УДК 621.791.35:546.48.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания кадмия

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

ГОСТ 1429.11—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 объемный комплексонометрический метод определения кадмия в оловянно-свинцовых припоях (при содержании кадмия от 17 до 19%).

Метод основан на растворении навески припоя в смеси винной, азотной и соляной кислот, комплексонометрическом титровании суммы свинца и кадмия в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого, титровании свинца из другой аликвотной части раствора после связывания кадмия в комплекс с ортофенантролином. Кадмий определяют по разности.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 2.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
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. № 326 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.).*

gost.e-ecolog.ru

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

Смесь кислот II; готовят следующим образом: к 75 см³ 20%-ного раствора винной кислоты приливают 50 см³ азотной кислоты.

Уротропин медицинский, 40%-ный раствор.

Ортофенантролин, 1%-ный водный раствор; подкисленный азотной кислотой.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор; готовят следующим образом: одну массовую долю индикатора тщательно перемешивают в ступке со 100 массовыми долями азотнокислого калия.

Кадмий металлический марки КД-00 по ГОСТ 22860—77. Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 1 г кадмия растворяют при умеренном нагревании в 20—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:2. Нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, тщательно перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г кадмия.

Соль динатриевая этилендиамин — *N, N, N′, N′* — тетрауксусной кислоты, 2 — водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; 0,02 М раствор; готовят следующим образом: 7,4 г трилона Б растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 0,2 г припоя помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ смеси кислот I (для анализа припоя марки ПОСК 50-18) или 10 см³ смеси кислот II (при определении кадмия в припое марки ПОСК-2), растворяют при умеренном нагревании и охлаждают. Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Отбирают две аликвотные части раствора по 100 см³: в одной определяют сумму кадмия и свинца, в другой — свинец.

3.2. Определение суммы кадмия и свинца

100 см³ раствора помещают в колбу вместимостью 250 см³, добавляют на кончике шпателя индикатор ксиленоловый оранжевый и при перемешивании, небольшими порциями, приливают раствор уротропина до красно-фиолетовой окраски (pH 5,4—5,8). Титруют раствором трилона Б до появления лимонно-желтой окраски.

Количество миллилитров раствора трилона Б, израсходованное на титрование, эквивалентно содержанию суммы кадмия и свинца.

3.3. Определение свинца

Вторую аликвотную часть раствора, равную также 100 см³, помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора ортофенантролина, добавляют ксиленоловый оранжевый, раствор уротропина до pH 5,4—5,8 (красно-фиолетовая окраска раствора) и титруют раствором трилона Б до лимонно-желтой окраски раствора.

Количество миллилитров раствора трилона Б, израсходованного на титрование, эквивалентно содержанию свинца.

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

3.4. Установка титра раствора трилона Б

Титр раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору кадмия.

25 мл стандартного раствора кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют воды до объема 100 см³, далее проводят анализ, как указано в п. 3.2.

Титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ кадмия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса кадмия, содержащаяся в 25 см³ стандартного раствора г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T}{m} \cdot 100,$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование суммы свинца и кадмия, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование свинца, см³;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ кадмия;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части исследуемого раствора, взятого для титрования, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,25%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.11—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания кадмия

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 «массовую долю» (кроме пп. 3.2, 3.3), **«%-ный раствор»** на **«раствор с массовой долей %»**.

Пункт 3.3. Исключить слово: «миллилитров».

Пункт 3.4. Наименование. Заменить слово: **«титра»** на **«массовой концентрации»**;

Заменить слова: «Титр раствора трилона Б» на **«Массовую концентрацию трилона Б»**, «Титр раствора трилона Б, выраженный в г/см^3» на **«Массовую концентрацию трилона Б, выраженную в г/см^3»**.

Пункт 4.1. Заменить слова: **«титр раствора трилона Б, выраженный в г/см^3»** на «массовая концентрация трилона Б, выраженная в г/см^3».

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru