

ГОСТ  
1429.4-77\*

## ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания меди

Tin-lead solders.

Method for the determination of copper content

Взамен  
ГОСТ 1429.4-69  
в части определения  
меди

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 № 327 срок действия продлен

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания меди в оловянно-свинцовых припоях: экстракционно-фотокolorиметрический (при содержании меди от 0,002 до 0,10%) и объемный фтор-йодометрический (при содержании меди от 1,2 до 2,0%).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
(при содержании меди от 0,002 до 0,10%)

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении навески в смеси винной, азотной и соляной кислот, образовании комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаминатом свинца в слое хлороформа и измерении оптической плотности экстракта.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотозлектроколориметр или спектрофотометр.

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. № 324 от 21.01.83 (ИУС 5-1983)

45Г-95  
39

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Смесь кислот; готовят следующим образом: к 75 см<sup>3</sup> 20%-ного раствора винной кислоты приливают 45 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20%-ный раствор.

Хлороформ (трихлорметан).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—77.

Диэтилдитиокарбаминат свинца, раствор в хлороформе; готовят следующим образом: 0,4 г уксуснокислого свинца растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды. Если раствор мутный, добавляют одну-две капли концентрированной уксусной кислоты до просветления раствора; 0,4 г диэтилдитиокарбамината натрия растворяют также в 50 см<sup>3</sup> воды. Растворы сливают при перемешивании в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и образовавшийся белый осадок диэтилдитиокарбамината свинца растворяют в 250 см<sup>3</sup> хлороформа. После добавления органического растворителя содержимое воронки встряхивают в течение 1 мин и после разделения жидкостей слой хлороформа сливают через сухой беззольный фильтр в темную склянку с притертой пробкой.

Индикаторная бумага, универсальная.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А (основной); готовят следующим образом: 0,1 г электролитической меди растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 2, и кипятят до удаления окислов азота. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г меди.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г меди. Раствор Б готовят в день применения.

2.3. Проведение анализа.

2.3.1. Навеску приняв массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании. Содержимое стакана охлаждают, нейтрализуют 20%-ным раствором гидроокиси натрия до 1,5—2 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор охлаждают, переносят содержимое стакана в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, обмывают стакан 10 см<sup>3</sup> воды в три приема, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора карбамината свинца в хлороформе и встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей хлороформный слой сливают в сухую мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. В делительную воронку снова приливают 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамината свинца и

встряхивают 2 мин. После расслоения жидкостей хлороформные вытяжки объединяют, доводят до метки хлороформом, закрывают притертой стеклянной пробкой и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны 460 нм) в кювете с толщиной слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используется хлороформ.

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

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждый помещают 0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, добавляют 5 см<sup>3</sup> смеси кислот, нейтрализуют 20%-ным раствором гидроокиси натрия до 1,5—2 по универсальной индикаторной бумаге и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

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

## 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание меди ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m_1$  — масса навески пробы, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001	Св. 0,03 до 0,05	0,005
Св. 0,005 » 0,01	0,002	» 0,05 » 0,10	0,01
0,01 » 0,03	0,003		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 3. ОБЪЕМНЫЙ ФТОР-ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (при содержании меди от 1,2 до 2%)

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции восстановления йодидом калия двухвалентной меди до одновалентной формы, при этом выделя-

ются йодид меди и элементарный йод. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия.

### 3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, разбавленная 1:1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Бромкислотная смесь; 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. Смесь хранят в закрытой колбе.

Соляно-уксусная смесь; готовят следующим образом: к 200 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты добавляют 150 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, разбавленной 1:1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор; готовят следующим образом: 600 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 20%-ный раствор. Раствор должен быть бесцветным.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор, свежеприготовленный.

Медь электролитическая.

Стандартный раствор меди готовят следующим образом: 0,5 г электролитической меди растворяют в стакане вместимостью 300 см<sup>3</sup> в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Стакан закрывают часовым стеклом. После растворения металла стекло обмывают, нагревают раствор до удаления окислов азота и сокращения объема до 2—3 см<sup>3</sup>. Остаток охлаждают, разбавляют водой и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г меди.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,25 н. раствор; готовят следующим образом: 6,2 г тиосульфата натрия растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, содержащей 0,1 г карбоната натрия.

### 3.3. Проведение анализа.

3.3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> бромистокислотной смеси и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески раствор выпаривают досуха, не доводя до кипения. К сухому остатку приливают 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, выпаривают досуха. Затем остаток смачивают 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и осторожно, не перегревая, полностью удаляют избыток кислоты и ее конденсат на внутренней поверхности стакана.

После охлаждения в стакан с остатком приливают 3,5 см<sup>3</sup> соляно-уксусной смеси из бюретки (или пипетки), 12,5 см<sup>3</sup> горячей воды, нагретой почти до кипения, и охлаждают. Затем вносят пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, обмывая им стенки стакана, и 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски, добавляют 2—3 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

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

### 3.3.2. Установка титра раствора тиосульфата натрия.

Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают по стандартному раствору меди.

Для установки титра в четыре-пять стаканов вместимостью по 250—300 см<sup>3</sup> каждый приливают аликвотные части по 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем остаток смачивают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и осторожно, не перегревая, выпаривают досуха (сухие соли должны быть голубого цвета). После охлаждения в стаканы приливают из бюретки (или пипетки) по 3,5 см<sup>3</sup> соляно-уксусной смеси, по 12,5 см<sup>3</sup> горячей воды, нагретой почти до кипения, охлаждают и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

Титр раствора тиосульфата натрия ( $T$ ), выраженный в г/см<sup>3</sup> меди вычисляют по формуле

$$T = \frac{V_1 \cdot T_1}{V},$$

где  $V_1$  — объем стандартного раствора меди, взятого для установки титра, см<sup>3</sup>;

$T_1$  — титр стандартного раствора меди, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание меди ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/см<sup>3</sup> меди;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 0,1%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

---

Изменение № 2 ГОСТ 1429.4—77 Припой оловянно-свинцовые. Методы определения содержания меди

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 «массовая доля» (кроме пп. 2.3.1, 2.3.2), «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Пункт 2.4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,25 н. раствор» на «раствор концентрацией 0,25 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «Титр» на «Массовая концентрация», «Титр раствора тиосульфата натрия (*T*), выраженный в г/см<sup>3</sup> меди» на «Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия, выраженную в г/см<sup>3</sup> меди».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в г/см<sup>3</sup> меди» на «массовая концентрация тиосульфата натрия, выраженная в г/см<sup>3</sup> меди».

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

(ИУС № 11 1987 г.)