Предисловие

1. **РАЗРАБОТАН** Межгосударственным техническим комитетом 104 «Полупроводниковая и редкометаллическая продукция. Особочистые металлы», Государственным институтом редких металлов (гиредмет)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2. **ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4—93 от 19 октября 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 13637.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 13637.5—77**

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.871:546.811.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГАЛЛИЙ

Метод определения олова

ГОСТ
13637.5—93

Gallium
Method for the determination of tin

ОКСТУ 0709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменно-токовой вольтамперометрии для определения олова в галлии (при массовой доле олова от $3 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %).

Метод основан на соосаждении соединений олова (IV) с фосфатом бериллия в аммиачном растворе этилендиаминтетрауксусной кислоты, растворении осадка в растворе соляной кислоты и определении олова методом инверсионной переменно-токовой вольтамперометрии в присутствии желатина.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 13637.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф ППТ-1, ПУ-1 или аналогичный со стационарным ртутным электродом и электролитической ячейкой полярографа с внешним анодным отделением. В анодное отделение заливают металлическую ртуть и полярографический фон.

Весы лабораторные 1-го класса по ГОСТ 24104.

Форвакуумный насос марки ВМ-461-М или аналогичный.

Плитка электрическая лабораторная мощностью 400 Вт.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 $см^3$.

Издание официальное

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25 и 50 см³.

Пипетки с делениями на 0,1; 0,2 и 1 см³.

Воронка Бюхнера диаметром 100 мм.

Кварцевые пробирки с отводом для отсоса вместимостью 40 см³.

Стаканы химические вместимостью 2000 см³, 250 см³.

Стекла часовые диаметром 90 мм.

Фильтр ФКП-32-ПОР40.

Палочки стеклянные.

Колба Бунзена вместимостью 500 см³.

Капельница вместимостью 50 см³.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, перегнанная и растворы концентрацией 3 и 1 моль/дм³.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 3 : 1.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147 и разбавленный 1 : 1.

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658.

Полярографический фон — раствор соляной кислоты с концентрацией 3 моль/дм³.

Царская водка — смесь концентрированных азотной и соляной кислот в соотношении объемов 1 : 3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 используют при зарядке электродов в соответствии с инструкцией к полярографу.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Цинк гранулированный.

Цинк хлористый, раствор с массовой концентрацией 0,5 моль/дм³. 3,2690 г гранулированного цинка помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают 20—30 см³ воды и приливают небольшими порциями 25 см³ раствора перегнанной соляной кислоты. Раствор упаривают до влажных солей, соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Бидистиллированная вода: дистиллированную воду наливают в колбе кварцевого перегонного аппарата вместимостью 2 дм³, насыпают 1 г гидрата окиси калия и марганцовокислый калий до интенсивного окрашивания. Раствор кипятят. Собирают среднюю фракцию дистиллята, составляющую $^1/_3$ взятого объема дистиллированной воды, первую и третью фракции отбрасывают.

Соль динатриевая этилендиамин-*N*, *N*, *N'*, *N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Раствор этилендиаминтетрауксусной кислоты: 500 г трилона Б заливают 300 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 2 дм³ и затем при перемешивании стеклянной палочкой добавляют концентрированный раствор аммиака до полного растворения. Если раствор мутный, то его отфильтровывают через плотный складчатый фильтр в стакан вместимостью 2 дм³. Затем проводят нейтрализацию раствором перегнанной соляной кислоты до тех пор, пока опущенный в стакан кусочек синей индикаторной бумажки Конго не окрасится в красно-бурый цвет (pH 3). Выделившийся при этом осадок этилендиаминтетрауксусной кислоты отфильтровывают через бумажный фильтр на воронке Бюхнера и промывают 5—7 раз холодной дистиллированной водой.

Промытый осадок переносят в стакан и растворяют в аммиаке (1 : 1). Молярную концентрацию раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты устанавливают по ГОСТ 10398 по раствору соли цинка.

Бериллия гидроокись.

Раствор бериллия: 36 г гидроокиси бериллия растворяют в растворе соляной кислоты концентрацией 3 моль/дм³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки раствором соляной кислоты с концентрацией 1 моль/дм³.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, водный раствор концентрацией 5 мг/см³.

Метиловый оранжевый водный раствор концентрацией 1 мг/см³.

Фенолфталеин, спиртовой раствор концентрацией 1 мг/см³.

Эрихром черный.

Олово по ГОСТ 860.

Раствор олова (основной): 1 г олова растворяют в 100 см³ перегнанной соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты при нагревании. После растворения и исчезновения желтых паров оксидов азота раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки полярографическим фоном.

1 см³ раствора содержит 1 мг олова (IV).

Раствор олова (рабочий): 10 см³ основного раствора олова приливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают полярографическим фоном до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 100 мкг олова (IV).

Более разбавленные рабочие растворы олова готовят последовательным разбавлением полярографическим фоном в объемном отношении 1 : 9 в день употребления.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску галлия массой 2 г растворяют при нагревании в 25 см³ смеси перегнанной соляной и азотной кислот, взятой в соотношении объемов 5 : 1, в стакане вместимостью 300 см³ под часовым стеклом. После растворения пробы снимают стекло, обмывают стекло и стенки стакана дистиллированной водой, затем раствор упаривают приблизительно до 15 см³. Стенки стакана обмывают два раза дистиллированной водой порциями по 15—20 см³, каждый раз упаривая содержимое стакана приблизительно до 15 см³. После полного удаления оксидов азота в стакан приливают 60—80 см³ дистиллированной воды, 2 см³ фосфорной кислоты, 30/М см³ раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты (где М — молярная концентрация этого раствора, моль/дм³), 2 капли раствора метилоранжа и водный раствор аммиака до желтой окраски метилоранжа. Раствор нагревают до кипения. Добавляют в него соляную кислоту по каплям до слабо-розового окрашивания метилоранжа. Затем добавляют 0,3 см³ раствора бериллия, 2 капли раствора фенолфталеина и водный раствор аммиака быстро одной порцией. Необходимое количество аммиака для нейтрализации раствора до красной окраски фенолфталеина устанавливают в параллельном опыте с тем же количеством этилендиаминтетрауксусной кислоты. Затем в раствор добавляют 2 см³ раствора аммиака и горячую воду до общего объема 150 см³. Раствор через 1—2 мин перемешивают стеклянной палочкой и оставляют до коагуляции осадка. Горячий раствор отсасывают через пористый фильтр ФКП в колбу Бунзена, а осадок на фильтре промывают 10 раз горячей бидистиллированной водой.

3.2. Полярографирование

Отмытый осадок фосфата бериллия растворяют на пористом фильтре в 15 см³ (в два приема) перегнанной соляной кислотой. Раствор отсасывают в кварцевую пробирку с отростком, фильтр промывают 12 см³ бидистиллированной воды. Промывную воду также отсасывают в пробирку. К раствору в пробирке добавляют две капли раствора желатина. Раствор переводят в мерный цилиндр и доводят бидистиллированной водой до 25 см³. Инверсионные вольтамперограммы полученного раствора регистрируют в следующих условиях: размер стационарной ртутной капли соответствует 20 делениям часового индикатора; потенциал накопления минус 0,60 В; продолжительность накопления с перемешиванием 3 мин. Потенциал пика олова около минус 0,49 В. Вольтамперограмму каждого раствора снимают три раза.

3.3. Расшифровка инверсионных вольтамперограмм

Высоту пика измеряют по вертикали, проведенной через вершину пика до пересечения с касательной, соединяющей основания ветвей пика. Каждая из высот пика не должна отличаться от среднего арифметического значения высоты пика H более чем на 0,2 H. Если высота первого пика отличается от среднего значения H более чем на 0,2 H, то высоту первого пика не учитывают.

Массовую долю олова в пробе определяют по методу добавок. Добавку разбавленного рабочего раствора олова объемом не более 1 см³ вводят в весь объем полярографируемого раствора. Раствор с добавкой полярографируют так же, как и анализируемый раствор.

Добавка должна увеличивать массу олова в полярографируемом растворе (и высоту пика) в 2—3 раза, если содержание олова в пробе X, вычисленное по п. 4.1, не меньше $3 \cdot 10^{-6}$ %.

Если X меньше чем $3 \cdot 10^{-6}$ %, то добавка должна быть 0,05 мкг олова. При X больше чем $3 \cdot 10^{-6}$ %, добавка должна быть не меньше 0,1 мкг и не больше 2 мкг.

С каждой серией проб проводят два контрольных опыта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot H_1 \cdot 10^{-4}}{m_1 \left(H_2 \cdot \frac{v + \Delta v}{v} - H_1 \right)},$$

где m — масса олова в добавке, мкг,

H_1 — средняя арифметическая высота пика полярографируемого раствора пробы за вычетом среднеарифметического значения высоты пика олова в контрольном опыте, мм,

m_1 — масса навески галлия, г,

H_2 — средняя арифметическая высота пика раствора пробы с добавкой за вычетом среднеарифметического значения высоты пика олова в контрольном опыте, мм,

v — объем полярографируемого раствора навески пробы, см³,

Δv — объем добавки, см³.

Среднеарифметическое значение высот пиков олова ($H_к$), по-

лученных в контрольных опытах, мм, не должно превышать значения

$$H_к = \frac{\left(H_2 \cdot \frac{v+\Delta v}{v} - H_1\right) \cdot 0{,}05}{m}.$$

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

Допускаемые расхождения двух результатов параллельных определений и двух результатов анализа (разность большего и меньшего) с доверительной вероятностью $P=0{,}95$ приведены в таблице.

Массовая доля олова, %	Допускаемое расхождение, %
$3 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
$6 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1{,}0 \cdot 10^{-5}$	$0{,}4 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1{,}0 \cdot 10^{-4}$	$0{,}2 \cdot 10^{-4}$

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей олова рассчитывают методом линейной интерполяции.

4.3. Контроль правильности анализа проводят методом добавок по ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 860—75	Разд. 2
ГОСТ 4658—73	Разд. 2
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 10398—76	Разд. 2
ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ 11293—89	Разд. 2
ГОСТ 13637.0—93	Разд. 1
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 24147—80	Разд. 2
ГОСТ 24363—80	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	4.3

gost.e-ecolog.ru