МИНИСТЕРСТВО МЕТАЛЛУРГИИ СССР

ОКП 17 2332
17 2342

УДК 621.791.35.665.65'4

Группа В 51

УТВЕРЖДАЮ

Директор Новосибирского
оловянного комбината

А.П.Дутельный

"20" 12 1990г.

СПЛАВЫ И ПРИПОИ НА ОСНОВЕ ОЛОВА, СВИНЦА И ИНДИЯ ДЛЯ ПОЛУПРОВОДНИКОВОЙ ТЕХНИКИ

Технические условия

ТУ 48-0220-40-90

(Взамен ОСТ 48-131-78, ОСТ 48-132-78,
ОСТ 48-133.0-78-ОСТ 48-133.18-78)

Срок введения с 01.01.91 до 01.01.96

СОГЛАСОВАНО

Главный инженер Запорожского
ПО "Гамма"
В.И.Думбров
письмо № 72/220-37735
от 30.07.90

Главный инженер Херсонского
ПО "Днепр"
Г.А.Новаковский
письмо № 24-5/287
от 08.08.90

И.о.главного инженера
Новосибирского электровакуумного
завода
В.Н.Бондарев
письмо № 05/33-4284
от 26.07.90

Начальник опытного цеха
Новосибирского оловянного
комбината
Ю.С.Корнков
"19" 10 1990г.

1990

Настоящие технические условия распространяются на сплавы и припои на основе олова, свинца и индия для полупроводниковой техники. Сплавы и припои изготовляются легированием марочных металлов и используются в различных видах пайки.

Пример записи условного обозначения продукции при заказе ее и в документации.

Сплав в виде слитка круглого сечения диаметром 23 мм, длиной 58 мм марки ИнГл 0,5.

Сплав Сл Ø 23 х 58 ИнГл 0,5 ТУ 48-0220-40-90.

Припой в виде слитка размером 10 х 25 х 250 мм марки ПОВи 0,5.

Припой Сл 10 х 25 х 250 ПОВи 0,5 ТУ 48-022-40-90.

1. МАРКИ И СОРТАМЕНТ

1.1. В зависимости от химического состава устанавливаются следующие марки сплавов и припоев:

ОСу 1 – олово с присадкой сурьмы 1%;

ОСу2 – олово с присадкой сурьмы 2%;

ОССу 34-1 – олово с присадкой 34% свинца и 1% сурьмы;

СО 10 – свинец с присадкой 10% олова;

СИн 50 – свинец с присадкой 50% индия;

ИнГл 0,5 – индий с присадкой 0,5% Галлия;

ИнЦ 1 – индий с присадкой 1% цинка;

ОСу 10 – олово с присадкой 10% сурьмы;

СИн 20 – свинец с присадкой 20% индия;

ПоВи 0,5 – олово с присадкой 0,5% висмута;

ПОСу9 – олово с присадкой 9% сурьмы;

ПОЦ 10 – олово с присадкой 10% цинка;

ПОИн 52 – олово с присадкой 52% индия;

ПОСВи 42-10,5 – олово с присадкой 42% свинца и 10,5% висмута;

ПОСК 36-17 – олово с присадкой 36% свинца и 17% кадмия;

ПСВиО 25-30 – свинец с присадкой 25% висмута и 30% олова;!

ПСИн – свинец с присадкой 5% индия;

ПСИн 25 – свинец с присадкой 25% индия;

ПИнК 24 – индий с присадкой 24% кадмия.

1.2. Сплавы выпускаются в виде слитков размерами:

12 x 12 x 200 мм

10 x 34 x 200 мм

1.3. Припои выпускаются в виде слитков размерами:

12 x 12 x 250 мм

10 x 25 x 250 мм

Отклоньние от номинальных размеров слитков браковочным признаком не является.

1.4. Сплав марки ИнГл 0,5 выпускается в виде круглых прутков, предельные отклонения для которых должны соответствовать указанным в табл.1

мм

Таблица 1

Номинальный диаметр слитков	Предельные отклонения	Номинальная длина слитка	Предельное отклонение
23	± 2	58	± 5
23	± 2	65	± 5

1.5. Размер слитка оговаривается в заказе. По согласованию потребителя с изготовителем допускается поставка сплавов и припоев других форм и размеров.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Химический состав сплавов и припоев должен соответствовать нормам указанным в таблице 2.

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подп. и дата | Инв. № подл.

Таблица 2

Марка сплава	Код ОКП	Химический состав, %															
		Компоненты						Примеси, не более ... $\times 10^{-3}$									
		Sn	Pb	Sb	Zn	Ga	Cu	Fe	Si	Ni	Mn	Al	As	Bi	Ag	Mg
ОСу I	I7 2224 0200	ост	–	09–II	–	–	–	I	0,I	I	0,5	0,2	0,05	–	–	–	–
ОСу 2	I7 2224 0300	ост	–	I8–22	–	–	–	I	0,I	I	0,5	0,2	0,05	–	–	–	–
ОСу I0	I7 2224 0400	ост	–	9–II	–	–	–	I	0,I	I	0,5	0,2	0,05	–	–	–	–
ОССу 34-I	I7 2224 0500	ост	33–35	08–I2	–	–	–	I	–	0,5	I	0,2	0,05	–	–	–	–
СО I0	I7 2224 0I00	9–II	ост	–	–	–	–	I	I	0,5	0,5	005	0,33	0,5	–	–	–
СИп 20	I7 2539 0300	–	ост	–	I9–2I	–	–	–	–	I	–	I	–	–	0,5	–	–
СИп 50	I7 2539 0400	–	ост	–	49–5I	–	–	–	–	I	–	I	–	–	0,5	–	–
ИнГл 05	I7 2539 0I00	–	–	–	ост	04–06	–	–	–	0,5	–	0,I	–	I	I	–	I
ИнЦ I	I7 2539 0200	–	–	–	ост	–	09–II	–	–	0,5	–	0,I	–	I	I	5	–

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Продолжение табл.2

Марка припоя	Код ОКП	Химический состав, %													
		Компоненты							Примесн. не более						
		Bi	In	Cd	Sn	Pb	Sb	Zn	Bi	Fe	Cu	As	Pb	Sb	Zn
ПОБи 0,5	I7 2532 I600	0,4-0,6	-	-	ост	-	-	-	-	0,0I5	0,0I5	0,0I	0,05	0,0I5	-
ПОСу 9	I7 2332 I700	-	-	-	ост	-	8-I0	-	-	0,0I5	0,0I5	-	0,05	-	-
ПОЦ I0	I7 2332 II00	-	-	-	ост	-	-	9-II	-	0,0I5	0,0I5	0,0I	-	-	-
ПОИн 52	I7 2342 II00	-	5I-53	-	ост	-	-	-	0,0I5	0,0I	0,0I0	0,0I	-	0,0I5	-
ПОСК 36-I7	I7 2332 I300	-	-	I6-I8	ост	35-37	-	-	-	0,0I5	0,0I5	-	-	-	-
ПОСВи 42-I0,5	I7 2332 I200	9,5-II,5	-	-	ост	4I-43	-	-	-	0,0I5	0,0I5	0,0I	-	0,0I5	-
ПСВи 025-30	I7 234I II00	24-26	-	-	29-3I	ост	-	-	-	0,0I5	0,0I5	0,0I	-	0,0I5	-
ПСИи 5	I7 234I I200	-	4-6	-	-	ост	-	-	0,0I5	0,0I0	0,0I0	0,0I	-	0,0I5	0,002
ПСИи 25	I7 234I I300	-	24-26	-	-	ост	-	-	0,0I5	0,0I0	0,0I0	0,0I	-	0,0I5	0,002
ПИнК 24	I7 2342 I200	-	ост	23-25	-	-	-	-	-	0,0I0	0,0I0	0,0I	-	-	-

ТУ 48-0220-40-90

Изм. | Лист | № докум. | Подп. | Дата | Лист

2.2. Химический состав гарантируется использованием при производстве сплавов и припоев следующих металлов:

олова марок ОВЧ 000 и 01пч по ГОСТ 860-75;

свинца марок С 000, С00 и С0 по ГОСТ 3778-77;

сурьмы Су000 и Су 00 по ГОСТ 1089-73;

индия марок Ин 00, Ин0, Ин I по ГОСТ 10297-75;

галлия марок Га 99,9999, Га 99,9997 и Га 99,999;

висмута Ви00, Ви0, по ГОСТ 10928-75;

кадмия марки Кд0 по ГОСТ 1467-77;

цинка марок ЦВ 00 и Ц0 по ГОСТ 3640-79.

2.3. По согласованию изготовителя с потребителем допускается изготовление сплавов и припоев из металлов других марок.

2.4. Сплавы и припои должны быть однородными по содержанию компонентов по всей длине и сечению слитка.

2.5. Поверхность слитков не должна иметь никаких загрязнений, посторонних включений и трещин.

Края слитков должны быть без заливов. На поверхности слитков допускаются кристаллизационные неровности и бугорки. Допускается механическое удаление заливов, наплывов и других неровностей.

2.6. Физико-механические свойства сплавов и припоев приведены в справочном приложении I.

2.7. Маркировка.

2.7.1. Марка сплава и припоя наносится на полиэтиленовый пакет или картонную коробку.

2.7.2. На каждое грузовое место должен быть прикреплен ярлык с указанием:

товарного знака и наименования предприятия - изготовителя;

условного обозначения сплава и припоя;

номера партии;

массы нетто;

даты изготовления.

2.7.3. Транспортная маркировка – по ГОСТ 14192-77.

2.8. Упаковка.

2.8.1. Каждый слиток сплава или припоя упаковывают в пакет из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354-82 или в коробки из картона марки Г по ГОСТ 7933-75, заклеиваемые лентой с липким слоем по ГОСТ 20477-86, и помещают в дощатые ящики по ГОСТ 2991-85, размерами по ГОСТ 21140-88.

Масса брутто ящика не должна превышать 30 кг.

При отправке одному получателю двух и более грузовых мест ящики формируют в транспортные пакеты на поддонах по ГОСТ 9078-84 или с применением деревянных брусков сечением 60х60 мм с обвязкой стальной лентой размерами не менее 0,7х30 мм по ГОСТ 3560-73. Скрепление концов ленты – в замок. Габаритные размеры и масса брутто пакета не должна превышать норм, установленных ГОСТ 24597-81.

2.9. Сопроводительный документ о качестве вкладывается в транспортную тару при упаковке продукции.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Процессы производства и пайка (лужение) сплавами и припоями на основе олова, свинца и индия сопровождаются выделением токсичных веществ, таких как свинец и его соединения, аэрозолей окиси кадмия, цинка, висмута, индия.

Согласно ГОСТ 12.1.005-88 они относятся к следующим классам опасности – свинец – первый, окись кадмия – второй, окись висмута – третий, окись индия – третий, окись цинка – второй, окись сурьмы – третий.

3.2. Свинец и его соединения вызывает поражения нервной, кровеносной и сердечно-сосудистой системы, верхних дыхательных путей, желудочного тракта, почек, а также эндокринные нарушения.

Действие кадмия на организм человека заключается в поражении органов дыхания, желудочно-кишечного тракта, внутренних органов, скелетной и костной тканей, раздражении кожных покровов; сурьмы – в раздражении слизистых дыхательных путей и глаз, хроническом поражении легких, центральной нервной системы, сердечной мышцы, печени, кожи; цинка – в возникновении "литейной лихорадки", ослаблении организма, восприимчивости к другим заболеваниям. Аэрозоли окиси индия, висмута, галлия, могут вызвать отравления общетоксического действия.

3.3. Предельно-допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет: свинца – 0,01 мг/м^3, кадмия – 0,1 мг/м^3, сурьмы – 0,2 мг/м^3, цинка – 0,5 мг/м^3, индия – 4 мг/м^3, висмута – 0,5 мг/м^3.

3.4. Концентрацию вредных веществ в воздухе рабочей зоны определяют по методике, соответствующей требованиям ГОСТ 12.1.016-79.

3.5. Металлические свинец, кадмий, сурьма, индий, цинк, висмут, галлий пожаровзрывобезопасны.

3.6. Утилизация, обезвреживание и уничтожение отходов вредных веществ должны производиться по согласованию с местными органами Государственного надзора.

3.7. Производственные помещения, в которых производятся работы с токсичными веществами должны соответствовать требованиям СН 296-71 и обеспечиваться приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75.

3.8. Работы с припоями необходимо выполнять в респираторе типа "Лепесток" по ГОСТ 12.4.028-76, кожаной обуви по ГОСТ 12.4.032-77 или валяной обуви по ГОСТ 12.4.050-78 и средствах индивидуальной защиты: рукавицах по ГОСТ 12.4.010-75, защитных щитках по ГОСТ 12.4.023-84.

3.9. Работающие со сплавами и припоями должны быть обеспечены бытовыми помещениями согласно СНиП II-92-76 по группе производственных процессов IIа. В санитарно-бытовых помещениях должны быть созданы условия соблюдения правил личной гигиены.

3.10. Работающие с припоями должны проходить:

инструктаж по технике безопасности в соответствии с ГОСТ 12.0.004-79;

предварительный при поступлении на работу и периодические медицинские осмотры.

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4.1. Сплавы и припои принимаются партиями различной массы (не менее 10 кг) одной марки и одной плавки.

4.2. Каждая партия сплавов и припоев подвергается приемо-сдаточной проверке, проводимой отделом технического контроля.

4.3. Внешнему осмотру подвергают каждый слиток, обмеру - 0,5% круглых слитков от массы партии.

4.4. При получении неудовлетворительных результатов химического анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторную проверку на удвоенной выборке, взятой от той же партии.

Результаты повторного анализа являются окончательными и распространяются на всю партию.

5. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

5.1. Контроль качества поверхности слитков проводят визуально.

5.2. Измерение диаметра круглых слитков производят не менее чем в двух взаимно перпендикулярных направлениях одного сечения. Измерение диаметра и длины слитков производят любым измерительным инструментом, обеспечивающим заданную точность измерения.

5.3. Определение химического состава проводят по методикам, изложенным в приложении 2.

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подп. и дата | Инв. № подл.

5.4. Для контроля химического состава сплавов и припоев на предприятии-изготовителе отбирают пробу зачерпыванием от расплавленного и перемешанного состава партии стеклянной или стальной ложечкой.

Для определения массовых долей примесей химическим и спектральным методами в сплавах марок СО 10, ОСОу 34-1, СИн 50, СИн 20, МнЦл 0,5 МнЦ 1 и припоях марок ПОИн 52, ПОСК 36-17, ПОСВм 42-10,5, ПОСВмО 25-30, ПОИн 5, ПОИн 25, ПИнК 24 и определения химическими методами компонентов в сплавах марок ОСу 1, ОСу 2, ОСу 10 и припоях марок ПОВм 0,5, ПОСу 9, ПОЦ 10 пробу отливают в виде слепков на стеклянную, фарфоровую или кварцевую поверхность. Слепки измельчают до размеров частиц не более 2 мм, перемешивают и сокращают до лабораторной пробы массой 10 г.

Для определения примесей спектральным методом в сплавах марок ОСу 2 и ОСу 10 и припоев марок ПОИн 0,5, ПОСу 9 и ПОЦ 10 пробы отливают в изложницы из нержавеющей стали в виде стержней диаметром 6-8 мм и длиной 70-80 мм. Стержней должно быть не менее четырех для каждого вида пробы.

Одну часть стружки и стержней расходуют для анализа, другую часть хранят в отделе технического контроля предприятия-изготовителя в течение гарантийного срока на случай арбитража.

5.5. Для контроля равномерности распределения компонентов потребитель от каждой партии сплавов и припоев отбирает три слитка. На предприятие-изготовителе от партии массой до 40 кг отбирают два слитка – первый и последний, от партии массой более 40 кг отбирают четыре слитка – первый и далее через каждую одну треть массы отливки.

С верхней и нижней поверхности слитков распиловкой поперечным полотном (фрезой) или соскабливанием ножом с танталовым или титановым лезвием отбирают две пробы по одной с каждой поверхности с противоположных концов слитка на глубину не менее 2/3 толщины слитка. Содержание компонентов в каждой из проб должно соответство-

вать нормам, указанным в табл. 2.

5.6. Для проверки химического состава сплавов и припоев потребителям общую пробу получают смешиванием опилок и стружек всех проб, отобранных от партии, как указано в п.5.5, для контроля равномерности распределения компонентов. Проба тщательно перемешивается и сокращается до лабораторной пробы массой 10 г.

Примечание. Разрешается заводу-изготовителю для определения химического состава припоев использовать пробы, отобранные в соответствии с п.5.6.

6. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

6.1. Сплавы и припои должны храниться в сухих, чистых, и проветриваемых помещениях, исключающих воздействие активных химических веществ.

6.2. Сплавы и припои транспортируют в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте каждого вида.

7. ГАРАНТИИ ПОСТАВЩИКА

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества сплавов и припоев требованиям настоящих технических условий при соблюдении ~~потребителем~~ условий транспортирования и хранения, установленных настоящими техническими условиями.

7.2. Срок гарантии сплавов и припоев устанавливается один год со дня выпуска при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

7.3. Разрешается предприятиям-потребителям использование сплавов и припоев по истечении гарантийного срока при условии повторной проверки качества на соответствие требованиям настоящего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Физико-механические свойства сплавов и припоев

Марки сплавов и припоев	Температура плавления °С		Временное сопротивление разрыву кгс/(мм2)	Относительное удлинение после разрыва, %	Относительное сужение после разрыва, %	Площадь растекания, мм2
	солидус	ликвидус				
1	2	3	4	5	6	7
ОСу I	230	234	2,39	62,0	99,7	-
ОСу 2	23I	238	-	-	-	-
ОСу I0	232	248	6,9	30,9	65,8	-
ОССу 34-I	I8I	I87	4,64	27,I	46,5	-
СО I0	28I	297	2,9I	24,5	69,0	-
СИн 50	I78	200	3,6I	I0,4	26,7	-
ИнГл 0,5	I43	I52	0,46	47,0	98,6	-
ИнЦ I	I40	I50	0,5	29,6	90,7	-
ПОВи 0,5	224	232	3,07	38,9	90,3	II3,7
ПОСу 9	237	248	7,I2	22,6	48,0	96,6
ПОЦ I0	I95	203	6,07	37,3	85,2	56,6
ПОИн 52	I2I	I2I	I,83	23,2	77,7	I66
ПОСК 36-I7	I3I	I50	5,48	48,7	99,3	94,2

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Справочное
(продолжение)

1	2	3	4	5	6	7
ПОСВи 42-I0,5	I43	I67	5,23	22,0	58,5	I97
ПОВиО 25-30	I06	I53	-	-	-	-
ПОИн 5	302	3I3	2,20	22,2	64,I	-
ПОИн 25	236	26I	3,07	6,9	3I,9	79,2
ПИнК 24	I26	I29	I,25	29,3	66,0	I53

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ПРИМЕСЕЙ И ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ В СПЛАВАХ И ПРИПОЯХ

Общие требования к методам анализа по ГОСТ 25086-87.

Общие требования безопасности при проведении анализов в соответствии с""Общими правилами безопасности для предприятий и организаций металлургической промышленности", утвержденными в установленном порядке.

I. Химико-спектральный метод определения массовых долей: висмута, железа, меди, мышьяка, сурьмы, свинца, цинка в припоях ПОСК 36-17; ПОСВи 42-10,5; ПСВиО 25-30; ПОВи 0,5; ПОСу 9; ПОЦ 10; ПОИн 52; ПОИн 5; ПИнК 24; ПСИн 5; ПСИн 25.

Метод основан на спектральном определении примесей при возбуждении спектра в дуге переменного тока с предварительным переводом пробы металлического припоя в окись.

I.I. Точность измерений.

Точность измерений характеризуется абсолютно допускаемыми расхождениями сходимости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности P=0,95.

Таблица I

Интервалы массовых долей примесей	Абсолютно допускаемые расхождения	
	сходимости	воспроизводимости
от 0,005 до 0,01	0,002	0,0024
от 0,01 до 0,03	0,004	0,005
от 0,03 до 0,05	0,008	0,01
от 0,05 до 0,1	0,01	0,015

I.2. Аппаратура, материалы, реактивы.

Кварцевый спектрограф средней дисперсии с трех линзовой системой освещения или спектрометр с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Микрофотометр или микроденситометр

Генератор дуги переменного тока

Угли спектральные марки С-3

Стержни графитовые для спектрального анализа

Весы торсионные

Весы аналитические

Ступки агатовые или из оргстекла

Трехступенчатый ослабитель

Фотопластинки спектральные тип СП-I и СП-II

Фотоматериалы, ГОСТ I0691.I-84

Спирт этиловый ГОСТ I8300-87

Стаканы термостойкие

Печь муфельная с терморегулятором

Кислота азотная ГОСТ III25-84, перегнанная

Олово окись ГОСТ 22516-77

Свинца окись ТУ 6-09-5382-88

Висмут окись ГОСТ I0216-75

Индий окись

Железа окись ГОСТ 4173-77

Меди окись ГОСТ I6539-7I

Мышьяка окись ч.д.а.

Сурьмы окись ч.д.а.

Цинка окись

Кадмия окись

I.3. Приготовление основы и градуировочных образцов

I.3.I. Основой для приготовления градуировочных образцов служит смесь окисей металлов, являющихся основными компонентами. Окиси должны быть чистыми по определяемым примесям. Количество окисей вводится в основу в соответствии с маркой припоя.

I.3.2. Градуировочные образцы готовят идентичными по содержанию основных компонентов анализируемым пробам путем введения рассчитанных количеств определяемых примесей в основу, соответствующей данному припою.

I.3.3. Головные градуировочные образцы, содержащие по I% определяемых примесей (в расчете на металл), готовят введением в основу окислов металлов.

Градуировочные образцы тщательно перемешивают в ступке со спиртом. Расход спирта 0,005 л на I грамм образца.

I.3.4. Рабочие градуировочные образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего соответствующей основой.

Для каждой марки припоя готовят серию градуировочных образцов с содержанием массовых долей определяемых примесей 0,006; 0,012; 0,037; 0,11%.

I.4. Проведение анализа

От пробы припоя отбирают навеску массой I-2 г, помещают ее в стакан, наливают 30-50 $см^3$ перегнанной азотной кислоты, разбавленной I:I. Пробы растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, получившиеся азотнокислые соли прокаливают в муфельной печи в течение I0-20 мин. при температуре 450-500°С.

Полученный после растворения и прокаливания осадок окиси припоя и градуировочные образцы набивают в угольные электроды, имеющие кратер диаметром и глубиной 3 мм с боковым отверстием I мм, предварительно обожженные в дуге переменного тока силой I0-I2 А, в течение I0-I5 сек.

Спектрографирование градуировочных образцов и проб проверяют через трехступенчатый ослабитель. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы электрод с пробой был нижним. Верхний электрод угольный, заточенный на усеченный конус с площадкой диаметром I,5-2 мм.

В кассету закладывают две фотопластинки: в коротковолновую часть спектра – тип СП-II, в длинноволновую – тип СП-I.

Спектры возбуждают в дуге переменного тока I2 А, время экспозиции:

для припоев марки ПОСК 36-17; ПОСВи 42-10,5; ПСВиО 25-30; ПОВи 0,5; ПОСу 9; ПОЦ 10; ПОИн 52; ПОИн 5-1,5 мин.;

марки ПСИн 5; ПСИн 25 – 2 мин.;

марки ПИНк 24 – 2,5 мин.

Ширина щели, промежуточная диафрагма выбираются оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений.

1.5. Проведение анализа на цинк в припоях марки ПСИн 5, ПСИн 25.

Градуировочные образцы и пробу (окись) набивают в кратеры угольных электродов, имеющих размер 3х3 мм и боковым отверстием 1 мм. Перед съемкой угольные электроды необходимо обжечь в дуге постоянного тока, силой 10-12 А в течение 10-15 сек.

При спектрографировании нижний электрод с пробой – анод, верхний электрод – катод, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки 1,5-2 мм. Спектры возбуждают в дуге постоянного тока силой 7 А. Время экспозиции 20 сек. На одно и то же место фотопластинки фотографируют 3 спектра градуированных образцов и проб.

Ширина щели и промежуточная диафрагма выбираются оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений.

Спектры регистрируют на пластинки тип СП-1 или СП-3С.

1.6. При определении массовых долей примесей в пробе припоев количество спектрограмм для каждого градуировочного образца не менее двух, для каждой пробы не менее трех на одной фотопластинке.

1.7. Обработка результатов анализа.

1.7.1. Измерение интенсивности почернения аналитических линий примесей в припое ведут на микрофотометре. Используют следующие аналитические линии и линии внутреннего стандарта:

мышьяк 234,98 – олово 236,82 или фон

сурьма 287,77 – олово 278,5

железо 302,06 – олово 321,86 или 322,35

медь 324,7 или 327,49 – олово 321,86 или 322,34

висмут 306,7 – олово 321,86 или 322,35

цинк 330,2 или 334,5; 213,7 – фон

свинец 2833,1 – олово 276,17

Допускается применять другие аналитические линии и внутренние стандарты, обеспечивающие тангенс угла наклона градуировочных кривых не менее 0,5.

1.7.2. По результатам фотометрирования спектров градуированных образцов строят градуировочные графики в координатах $\Delta S - \lg C$ где ΔS – разность почернения аналитической линии и фона или линии сравнения; С – концентрация примеси,%.

По градуировочным графикам определяют содержание примесей в окиси припоя.

Для вычисления содержания примесей в металлическом припое последний результат умножают на переводной коэффициент К = 1,2.

2. Спектральный метод определения массовых долей примесей: железа, меди, мышьяка, свинца, сурьмы в припоях ПОВи 0,5, ПОСу 9 в соответствии с ГОСТ 15483.10-78.

3. Химико-спектральный метод определения примесей: алюминия, висмута, железа, индия, меди, серебра, сурьмы, кадмия, магния в сплавах ОСу 1, ОСу 2, ОСу 10, ОССу 34-1, ИнЦ 1, ИнГл 0,5, СИн 50, СИн 20.

Метод основан на спектральном определении примесей при возбуждении спектра в дуге постоянного тока с предварительным переводом пробы сплава в окись.

3.1. Точность измерений.

Точность измерений характеризуется абсолютно допускаемыми расхождениями сходимости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности Р = 0,95.

Таблица 2

Интервалы массовых долей примесей	Абсолютно допускаемые расхождения	
	сходимости	воспроизводимости
от 0,00005 до 0,0001	0,00002	0,00003
от 0,0001 до 0,0003	0,00003	0,00005
от 0,0003 до 0,0005	0,00008	0,0001
от 0,0005 до 0,001	0,0002	0,0003
от 0,001 до 0,003	0,0004	0,0005
от 0,003 до 0,005	0,001	0,0015
от 0,005 до 0,01	0,002	0,003

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 с 3-х линзовой системой освещения или спектрометр с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Микрофотометр.

Спектропроектор.

Источник дуги постоянного, переменного тока типа ИВС-28

Весы тарелочные (0-250).

Печь муфельная с терморегулятором.

Стаканы кварцевые.

Ступка из оргстекла или агатовая.

Стержни графитовые для спектрального анализа марки С-3.

Фотопластинки спектральные тип СП-I или СП-II,СП-3С, УФШ.

Фотоматериалы, ГОСТ 10691.1-84.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72, перегнанная в кварцевом аппарате.

Кислота азотная, осч, ГОСТ 11125-84.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77.

Алюминий окись, чда.

Серебро азотнокислое, чда, ГОСТ 1277-75.

Подп. и дата
Инв. № дубл.
Взам. инв. №
Подп. и дата
Инв. № подл.

Индий окись, чда.

Медь окись, ГОСТ 16539-79.

Олово окись, ГОСТ 22516-77.

Железо окись

Свинец окись, ТУ 6-09-5382-88.

Сурьма трехокись, чда.

Висмута окись, ГОСТ 10216-75.

Кадмия окись, ГОСТ 11120-75.

Магния окись, ГОСТ 4526-75.

Цинка окись, осч, ГОСТ 10262-73.

Галлия окись, осч.

3.3. Приготовление основы и градуировочных образцов.

3.3.1. Основой для приготовления градуировочных образцов служит смесь окисей металлов, являющихся основными компонентами. Окиси должны быть чистыми по определяемым примесям. Количество окисей вводится в основу в соответствии с маркой сплава.

3.3.2. Приготовление окиси олова.

Стружку олова растворяют в кварцевой чашке в азотной кислоте. Полученную метаоловянную кислоту осторожно подсушивают, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 550-600°С до удаления окислов азота.

3.3.3. Приготовление окиси свинца.

Мелко наструженный металлический свинец растворяют в азотной кислоте. Полученный раствор выпаривают, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 400°С до удаления окислов азота.

3.3.4. Приготовление окиси сурьмы.

Металлическую сурьму растворяют в смеси соляной и азотной кислот (5 частей соляной и 1 часть азотной кислоты). Полученный раствор выпаривают, а затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500°С до удаления окислов азота.

3.3.5. Градуировочные образцы готовят идентичными по содержанию основных компонентов анализируемым пробам, путем введения рассчитанных количеств определяемых примесей в основу, соответствующую данному припою.

3.3.6. Головные градуировочные образцы, содержащие по 1% определяемых примесей (в расчете на металл), готовят введением в основу окислов металлов. Градуировочные образцы тщательно перемешивают со спиртом.

Расход спирта составляет 0,005 л на 1 грамм образца.

3.3.7. Рабочие градуировочные образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего соответствующей основой.

Для каждой марки сплава готовят серию градуировочных образцов с содержанием определяемых примесей 0,00005%, 0,0001%, 0,00025%, 0,0005%, 0,001%, 0,0025%, 0,005%, 0,01%.

3.4. Проведение анализа.

От пробы сплава отбирают навеску массой 1-2 г, помещают ее в стакан, наливают 30-50 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Пробу растворяют при умеренном нагревании. Раствор выпаривают досуха, получившиеся азотно-кислые соли прокаливают в муфельной печи при температуре 450-500°С в течение 20 мин.

Подготовленную пробу и градуировочные образцы набивают до уплотнения в кратеры угольных электродов диаметром и глубиной 3 мм, с боковым отверстием 1 мм. Электроды перед набивкой обжигают в дуге переменного тока 10-12 А в течение 10-15 с.

Для сплавов ИнГл 0,5 и ИнЦ 1 берут навеску в количестве 70 мг для пробы и образцов и помещают через воронку в кратер угольного электрода размером 4х4 мм.

При спектрографировании нижний электрод с пробой служит анодом. Верхний электрод угольный, заточен на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5-2 мм. Спектры возбуждают в дуге постоянного тока силой 10-14 А, экспозиция 2 мин.

Подп. и дата
Инв. № дубл.
Взам. инв. №
Подп. и дата
Инв. № подл.

Для сплава ИнЦ I и ИнГл 0,5 – экспозиция до выгорания.

Ширина щели и промежуточная диафрагма выбираются оптимальными для получения интенсивности спектров в области нормальных почернений.

Для съемки используют трехступенчатый ослабитель.

Регистрацию спектров ведут на фотопластинках тип СП-I или СП-3С длинноволновую часть спектра, на тип СП-I или УФШ – коротковолновую часть спектра.

3.5. При определении содержания примесей в пробе приняв количество спектрограмм для каждого градуировочного образца не менее двух, для каждой пробы не менее трех на одной фотопластинке.

3.6. Обработка результатов анализа.

3.6.I. Измерение интенсивности почернений аналитических линий примесей и линий внутреннего стандарта в приняв ведут на микрофотометре.

Используют следующие пары аналитических линий и линий внутреннего стандарта в нм:

железо 302,06 – олово 321,86 или 322,3 фон

висмут 306,77 – олово 321,86 или 322,3 фон

алюминий 308,22 – олово 321,86 или 322,3 фон

индий 325,61 – олово 321,86 или 322,3 фон

медь 327,39 – олово 321,86 или 322,3 фон

медь 324,7 – олово 321,86 или 322,3 фон

сурьма 259,8 – фон

кадмий 228,8 – фон

магний 280,2 – фон или индий 277,5

Допускается применять другие аналитические линии и линии "внутреннего стандарта", обеспечивающие тангес угла наклона градуировочных кривых не менее 0,5.

3.6.2. По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочные графики в координатах $\Delta S - \lg C$ где ΔS – разность почернения аналитической линии и линии

"внутреннего стандарта" или фона, С – концентрация примеси, %.

По градуировочным графикам определяют содержание примесей в пробе (окиси).

Для вычисления содержания примесей в металлическом припое последний результат умножают на переводной коэффициент К = 1,2.

4. Спектральный метод определения массовых долей примесей: железа, меди, алюминия, индия, серебра, висмута в сплавах ОСу 1, ОСу 2, ОСу 10.

Данная методика распространяется на оловянно-сурьмянистые сплавы и устанавливает спектрографический метод определения примесей в интервале массовых долей в %:

железо от 1×10^{-4} до 1×10^{-2}

серебро от 5×10^{-5} до 2×10^{-3}

меди от 4×10^{-5} до 1×10^{-3}

висмута от 5×10^{-5} до 1×10^{-3}

индий от 3×10^{-5} до 1×10^{-3}

алюминий от 1×10^{-4} до 1×10^{-3}

Спектрографический метод определения массовых долей примесей железа, алюминия, серебра, меди, висмута, индия, в оловянно-сурьмянистых сплавах основан на испарении указанных примесей из металлических электродов в дуге переменного тока с прерывателем, последующей регистрацией спектра на фотопластинку.

4.1. Точность измерений.

Точность измерений характеризуется абсолютно допускаемыми расхождениями сходимости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности Р = 0,95.

Таблица 3

Интервалы массовых долей примесей		Абсолютно-допускаемые расхождения	
		сходимости	воспроизводимости
от $5x10^{-5}$	до $1x10^{-4}$	$2x10^{-5}$	$3x10^{-5}$
от $1x10^{-4}$	до $3x10^{-4}$	$3x10^{-5}$	$5x10^{-5}$
от $3x10^{-4}$	до $5x10^{-4}$	$8x10^{-5}$	$1x10^{-4}$
от $5x10^{-4}$	до $1x10^{-3}$	$2x10^{-4}$	$3x10^{-4}$
от $1x10^{-3}$	до $3x10^{-3}$	$4x10^{-4}$	$5x10^{-4}$

4.2. Аппаратура, реактивы, материалы:

Спектрограф кварцевый КСП-28 с 3-х линзовой системой освещения.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Спектропроектор.

Секундомер или реле времени.

Станок для заточки электродов.

Фотопластинки тип СП-I

Фотоматериалы, ГОСТ 10691.1-84.

Стандартные образцы предприятия.

Бумага масштабно-координатная ГОСТ 334-73, марки ПДН, формат 200x300 мм.

4.3. Приготовление градуировочных образцов.

4.3.1. Основой для приготовления стандартных образцов служит оловянно-сурьмянистый сплав. Головной эталон готовят введением в основу лигатур соответствующих примесей. Рабочие стандартные образцы готовят последовательным разбавлением головного образца и всех последующих образцов основой.

4.3.2. Все плавки проводят в чистом графитовом стакане, в тигельной печи при температуре 500°С. Расплав перемешивают графитовым стержнем и выливают в изложницу из нержавеющей стали.

Стандартные образцы имеют форму литых стержней диаметром 7-8 мм и длиной 75-80 мм.

4.3.3. Стандартные образцы аттестовываются в соответствии с ГОСТ 8,531-85,ГОСТ 8.532-85.

4.4. Проведение анализа.

Пробы и стандартные образцы затачивают на плоскость.

В качестве источника возбуждения спектров используют прерывистую дугу переменного тока силой 8 А (при включении прерывателя) от генератора ДГ-I, в цепь которого включается механический прерыватель (отношение длительности вспышки к паузе составляет I:2 при I20 об/мин). Спектры дуги фотографируют при помощи спектрографа ИСП-28 с 3-х линзовой системой освещения при ширине щели - 0,0I мм, промежуточной диафрагме - 5 мм на фотопластинку тип СП-II, экспозиция - 30 сек.

4.5. Вычисление результатов измерений.

4.5.I. При определении содержания примесей в пробе сплава количество спектрограмм для каждого градуировочного образца не менее двух, для каждой пробы не менее трех на одной фотопластинке.

Измерение почернений аналитических линий примесей и линий внутреннего стандарта или фона близлежащего в сплаве ведут на микрофотометре. Используют следующие линии:

железо 358,I2 - фон

висмут 306,77 - фон

алюминий 396,I5 - фон

индий 45I,I - фон

медь 324,75 - фон

серебро 328,07 - фон

Допускается применять другие аналитические линии и линии "внутреннего стандарта", обеспечивающие тангес угла наклона градуировочных кривых не менее 0,5.

4.5.2. По результатам фотометрирования спектров градуировочных образцов строят градуировочные графики, в координатах $\Delta S - \lg C$ где ΔS – разность почернения аналитической линии и линии "внутреннего стандарта" или фона, С – концентрация примеси,%. По градуировочным графикам определяют содержание примесей в пробе.

5. Химико-спектральный метод определения массовых долей примесей:

алюминия и висмута от 5×10^{-4} до 0,01%

железа, индия, сурьмы от 0,00025 до 0,005%

меди, серебра от $2,5 \times 10^{-5}$ до 5×10^{-4}% в сплаве С0-10.

Метод основан на спектральном определении примесей при возбуждении спектра в дуге постоянного тока с предварительным переводом пробы сплава в окись.

5.1. Точность измерений.

Точность измерений характеризуется абсолютно допускаемыми расхождениями сходимости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности Р = 0,95, не должны превышать величин, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Интервал содержаний определяемого элемента,%	Допускаемые расхождения,%
от 5×10^{-5} до 1×10^{-4}	2×10^{-5}
от 1×10^{-4} до 3×10^{-4}	5×10^{-5}
от 3×10^{-4} до 5×10^{-4}	1×10^{-4}
от 5×10^{-4} до 1×10^{-3}	2×10^{-4}
от 1×10^{-3} до 3×10^{-3}	5×10^{-4}
от 3×10^{-3} до 5×10^{-3}	0,001
от 5×10^{-3} до 0,01	0,002

5.2. Аппаратура, материалы, реактивы.

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 с 3-х

линзовой системой освещения.

Источник постоянного тока типа ВАР-I4 или ВАРС-33.

Генератор переменного тока типа ДГ-2.

Микрофотометр типа МФ-2.

Печь муфельная с терморегулятором.

Бани электрические или электроплитки.

Весы торзионные.

Весы аналитические.

Девятиступенчатый платиновый ослабитель.

Чашки выпарительные кварцевые.

Стаканы термостойкие вместимостью 50-I00 $см^3$.

Ступки из органического стекла.

Стержни графитовые для спектрального анализа ОСЧ-7-4.

Порошок графитовый, осч 7-4

Фотопластинки спектральные тип УФШ-3 и тип СП-I.

Фотоматериалы, ГОСТ I069I.I-84.

Спирт этиловый по ГОСТ I8300-87.

Кислота азотная по ГОСТ III25-84, осч.перегнанная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в кварцевом аппарате.

Алюминия окись.

Серебро азотнокислое по ГОСТ I277-75.

Висмут марки ВИ-00 по ГОСТ I0928-75.

Индий марки Ин-00 по ГОСТ I0297-75.

Меди окись по ГОСТ I6539-79.

Олово марки ОВЧ-000 по ГОСТ 860-75.

Сурьма марки Су-000 по ГОСТ I089-73.

Желе[illegible] окись

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

5.3. Приготовление буферной смеси, основы и градуировочных образцов.

5.3.I. Буферная смесь состоит из 94% чистого по определяемым примесям угольного порошка и 6% хлористого натрия. Рассчитанные количества угольного порошка и хлористого натрия тщательно перемешивают в ступке из органического стекла.

5.3.2. Основой служит окись олова с добавлением окиси свинца в количестве, соответствующем марки сплава. Окиси олова и свинца готовят по п.3.3.2; 3.3.3.

5.3.3. Градуировочные образцы готовят идентичным по содержанию основных компонентов анализируемым пробам путем введения рассчитанных количеств определяемых примесей в основу.

5.3.4. В головной градуировочный образец, содержащий по 0,I% определяемых примесей в расчете на металл, последние вводят в виде окислов железа, меди, индия, сурьмы, алюминия. Серебро вводится в виде соли. Градуировочные образцы тщательно перемешивают в ступке в присутствии спирта в течение 5-6 час.

5.3.5. Рабочие градуировочные образцы готовят последовательным разбавлением каждого предыдущего образца основой.

5.3.6. Готовят серию градуировочных образцов со следующими содержаниями определяемых примесей: $2,5x10^{-5}$; $5x10^{-5}$; $1x10^{-4}$; $2,5x10^{-4}$; $5x10^{-4}$; $1x10^{-3}$; $2,5x10^{-3}$; $5x10^{-3}$; $1x10^{-2}$. Градуировочные образцы смешивают с буферной смесью в соотношении I:I и получают серию рабочих градуировочных образцов.

5.4. Проведение анализа.

5.4.I. Навеску пробы массой I-2 гр. помещают в стакан и растворяют при умеренном нагревании в перегнанной азотной кислоте, разбавленной I:I. Полученный раствор переводят в кварцевую чашку и на электрической бане или электроплитке выпаривают раствор досуха, а затем прокаливают получившиеся азотнокислые соли в муфельной печи при температуре 500°С в течение 30 минут.

От полученного осадка отбирают навеску 200 мг и смешивают с буферной смесью в соотношении I:I.

Подготовленную таким образом пробу и рабочие градуировочные образцы набивают в кратер угольного электрода диаметром и глубиной 4 мм. Электроды перед набивкой обжигают в дуге переменного тока 10-12 А в течение 20 с.

5.4.2. Возбуждение спектра ведут в дуге постоянного тока. При спектрографировании электроды помещают так, чтобы нижним электродом (анодом) служил электрод с пробой, верхний электрод угольный, заточенный на усеченный конец с диаметром площадки 1,5-2 мм. Ток дуги первые 30 сек. -8 А, затем ток повышается до 15 А и поддерживается до конца экспозиции. Время экспозиции до полного выгорания - около 2,5 мин. Регистрацию спектров производят на пластинках УФШ-3 (коротковолновая область спектра) и тип СП-1 (длинноволновая область спектра). Пластинки закладываются так, чтобы область спектра 260,0 нм не попадала на пластинку тип СП-1, для чего от пластинки тип СП-1 отрезают 2 см.

5.4.3. Для построения характеристической кривой необходимо на эти же пластинки снять спект железа через девятиступенчатый ослабитель.

Почернение аналитических пар линий и фона измеряют на микрофотометре. Используются следующие аналитические пары линий:

сурьма 259,81 нм - олово 259,44 нм;

висмут 306,77 нм - олово 321,86 нм или 322,3 нм;

железо 302,06 нм - олово -"-

индий 325,61 нм - олово -"-

алюминий 308,22 нм - олово 321,86 нм 322,3 нм;

медь 324,7 нм } - олово 321,86 нм или 322,3 нм;
медь 327,39 нм }

серебро 328,7 нм - олово -"-

5.5. Обработка результатов анализа.

По данным фотометрирования градуировочных образцов строят градуировочные графики в координатах:

$\lg \frac{J_1}{J_2} - \lg C$, где

J_1 – интенсивность аналитической линии определяемой примеси;

J_2 – интенсивность линии сравнения;

C – концентрация примеси, %.

По градуировочным графикам находят содержание примесей в окиси сплава.

Для вычисления содержания примесей в металлическом сплаве полученный результат умножают на переводной коэффициент К = I,I5.

6. Пламенно-фотометрический метод определения галлия от 0,25 до 0,75% в сплаве ИнГа 0,5.

Метод основан на возбуждении спектра галлия в воздушно-ацетиленовом пламени и фотометрировании линии галлия 403,2 нм. Анализ проводят из азотнокислых растворов.

6.I. Аппаратура, реактивы и растворы.

Фотометр.

Компрессор воздушный типа КВ-I0.

Кислота азотная по ГОСТ III25-84.

Кислота соляная по ГОСТ 3II8-77.

Смесь соляной и азотной кислот в отношении 3:I (царская водка).

Ацетилен по ГОСТ 5457-75.

Индий металлический по ГОСТ I0297-75.

Раствор индия (основа) готовят следующим образом: 20 г металлического индия растворяют в I50 $см^3$ азотной кислоты. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью I $дм^3$ и доводят до метки водой.

I $см^3$ раствора содержит 20 мг индия.

Галлий марки Гл-00.

Градуировочный раствор галлия (запасной) готовят следующим образом: 0,2000 г галлия растворяют в I5 $см^3$ царской водки, переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят до метки раствором индия (основой).

Градуировочные растворы Б,В и Г готовят разбавлением раствора А основой в 5,10 и 20 раз.

1 см^3 раствора Б,В, и Г соответственно содержит 0,2; 0,1; 0,05 мг галлия.

6.2. Проведение анализа.

Навеску пробы массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 50 см^3, приливают 15 см^3 азотной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки водой.

Полученный раствор распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя, являющееся источником возбуждения.

Фотометрирование спектров проб ведут на стандартном пламенном фотометре в оптимальных условиях по аналитической линии галлия 403,2 нм. Концентрацию галлия устанавливают по градуировочному графику.

Градуировочный график строят по результатам фотометрирования одновременно с пробами градуировочных растворов Б,В и Г с известным содержание галлия.

6.3. Обработка результатов.

6.3.1. Содержание галлия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \times \tau}{m \times 10},$$

где C – концентрация галлия, найденная по градуировочному графику, мг/см^3

τ – объем фотометрируемого раствора, см^3

m – масса навески, г

6.3.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать 0,03%.

7. Определение массовой доли сурьмы.

Методика распространяется на сплавы марок ОСу 1, ОСу 2, ОСу 10,

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Инв. № подл. | Подп. и дата

ССУ 34-I и припой марки ПОСу 9 и устанавливают броматометрический метод определения содержания сурьмы от 0,8 до I,2%; от I,8 до 2,2% и от 8 до II%.

Метод основан на титровании сурьмы раствором бромноватокислого калия в присутствии индикатора метилового оранжевого.

7.I. Реактивы и растворы.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Метиловый оранжевый, водный раствор I г/дм^3.

Сурьма металлическая по ГОСТ I089-73.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457-74, раствор концентрации 0,025 моль/дм^3:

0,696 г реактива растворяют в воде, доводят до метки водой в мерной колбе вместимостью I дм^3 и перемешивают.

7.2. Проведение анализа.

7.2.I. Навеску сплава массой 0,5000 г при содержании сурьмы I-2% и 0,3000 г при содержании 8-II% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 серной кислоты, закрывают горлышко колбы небольшой воронкой или часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески.

Раствор охлаждают, осторожно обмывают воронку водой, добавляют воды до I00 см^3 и прибавляют 20 см^3 соляной кислоты. Содержимое колбы перемешивают, нагревают до кипения и кипятят I0 мин. Затем раствор охлаждают до 70-80^0 С, прибавляют I-2 капли метилового оранжевого и медленно при тщательном перемешивании титруют раствором бромата калия до исчезновения розового окрашивания.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

7.2.2. Массовую концентрацию раствора бромата калия устанавливают по металлической сурьме. Для этого в 4-5 колб вместимостью 250 см^3 помещают по 0,0500 г истертой в порошок сурьмы, приливают в каждую колбу по 20 см^3 серной кислоты, растворяют навески

при нагревании и далее поступают как в п.7.2.I.

Массовую концентрацию бромата калия по сурьме, выраженную в г/см^3 вычисляют по формуле:

$$T = \frac{m}{V - V_1}$$

где m – масса навески металлической сурьмы, г

V – объем раствора бромата калия, израсходованного на титрование сурьмы, см^3;

V_1 – объем раствора бромата калия, израсходованного на титрование контрольного опыта, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметический результат из 4–5 определений.

7.3. Обработка результатов анализа.

7.3.I. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \times (V - V_1)}{m} 100,$$

где – T – массовая концентрация раствора бромата калия по сурьме, г/см^3,

V – объем раствора бромата калия, израсходованного на титрование пробы, см^3.

V_1 – объем раствора бромата калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3,

m – масса навески пробы, г

7.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений величин, указанных в табл.5.

Таблица 5

Интервал определяемых массовых долей сурьмы, %	Допускаемые расхождения, %
свыше 0,8 до I,2	0,09
" I,3 до 2,2	0,I2
" 8 до II	0,2

Подп. и дата Инв. № дубл. Взам. инв. № Подп. и дата Инв. № подл.

8. Определение массовой доли свинца.

Методика распространяется на сплав ОСОу 34-I, припои ПОСВи 42-I0,5 и ПОСК 36-I7 и устанавливает трилонометрический метод определения массовой доли свинца от 33 до 37% и от 4I до 43%.

Метод основан на комплексонометрическом титровании свинца при pH = 5,5 в уротропиновом растворе в присутствии индикатора ксиленового оранжевого. Олово связывают в комплекс винной кислотой. Висмут (припой ПОСВи 42-I0,5) оттитровывают предварительно при pH = 2. Кадмий (припой ПОСК 36-I7) связывают в комплекс раствором ортофенантролина.

8.I. Реактивы и растворы.

Кислота винная по ГОСТ 58I7-77, раствор с массовой долей 20%.

Кислота азотная по ГОСТ 446I-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3II8-77.

Смесь кислот: к 75 см^3 раствора винной кислоты приливают 45 см^3 азотной и 5 см^3 соляной кислот.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3II7-78, раствор с массовой долей 20%.

Уротропин.

Калий азотнокислый по ГОСТ 42I7-77.

Ксиленовый оранжевый, водный раствор I г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, разбавленный I:I.

Ортофенантролин чехословацкий, раствор с массовой долей I%, подкисленный азотной кислотой, или ортофенантролин солянокислый, раствор с массовой долей I%.

Свинец металлический по ГОСТ 3778-77.

Стандартный раствор свинца: I,0000 г свинца растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной I:I, при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью I дм^3, доводят до метки водой, перемешивают.

I $см^3$ раствора содержит 0,00I г свинца.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамин – N,N,N',N' – тетрауксусной кислоты) по ГОСТ I0652-73, раствор концентрации 0,05 моль-дм или стандарт – титр трилона Б той же концентрации.

8.2. Проведение анализа.

8.2.I. Навеску массой 0,I000 г свинца для сплава ОССу 34-I и припоя ПОСВи 42-I0,5 и 0,2500 г для припоя ПОСК 36-I7 помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают I0-20 $см^3$ смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании. Далее в зависимости от способа устранения влияния других основных компонентов анализ ведут по одному из следующих вариантов.

8.2.I.I. Определение свинца в сплаве ОССу 34-I.

К раствору прибавляют I00 $см^3$ воды, индикатор ксиленовый оранжевый 2-4 капли, раствор уротропина до появления малиновой окраски раствора, 20 $см^3$ в избыток (pH = 5,5) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в лимонно-желтую.

8.2.I.2. Определение свинца в припое ПОСВи 42-I0,5.

К охлажденному раствору приливают 25-30 $см^3$ дистиллированной воды, ксиленовый оранжевый 2-4 капли и нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония с массовой долей 20% до перехода желтой окраски раствора в оранжевую, затем добавляют воду до перехода окраски раствора в малиновую (pH = 2).

Медленно титруют раствором трилона Б концентрации 0,05 моль/$дм^3$ до перехода окраски раствора из малиновой в лимонно-желтую. Добавляют I-2 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония и в случае появления розового или оранжевого окрашивания раствора снова титруют до лимонно-желтого цвета. Количество $см^3$ израсходованного раствора трилона Б эквивалентно содержанию висмута.

К раствору после титрования висмута прибавляют раствор аммиака, разбавленный I:I, до перехода окраски в розовую или брусничную,

20 см^3 раствора уротропина (pH = 5,5) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски в лимонно-желтую. Количество см^3 израсходованного раствора трилона Б эквивалентно массовой доли свинца.

8.2.1.3. Определение свинца в припое ПОСК 36-17.

Раствор после разложения пробы переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой, перемешивают. Отбирают 100 см^3 раствора, прибавляют 20 см^3 раствора ортофенантролина солянокислого, 2-3 капли ксиленового оранжевого, уротропина до перехода окраски в малиновую и титруют раствором трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода окраски в лимонно-желтую.

В другой аликвотной части раствора по п.8.2.1.1. можно определить сумму свинца и кадмия и затем последний рассчитать по разности.

8.2.3. Массовую концентрацию трилона Б устанавливают по стандартному раствору свинца. Для этого отбирают 25 см^3 стандартного раствора свинца, добавляют воды до 100 см^3 и далее поступают как в п.8.2.1.1.

Установку массовой концентрации трилона Б производят из четырех-пяти определений и берут среднеарифметическое значение.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по свинцу, выраженную в г/см^3, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{m}{V},$$

где: m – масса навески свинца, соответствующая взятой аликвотной части раствора, г;

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование свинца, см^3.

8.4. Обработка результатов анализа.

8.4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах находят по формуле:

$$X = \frac{T \times V}{m} 100,$$

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по свинцу в г/см^3,

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование свинца, см^3

m – масса навески пробы, г.

8.4.2. Допустимые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений величин, указанных в табл.6

Таблица 6

Интервал определяемых массовых долей свинца,%	Допускаемые расхождения,%
свыше 33 до 37	0,4
свыше 41 до 43	0,5

9. Определение массовой доли цинка.

Методика распространяется на сплав марки ИнЦ I и припой марки ПОЦ 10 и устанавливает трилонометрический метод определения массовой доли цинка от 0,9 до 1,1% и от 9 до 11%.

Метод основан на комплексонометрическом титровании цинка в щелочной среде в присутствии индикатора метилтимолового синего или эриохром черного Т. Олово в припое ПОЦ 10 связывают в комплекс винной кислотой. Индий в сплаве ИнЦ I предварительно отделяют в виде гидроокиси.

9.1. Реактивы, растворы.

Микробюретка с ценой деления не более 0,02 см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Кислота винная по ГОСТ 5817-77, раствор с массовой долей 20%.

Смесь кислот: к 75 см^3 раствора винной кислоты прибавляют 45 см^3 азотной и 5 см^3 соляной кислот.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

Хлоридно-аммиачный буфер, pH = 10; готовят следующим образом:

57 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют 350 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25% и разбавляют водой до I дм^3.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77.

Метилтимоловый синий: I весовую часть индикатора тщательно растирают со 100 весовыми частями азотнокислого калия, или водный раствор с массовой долей 0,1%.

Хлористый натрий по ГОСТ 4233-77.

Эриохром черный Т: I весовую часть индикатора тщательно растирают со 100 весовыми частями хлористого натрия.

Цинк металлический по ГОСТ 3640-79.

Стандартный раствор цинка: 1,0000 г цинка растворяют в 20-30см^3 соляной кислоты, разбавленной I:I, при слабом нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью I дм^3, разбавляют до метки водой.

I см^3 раствора содержит 0,001 г цинка.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамин – N,N,N^I,N^I– тетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73, концентрацией 0,05 моль/дм^3 или стандарт – титр трилона Б той же концентрации.

9.2. Проведение анализа.

9.2.1. При определении цинка в припое марки ПОЦ 10 навеску массой 0,10000 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 10 см^3 смеси кислот для растворения при слабом нагревании. К раствору прибавляют 50 см^3 воды, 2-3 капли индикатора эриохром черного Т и раствор аммиака, разбавленный I:I, до перехода окраски раствора в вишневокрасную, прибавляют 10 см^3 буферного раствора (pH = 10) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из вишнокрасной в синюю.

При титровании с применением индикатора метилтимолового синего окраска при прибавлении раствора аммиака изменяется от желтой до сине-фиолетовой и при титровании раствором трилона Б от сине -фиоле-

товой через розово-сиреневую до серо-синей.

9.2.2. При определении цинка в сплаве Инц-I навеску массой I,0000 г помещают в стакан вместимостью 200-300 см^3 и растворяют в I0 см^3 соляной кислоты при умеренном нагревании. Обмывают стенки стакана 5-I0 см^3 воды и приливают осторожно при перемешивании 50 см^3 аммиака. Раствор нагревают до 60-70^{0}С и оставляют на теплой плите I5-20 мин. для коагуляции осадка. После охлаждения переводят раствор в мерную колбу вместимостью I00 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают. Отбирают 50 см^3 прозрачного фильтрата и переносят в высокий стакан вместимостью 250-300 см^3, добавляют 50 см^3 воды, 2-3 капли индикатора эриохром черного Т и титруют из микробюретки раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в синюю.

9.2.3. Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору цинка. Для этого отбирают 25 см^3 раствора цинка, помещают в коническую колбу, вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до 50 см^3, прибавляют 2-3 капли метилтимолового синего или эриохром черного Т и далее продолжают, как описано в ходе анализа.

Установку массовой концентрации раствора трилона Б производят из четырех-пяти определений и берут среднеарифметическое значение.

Массовую концентрацию раствора трилона Б по цинку, выраженную в г/см^3, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{m}{V},$$

где: m – масса навески цинка, соответствующая взятой аликватной части раствора, г;

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, см^3.

9.3. Обработка результатов анализа.

Подп. и дата Инв. № дубл. Взам. инв. № и дата Инв. № подл.

9.3.1. Массовую долю цинка (X) в процентах вычисляют по формуле:

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

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по цинку в г/см^3,

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3,

m – масса навески, соответствующая взятой аликвотной части раствора, г.

9.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений величин, указанных в табл.7.

Таблица 7

Интервал определяемых массовых долей цинка,%	Допустимое расхождение,%
свыше 0,9 до 1,1	0,1
свыше 9 до 11	0,2

10. Определение массовой доли олова по ГОСТ 1429.2-77.

11. Определение массовой доли индия.

Методика распространяется на припои марок ПОИн 52, ПСИн 5, ПСИн 25 и сплав СИн 50 и устанавливает прямой комплексонометрический метод определения массовой доли индия в сплаве на основе олова (при массовой доле индия от 51 до 53%) и обратный комплексонометрический метод определения массовой доли индия в сплавах на основе свинца (при массовой доле индия от 4 до 6%, от 24 до 26%, от 49 до 51%).

11.2. Прямое комплексонометрическое определение индия в припое ПОИн 52.

11.2.1. Реактивы и растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Кислота винная, раствор с массовой долей 20%, по ГОСТ 5817-77.

Смесь кислот: к 75 см^3 раствора винной кислоты приливают 45 см^3 азотной и 5 см^3 соляной кислот.

Уротропин.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77.

Ксиленовый оранжевый, водный раствор 1 г/дм^3.

Индий по ГОСТ 10297-75.

Стандартный раствор индия: 1,0000 г металлического индия растворяют в 25-30 см^3 азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 дм^3 раствора содержит 0,001 г индия.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамин - 2,2,2^1,2^1 - тетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73, раствор с концентрацией 0,05 моль/дм^3 или стандарт - титр той же концентрации.

II.2.2. Проведение анализа.

II.2.2.1. Навеску припоя массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 5-7 см^3 смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании.

Стенки стакана обмывают водой, приливают 5 см^3 винной кислоты, 100 см^3 воды, нагретой до 80°С, добавляют 2-3 капли ксиленового оранжевого, уротропин до перехода окраски раствора из желтой в малиновую, титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в лимонно-желтую.

II.2.2.2. Для установки массовой концентрации трилона Б отбирают пипеткой 25 см^3 стандартного раствора индия, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до 100 см^3, нагревают до 80°С и далее продолжают по п.II.2.2.1.

Массовую концентрацию трилона Б вычисляют в соответствии с п.8.2.3.

II.2.3. Обработка результатов анализа.

II.2.3.I. Массовую долю индия в процентах находят по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V}{m} 100$$

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по индию в г/см^3.

V – объем трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

m – масса навески пробы, г.

II.2.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать 0,5%.

II.3. Обратное комплексонометрическое определение индия в припоях ПСИн 5, ПСИн 25, сплаве СИн 50.

Метод основан на обратном комплексонометрическом титровании индия в присутствии индикатора пирокатехинового фиолетового. Избыток трилона Б титруют раствором азотнокислого висмута при pH = 2-3. Свинец при этом значении pH с трилоном Б не взаимодействует.

II.3.I. Реактивы, растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, разбавленная I:I и I:I00.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, разбавленный I:I.

Пирокатехиновый фиолетовый, раствор с массовой долей I%.

Висмут металлический по ГОСТ I0928-75.

Висмут азотнокислый, раствор концентрации 0,05 моль/дм^3: I0,450 г металлического висмута растворяют при слабом нагревании в 50-60 см^3 азотной кислоты, разбавленной I:I. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью I дм^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 2:I00, и перемешивают.

Индий металлический по ГОСТ I0297-75.

Стандартный раствор индия. I г металлического индия растворяют в 25-30 см^3 азотной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью I дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

I см^3 раствора содержит 0,00I г индия.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамин – N,N,N^I,N^I – тетрауксусной кислоты) по ГОСТ I0652-73, раствор концентрации 0,05моль/дм^3

или стандарт – титр трилона Б той же концентрации.

II.3.2. Проведение анализа.

II.3.2.I. Навеску массой 0,2000 г для припоя марки ПСИн 5, 0,I000 г для припоя марки ПСИн 25 и сплава СИн 50 помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в I0 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной I:I, нагревают до удаления окислов азота. После охлаждения добавляют воды до I00 $см^3$, прибавляют избыток трилона Б (для припоев ПСИн 5 – 3 $см^3$, ПСИн 25 – 5 $см^3$, сплава СИн 50 – 8 $см^3$), устанавливают по индикаторной бумаге pH = 2–3 прибавлением аммиака, разбавленного I:I. Добавляют 3–5 капель индикатора пирокатехинового фиолетового и прибавляют раствор азотнокислого висмута до синей окраски. Затем избыток висмута титруют раствором трилона Б до ясно желтой окраски.

II.3.2.2. Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору индия в тех же условиях, что и при определении индия в пробе. Для этого отбирают пипеткой 20–25 $см^3$ стандартного раствора индия, помещают в коническую колбу, вместимостью 250 $см^3$, добавляют воды до I00 $см^3$ и далее продолжают в соответствии с п.II.3.2.I.

Массовую концентрацию раствора трилона Б вычисляют в соответствии с п.8.2.3.

II.3.3. Обработка результатов анализа.

II.3.3.I. Массовую долю индия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T\,(V - V_1 \cdot K)}{m} \times 100$$

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по индию, г/$см^3$.

V – общий объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

V_1 – объем раствора азотнокислого висмута, $см^3$.

K – соотношение растворов трилона Б и азотнокислого висмута.

m – масса навески, г.

Примечание: соотношение растворов трилона Б и азотнокислого висмута производят следующим образом: 10 см^3 азотнокислого висмута вносят в колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до 100 см^3 прибавляют пирокатехиновый фиолетовый и далее продолжают, как описано в ходе анализа.

$K = \frac{V_2}{10}$, где V_2 – объем трилона Б, израсходованный на титрование 10 см^3 раствора азотнокислого висмута.

Соотношение устанавливают из трех определений.

11.3.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать величин, приведенных в табл.8.

Таблица 8

Интервал определяемых массовых долей индия,%	Допускаемое расхождение,%
свыше 4 до 6	0,15
свыше 24 до 26	0,35
свыше 49 до 51	0,5

12. Определение массовой доли кадмия.

12.1. В прямое ПОСК 36-17 кадмий высчитают по разности. Связав последний в комплексе с ортофенантролином, отдельно определяют свинец по п.8.2.1.3. Олово связывают в комплекс винной кислотой.

12.2. Прямое комплексонометрическое определение кадмия.

Метод основан на комплексонометрическом титровании кадмия в щелочной среде в присутствии индикатора эриохром черного Т или метилтимолового синего. Свинец, индий и олово отделяются в виде гидроокисей.

12.2.1. Реактивы, растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

Эриохром черный Т: I весовую часть эриохром черного Т тщательно растирают со 100 весовыми частями хлористого натрия.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77.

Метиловый синий: I весовую часть индикатора тщательно растирают со 100 весовыми частями калия азотнокислого, или водный раствор с массовой долей 0,1%.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467-77.

Стандартный раствор кадмия: 1,0000 г металлического кадмия растворяют в 20-25 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. Доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г кадмия.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамина – Б,Б,Б',Б' – тетрауксусной кислоты), по ГОСТ 10652-73, раствор концентрации 0,05 моль/$дм^3$ или стандарт – титр трилона Б той же концентрации.

12.2.2. Проведение анализа.

12.2.2.1. Навеску пришоя массой 0,5000 г помещают в стакан вместимостью 250-300 $см^3$, растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты. Стенки стакана обмывают небольшим количеством воды, добавляют 100 $см^3$ раствора аммиака, тщательно перемешивают, нагревают до 60-70° и дают постоять в теплом месте 10-15 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают. Фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают пипеткой 100 $см^3$ прозрачного фильтрата, переносят в стакан вместимостью 250-300 $см^3$, добавляют небольшое количество воды, вносят на кончике шпателя индикатора эриохром черного Т и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из вишнево-красной в чисто синюю.

12.2.2.2. Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору кадмия. Для этого отбирают пипеткой 25 см^3 стандартного раствора кадмия, прибавляют аммиак до pH = 10 и далее продолжают как описано в ходе анализа.

Массовую концентрацию раствора трилона Б вычисляют в соответствии с п.8.2.3.

12.2.3. Обработка результатов анализа.

12.2.3.1. Массовую долю кадмия в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V}{m} \times 100$$

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по кадмию в г/см^3.

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

m – масса навески пробы, соответствующей взятой аликватной части раствора, г.

12.2.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать величин, указанных в табл.9.

Таблица 9

Интервал определяемых массовых долей кадмия,%	Допускаемые расхождения,%
свыше 16 до 18	0,25
свыше 23 до 25	0,35

13. Определение массовой доли висмута.

Методика устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли висмута от 0,4 до 0,6% и комплексонометрический метод определения массовой доли висмута от 9,5 до 11,5% и от 24 до 26%.

13.1. Фотоколориметрический метод определения висмута.

13.1.1. Аппаратура, реактивы, растворы.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 и разбавленная 2:13.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845-79, раствор с массовой долей 20%.

Смесь кислот: азотная и соляная кислоты в соотношении 1:3.

Тиомочевина по ГОСТ 6344-73, раствор с массовой долей 10%.

Висмут металлический по ГОСТ 10928-75.

Стандартный раствор висмута: 0,1000 г висмута растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, прибавляют 50 см^3 концентрированной азотной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 дм^3 раствора содержит 0,1 мг висмута.

13.1.2. Проведение анализа.

13.2.2.1. Навеску припоя массой 1 г помещают в колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 5 см^3 смеси кислот при нагревании, не допуская кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотную кислоту, разбавленную 2:13 и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5 см^3 раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вливают точно отмеренные пипеткой 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 2:13 и 10 см^3 раствора тиомочевины, доводят до метки водой, перемешивают. Измеряют на фотоколориметре оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм в кювете длиной 2 см, применяя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. После вычитания из показаний оптической плотности испытуемого раствора показаний оптической плотности контрольного опыта находят содержание висмута по градуировочному графику.

13.1.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отмеривают микробюреткой 0; 0,5; 1,0;

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подп. и дата | Инв. № подл.

2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора висмута. Приливают точно отмеренные 10 см^3 раствора тиомочевины с массовой долей 10%, доводят растворы до метки азотной кислотой, разбавленной 2:13, перемешивают. Измеряют оптические плотности растворов при длине волны 440 нм в кювете длиной 2 см. В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор. По найденным значениям оптических плотностей и известным содержаниям висмута строят градуировочный график.

13.1.3. Обработка результатов анализа.

13.1.3.1. Массовую долю висмута в процентах (X) вычисляют по формуле:

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

где q – количество висмута, найденное по градуировочному графику, г

m – масса навески пробы, соответствующая взятой аликвотной части раствора, г.

13.1.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать 0,06%.

13.2. Комплексонометрический метод определения массовой доли висмута.

Метод основан на комплексонометрическом титровании висмута при pH = 2 в присутствии индикатора ксиленового оранжевого. Свинец при этом значении pH не титруется, олово связывают в комплекс винной кислотой.

13.2.1. Реактивы, растворы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77 концентрированная и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Кислота винная по ГОСТ 5817-77, раствор с массовой долей 20%.

Смесь кислот: к 75 см^3 раствора винной кислоты с массовой долей 20% прибавляют 45 см^3 азотной и 5 см^3 соляной кислот.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-77, раствор с массовой долей 20%.

Ксиленовый оранжевый, раствор I г/дм^3.

Висмут металлический по ГОСТ 10928-75.

Стандартный раствор висмута: 2,0000 г металлического висмута растворяют в 25-30 см^3 азотной кислоты разбавленной I:I, при слабом нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью I дм^3, доводят до метки азотной кислотой, разбавленной I:100, перемешивают.

I см^3 стандартного раствора содержит 0,002 г висмута.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиамин – N,N,N^{I},N^{I}, тетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73, раствор концентрации 0,05 моль/дм^3 или стандарт – титр трилона Б той же концентрации.

13.2.2. Проведение анализа.

13.2.2.I. Навеску припоя массой 0,2000 г при массовой доле висмута 9,5-11,5% и 0,1000 г при массовой доле висмута 24-26% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при слабом нагревании в 5-7 см^3 смеси кислот. После разложения навески прибавляют около 30 см^3 воды, 2-3 капли ксиленового оранжевого и нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония с массовой долей 20% до пере. 'а желтой окраски индикатора в оранжевую, затем добавляют воду до перехода оранжевой окраски в малиновую (pH = 2).

Медленно титруют трилоном Б до перехода окраски из малиновой в лимонно-желтую, затем добавляют I-2 см^3 раствора уксуснокислого аммония и продолжают титрование в случае появления розового или оранжевого окрашивания.

13.2.2.2. Установку массовой концентрации раствора трилона Б производят по раствору азотнокислого висмута. Для этого отбирают пипеткой 20-25 см^3 стандартного раствора висмута, прибавляют 2-3 капли ксиленового оранжевого и далее продолжают как в п.13.2.2.I.

Массовую концентрацию раствора трилона Б вычисляют в соответствии с п.8.2.3.

Подп. и дата | Инв. № дубл. | Взам. инв. № | Подп. и дата | Инв. № подл.

13.2.3. Обработка результатов анализа.

13.2.3.1. Массовую долю висмута (X) в процентах вычисляют по формуле:

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

где: T – массовая концентрация раствора трилона Б по висмуту в г/см³.

V – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³

m – масса навески, г.

13.2.3.2. Допускаемые расхождения между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений величин, указанных в табл.10.

Таблица 10

Интервал определяемых массовых долей висмута	Допускаемые расхождения,%
свыше 9,5 до 11,5	0,18
свыше 24 до 26	0,40

14. Определение массовой доли мышьяка в сплавах ИнЦ 1, ИнГл 0,5 СИн 50.

Методика устанавливает колориметрический метод определения массовых долей мышьяка от 0,0004 до 0,0012%.

14.1. Аппаратура, реактивы, растворы.

Цилиндры для колориметрирования с притертой пробкой, высотой 12 см и диаметром 1,0 см.

Кислота соляная, осч, ГОСТ 14261-77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная, осч, ГОСТ 11125-84, раствор с концентрацией 0,5 моль/дм³ и разбавленная 1:5 и 1:9.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-72, перекристаллизованный водный раствор с массовой долей 3%.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10%.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830-79.

Олово двухлористое по ГОСТ 36-78, раствор с массовой долей 1% в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий мышьяковистый двузамещенный.

Стандартный раствор мышьяка А (запасной), готовят следующим образом: 0,2080 г двузамещенного мышьяковокислого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем раствора водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг мышьяка.

Стандартный раствор Б (рабочий) готовят в день применения разбавлением запасного раствора А в 100 раз 0,5 н раствором азотной кислоты.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,001 мг мышьяка.

14.2. Проведение анализа.

14.2.1. Навеску сплава массой 0,2500 г помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в 2 $см^3$ (для сплавов ИнЦ 1 и ИнГл 0,5) или в 5 $см^3$ азотной кислоты, концентрации 0,5 моль/$дм^3$ (для сплава СИн 50). При умеренном нагревании выпаривают раствор до слегка влажных солей и растворяют остаток в 6 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:9.

Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, обмывают стенки стакана 2,5 $см^3$ раствора этой же кислоты, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Для колориметрирования отбирают аликвотную часть 5 $см^3$ в цилиндр, добавляют 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония и оставляют на 5 мин., после чего приливают 1,0 $см^3$ изоамилового спирта и встряхивают цилиндр в течение 30 с. После разделения слоев добавляют 0,25 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 0,25 $см^3$ двухлористого олова, встряхивают цилиндр 10 раз и после расслаивания жидкостей сравнивают окраску органического слоя с градуированной шкалой,

которую готовят одновременно с проведением анализа. Окраску сравнивают не позднее чем через 5 мин. после добавления двухлористого олова.

14.2.2. Для приготовления градуировочной шкалы в ряд цилиндров для колориметрирования приливают по 5 $см^3$ раствора азотной кислоты концентрации 0,5 моль/$см^3$, а затем отмеривают микробюреткой стандартный раствор Б в количестве от 0,1 до 0,6 $см^3$ с интервалом 0,1 $см^3$. Добавляют в каждый цилиндр по 0,5 $см^3$ раствора молибдата аммония и оставляют на 5 мин. Далее поступают как в п.14.2.1. Одновременно проводят контрольный опыт на реактивы через все стадии анализа.

14.3. Обработка результатов.

14.3.1. Массовую долю мышьяка (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q - q_1}{m \cdot 10}$$

где: q – количество мышьяка, найденное в аликвотной части раствора, мг.

q_1 – количество мышьяка в аликвотной части раствора контрольного опыта, мг.

m – масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

14.3.2. Допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,0002%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПЕРЕЧЕНЬ

НТД, на которую даны ссылки в технических условиях

ГОСТ 8.531-85	ГСИ.Однородность стандартных образцов состава дисперсных материалов.Методика выполнения измерений
ГОСТ 8.532-85	ГСИ.Стандартные образцы состава веществ и материалов.Порядок межлабораторной аттестации.
ГОСТ 12.0.004-79	ССБТ.Организация обучения работающих безопасности труда.Общие положения.
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ.Воздух рабочей зоны.Общие санитарно-гигиенические требования.
ГОСТ 12.1.016-79	ССБТ.Воздух рабочей зоны.Требования к методикам измерения концентрации вредных веществ
ГОСТ 12,4.010-75	ССБТ.Средства индивидуальной защиты.Рукавицы специальные.Технические условия.
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ.Системы вентиляционные.Общие требования.
ГОСТ 12.4.023-84	ССБТ.Щитки защитные лицевые.Общие технические требования и методы контроля.
ГОСТ 12.4.028-76	ССБТ.Респираторы ШБ-1 "Лепесток".Технические условия.
ГОСТ 12.4.032-77	ССБТ.Обувь специальная кожаная для защиты от повышенных температур.Технические условия
ГОСТ 12.4.050-78	ССБТ.Обувь специальная валяная для защиты от повышенных температур.Технические условия
ГОСТ 334-73	Бумага масштабно-координатная.Технические условия.
ГОСТ 860-75	Олово.Технические условия.
ГОСТ 1089-73	Сурьма.Технические условия.
ГОСТ 1277-75	Серебро азотнокислое.
ГОСТ 1467-77	Кадмий.Технические условия.
ГОСТ 2991-85	Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг.

Подп. и дата
Инв. № дубл.
Взам. инв. №
Подп. и дата
Инв. № подл.

ГОСТ 3117-78	Аммоний уксуснокислый.Технические условия.
ГОСТ 3118-77	Кислота соляная.Технические условия
ГОСТ 3560-73	Лента стальная упаковочная
ГОСТ 3640-79	Цинк. Технические условия
ГОСТ 3760-79	Аммиак водный.Технические условия.
ГОСТ 3765-72	Аммоний молибденовокислый.Технические условия
ГОСТ 3773-72	Аммоний хлористый.Технические условия
ГОСТ 3778-77	Свинец.Технические условия.
ГОСТ 4204-77	Кислота серная.Технические условия.
ГОСТ 4217-77	Калий азотнокислый.Технические условия.
ГОСТ 4233-77	Натрий хлористый.Технические условия.
ГОСТ 4457-74	Калий бромноватокислый.Технические условия.
ГОСТ 4461-77	Кислота азотная.Технические условия
ГОСТ 4526-75	Магния оксид.Технические условия.
ГОСТ 5457-75	Ацетилен растворенный и газообразный технический.Технические условия
ГОСТ 5817-77	Кислота винная.Технические условия.
ГОСТ 5830-79	Спирт изоамиловый.Технические условия
ГОСТ 5845-79	Калий-натрий виннокислый 4-водный.Технические условия.
ГОСТ 5962-67	Спирт этиловый ректификованный.Технические условия
ГОСТ 6344-73	Тиомочевина.Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная.Технические условия
ГОСТ 7933-75	Картон коробочный.
ГОСТ 9078-84	Поддоны плоские.Общие технические условия
ГОСТ 10216-75	Висмут окись.
ГОСТ 10262-73	Цинка окись.Технические условия.
ГОСТ 10297-75	Индий.Технические условия.
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая
ГОСТ 10652-73	Соль динатриевая этилендиамин N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б)

ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая.
ГОСТ 10652-73	Соль динатриевая этилендиамин Б',Б,Б',Б-тетрауксусной кислоты (трилон Б).
ГОСТ 10691.1-84	Пластинки фотографические черно-белые. Метод определения чисел светочувствительности.
ГОСТ 10928-75	Висмут.Технические условия.
ГОСТ 11120-75	Кадмия оксид.Технические условия.
ГОСТ 11125-84	Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.
ГОСТ 14192-77	Маркировка грузов.
ГОСТ 14261-77	Кислота соляная особой чистоты.Технические условия.
ГОСТ 15483.10-78	Олово.Методы спектрального определения висмута,железа,меди,мышьяка,свинца, сурьмы,цинка и алюминия.
ГОСТ 16539-79	Меди окись.
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный технический.
ГОСТ 20477-86	Лента с липким слоем.
ГОСТ 21140-88	Тара. Система размеров.
ГОСТ 22516-77	Олово оксид.Технические условия.
ГОСТ 24597-81	Пакеты тарно-штучных грузов.Основные параметры и размеры.
ГОСТ 25086-87	Тяжелые цветные металлы и сплавы.Общие требования к методам анализа.
ТУ 6-09-5382-68	Свинец окись.
ТУ 6-09-5384-88	Олово двухлористое 2-водное.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ докум.	Входящий номер сопров. докум.	Подпись	Дата
	изменённых	заменённых	новых	аннулированных					