УДК 669.871:546.811.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГАЛЛИЙ

Метод определения олова

Gallium.
Method for the determination of tin

ГОСТ Р 50429.5—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.94

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 Р 50429.0.

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.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

gost.e-ecolog.ru

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

Цилиндры мерные вместимостью 10 ,25 и 50 см^3.

Пипетки с делениями на 0,1; 0,2 и 1 см^3.

Воронка Бюхнера диаметром 100 мм.

Кварцевые пробирки с отводом для отсоса вместимостью 40 см^3.

Стаканы химические вместимостью 2000 см^3, 250 см^3.

Стекла часовые диаметром 90 мм.

Фильтр ФКП-32-ПОР40.

Палочки стеклянные.

Колба Бунзена вместимостью 500 см^3.

Капельница вместимостью 50 см^3.

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

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/дм^3.

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/дм^3. 3,2690 г гранулированного цинка помещают в стакан вместимостью 300 см^3, смачивают 20—30 см^3 воды и приливают небольшими порциями 25 см^3 раствора перегнанной соляной кислоты. Раствор упаривают до влажных солей, соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой.

Бидистиллированная вода: дистиллированную воду наливают в колбе кварцевого перегонного аппарата вместимостью 2 дм^3, 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 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 2 $дм^3$ 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 $дм^3$. 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/$дм^3$. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят до метки раствором соляной кислоты с концентрацией 1 моль/$дм^3$.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, водный раствор концентрацией 5 мг/$см^3$.

Метиловый оранжевый водный раствор концентрацией 1 мг/$см^3$.

Фенолфталеин, спиртовой раствор концентрацией 1 мг/$см^3$.

Эриохром черный.

Олово по ГОСТ 860.

Раствор олова (основной): 1 г олова растворяют в 100 $см^3$ перегнанной соляной кислоты и 5 $см^3$ азотной кислоты при нагревании. После растворения и исчезновения желтых паров оксидов азота раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки полярографическим фоном.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг олова (IV).

Раствор олова (рабочий): 10 $см^3$ основного раствора олова приливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают полярографическим фоном до метки и перемешивают.

1 $см^3$ 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 $см^3$ смеси перегнанной соляной и азотной кислот, взятой в соотношении объемов 5:1, в стакане вместимостью 300 $см^3$ под часовым стеклом. После растворения пробы снимают стекло, обмывают стекло и стенки стакана дистиллированной водой, затем раствор упаривают приблизительно до 15 $см^3$. Стенки стакана обмывают два раза дистиллированной водой порциями по 15—20 $см^3$, каждый раз упаривая содержимое стакана приблизительно до 15 $см^3$. После полного удаления оксидов азота в стакан приливают 60—80 $см^3$ дистиллированной воды, 2 $см^3$ фосфорной кислоты, 30/М $см^3$ раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты (где М — молярная концентрация этого раствора, моль/$дм^3$), 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 $см^3$ 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 $см^3$ раствора аммиака и горячую воду до общего объема 150 $см^3$. 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 $см^3$ (в два приема) перегнанной соляной кислотой. Раствор отсасывают в кварцевую пробирку с отростком, фильтр промывают 12 $см^3$ 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 $см^3$. 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 см^3 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, см^3,

Δv — объем добавки, см^3.

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

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ТК 104 «Полупроводниковая и редкометаллическая продукция»

РАЗРАБОТЧИКИ:

Т. Н. Варавко, Б. Н. Каплан, О. А. Ширяева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 08.12.92 № 1536

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13637.5—77**

4. **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 Р 50429.0—92	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