УДК 621.791.35:669.65'4:546.811.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания олова

Tin-lead solders
Method for the determination of tin content

ГОСТ 1429.2—77*

Взамен
ГОСТ 1429.2—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 объемный йодометрический метод определения содержания олова в оловянно-свинцовых припоях (при содержании олова от 1,8 до 96%).

Метод основан на реакции окисления йодом двухвалентного олова до четырехвалентного в серносолянокислом растворе. В качестве восстановителя применяют металлический алюминий или свинец. Большие количества сурьмы и меди выделяют на металлическом железе. Навеску припоя разлагают в серной кислоте.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Затвор Геккеля, воронка с бикарбонатным затвором (см. чертеж) служит для предохранения двухвалентного олова от окисления кислородом воздуха. Затвор вставляют в горло колбы при помощи резиновой пробки и заполняют насыщенным раствором бикарбоната натрия.

Диаметр отверстия выходной трубки воронки должен быть не менее 2,5—3,0 мм

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.)

45г-95
97

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Натрий двууглекислый (бикарбонат натрия) по ГОСТ 4201—79, насыщенный на холоду раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Алюминий металлический марки А99, А97, А95 по ГОСТ 11069—74 или ГОСТ 11070—74 в виде пластинок толщиной 0,3—0,7 мм или в виде стружки.

Затвор Геккеля



Свинец металлический в виде пластинок, свернутых в спирали, или гранулированный.

Железо металлическое в виде спирали или мелких гвоздей.

Железные гвозди обжигают при невысокой температуре для удаления масла, промывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, затем водой. Проверяют на присутствие олова, цинка и кадмия.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 10 г крахмала смешивают с небольшим количеством воды до образования однородной массы. Крахмальную суспензию вливают при перемешивании в 1000 см³ горячей воды. Раствор кипятят 2—3 мин и, если это необходимо, фильтруют через складчатый фильтр.

Олово марки 01,01 п. ч. или ОВЧ по ГОСТ 860—75.

Йод по ГОСТ 4159—79, 0,025 и 0,05 н. растворы; готовят следующим образом: 40 г йодистого калия растворяют в 35 40 см³ воды в конической колбе с притертой пробкой вместимостью 200—250 см³. В раствор вносят 3,25 или 6,5 г металлического йода соответственно и перемешивают до полного растворения. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла или в стеклянной бутыли, покрытой черным лаком. Раствор следует готовить не позднее чем за 10—15 сут до определения титра.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навески припоя массами 0,5 г (при содержании олова от 1,8 до 18%) или 0,2 г (при содержании олова свыше 18 до 96%) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, при-

ливают 20 см³ концентрированной серной кислоты и растворяют при нагревании. При растворении основной массы навески следует избегать высокой температуры, затем нагрев увеличивают для удаления серы со стенок колбы. После удаления серы колбу закрывают небольшой воронкой с коротким или обрезанным концом или фарфоровой крышкой и нагревание продолжают до полного разложения навески (исчезновение темных частиц сплава и побеление осадка).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Колбу охлаждают, осторожно по стенке колбы приливают при перемешивании 100 см³ воды, 45 см³ концентрированной соляной кислоты. Затем содержимое колбы перемешивают. В раствор добавляют 2 г металлического алюминия в виде небольших пластинок (или стружки) в два-три приема. По прохождении интенсивной реакции растворения алюминия и восстановления олова до металлической губки раствор нагревают и кипятят до полного растворения алюминия и губки олова*. При этом необходимо следить за тем, чтобы до начала кипения в растворе находился металлический алюминий.

Колбу снимают с плиты, быстро закрывают затвором Геккеля, наполняют его насыщенным раствором двууглекислого натрия и охлаждают в проточной воде до комнатной температуры (по мере надобности в затвор добавляют раствор бикарбоната натрия).

После охлаждения снимают затвор, приливают 5 см³ раствора крахмала и титруют, в зависимости от содержания олова в пробе, 0,025 н. (до 15%) или 0,05 н. (свыше 15%) раствором йода до появления слабо-синего окрашивания.

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

3.3. При восстановлении свинцом в охлажденную после разложения навески колбу приливают при перемешивании 100 см³ воды, 25—30 см³ концентрированной соляной кислоты, вносят 50 г металлического свинца в виде пластинок, свернутых в спирали или в виде гранул, закрывают колбу часовым стеклом, нагревают до кипения и при слабом кипячении раствора проводят восстановление в течение 30 мин при содержании олова до 18%, 40—45 мин — при содержании олова до 40% и в течение 1 ч — при содержании олова свыше 40%. За 5 мин до конца восстановления закрывают колбу затвором Геккеля, наполненным раствором двууглекислого натрия (по мере надобности в затвор добавляют раствор бикарбоната натрия). Охлаждают в проточной воде до комнатной тем-

* Время восстановления олова и кипячение раствора занимает 20—30 мин при определении олова во всех марках припоя, за исключением марок, содержащих большие количества кадмия, где кипячение раствора занимает большее время

пературы и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2, прибавляя перед титрованием 1 г йодистого калия.

3.4. При анализе марок припоев ПОСу 95 5, ПОССу 4—6, ПОССу 10—2, ПОС 61-М после разложения навески отделяют сурьму и медь на металлическом железе. Для этого в охлажденную после разложения навески колбу осторожно, при перемешивании, приливают 100 см³ воды, 30 см³ концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Добавляют 30 г железных гвоздей и ведут восстановление при слабом нагревании в течение 1 ч до выделения сурьмы или меди в виде металлической губки. Затем раствор нагревают почти до кипения и фильтруют через ватный тампон, промывают колбу и тампон пять-шесть раз небольшими порциями горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 9.

К фильтрату добавляют 30 см³ концентрированной соляной кислоты, раствор перемешивают и далее анализ проводят, как указано в п. 3.2 или 3.3, в зависимости от выбора восстановителя, начиная с добавления металлического алюминия или свинца.

3.5. Установка титра раствора йода.

Титр 0,025 и 0,05 н. растворов йода устанавливают по металлическому олову. Для этого в четыре-пять конических колб вместимостью по 250 см³ каждая помещают по 0,05 или по 0,1 г олова соответственно, приливают по 10 см³ концентрированной серной кислоты, растворяют, нагревая при невысокой температре, а затем нагрев увеличивают для удаления серы со стенок колбы.

3.5.1. Колбы охлаждают, осторожно добавляют по 100 см³ воды при перемешивании раствора, по 20 см³ концентрированной соляной кислоты и по 2 г алюминия (алюминий добавляют в два-три приема, если реакция протекает интенсивно). Через 1 ч приливают 25 см³ концентрированной соляной кислоты, обмывая ею стенки колбы, нагревают до кипения (до начала кипения в растворе должен находиться избыток алюминия) и кипятят до полного растворения избытка алюминия и губки олова.

Колбу снимают с плиты, быстро закрывают затвором Геккеля, наполняют его насыщенным раствором двууглекислого натрия и охлаждают в проточной воде до комнатной температуры (по мере необходимости в затвор добавляют раствор двууглекислого натрия).

После охлаждения снимают затвор, добавляют 5 см³ раствора крахмала и титруют 0,025 н. или 0,05 н. раствором йода соответственно.

Титр раствора йода (T), выраженный в г/см³ олова, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески металлического олова, г;

V — объем раствора йода, израсходованного на титрование, см³.

За окончательный результат определения титра раствора йода принимают среднее арифметическое результатов четырех-пяти определений.

3.5.2 При восстановлении свинцом в колбу после разложения навески олова приливают 100 см³ воды, 30 см³ концентрированной соляной кислоты, вносят 50 г металлического свинца в виде пластинок, свернутых в спираль, и закрывают колбу затвором Геккеля, наполовину заполненным раствором бикарбоната натрия, нагревают до кипения и при слабом кипячении восстанавливают олово в течение 1 ч. По мере необходимости добавляют в затвор раствор бикарбоната натрия. Охлаждают в проточной воде и далее анализ проводят, как указано в п. 3.5.1, прибавляя перед титрованием 1 г йодистого калия.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V - объем раствора йода, израсходованного на титрование раствора пробы, см³;

V_1 — объем раствора йода, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см³;

T — титр раствора йода, выраженный в г/см³ олова;

m — 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 олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание олова, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 1,8 до 3,0	0,10	Св. 30,0 до 50,0	0,45
Св. 3,0 » 10,0	0,15	» 50,0 » 65,0	0,60
» 10,0 » 30,0	0,30	» 65,0 » 96,0	0,60

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.2—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания олова

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 и значения: «содержание» на «массовую долю», «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %», 0,025 н. на 0,025 моль/дм³, 0,05 н. на 0,05 моль/дм³.

Раздел 2 дополнить абзацем: «Кобальт хлористый по ГОСТ 4525—77».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Колбу охлаждают, осторожно по стенке колбы приливают при перемешивании 100 см³ воды, 45 см³ концентрированной соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают. В раствор добавляют 2 г металлического алюминия в виде небольших пластинок (или стружки) в два-три приема для восстановления олова до металлической губки. При этом необходимо следить за тем, чтобы до начала кипения в растворе находился металлический алюминий. По истечении 30 мин добавляют 60 см³ концентрированной соляной кислоты, кипятят до полного растворения алюминия и губки олова»;

третий абзац. Заменить слова: «0,025 н. (до 15 %) или 0,05 н. (свыше 15 %) раствором йода» на «раствором йода 0,025 моль/дм³ (до 15 %) и 0,05 моль/дм³ (свыше 15 %)».

Пункты 3.5, 3.5.1 (первый абзац) изложить в новой редакции: «3.5. Установка массовой концентрации раствора йода

3.5.1. Массовую концентрацию раствора йода устанавливают по металлическому олову. Для этого в конические колбы вместимостью 250 см³ помещают по 0,08 г олова, приливают 20 см³ концентрированной соляной кислоты и добавляют несколько кристалликов кобальта хлористого. Колбы с содержимым оставляют на сутки для растворения навески. К солянокислому раствору прибавляют 80 см³ воды, 2 г алюминия (алюминий добавляют в два-три приема, если реакция протекает интенсивно). Через 1,5 ч приливают 30 см³ концентрированной соляной кислоты, обмывая ею стенки колбы, нагревают до кипения (до начала кипения в растворе должен находиться избыток алюминия) и кипятят до полного растворения алюминия и губки олова».

Пункт 3.5.1. Третий абзац. Заменить слова: «0,025 н. или 0,05 н. раствором йода» на «раствором йода 0,025 моль/дм³ или 0,05 моль/дм³»;

четвертый абзац. Заменить слова: «Титр раствора йода *(Т)*, выраженный» на «Массовую концентрацию раствора йода, выраженную»;

пятый абзац. Заменить слово: «титра» на «массовой концентрации».

Пункт 4.1. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru