УДК 621.791.35:546.74.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания никеля

Tin-lead solders.
Method for the determination of nickel content

ГОСТ 1429.7—77*

Взамен ГОСТ 1429.7—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 фотоколориметрический метод определения содержания никеля в оловянно-свинцовых припоях (при содержании никеля от 0,0005 до 0,08%).

Метод основан на растворении навески в смеси бромистоводородной кислоты и брома, отделении олова и сурьмы в виде бромидов в присутствии хлорной кислоты, отделении меди на металлическом свинце, образовании комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом и измерении оптической плотности полученного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.
Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.
Бром по ГОСТ 4109—79.
Смесь для растворения готовят следующим образом: к 90 см³

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.).

45-95
2



gost.e-ecolog.ru

бромистоводородной кислоты осторожно добавляют 10 см³ брома, перемешивают.

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Свинец гранулированный.

Лимонная кислота по ГОСТ 3652—69 (СТ СЭВ 394—76), 30%-ный раствор; готовят следующим образом: 300 г лимонной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают.

Спирт этиловый.

Бромная вода, насыщенный раствор.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, 1%-ный спиртовой раствор.

Аммиак по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 1.

Никель марки НО по ГОСТ 849—70.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,2 г никеля помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, при слабом нагревании. Удаляют окислы азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0002 г никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г никеля.

Раствор Б готовят перед применением.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ смеси для растворения, растворяют при умеренном нагревании, закрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения навески добавляют 15 см³ хлорной кислоты и выпаривают при умеренном нагревании до появления обильных белых паров хлорной кислоты. Повторяют выпаривание с 10 см³ смеси до выделения паров хлорной кислоты еще два раза.

После охлаждения добавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты в два приема (по 0,5 см³) для разложения бромидов, нагревают до удаления брома и выделения паров хлорной кислоты. При выпаривании необходимо избегать больших потерь хлорной кислоты.

При получении прозрачного раствора* хлорную кислоту выпаривают до объема 2 см³. Охлаждают, содержимое стакана разбав-

* Если раствор мутный, необходимо добавить еще 5 см³ смеси бромистоводородной кислоты с бромом и повторить выпаривание

ляют водой до объема 40 см³. В раствор вносят 5 г гранулированного свинца, закрывают стакан часовым стеклом и умеренно кипятят в течение 15 мин. Затем добавляют еще 1 г свинца и кипятят еще 10 мин. Если поверхность вновь добавленного свинца чистая и не окрашена выделившейся медью, восстановление считают законченным. Раствор над свинцом сливают и свинец промывают декантацией. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный фильтр и промывают три-четыре раза водой.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют полученный раствор водой до объема 50 см³ (если это необходимо), приливают 10 см³ раствора лимонной кислоты, 5 см³ бромной воды и достаточное количество аммиака, разбавленного 1 : 1, для обесцвечивания цвета брома и 3 см³ в избыток. После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Охлаждают до комнатной температуры, добавляют 3 см³ раствора диметилглиоксима, доводят до метки водой, перемешивают. Добавлять бромную воду, аммиак и диметилглиоксим необходимо без промежутков во времени. Через 10±2 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 580 нм) в кювете с толщиной слоя 2 см.

В качестве раствора сравнения применяют нулевой раствор.

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

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ каждый помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют по 5 см³ хлорной кислоты, выпаривают при умеренном нагревании до объема 2 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям никеля строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса никеля, 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 никеля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 » 0,002	0,0005
» 0,002 » 0,004	0,001
» 0,004 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,04	0,005
» 0,04 » 0,08	0,01

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.7—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания никеля

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 п. 3.1), «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru