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, никеля

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

ГОСТ 1429.14—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. № 328 срок действия продлен до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод количественного определения примесей в оловянно-свинцовых припоях в следующих интервалах концентраций: сурьмы от 0,05 до 2; меди от 0,01 до 0,1; висмута от 0,05 до 0,2; мышьяка от 0,01 до 0,05; железа от 0,007 до 0,02 и никеля от 0,01 до 0,08% и полуколичественного определения алюминия, цинка не более 0,002% и мышьяка 0,01%.

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.

Допускается использование спектрометров с фотоэлектрической регистрацией.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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.).*

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф средней дисперсии для регистрации ультрафиолетовой области спектра с трехлинзовой системой освещения.

Искровой генератор.

Микрофотометр.

Электропечь тигельная или муфельная.

Тигли графитовые или фарфоровые.

Кокиль для отливки электродов цилиндрической формы диаметром 8 мм, длиной 50—75 мм.

Фотопластинки спектральные тип I и тип II.

Фотоматериалы.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для проведения анализа используют два комплекта стандартных образцов:

I комплект ГСО 1930—80÷1938—80 — на основе припоя ПОС 40 для анализа припоев ПОС 61; ПОС 61М; ПОССу 61—0,5; ПОС 40; ПОССу 40—0,5; ПОССу 40—2; ПОСК 50—18; ПОССу 50—0,5; ПОССу 35—0,5; ПОССу 35—2; ПОССу 30—0,5; ПОССу 30—2; ПОССу 25—0,5; ПОССу 25—2; ПОССу 18—2; ПОССу 18—05;

II комплект ГСО 1603—79÷1606—79; ГСО 1926—80÷1929—80 — на основе припоя ПОС 10 для анализа припоев ПОС 10; ПОССу 10—2; ПОССу 8—3; ПОССу 15—2; ПОССу 5—1; ПОССу 4—6.

В качестве градуировочных образцов при проведении анализа могут быть использованы также стандартные образцы предприятий.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 образцом припоя и подставным оловянным электродом, получаемый от искрового генератора, включенного по сложной схеме. Режим работы генератора:

сила тока в первичной цепи трансформатора 3А;

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
Никель	305,0	322,3 или 321,8
Железо	302,0	322,3 или 321,8
Сурьма	252,8	241,0 или фон
Мышьяк	234,9	236,8 или фон
Цинк	330,2; 334,5	Алюминий, а также мышьяк при содержании до 0,01% 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, %
Сурьма	0,05—0,1	0,02
	0,1—0,3	0,03
	0,3—0,5	0,1
Медь	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,1	0,02
Висмут	0,05—0,1	0,02
	0,1—0,2	0,03
Железо	0,007—0,01	0,003
	0,01—0,02	0,006
Никель	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01
	0,05—0,08	0,02
Мышьяк	0,01—0,03	0,006
	0,03—0,05	0,01

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

Изменение № 2 ГОСТ 1429.14—77 Припои оловянно-свинцовые. Спектральный метод определения содержания примесей сурьмы, меди, висмута, мышьяка, железа, никеля

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. 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 1930-80 — 1938-80, ГСО 1603-79 — 1606-79, ГСО 1926-80 — 1929-80 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР».

Раздел 4. Заменить слова: **«тип I»** на **«тип СП-I»**, **«тип II»** на **«тип 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», «Содержание» на «Массовая доля».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru