УДК 621.791.35:546.815.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания свинца

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

ГОСТ 1429.12—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 полярографический метод определения содержания свинца в оловянно-свинцовых припоях (при содержании свинца от 0,005 до 0,07%).

Метод основан на растворении навески в смеси бромистоводородной кислоты и брома, отделении олова и сурьмы в виде бромидов, выделении мешающих примесей цементацией на металлическом железе и полярографировании свинца в солянокислой среде.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф с наложением постоянного напряжения. Электроды: катод ртутный, капельный; анод — насыщенный каломельный (НКЭ).

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 3н. раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

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

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

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения; готовят следующим образом: к 90 см³ бромистоводородной кислоты добавляют 10 см³ брома. Смесь хранят в закрытой стеклянной посуде.

Порошок железный по ГОСТ 9849—74 марок ПЖ0М, ПЖ1М, ПЖ2М.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 0,25%-ный свежеприготовленный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Свинец по ГОСТ 3778—77 (СТ СЭВ 142—75), не ниже марки СО.

Стандартный раствор свинца; готовят следующим образом: 0,5 г свинца помещают в низкий стакан вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ азотной кислоты; разбавленной 1 : 2, при слабом нагревании. После растворения содержимое стакана выпаривают до объема 5 см³, охлаждают , добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Выпаривание с 10 см³ соляной кислоты повторяют еще два раза. Сухой остаток охлаждают, добавляют 2 г хлористого натрия и растворяют при слабом нагревании в 50 см³ 3 н. раствора соляной кислоты. Полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки 3 н. раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,0005 г свинца.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 250 см³, закрывают часовым стеклом и растворяют в 10 см³ смеси для растворения сначала при комнатной температуре, а затем при умеренном нагревании. После растворения навески часовое стекло снимают, обмывают его 5 см³ смеси для растворения и выпаривают раствор до объема в несколько капель. Охлаждают, добавляют 5 см³ смеси для растворения и выпаривают досуха. Эту операцию повторяют четыре-пять раз до полного удаления олова из раствора.

Остаток охлаждают, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают почти досуха. Охлаждают, приливают 5 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют еще два раза. К сухому остатку приливают 15 см³ 3 н. раствора соляной кислоты, закрывают стакан часовым стеклом и нагревают до кипения. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, обмывают стакан небольшими порциями 3 н. раствора соляной кислоты, доводят этой кислотой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой 15 см³ раствора, помещают в пробирку или цилиндр вместимостью 20 см³, добавляют к раствору 0,5 г

порошка железного, восстановленного водородом, перемешивают и оставляют на 40 мин. По истечении указанного времени прили-вают 0,5 см³ раствора желатина и снова перемешивают. Через 10 мин раствор фильтруют через ватный тампон, собирая его в электролизер и полярографируют в интервале от минус 0,25 В до минус 0,65 В (НКЗ).

Одновременно проводят полярографирование градуировочных растворов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Приготовление градуировочных растворов

В пять мерных колб вместимостью по 25 см³ каждая помещают 0,4; 0,8; 1,0; 1,4 и 2,0 см³ стандартного раствора свинца, доводят до метки 3 н. раствором соляной кислоты и перемешивают. Далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{h \cdot V \cdot 100}{m \cdot K \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где h — высота волны, получаемая при полярографировании испытуемого раствора, см³;

V — объем испытуемого раствора, см³;

K — средняя величина отношений высот волн, полученных при полярографировании градуировочных растворов, к концентрациям этих растворов, мг/ л;

1000 — коэффициент пересчета миллилитров на литры и миллиграммов на граммы;

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 свинца, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,002
Св. 0,01 „ 0,05	0,005
„ 0,05 „ 0,07	0,008

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.12—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания свинца

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.

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовую долю»; «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Раздел 2. Второй абзац изложить в новой редакции: **«Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор 3 моль/дм^3»**;

восьмой абзац изложить в новой редакции: **«Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,25 %»**.

Пункт 4.1. Заменить единицу и слова: мг/л на мг/дм^3, **«миллилитров на литры»** на **«кубических сантиметров на кубические дециметры»**.

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru