УДК 621.791.35:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Спектральный метод определения содержания примесей сурьмы, меди, висмута, мышьяка, железа, никеля, цинка, алюминия с использованием синтетических градуировочных образцов

Tin-lead solders
Spectral method for the determination of content of addition of antimony, copper, bismuth, arsenic, iron, nickel, zinc, aluminium using the synthetic graduated samples

ГОСТ 1429.13—77*

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 спектральный метод определения содержания примесей в оловянно-свинцовых припоях: сурьмы от 0,1 до 2; меди от 0,001 до 0,1; висмута от 0,001 до 0,2, мышьяка от 0,005 до 0,05; железа от 0,001 до 0,02; никеля от 0,001 до 0,08; цинка от 0,001 до 0,002 и алюминия от 0,001 до 0,002%.

Метод основан на переведении анализируемой пробы металла в окись. Окисленный образец смешивают с угольным порошком и помещают в кратер нижнего угольного электрода. Для возбуждения спектра используют дугу переменного тока (для определения цинка — дугу постоянного тока). Спектр дуги фотографируют спектрографом. Затем измеряют почернение аналитических линий и линий «внутреннего стандарта». Концентрации определяемых элементов находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Спектрограф средней дисперсии для регистрации ультрафиолетовой области спектра с трехлинзовой системой освещения.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание март 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г.; Пост. № 326 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.).*

gost.e-ecolog.ru

Генератор дуги переменного тока.
Источник постоянного тока.
Электропечь муфельная с терморегулятором.
Шкаф сушильный.
Чашки кварцевые выпарительные.
Колбы конические или стаканы.
Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.
Ступка агатовая или из органического стекла.
Весы торсионные или аналитические.
Микрофотометр.
Баня электрическая или электроплитка.
Фотопластинки спектральные типов I и II.
Угли спектрально чистые.
Фотоматериалы.
Спирт этиловый по ГОСТ 5962—67.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч. перегнанная.
Свинца окись, ч. д. а. по ГОСТ 9199—77.
Олова окись, ч. д. а. по ГОСТ 22516—77.
Сурьмы 3-окись, ч. д. а.
Меди окись, ч. д. а. по ГОСТ 16539—79.
Алюминия окись, ч. д. а.
Цинка окись, ч. д. а. по ГОСТ 10262—73.
Висмута окись, ч. д. а. по ГОСТ 10216—75.
Железа окись, ч. д. а. по ГОСТ 4173—77.
Мышьяка окись, ч. д. а.
Никеля окись, ч. д. а. по ГОСТ 4331—78.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление градуировочных образцов

Для спектрального анализа оловянно-свинцовых припоев требуется 7 комплектов градуировочных образцов:

I комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 60 для анализа припоев ПОС 61; ПОС 61М; ПОССу 61—0,5;

II комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 40 для анализа припоев ПОС 40; ПОССу 40—0,5; ПОССу 40—2;

III комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 10 для анализа припоев ПОС 10; ПОССу 10—2; ПОССу 8—3;

IV комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 50 для анализа припоев ПОСК 50—18; ПОССу 50—0,5;

V комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 30 для анализа припоев ПОССу 35—0,5; ПОССу 35—2; ПОССу 30—0,5; ПОССу 30—2; ПОССу 25—0,5; ПОССу 25—2;

VI комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 18 для анализа припоев ПОССу 18—2; ПОССу 15—2; ПОССу 18—0,5;

VII комплект — на основе, соответствующей припою ПОС 5 для анализа припоев ПОССу 5 -1; ПОССу 4—6.

Основой для приготовления градуировочных образцов служит смесь соответствующих количеств окисей свинца и олова.

В основной образец, содержащий по 1% примесей меди, алюминия, цинка, висмута, железа, мышьяка, никеля и 5% примеси сурьмы, в расчете на металл, последние вводят в виде окисей или солей. Образец перемешивают со спиртом в агатовой ступке, затем сушат, прокаливают и еще тщательно перемешивают.

Рабочие градуировочные образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего образца соответствующей основой. Готовят серию образцов с содержанием от 0,2 до 0,001% меди, висмута, мышьяка, железа, никеля, цинка, алюминия; от 2 до 0,1% свинца.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Проведение анализа припоев, исключая определение цинка

Навеску пробы припоя массой 0,5—1 г помещают в коническую колбу или стакан, наливают 15—20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Пробу растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, а затем прокаливают получившиеся азотнокислые соли в муфельной печи в течение 20 мин при температуре 450—500 °С. Полученный при растворении и прокаливании осадок окисей металлов тщательно перемешивают с угольным порошком в соотношении 1:1, набивают в кратеры угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм, закапывают спиртом и сушат в сушильном шкафу. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижним электродом служил электрод с пробой, верхний электрод — угольный, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2 мм. Спектры возбуждают в дуге переменного тока 10 -12 А. Время экспозиции 1 мин, ширина щели спектрографа 0,015 мм, промежуточная диафрагма полная, аналитический промежуток 2 мм. Спектры регистрируют на две пластинки — коротковолновую часть на тип II, длинноволновую — на тип I.

Время проявления пластинки: 3 мин для типа I и 4 мин для типа II при температуре проявителя 19±1°С.

4.2. Проведение анализа припоев при определении цинка

Градуировочные образцы и пробы (без угольного порошка) набивают в кратеры угольных электродов, имеющих размер 3×3 мм, закапывают спиртом и сушат в сушильном шкафу. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижний

электрод — анод служил электрод с пробой, верхний электрод — угольный, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5—2 мм. Спектры возбуждают в дуге постоянного тока 7 А. Время экспозиции 20 с. На одно место пластинки фотографируют по три спектра градуировочных образцов и проб. Ширина щели спектрографа 0,01 мм, промежуточная диафрагма полная. Аналитический промежуток 2 мм. Время проявления пластинки 3 мин при температуре проявителя 19±1°С.

Спектры регистрируются на пластинке типа 1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Аналитические линии и линии «внутреннего стандарта» приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Аналитические линии, нм	Линии «внутреннего стандарта» Sn, нм
Мышьяк	234,9	Фон
Сурьма	287,7	278,5
Висмут	306,7	322,3 или 311,8
Медь	327,3	322,3 или 311,8
Железо	302,0	322,3 или 311,8
Алюминий	308,2	322,3 или 311,8
Никель	305,0	322,3 или 311,8
Цинк	330,2 345,5	322,0 или фон

По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочные графики в координатах $\Delta S—\lg C$.

Содержание определяемых примесей и цинка находят по графикам.

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

Таблица 2

Определяемый элемент	Содержание элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Сурьма	0,1—0,3	0,03
	0,3—0,5	0,1
	0,5—1,0	0,2
	1,0—2,0	0,4

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Содержание элемента, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Медь	0,001—0,003	0,0006
	0,003—0,005	0,002
	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,1	0,02
Висмут	0,001—0,003	0,0006
	0,003—0,005	0,002
	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,1	0,02
	0,1—0,2	0,03
Железо	0,001—0,003	0,0006
	0,003—0,005	0,002
	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,02	0,006
Никель	0,001—0,003	0,0006
	0,003—0,005	0,002
	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,08	0,02
Алюминий	0,001—0,002	0,0006
Мышьяк	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
Цинк	0,001—0,002	0,0006

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.13—77 Припои оловянно-свинцовые. Спектральный метод определения содержания примесей сурьмы, меди, висмута, мышьяка, железа, никеля, цинка, алюминия с использованием синтетических градуировочных образцов

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 3016

Дата введения 01.02.88

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

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слово: **«содержание»** на «массовую долю» (кроме разд. 5).

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрограф кварцевый любого типа с фотографической или фотоэлектрической регистрацией спектра, позволяющий работать в ультрафиолетовой области»;

тринадцатый — пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типов СП-I, СП-II.

Графитовые электроды марок С-2, С-3 с кратером глубиной и диаметром 3 мм.

Проявитель и фиксаж по ГОСТ 2817—50 Допускается применение фотоматериалов другого состава».

Раздел 4. Заменить слова: **«тип I»** на **«тип СП-I»**, **«тип II»** на **«тип СП-II»**.

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слова: **«Время экспозиции 1 мин, ширина щели спектрографа 0,015 мм, промежуточная диафрагма полная, аналитический промежуток 2 мм»** на **«Время экспозиции, промежуточную диафрагму, ширину щели и аналитический промежуток выбирают оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений»**;

дополнить словами: «Спектры образцов для градуировки и каждой пробы фотографируют на одной и той же фотопластинке».

Пункт 4.2. Заменить слова: **«Время экспозиции 20 с. На одно место пластинки фотографируют по три спектра градуировочных образцов и проб. Ширина щели спектрографа 0,01 мм, промежуточная диафрагма полная»** на **«Время экспозиции, промежуточную диафрагму, ширину щели и аналитический промежуток выбирают оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений. Спектры образцов для градуировки и каждой пробы фотографируют на одной и той же фотопластинке»**.

Пункт 5.2. Заменить слова: **«результатов трех параллельных определений»** на **«результатов анализа»**.

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru