УДК 621.791.35:669.65'4:546.19.006:354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ГОСТ 1429.10—77*

## ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

### Метод определения содержания мышьяка

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

Взамен
ГОСТ 1429.4—69
в части определения
мышьяка

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 фотоколориметрический метод определения содержания мышьяка в оловянно-свинцовых припоях (при содержании мышьяка от 0,002 до 0,05%).

Метод основан на растворении навески припоя в серной кислоте, отделении свинца в виде сульфата и определении мышьяка в виде мышьяковомолибденовой сини.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 6 и 1 н. растворы и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3 : 1.

Соляная кислота, применяемая для экстракции, должна быть очищена от мышьяка. Для этого в 500 см$^3$ концентрированной соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия, переносят раствор в делительную воронку, прибавляют 25 см$^3$ четыреххлористого

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* *Переиздание март 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г.; Пост. № 325 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.).*

gost.e-ecolog.ru

углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают раствору отстояться, сливают органический слой, добавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию. Очистку кислоты проводят в день применения.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 0,1%-ный раствор.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, 0,15%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, 1%-ный раствор в 6 н. растворе серной кислоты.

Гидразин — молибдатный раствор; готовят следующим образом: к 50 см³ 1%-ного раствора молибденовокислого аммония в 6 н. растворе серной кислоты прибавляют 5 см³ 0,15%-ного раствора сернокислого гидразина и разбавляют водой до объема 100 см³. Раствор готовят в день применения.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 10%-ный раствор; перед употреблением фильтруют.

Ангидрид мышьяковистый.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А (основной), готовят следующим образом: 0,0266 мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 2 см³ 10%-ного раствора гидроокиси натрия, приливают 20 см³ воды, 3 см³ 1 н. раствора серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, обмывая стакан водой, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г мышьяка.

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ концентрированной серной кислоты и растворяют сначала при невысокой температуре до растворения основной массы навески, а затем нагрев увеличивают для отгонки серы со стенок стакана. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного разложения сплава (исчезновение темных частиц сплава и побеление осадка). Содержимое стакана охлаждают, осторожно по стенкам, при перемешивании, приливают 20 см³ воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой, перемешивают. Фильтруют через фильтр «белая лента» в сухую колбу вместимостью 100 см³. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Аликвотную часть фильтрата в объеме 10 см³ помещают в делительную воронку вместимостью 150 см³ и прибавляют 30 см³ очищенной соляной кислоты, содержащей йодид калия.

В полученный раствор приливают 20 см³ четыреххлористого углерода и экстрагируют в течение 2 мин. После разделения слоев органический слой переносят в другую делительную воронку и промывают 10 см³ очищенной соляной кислоты, разбавленной 3:1, встряхивая в течение 15—20 с. Промытый экстракт сливают в делительную воронку и встряхивают в течение 2 мин с 15 см³ воды. Водный слой помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, а органическую фазу еще раз встряхивают с 15 см³ воды в течение 2 мин. Полученный водный слой присоединяют к первому.

К объединенным водным вытяжкам добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски и через 2—3 мин по каплям раствор сернокислого гидразина до исчезновения окраски. Затем приливают 4 см³ гидразинмолибдатного раствора и умеренно кипятят 5 мин. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки водой, хорошо перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора с красным светофильтром (длина волны 660 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см.

В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

Содержание мышьяка находят по градуировочному графику, учитывая поправку на реактивы.

3.2. Построение градуировочного графика

В колбы вместимостью по 100 см³ каждая вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б, приливают по 30 см³ воды и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

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

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание мышьяка ($X$) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где $m$ — масса мышьяка, найденная по градуировочному графику, г;

50 — объем исследуемого раствора (разведение), $см^3$;

$V$ — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

$m_1$ — 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 свинца, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,002 до 0,005 | 0,001 |
| Св. 0,005 „ 0,01 | 0,002 |
| „ 0,01 „ 0,03 | 0,005 |
| „ 0,03 „ 0,05 | 0,06 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**Изменение № 2 ГОСТ 1429.10—77 Припои оловянно-свинцовые. Метод определения содержания мышьяка**

**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. 3.1, 3.2), «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Раздел 2. Заменить слова: «6 и 1 н. растворы» на «растворы 3 и 0,5 моль/дм³». «1 %-ный раствор в 6 н. растворе серной кислоты» на «раствор, содержащий 1 г вещества в 100 г раствора серной кислоты, 3 моль/дм³», 6 н. на 3 моль/дм³;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Гидразин-молибдатный раствор. к 50 см³ раствора молибденовокислого аммония прибавляют 5 см³ гидразина сернокислого и разбавляют водой до 100 см³. Раствор готовят в день применения»;

четырнадцатый абзац. Исключить слова: «10 %-ного раствора»; заменить слова: «1 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты, концентрацией 0,5 моль/дм³».

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

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru