УДК 621.791.35 : 669.225'3'779 : 546.18.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СЕРЕБРЯНО-МЕДНО-ФОСФОРНЫЕ ПРИПОИ

Методы определения содержания фосфора, свинца, железа и висмута

Silver-copper-phosphorus solders.
Methods for determination of phosphorus, lead, iron and bismuth content

ОКСТУ 1709

ГОСТ 16882.2—71*

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 № 347 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на серебряно-медно-фосфорные припои и устанавливает фотоколориметрический (при массовой доле фосфора от 0,5 до 5,0%) и спектральный (при массовой доле фосфора от 0,5 до 1,5%) методы определения фосфора и спектральный метод определения свинца, железа и висмута (при массовой доле свинца от 0,01 до 0,3%; железа от 0,01 до 0,2%; висмута от 0,001 до 0,02%).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22864—83.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на фотоколориметрическом определении фосфора по желтой окраске фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

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

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).*

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

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, 0,25%-ный раствор; готовят следующим образом: 2,5 г реактива растворяют в 500 см³ горячей воды. После охлаждения прибавляют 30 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, доливают до 1 дм³ водой и перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, раствор; готовят следующим образом: 50 г соли растворяют в 1 дм³ воды.

Стандартный образец.

2.3. Проведение анализа

Навеску анализируемого сплава 0,05 г (берут три параллельных навески) и три навески стандартного образца по 0,05 г помещают в стаканы вместимостью по 100 см³ и растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. После растворения сплава раствор выпаривают до сиропообразного состояния, прибавляют 5 см³ разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и снова выпаривают. После этого разбавляют раствор 25 см³ воды и нагревают до его просветления. После охлаждения раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок хлористого серебра промывают холодной водой. Затем в раствор при постоянном перемешивании вводят 2 см³ концентрированной азотной кислоты, 10 см³ ванадиевокислого аммония, 10 см³ молибденовокислого аммония, через 1 мин раствор доводят до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 460 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Подсчет результатов анализа

2.4.1. Массовую долю фосфора *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{D \cdot C}{D_1},$$

где D — оптическая плотность испытуемого раствора;

D_1 — оптическая плотность стандартного раствора;

C — содержание фосфора в эталонном сплаве, в %.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,15%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА, СВИНЦА, ЖЕЛЕЗА И ВИСМУТА

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении почернений аналитических линий

элементов в дуговом спектре. Связь почернений с концентрацией устанавливается градуировочным графиком, построенным на серии стандартных образцов.

В качестве электродов применяют стержни из анализируемого сплава.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кварцевый спектрограф средней дисперсии.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Зажимы для электродов с принудительным охлаждением.

Фотопластинки спектральные типа I чувствительностью 5—6 условных единиц для длины волны 2500 Å.

Фотопластинки типа II, чувствительностью 15—16 единиц.

Стандартные образцы предприятия.

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

3.3. Подготовка к анализу

Пробы и стандартные образцы должны быть в виде двух литых стержней диаметром 6 мм, длиной 20—30 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.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.4. Проведение анализа

3.4.1. *Определение фосфора*

Фотографирование спектров производят при ширине щели спектрографа 0,015 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока дуги 5А, времени предварительного обжига 30 с, времени экспозиции 45 с. Междуэлектродный промежуток устанавливается по шаблону. Электродами служат литые стержни. Спектры фотографируют на фотопластинки спектральные типа I. Вместе с исследуемыми образцами на одной фотопластинке фотографируют спектры стандартных образцов анализируемой марки сплава.

Спектры фотографируют при соблюдении выбранных условий в следующей последовательности: каждый образец снимают по два раза, затем электроды затачивают и процесс повторяют. Для каждой пробы и стандартного образца получают по четыре параллельных спектрограммы.

Фотопластинки проявляют в течение 4 мин при температуре проявителя 18—20°С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают.

3.4.2. *Определение свинца, железа и висмута*

Фотографирование спектров проводят при ширине щели спектрографа 0,01 мм, расстоянии между электродами 1,5 мм, силе тока 5 А, времени предварительного обжига 5 с, времени экспозиции 10 с. Междуэлектродный промежуток устанавливается по шаблону.

Спектры фотографируют на фотопластинки типа II.

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

Фотопластинку проявляют в течение 2—4 мин при температуре проявителя 18—20°С. Проявленную фотопластинку ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде и высушивают.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Длины волн аналитических спектральных линий приведены в таблице.

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Элемент сравнения	Длина волны линии элемента сравнения, нм
Фосфор	255,49	Серебро	257,57
Железо	259,94	Фон	—
Свинец	283,31	»	—
Висмут	306,72	»	—

Определение массовых долей элементов ведут по методу «трех эталонов» с объективным фотометрированием. Строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента. На оси ординат откладывают значения разности почернений линии определяемого элемента и элемента сравнения, а по оси абсцисс — значения логарифмов концентраций стандартных образцов.

При помощи градуировочного графика по известным значениям разности почернений находят содержание определяемого элемента в анализируемой пробе.

3.5.2. Сходимость результатов параллельных определений характеризуется относительным стандартным отклонением S_N, равным 0,06 при определении фосфора и 0,08 при определении свинца, железа и висмута.

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

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

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 ($n=3$).

3.5—3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. 1, 2).**