УДК 621.791.35:669.65'4:546.86.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Методы определения содержания сурьмы

Tin-lead solders.
Methods for the determination of antimony content

ГОСТ 1429.1—77*

Взамен ГОСТ 1429.1—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 № 327 срок действия продлен

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания сурьмы в оловянно-свинцовых припоях: экстракционно-фотометрический (при содержании сурьмы от 0,002 до 0,5%) и объемный броматометрический (при содержании сурьмы от 0,5 до 6%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУРЬМЫ

(при содержании сурьмы от 0,002 до 0,5%)

2.1. Сущность метода.

Метод основан на экстракции толуолом гексахлоростибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3 : 1.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, 10%-ный раствор, приготовленный в концентрированной соляной кислоте.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание март 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г.; Пост. № 324 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.).

45-95
6

gost.e-ecolog.ru

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, 10%-ный раствор.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Бриллиантовый зеленый, 0,1%-ный водный раствор.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Сурьма марки Су-00 по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г металлической сурьмы растворяют при нагревании в 5 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают и разбавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 3 : 1. Раствор снова охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3 : 1, и тщательно перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3 : 1, и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа.

2.3.1. Навески пиров массами 0,5 г (при содержании сурьмы от 0,002 до 0,1%) или 0,2 г (при содержании сурьмы от 0,1 до 0,5%) помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ концентрированной серной кислоты и растворяют при нагревании.

При растворении основной массы навески следует избегать высокой температуры, а затем нагрев увеличивают для удаления серы со стенок стакана. После удаления серы накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески.

Стакан охлаждают, прибавляют 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 3 : 1, слабо нагревают до растворения солей, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 3 : 1, и перемешивают.

Отбирают 10 см³ раствора (при содержании сурьмы от 0,002 до 0,1%) или 5 см³ (при содержании свыше 0,1 до 0,5%) и помещают в стакан вместимостью 100 см³. Затем добавляют в раствор каплю двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин, вводят 1 см³ раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. К раствору приливают равный объем воды, 1 см³ насыщенного раствора мочевины, перемешивают в течение 15 с и переносят в делительную воронку вместимостью 150 или 200 см³. Содержимое воронки разбавляют водой (обмывая ею стакан несколько раз) до объема 100 см³, если была отобрана аликвотная часть 10 см³, или до 50 см³, если была отобрана аликвотная часть 5 см³.

К раствору в делительной воронке приливают 1 см³ раствора бриллиантового зеленого, 30 см³ толуола и экстрагируют в течение 1 мин. После раздела фаз нижний водный слой отбрасывают. Фильтровальной бумагой осушают трубку делительной воронки от капелек влаги и сливают толуольный слой в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, в которую вносят 0,3 г безводного сернокислого натрия. Доводят до метки толуолом, закрывают колбу стеклянной притертой пробкой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны 656 нм) в кювете с толщиной слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Содержание сурьмы находят по градуировочному графику, учитывая поправку на реактивы.

2.3.2. Построение графика градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ каждый помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б и разбавляют до 10 см³ соляной кислотой, разбавленной 3 : 1. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

По найденным величинам оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям сурьмы строят градуировочный график, учитывая поправку на реактивы.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

100 — объем исследуемого раствора, см³;

V — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Содержание сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001	Св. 0,1 до 0,2	0,02
Св. 0,005 » 0,01	0,002	» 0,2 » 0,3	0,03
» 0,01 » 0,03	0,005	» 0,3 » 0,4	0,05
» 0,03 » 0,05	0,01	» 0,4 » 0,5	0,05
» 0,05 » 0,1	0,015		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОБЪЕМНЫЙ БРОМАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУРЬМЫ (0.5—6%)

3.1. Сущность метода.

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте с последующим титрованием суммы сурьмы и мышьяка броматом калия в серносолянокислом растворе с применением метилового оранжевого в качестве индикатора.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Примечание. На титрование 20 см³ соляной кислоты не должно быть израсходовано более 0,1 см³ бромноватокислого калия.

Метиловый оранжевый (4′-диметиламиноазобензол-4-сульфокислоты натриевая соль) по ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

Сурьма марки Су-00 по ГОСТ 1089—82.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, 0,025 н. раствор; готовят следующим образом: 0,6854 г бромноватокислого калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты и растворяют при нагревании. При растворении основной массы навески следует избегать высокой температуры, а затем содержимое колбы нагревают при высокой температуре для удаления серы со стенок колбы. После этого закрывают колбу небольшой воронкой с обрезанным концом или часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески и побеления осадка. Колбу охлаждают, осторожно, при перемешивании раствора, приливают 100 см³ воды по стенке колбы, 30 см³ концентрированной соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до 70—80°С, прибавляют две капли раствора метилового оранжевого и титруют сурьму 0,025 н. раствором бромноватокислого калия при тщательном перемешивании до исчезновения розового окрашивания раствора.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт и вносят поправку в результаты титрования раствора пробы.

3.3.2. Установка титра раствора бромноватокислого калия.

В четыре-пять колб вместимостью 250 см³ помещают по 0,05 г растертой в порошок металлической сурьмы, приливают по 20 см³ концентрированной серной кислоты и растворяют при нагревании. Затем колбу охлаждают, приливают осторожно, при перемешивании, 100 см³ воды, 30 см³ концентрированной соляной кислоты, перемешивают и кипятят в течение 10 мин. Охлаждают раствор до 70—80 °С, добавляют две капли раствора метилового оранжевого

и титруют 0,025 н. раствором бромноватокислого калия при тщательном перемешивании до исчезновения розового окрашивания раствора.

Титр раствора бромноватокислого калия (T), выраженный в г/см³ сурьмы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_1}{V_1 - V_2},$$

где m_1 — масса навески металлической сурьмы, г;

V_1 — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованного на титрование сурьмы, см³;

V_2 — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованного на титрование контрольного опыта, см³.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание сурьмы (X_1) в процентах вычисляют по формуле*

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{m_1} - A \cdot 1{,}625,$$

где V_1 — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованного на титрование раствора пробы, см³;

V_2 — объем раствора бромноватокислого калия, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр раствора бромноватокислого калия, выраженный в в г/см³ сурьмы;

m_1 — масса навески, г;

A — содержание мышьяка в исследуемой пробе, определенное из отдельной навески, %;

1,625 — коэффициент пересчета содержания мышьяка на сурьму.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание сурьмы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 0,8	0,06	Св. 3,0 до 4,0	0,09
Св. 0,8 » 1,0	0,07	» 4,0 » 5,0	0,09
» 1,0 » 2,0	0,09	» 5,0 » 6,0	0,10
» 2,0 » 3,0	0,09		

* При определении сурьмы очень малыми содержаниями мышьяка (тысячными долями процента) можно пренебречь.

Изменение № 2 ГОСТ 1429.1—77 Припои оловянно-свинцовые. Методы определения содержания сурьмы

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», «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. **Экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы (при массовой доле сурьмы от 0,002 до 0,5 %)».**

Пункт 2.4.2. Заменить слова: **«результатов** трех параллельных определений» на «результатов анализа».

Пункт 3.2. Исключить слова: **«по** ГОСТ 10816—64»; заменить слова: «0,025 н. раствор» на **«раствор концентрации** c $(1/6\ KBrO_3) = 0{,}025$ моль/дм³».

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции: **«3.3.1.** Навеску припоя массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты, нагревают, избегая высокой температуры. После растворения основной массы навески колбу с содержимым нагревают при высокой температуре для удаления серы со стенок колбы. После этого закрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески и побеления осадка. Колбу охлаждают, осторожно при перемешивании раствора приливают 50 см³ воды по стенке колбы, 10 см³ концентрированной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и кипятят в течение 10 мин. В колбу добавляют 50 см³ холодной воды, 2 капли метилового оранжевого и титруют сурьму раствором бромноватокислого калия при тщательном перемешивании до исчезновения розового окрашивания раствора.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт и вносят поправку в результаты титрования».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слово: «титра» на «массовой концентрации»;

второй абзац. Заменить значения и слова: 100 на 50, 30 на 10, «Охлаждают раствор до 70—80 °С, добавляют две капли раствора метилового оранжевого и титруют 0,025 н. раствором бромноватокислого калия при тщательном перемешивании до исчезновения розового окрашивания раствора» на «В колбу добавляют 50 см³ холодной воды, две капли метилового оранжевого и титруют раствором бромноватокислого калия при тщательном перемешивании до исчезновения розового окрашивания»;

третий абзац. Заменить слова: «Титр раствора бромноватокислого калия (Т), выраженный» на «Массовую концентрацию раствора бромноватокислого калия, выраженную».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «титр раствора бромноватокислого калия, выраженный» на «массовая концентрация бромноватокислого калия, выраженная».

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru