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, свинца

Tin-lead solders.
Spectral method for the determination of content of addition of antimony, copper, bismuth, arsenic, iron, lead

ГОСТ 1429.15—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. № 329 срок действия продлен до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод количественного определения примесей в оловянно-свинцовых припоях ПОС 90 и ПОСу 95–6 в следующих концентрациях: сурьмы от 0,005 до 0,3; меди от 0,005 до 0,1; висмута от 0,005 до 0,01; мышьяка от 0,01 до 0,05; железа от 0,005 до 0,02 и свинца от 0,007 до 0,07 %.

Метод основан на возбуждении и регистрации эмиссионного спектра пробы искровым разрядом с последующим фотографированием спектрографом. Затем измеряют почернения аналитических линий и линий «внутреннего стандарта».

Концентрации определяемых элементов находят по градуировочному графику.

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.)*

46г-95

gost.e-ecolog.ru

Генератор искровой.
Микрофотометр.
Электропечь муфельная или тигельная.
Тигли графитовые или фарфоровые.
Кокиль для отливки электродов цилиндрической формы диаметром 8 мм, длиной 50—75 мм.
Фотопластинки спектральные типов I и II.
Фотоматериалы.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для проведения анализа используют стандартные образцы для спектрального анализа олова № 669—75 — 672—75 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР.

3.2. Подготовка пробы к анализу

Пробы, поступающие на анализ в виде стержней, затачивают на плоскость.

Пробы, поступающие на анализ в виде стружки, переплавляют в стержни, расплавляя стружку под слоем канифоли в предварительно нагретых графитовых или угольных тиглях и разливая полученный расплав в металлический кокиль.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Источником возбуждения спектра является искровой разряд между образцами припоя, получаемый от искрового генератора, включенного по сложной схеме. Режим работы генератора:

сила тока в первичной цепи трансформатора 3 А;
индуктивность 0,15 мгН;
емкость 0,01 мкФ;
аналитический промежуток 2 мм;
вспомогательный промежуток 2,5 мм.

Для регистрации спектров используют спектрограф средней дисперсии: ширина щели спектрографа 0,02 мм, время экспозиции 1 мин.

В кассету спектрографа помещают фотопластинки двух типов. В длинноволновую часть спектра помещают фотопластинку типа I, в коротковолновую часть спектра — фотопластинку типа II.

Спектрограммы анализируемых проб и градуировочных образцов должны быть получены на одной и той же пластинке.

Для каждого градуировочного образца получают не менее трех спектрограмм, для каждой пробы — не менее пяти.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

Таблица 1

Определяемый элемент	Аналитические линии, нм	Линии «внутреннего стандарта», Sn, нм
Медь	327,3	322,3 или 321,8
Висмут	306,7	322,3 или 321,8
Железо	302,0	322,3 или 321,8
Свинец	283,3	276,1
Сурьма	252,8	241,0 или фон
Мышьяк	234,9	236,8 или фон
Цинк	330,2; 334,5	Мышьяк (при содержании его до 0,01%), цинк, алюминий определяют полуколичественно
Алюминий	308,2	

По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочные графики в координатах ΔS—lg$C$ или $\lg\frac{I_1}{I_2}$—lg$C$. Содержание определяемых примесей 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, %
Медь	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	0,005—0,01	0,003
	0,007—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,07	0,02
Свинец	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
Сурьма	0,05—0,1	0,02
	0,1—0,3	0,03
Железо	0,005—0,01	0,003
	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
Мышьяк	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01

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

Изменение № 2 ГОСТ 1429.15—77 Припои оловянно-свинцовые. Спектральный метод определения содержания примесей сурьмы, меди, висмута, мышьяка, железа, свинца

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.

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

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектрографические типов СП-I и СП-II.

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

дополнить абзацем: «ГСО 669-75 — 672-75 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР».

Раздел 4. Заменить слова: «типа I» на «типа СП-I», «типа II» на «типа СП-II», «ширина щели спектрографа 0,02 мм, время экспозиции 1 мин» на «время экспозиции, промежуточную диафрагму, ширину щели выбирают оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений»;

предпоследний абзац изложить в новой редакции: «Спектры стандартных образцов и каждой пробы фотографируют на одной и той же фотопластинке»;

последний абзац исключить.

Пункт 5.1. Заменить слово: «градуировочных» на «стандартных».

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru