

СЕРЕБРЯНО-МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ ПРИПОИ

**Спектральный метод определения
содержания свинца, железа и висмута**

Silver-copper-zinc solders.

Spectral method for determination of lead,
iron and bismuth content

ОКСТУ 1709

ГОСТ

16883.3—71*

**Взамен
ОСТ 2987 в части
определения свинца**

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 апреля 1971 г. № 713 срок введения установлен**

с 01.07.72

**Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 21.02.85 № 346
срок действия продлен**

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на серебряно-медно-цинковые припои и устанавливает спектральный метод определения свинца, железа и висмута (при массовой доле свинца и железа от 0,01 до 0,2% каждого; висмута от 0,001 до 0,02%).

Метод основан на измерении почернений аналитических линий в дуговом спектре. Связь почернений с массовой долей устанавливается градуировочным графиком, построенным по серии стандартных образцов.

В качестве электродов применяют стержни из анализируемого сплава.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 22864—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кварцевый спектрограф средней дисперсии.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Зажимы для электродов с принудительным охлаждением.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (июль 1986 г.) с Изменениями № 1, 2,
утвержденными в марте 1981 г., феврале 1985 г. (ИУС 6—81, 5—85).

Фотопластиинки спектральные типа II чувствительностью 10—15 единиц.

Стандартные образцы предприятия.

Проявитель № 1 и фиксаж по ГОСТ 10691.0—84, ГОСТ 10691.1—84.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Пробы и стандартные образцы должны быть в виде двух литых стержней длиной 20—30 мм, диаметром 6 мм. Концы стержней затачивают на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—1,7 мм.

Для удаления поверхностных загрязнений пробы кипятят в соляной кислоте, разбавленной 1:1, в течение 3 мин, промывают водой и сушат.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Фотографирование спектров производят на спектрографе при ширине щели 0,015 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока дуги 5А, времени обжига 30 с, времени экспозиции 20 с. Междуэлектродный промежуток устанавливается по шаблону.

Электродами служат литые стержни. Спектры фотографируют на фотопластиинки спектральные типа II.

Вместе с анализируемыми образцами на одной фотопластиинке фотографируют спектры стандартных образцов анализируемой марки сплава.

Для каждой пробы и стандартного образца получают по четырем параллельным спектrogramмам.

Фотопластиинки проявляют в течение 3 мин при температуре проявителя 18—20°C. Проявленную фотопластиинку ополаскивают в воде, фиксируют, снова промывают и высушивают.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в таблице.

Определение массовых долей элементов ведут по методу «трех эталонов» с объективным фотометрированием. Странят градуировочные графики для каждого определяемого элемента.

| Определяемый элемент | Длина волны определяемого элемента, нм | Элемент сравнения |
|----------------------|--|-------------------|
| Свинец | 266,31 | Фон |
| Свинец | 283,30 | » |
| Железо | 259,94 | » |
| Железо | 273,95 | » |
| Висмут | 306,77 | » |

По оси ординат откладывают значения разности почернений линии примеси и фона, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентрации стандартных образцов.

5.2. Сходимость результатов параллельных определений характеризуется относительным стандартным отклонением S_N , равным 0,08.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений, полученных по трем спектrogramмам, при условии

$$(X_{\max} - X_{\min}) \leq 4 \times S_N \times \bar{X}_n,$$

где X_{\max} — наибольший результат параллельных измерений;

X_{\min} — наименьший результат параллельных измерений;

S_N — относительное стандартное отклонение, характеризующее сходимость измерений;

\bar{X}_n — среднее арифметическое, вычисленное из n параллельных измерений ($n=3$).

(Измененная редакция, Изм. № 1).