УДК 621.791.35:546.47.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания цинка

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

ГОСТ 1429.8—77*

Взамен ГОСТ 1429.8—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 цинка в оловянно-свинцовых припоях (при содержании цинка от 0,0005 до 0,002%).

Метод основан на извлечении из раствора роданидного комплекса цинка изоамиловым спиртом, переведении цинка в водную фазу и фотоколориметрировании окрашенного комплекса цинка с дитизоном после извлечения его в слой четыреххлористого углерода. Олово и сурьму предварительно отделяют.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Бромкислотная смесь; готовят следующим образом: к 45 см³ концентрированной соляной кислоты приливают 45 см³ бромисто-

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.).*

gost.e-ecolog.ru

водородной кислоты и осторожно добавляют 10 см³ брома. Смесь хранят в закрытой склянке.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и 2%-ный раствор.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 40%-ный раствор.

Раствор очищают от примесей экстракцией изоамиловым спиртом. Для этого 500 см³ 40%-ного раствора роданистого аммония встряхивают в течение 2 мин с 25 см³ изоамилового спирта.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: к 300 см³ воды приливают 100 см³ 40%-ного очищенного раствора роданистого аммония и 2,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 20%-ный раствор. Раствор очищают дитизоном. Для этого 100 см³ 20%-ного раствора хлористого аммония встряхивают с 0,002%-ным раствором дитизона порциями по 2—3 см³ до тех пор, пока не перестанет изменяться цвет дитизона. Затем остаток дитизона из раствора извлекают четыреххлористым углеродом. Экстракцию прекращают, когда новая порция четыреххлористого углерода останется бесцветной.

Аммиачный раствор хлористого аммония; готовят следующим образом: к 200 см³ воды добавляют 20 см³ 20%-ного очищенного раствора хлористого аммония и 25 см³ концентрированного раствора аммиака.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79, 0,05%-ный раствор (запасной); готовят следующим образом: растворяют 50 мг дитизона в 50 см³ четыреххлористого углерода, переносят в делительную воронку и встряхивают дважды со 100 см³ 2%-ного раствора аммиака, после чего органический слой отбрасывают. Водный слой слегка подкисляют концентрированной соляной кислотой, добавляют 50 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают. После отделения четыреххлористого углерода экстракцию повторяют с новой порцией экстрагента. Оба экстракта объединяют, дважды промывают водой и фильтруют. Раствор дитизона хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Дитизон, 0,002%-ный раствор; готовят из запасного раствора разбавлением четыреххлористым углеродом в 25 раз.

Ализариновый красный С (ализаринсульфонат натрия), индикатор, 0,1%-ный водный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 1 н. раствор; готовят следующим образом: 136 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 4 н. раствор; готовят следующим образом: 240 см³ уксусной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: смешивают равные объемы 1 н. раствора уксуснокислого натрия и 4 н. раствора уксусной кислоты. Буферный раствор очищают дитизоном так же, как и 20%-ный раствор хлористого аммония.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 50%-ный раствор. Раствор очищают дитизоном так же, как и раствор хлористого аммония.

Цинк по ГОСТ 3640—79 (СТ СЭВ 224—75) марки ЦВ, ЦО или Ц1.

Стандартные растворы цинка.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г металлического цинка растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки, перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г цинка.

Раствор Б; готовят разбавлением водой раствора А в 50 раз. 1 см³ раствора Б содержит 0,000002 г цинка.

Раствор Б готовят в день применения.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и приливают 10 см³ бромкислотной смеси. Стакан с содержимым осторожно нагревают до полного растворения навески, затем содержимое стакана выпаривают досуха, не доводя раствор до кипения. Обработку бромкислотной смесью повторяют еще два раза.

Сухие соли смачивают 5 см³ концентрированной соляной кислоты, добавляют две-три капли перекиси водорода и снова выпаривают досуха. К остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 9, и нагревают до кипения. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 9, и перемешивают. После отстаивания осадка отбирают пипеткой от прозрачной части 25 см³ раствора и переносят в делительную воронку вместимостью 150 см³. Туда же приливают 20 см³ раствора роданистого аммония, 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 10 см³ изоамилового спирта. Воронку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин.

После расслоения жидкостей нижний водный слой сливают и отбрасывают. К спиртовому раствору в воронке приливают 20 см³ промывной жидкости и встряхивают содержимое воронки в тече-

ние 1 мин. Затем снова сливают и отбрасывают водный слой. Промывку повторяют еще раз. К органической фазе приливают 15 см³ аммиачного раствора хлористого аммония и встряхивают в течение 15 с, жидкости дают расслоиться и сливают аммиакат цинка в другую воронку вместимостью 100—150 см³. К спиртовой вытяжке снова приливают 15 см³ аммиачного раствора хлористого аммония и снова встряхивают 15 с.

Аммиачные растворы объединяют. Приливают к объединенному раствору две капли раствора ализаринового красного С, ацетатный буферный раствор до pH 5 (раствор окрашивается в желто-розовый цвет) и вносят в воронку 1 мл раствора тиосульфата натрия. В воронку приливают 10 см³ 0,002%-ного раствора дитизона и энергично перемешивают в течение 1 мин. После расслоения жидкостей органический слой сливают в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 25 см³. К водному раствору приливают 10 см³ раствора дитизона и повторяют экстракцию. Объединенные экстракты в мерной колбе разбавляют до метки раствором дитизона и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора с зеленым светофильтром (длина волны 540 нм) в кювете с толщиной слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения применяют 0,002%-ный раствор дитизона.

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

3.2. Построение градуировочного графика.

В стаканы или колбы вместимостью до 100 см³ каждый вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют по 10—15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 9. Затем, используя кислоту той же концентрации, переводят раствор в делительную воронку вместимостью 150 см³, обмывая стакан несколько раз так, чтобы общий объем раствора не превышал 25 см³. Приливают 20 см³ раствора роданистого аммония, 1 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10 см³ изоамилового спирта. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов после вычитания из них показания оптической плотности нулевого раствора и соответствующим им содержаниям цинка строят градуировочный график, учитывая поправку на реактивы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

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

50 — объем исходного раствора, $см^3$;

V — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

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 цинка, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 до 0,002	0.0005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.8—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания цинка

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 **«массовая доля»** (кроме пп. 3.1, 3.2), **«%-ный раствор»** на **«раствор с массовой долей %»**.

Раздел 2. Заменить слова: **«1 н. раствор»** на **«раствор 1 моль/дм³»**, **«4 н. раствор»** на **«раствор 4 моль/дм³»**;

двадцать первый, двадцать второй абзацы изложить в новой редакции: «Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: смешивают равные объемы раствора уксуснокислого натрия 1 моль/дм³ и раствора уксусной кислоты 4 моль/дм³. Буферный раствор очищают дитизоном так же, как и раствор аммония хлористого с массовой долей 20 %.

Натрий серноватистокислый, раствор с массовой долей 50 %.

Раствор очищают так же, как и раствор аммония хлористого»;

заменить ссылку: СТ СЭВ 222—75 на ГОСТ 27067—86;

исключить ссылку: СТ СЭВ 224—75.

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

(ИУС № 11 1987 г)

gost.e-ecolog.ru