УДК 621.791.35:546.621.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания алюминия

Tin-lead solders
Method for the determination of aluminium content

ГОСТ 1429.9—77*

Взамен ГОСТ 1429.9—69

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 апреля 1977 г. № 886 срок действия установлен с 01.01.78

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта от 21.01.83 № 328 срок действия продлен до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания алюминия в оловянно-свинцовых припоях (при содержании алюминия от 0,0005 до 0,002%).

Метод основан на растворении навески в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома, отгонке олова, сурьмы и мышьяка, отделении мешающих элементов тиоцетамидом, образовании окрашенного соединения алюминия с эриохромцианином и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1429.0—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 н. раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание март 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г.; Пост. № 325 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.).



45г-95
44

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 24.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения, готовят следующим образом: к 45 см³ концентрированной соляной кислоты приливают 45 см³ бромистоводородной кислоты и осторожно добавляют 10 см³ брома.

Тиоацетамид, 1%-ный раствор свежеприготовленный (при необходимости фильтруют).

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Железо хлорное; готовят следующим образом: 0,05 г железа, восстановленного водородом, растворяют в 5 см³ концентрированной соляной кислоты с добавлением нескольких капель перекиси водорода. После разложения избыточного количества перекиси раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2 н. раствор; готовят следующим образом: 80 г гидроокиси натрия растворяют в воде, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают.

Кислота тиогликолевая, 96%-ная, готовят следующим образом: к 10 см³ тиогликолевой кислоты прибавляют 12 см³ уксусной кислоты, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий уксуснокислый, безводный.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 46,4 г уксуснокислого аммония и 18,2 г уксуснокислого натрия растворяют в воде при перемешивании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой почти до метки. Для получения pH 6 в случае необходимости прибавляют либо 2 н. раствор едкого натра, либо уксусную кислоту и затем доводят водой до метки. pH приготовленного раствора контролируют, используя pH-метр.

Эриохромцианин R, раствор; готовят следующим образом: 0,35 г эриохромцианина R растворяют в 2 см³ концентрированной азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин, добавляют 60 см³ воды, 0,3 г мочевины, содержимое перемешивают и оставляют стоять в темном месте. Через 24 ч раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Алюминий первичный марки А999 по ГОСТ 11069–74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в

20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,000005 г алюминия.

Раствор Б готовят непосредственно перед применением.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 1 г помещают в низкий стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 15 см³ смеси кислот для растворения. После растворения навески раствор осторожно выпаривают досуха, не доводя его до кипения. Выпаривание с 10 см³ смеси повторяют еще раз. Затем прибавляют 5 см³ соляной кислоты, 1 см³ брома и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще раз. К остатку приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до улетучивания брома, затем приливают 2 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления паров серного ангидрида. К охлажденному раствору добавляют 25 см³ воды, закрывают стакан часовым стеклом, нагревают до кипения. Приливают 10 см³ раствора тиоацетамида, кипятят раствор 10 мин, дают осадку отстояться и отфильтровывают осадок через плотный фильтр, промывают пять-шесть раз серной кислотой, разбавленной 1 : 24. Осадок отбрасывают. К фильтрату прибавляюу 1—2 см³ перекиси водорода и выпаривают досуха. Сухой остаток выщелачивают 1 см³ 1 н. раствора соляной кислоты, приливают 5 см³ воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. При этом обмывают стакан 15 см³ воды, расходуя ее в два-три приема.

К раствору в мерной колбе прибавляют 1 см³ раствора хлорного железа, 10 см³ раствора тиогликолевой кислоты и по каплям 2 н. раствора едкого натра до образования фиолетовой окраски раствора. Затем прибавляют по каплям 1 н. раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и избыток 2 см³. Прибавляют 20 см³ раствора эриохромцианина и через 5 мин 30 см³ буферного раствора. Доводят водой до метки и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 530 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. pH раствора, подготовленного к измерению оптической плотности, должно быть 5,8—6.

В качестве раствора сравнения применяют нулевой раствор, содержащий все реактивы, кроме алюминия.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. Содержание алюминия находят по градуировочному графику, учитывая поправку на реактивы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, разбавляют водой до объема 20 см³, прибавляют 1 см³ хлорного железа и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса алюминия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 до 0,002	0,0005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.9—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания алюминия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 3015

Дата введения 01.02.88

Наименование стандарта. Исключить слово: **«содержания»**; «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовую долю» (кроме пп. 3.1, 3.2), «%-ный раствор» на «раствор массовой долей %».

Раздел 2. Заменить значение и слова: 1 н. на 1 моль/дм^3, «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм^3».

Пункт 4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru