

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

再生退锡液

Regenerated tin-stripping solution

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：江阴市锐盛环保科技有限公司、嘉善绿野环保材料厂、中山火炬环保新材料有限公司、江苏欣新环保科技有限公司、厦门市绿茵试剂玻仪有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：王为民、潘耀晶、黄宝雯、林李城、罗奕扬、陈建国、钱海峰、郭明英、安晓英、丁灵、弓创周。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

# 再生退锡液

警告：按GB 12268的规定，本产品属第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了再生退锡液的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。本文件适用于电子、电镀行业硝酸类退锡废液处理后再生退锡液。

注：该产品主要用于电子、电镀行业退锡工艺。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268 危险物品名表

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分型

再生退锡液按照用途分为三型：

——I型为电镀行业退锡用；

——II型、III型为电子行业退锡用。

## 5 要求

5.1 外观：浅黄色或浅黄绿色透明液体。

5.2 再生退锡液按本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表 1

项 目		I 型	II 型	III 型
硝酸 (HNO <sub>3</sub> ) w/%	≥	43.0	33.0	23.0
铁 (Fe) w/%		---	0.5~5.0	0.5~5.0
硫酸盐 (以 SO <sub>4</sub> 计) w/%	≤	0.005	0.005	0.005
铜 (Cu) w/%	≤	0.005	0.005	0.005
锡 (Sn) w/%	≤	0.01	0.01	0.01

## 6 试验方法

### 6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

### 6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的玻璃杯中用目视法判定外观。

### 6.3 硝酸 (HNO<sub>3</sub>) 含量的测定

#### 6.3.1 原理

氟化钾与铁离子反应生成六氟合铁 (III) 酸三钾，消除铁离子的影响后，以甲基红为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算硝酸的含量。

#### 6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 氟化钾溶液：500 g/L。

6.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.25 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 50.00 mL 按 HG/T 3696.1 配制并标定的氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ ] 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3.2.3 甲基红指示液（1 g/L）。

6.3.2.4 无二氧化碳的水。

### 6.3.3 试验步骤

取约 15 mL 无二氧化碳的水注入 250 mL 具塞玻璃锥形瓶中，称重，精确至 0.000 2 g。打开塞子，快速移入约 1 mL~2 mL 试样，立刻盖上瓶塞，并重新准确称重，精确至 0.000 2 g。打开瓶塞，加 25 mL 氟化钾溶液，30 mL 无二氧化碳的水，摇匀后加 4 滴甲基红指示液（1 g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液滴定溶液由红色至橙色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

### 6.3.4 试验数据处理

再生退锡液中硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）含量的质量分数以  $w_1$  计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=63.01$ ）；

$m$ ——试样质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

## 6.4 铁（Fe）含量的测定

### 6.4.1 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

### 6.4.2 仪器设备

分光光度计：带有 1 cm 比色皿。

### 6.4.3 试验步骤

#### 6.4.3.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 规定，使用 1 cm 比色皿及相应的铁标准溶液用量，绘制铁含量工作曲线。

#### 6.4.3.2 测定

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于烧杯中，加入 150 mL 水。全部转移至 250 mL 容量瓶中，

用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5.00 mL 试验溶液置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 规定的从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行测定。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

#### 6.4.4 试验数据处理

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数  $w_2$  计，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 5/250} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

### 6.5 硫酸盐 (以 $\text{SO}_4$ 计) 含量的测定

#### 6.5.1 原理

在试样溶液中，硫酸根与钡离子生成硫酸钡白色沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液比较。

#### 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 95 % 乙醇。

6.5.2.2 氯化钡溶液：250 g/L。

6.5.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐 (以  $\text{SO}_4$  计) 0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

#### 6.5.3 试验步骤

##### 6.5.3.1 无硫酸盐的再生退锡液溶液的制备

称取 10.00 g  $\pm$  0.01 g 试样，置于 50 mL 烧杯中，加少量水，摇匀，再加 10 mL 95% 乙醇，在不断振摇下，滴加 5 mL 氯化钡溶液，然后全部转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置 12 h ~ 18 h，干过滤于棕色瓶中，弃去初始滤液。

##### 6.5.3.2 试验

称取 1.00 g  $\pm$  0.01 g 试样，置于 25 mL 比色管中，加 10 mL 水、加 5 mL 95% 乙醇，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 5 mL 无硫酸盐的再生退锡液溶液和 5.00 mL 硫酸盐标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加 5 mL 95% 乙醇，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

### 6.6 铜 (Cu) 含量测定

#### 6.6.1 原理



采用原子吸收分光光度计测定待测元素铜的吸光度，以工作曲线法定量。

## 6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 硝酸溶液：1+9。

6.6.2.2 铜标准溶液：1 mL 溶液含铜（Cu）0.1 mg。用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.6.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

## 6.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铜空心阴极灯。

## 6.6.4 试验步骤

### 6.6.4.1 工作曲线绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长 324.8 nm 处，选择最佳仪器工作条件，测定其吸光度。从系列铜标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度，以铜的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

### 6.6.4.2 试验

称取约 4.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于烧杯中，加入 50 mL 硝酸溶液后全部转移至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。按照 6.6.4.1 调整后的仪器工作条件，测定空白试验溶液和试验溶液的吸光度。从工作曲线查得铜的质量浓度。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

## 6.6.5 试验数据处理

铜含量以铜（Cu）的质量分数  $w_3$  计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铜的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铜的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$m$ ——试料的的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于 10 %。

## 6.7 锡（Sn）含量测定

### 6.7.1 原理

采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定锡的特征谱线强度，以工作曲线法定量。

### 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 硝酸溶液：1+9。

6.7.2.2 锡标准溶液：1 mL 溶液含锡（Sn）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锡标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.7.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 6.7.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.7.4 试验步骤

#### 6.7.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 标准溶液分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。调整仪器至最佳工作状态，在 189.927 nm 波长处，分别测定标准溶液锡的光谱强度，从锡标准溶液的光谱强度中减去标准空白溶液的光谱强度，锡的质量浓度为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.7.4.2 试验

称取 1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照 6.7.4.1 相同条件测定锡的发射强度值。在工作曲线上查出试验溶液中锡的质量浓度。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

### 6.7.5 试验数据处理

锡的含量以锡（Sn）的质量分数  $w_4$  计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查出的试验溶液锡的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中锡的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

## 7 检验规则

7.1 本文件采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定：

a) 本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本文件要求中规定的硝酸、铁、硫酸盐、铜含量 4 项指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同原料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一型号再生退锡液为一批。每批产品不超过 50 t。

7.3 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定确定采样单元数和液体采样设备。采样时用玻璃制采样管取样。从容器的上、中、下部采取均匀试样，取样量不少于 500 mL。将采集的样品分装于清洁干燥、具塞的棕色玻璃瓶或硬塑料瓶中，密封并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

## 8 标志、标签

8.1 再生退锡液包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、本文件编号、GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签和按 GB/T 191—2008 表 1 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的再生退锡液产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 再生退锡液产品采用硬塑料等耐酸腐蚀容器或槽车包装。

9.2 再生退锡液在运输过程中，应防止暴晒和猛烈撞击，并应经常检查，确保容器不泄漏。

9.3 再生退锡液应贮存在通风、避光、干燥的库房或库区内，与碱、有机物、易燃物隔离存放。