Pablos F, et al. Direct determination of copper, lead and cadmium in anised spirits by electrothermal atomic absorption spectrometry [ J ] . Food Chemistry, 2007, 101: 1 296—1 304.

[ 6 ] 黄柳霞. 火焰原子吸收光谱法连续测定锌合金中铅镉铜铁镁 [ J ] . 柳州职业技术学院学报, 2004, 4 (1): 84—85.