

## ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

## Метод определения содержания алюминия

Tin-lead solders

Method for the determination of aluminium content

ГОСТ

1429.9-77\*

Взамен

ГОСТ 1429.9-69

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 алюминия в оловянно-свинцовых припоях (при содержании алюминия от 0,0005 до 0,002%).

Метод основан на растворении навески в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома, отгонке олова, сурьмы и мышьяка, отделении мешающих элементов тиоцетамидом, образовании окрашенного соединения алюминия с эриохромцианином и измерении оптической плотности окрашенного комплекса.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

pH-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и 1 н. раствор.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062-77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 и разбавленная 1:1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



\* Переиздание марта 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г.; Пост. № 325 от 21.01.83 (ИД С 5-1983 г.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:24.  
Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения, готовят следующим образом: к 45 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты приливают 45 см<sup>3</sup> бромистоводородной кислоты и осторожно добавляют 10 см<sup>3</sup> брома.

Тиоацетамид, 1%-ный раствор свежеприготовленный (при необходимости фильтруют).

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

Железо хлорное; готовят следующим образом: 0,05 г железа, восстановленного водородом, растворяют в 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты с добавлением нескольких капель перекиси водорода. После разложения избыточного количества перекиси раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 2 н. раствор; готовят следующим образом: 80 г гидроокиси натрия растворяют в воде, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают.

Кислота тиогликолевая, 96%-ная, готовят следующим образом: к 10 см<sup>3</sup> тиогликолевой кислоты прибавляют 12 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, перемешивают.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Натрий уксуснокислый, безводный.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 46,4 г уксуснокислого аммония и 18,2 г уксуснокислого натрия растворяют в воде при перемешивании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят водой почти до метки. Для получения pH 6 в случае необходимости прибавляют либо 2 н. раствор едкого натра, либо уксусную кислоту и затем доводят водой до метки. pH приготовленного раствора контролируют, используя pH-метр.

Эриохромцианин R, раствор; готовят следующим образом: 0,35 г эриохромцианина R растворяют в 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты при постоянном перемешивании в течение 2 мин, добавляют 60 см<sup>3</sup> воды, 0,3 г мочевины, содержимое перемешивают и оставляют стоять в темном месте. Через 24 ч раствор фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Алюминий первичный марки А999 по ГОСТ 11069—74.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в

20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 5,0 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,000005 г алюминия.

Раствор Б готовят непосредственно перед применением.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 1 г помещают в низкий стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при умеренном нагревании в 15 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения. После растворения навески раствор осторожно выпаривают досуха, не доводя его до кипения. Выпаривание с 10 см<sup>3</sup> смеси повторяют еще раз. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> брома и снова выпаривают досуха. Эту операцию повторяют еще раз. К остатку приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и кипятят до улетучивания брома, затем приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления паров серного ангидрида. К охлажденному раствору добавляют 25 см<sup>3</sup> воды, закрывают стакан часовым стеклом, нагревают до кипения. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора тиоацетамида, кипятят раствор 10 мин, дают осадку отстояться и отфильтровывают осадок через плотный фильтр, промывают пять-шесть раз серной кислотой, разбавленной 1 : 24. Осадок отбрасывают. К фильтрату прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> перекиси водорода и выпаривают досуха. Сухой остаток выщелачивают 1 см<sup>3</sup> 1 н. раствора соляной кислоты, приливают 5 см<sup>3</sup> воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. При этом обмывают стакан 15 см<sup>3</sup> воды, расходуя ее в два-три приема.

К раствору в мерной колбе прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, 10 см<sup>3</sup> раствора тиогликоловой кислоты и по каплям 2 н. раствора едкого натра до образования фиолетовой окраски раствора. Затем прибавляют по каплям 1 н. раствор соляной кислоты до исчезновения окраски и избыток 2 см<sup>3</sup>. Прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора эриохромцианина и через 5 мин 30 см<sup>3</sup> буферного раствора. Доводят водой до метки и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 530 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. pH раствора, подготовленного к измерению оптической плотности, должно быть 5,8—6.

В качестве раствора сравнения применяют нулевой раствор, содержащий все реактивы, кроме алюминия.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. Содержание алюминия находят по градуировочному графику, учитывая поправку на реактивы.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, разбавляют водой до объема 20 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> хлорного железа и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям алюминия строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

$m_1$  — 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 алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св. 0,001 до 0,002	0,0005

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**Изменение № 2 ГОСТ 1429.9—77 Припой оловянно-свинцовые. Метод определения содержания алюминия**

**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 массовой долей %».

Раздел 2. Заменить значение и слова: 1 н. на 1 моль/дм<sup>3</sup>, «2 н. раствор» на «раствор 2 моль/дм<sup>3</sup>».

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

(ИУС № 11 1987 г.)