УДК 621.791.35:669.65'4:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 1429.3—77*

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания железа

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

Взамен
ГОСТ 1429.3—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 железа в оловянно-свинцовых припоях (при содержании железа от 0,001 до 0,02%).

Метод основан на растворении навески в смеси бромистоводородной кислоты и брома, отделении олова и сурьмы, отгонкой в виде бромидов, образовании комплексного соединения железа с ортофенантролином и измерении оптической плотности окрашенного комплекса. Большие количества меди отделяют в виде металлической при восстановлении свинцом.

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.
Кислота хлорная, 57%-ный раствор.
Бром по ГОСТ 4109—79.

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

Смесь для растворения; готовят следующим образом: к 90 см³ бромистоводородной кислоты осторожно добавляют 10 см³ брома, перемешивают.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор; готовят следующим образом: 10 г солянокислого гидроксиламина растворяют в небольшом количестве воды и доводят водой до объема 1000 см³.

Ортофенантролин раствор; готовят следующим образом: 1,5 г ортофенантролина растворяют в воде и доводят водой до объема 1000 см³. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий уксуснокислый кристаллический по ГОСТ 199—78.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 240 см³ уксусной кислоты, фильтруют и доводят водой до объема 1000 см³.

Реакционная смесь, свежеприготовленная; готовят следующим образом: одну долю раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной долей раствора ортофенантролина и тремя долями буферного раствора.

Свинец гранулированный марки СО по ГОСТ 3778—77.

Железо ос. ч., полученное карбонильным способом.

Стандартные растворы железа.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г железа помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г железа.

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 0,00001 г железа.

Раствор Б готовят в день применения.

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

Индикаторная бумага, универсальная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 50 см³ и растворяют в 15 см³ смеси для растворения при умеренном нагревании. После растворения навески прибавляют к раствору 15 см³ хлорной кислоты и выпаривают до появления густых белых паров. После охлаждения прибавляют 5 см³ смеси для растворения и снова выпаривают до паров хлорной кислоты. Эту операцию повторяют еще два раза.

К содержимому стакана прибавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты в два приема (по 0,5 см³), осторожно нагревают до разложения бромистого свинца, удаления брома и выделения густых белых паров. Если раствор прозрачный*, выпаривают его до объема примерно 2 см³ (уровень раствора в стакане отмечают карандашом по стеклу), охлаждают, приливают 20 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 50 см³, нейтрализуют аммиаком до pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге), затем приливают 25 см³ реакционной смеси доводят до метки водой, перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 510 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

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

3.2. При анализе припоя, содержащего кадмий, после переведения раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавления водой до объема 50 см³ нейтрализуют аммиаком до pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге) приливают к нему 10 см³ раствора ортофенантролина, 25 см³ реакционной смеси и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

3.3. При анализе припоя марки ПОС 61—М после выпаривания раствора хлорной кислоты до объема 2 см³ и охлаждения его, содержимое стакана разбавляют водой до объема 40 см³. В раствор помещают 5 г гранулированного свинца, закрывают стакан часовым стеклом и умеренно кипятят 15 мин, доливая воду до метки по мере упаривания раствора. Затем добавляют еще 1 г свинца и кипятят 1 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, приливают 25 см³ реакционной смеси, доводят водой до метки, перемешивают и далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

3.4. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 50 см³ каждый помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0 и 11,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют по 5 см³ хлорной кислоты и выпаривают до объема примерно 2 см³ (уровень раствора в стакане отмечают карандашом по

* В том случае, если раствор будет мутный, добавляют еще 5 см³ смеси для растворения, выпаривают до паров хлорной кислоты, разрушают бромистый свинец при нагревании с азотной кислотой.

стеклу). Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до объема 50 см³, нейтрализуют аммиаком до pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге), прибавляют 25 см³ реакционной смеси и далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

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

3.1.—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса железа, 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 железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,001 до 0,002	0,0005	Св. 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,002 » 0,005	0,001	» 0,01 » 0,02	0,004

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.3—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания железа

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 слово: **«содержание»** на **«массовую долю»**.

Раздел 2. Заменить слова: **«57 %-ный раствор»** на **«раствор с массовой долей 57 %»**.

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru