УДК 621.791.35:669.65'4:546.56.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 1429.4—77*

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания меди

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

Взамен
ГОСТ 1429.4—69
в части определения
меди

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 методы определения содержания меди в оловянно-свинцовых припоях: экстракционно-фотоколориметрический (при содержании меди от 0,002 до 0,10%) и объемный фтор-йодометрический (при содержании меди от 1,2 до 2,0%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при содержании меди от 0,002 до 0,10%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в смеси винной, азотной и соляной кислот, образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаминатом свинца в слое хлороформа и измерении оптической плотности экстракта.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77 20%-ный раствор.

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.)*

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 75 см³ 20%-ного раствора винной кислоты приливают 45 см³ концентрированной азотной кислоты и 5 см³ концентрированной соляной кислоты.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20%-ный раствор.

Хлороформ (трихлорметан).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—77.

Диэтилдитиокарбаминат свинца, раствор в хлороформе; готовят следующим образом: 0,4 г уксуснокислого свинца растворяют в 50 см³ воды. Если раствор мутный, добавляют одну-две капли концентрированной уксусной кислоты до просветления раствора; 0,4 г диэтилдитиокарбамината натрия растворяют также в 50 см³ воды. Растворы сливают при перемешивании в делительную воронку вместимостью 500 см³ и образовавшийся белый осадок диэтилдитиокарбамината свинца растворяют в 250 см³ хлороформа. После добавления органического растворителя содержимое воронки встряхивают в течение 1 мин и после разделения жидкостей слой хлороформа сливают через сухой беззольный фильтр в темную склянку с притертой пробкой.

Индикаторная бумага, универсальная.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г электролитической меди растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, и кипятят до удаления окислов азота. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г меди. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа.

2.3.1. Навеску припоя массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании. Содержимое стакана охлаждают, нейтрализуют 20%-ным раствором гидроокиси натрия до 1,5—2 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор охлаждают, переносят содержимое стакана в делительную воронку вместимостью 50 см³, обмывают стакан 10 см³ воды в три приема, приливают 10 см³ раствора карбамината свинца в хлороформе и встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей хлороформный слой сливают в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³. В делительную воронку снова приливают 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамината свинца и

встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей хлороформные вытяжки объединяют, доводят до метки хлороформом, закрывают притертой стеклянной пробкой и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны 460 нм) в кювете с толщиной слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используется хлороформ.

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

2.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ каждый помещают 0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют 5 см³ смеси кислот, нейтрализуют 20%-ным раствором гидроокиси натрия до 1,5—2 по универсальной индикаторной бумаге и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям меди строят градуировочный график, учитывая поправку на реактивы.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание меди (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001	Св. 0,03 до 0,05	0,005
Св. 0,005 » 0,01	0,002	» 0,05 » 0,10	0,01
» 0,01 » 0,03	0,003		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОБЪЕМНЫЙ ФТОР-ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при содержании меди от 1,2 до 2%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции восстановления йодидом калия двухвалентной меди до одновалентной формы, при этом выделя-

ются йодид меди и элементарный йод. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1 : 1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Бромкислотная смесь; готовят следующим образом: к 45 см³ концентрированной соляной кислоты приливают 45 см³ бромистоводородной кислоты и осторожно добавляют 10 см³ брома. Смесь хранят в закрытой колбе.

Соляно-уксусная смесь; готовят следующим образом: к 200 см³ концентрированной соляной кислоты добавляют 150 см³ уксусной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор; готовят следующим образом: 600 г соли растворяют в 1000 см³ воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 20%-ный раствор. Раствор должен быть бесцветным.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Медь электролитическая.

Стандартный раствор меди готовят следующим образом: 0,5 г электролитической меди растворяют в стакане вместимостью 300 см³ в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Стакан закрывают часовым стеклом. После растворения металла стекло обмывают, нагревают раствор до удаления окислов азота и сокращения объема до 2—3 см³. Остаток охлаждают, разбавляют водой и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г меди.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,25 н. раствор; готовят следующим образом: 6,2 г тиосульфата натрия растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды, содержащей 0,1 г карбоната натрия.

3.3. Проведение анализа.

3.3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 10 см³ бромистокислотной смеси и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески раствор выпаривают досуха, не доводя до кипения. К сухому остатку приливают 10 см³ концентрированной соляной кислоты, выпаривают досуха. Затем остаток смачивают 5 см³ концентрированной соляной кислоты и осторожно, не перегревая, полностью удаляют избыток кислоты и ее конденсат на внутренней поверхности стакана.

После охлаждения в стакан с остатком приливают 3,5 см³ соляно-уксусной смеси из бюретки (или пипетки), 12,5 см³ горячей воды, нагретой почти до кипения, и охлаждают. Затем вносят пипеткой 5 см³ раствора фтористого аммония, обмывая им стенки стакана, и 10 см³ раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски, добавляют 2—3 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

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

3.3.2. Установка титра раствора тиосульфата натрия.

Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному раствору меди.

Для установки титра в четыре-пять стаканов вместимостью по 250—300 см³ каждый приливают аликвотные части по 25 см³ стандартного раствора и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты и осторожно, не перегревая, выпаривают досуха (сухие соли должны быть голубого цвета). После охлаждения в стаканы приливают из бюретки (или пипетки) по 3,5 см³ соляно-уксусной смеси, по 12,5 см³ горячей воды, нагретой почти до кипения, охлаждают и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

Титр раствора тиосульфата натрия (T), выраженный в г/см³ меди вычисляют по формуле

$$T = \frac{V_1 \cdot T_1}{V},$$

где V_1 — объем стандартного раствора меди, взятого для установки титра, см³;

T_1 — титр стандартного раствора меди, г/см³;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание меди (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/см³ меди;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.4—77 Припои оловянно-свинцовые. Методы определения содержания меди

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. 2.3.1, 2.3.2), «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Пункт 2.4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,25 н. раствор» на «раствор концентрацией 0,25 моль/дм^3».

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «Титр» на «Массовая концентрация», «Титр раствора тиосульфата натрия *(Т)*, выраженный в г/см^3 меди» на «Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия, выраженную в г/см^3 меди».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/см^3 меди» на «массовая концентрация тиосульфата натрия, выраженная в г/см^3 меди».

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru