УДК 669.871:546.24.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГАЛЛИЙ

Метод определения теллура

Gallium.
Method for the determination of tellurium

ГОСТ Р 50429.8—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает метод инверсионной переменно-токовой полярографии для определения теллура в галлии (при массовой доле теллура от $5 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %).

Метод основан на выделении теллура в элементном виде на коллекторе — сере и определении его содержания методом инверсионной переменно-токовой вольтамперометрии в слабокислом растворе хлорида калия и этилендиаминтетрауксусной кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ Р 50429.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные 1-го класса по ГОСТ 24104.

Полярограф ППТ-1 или ПУ-1 со стационарным ртутным электродом и электролитической ячейкой полярографа с выносным анодным отделением. Анодное отделение заливают металлической ртутью и насыщенным раствором хлористого калия.

Плитка электрическая лабораторная мощностью 400 и 800 Вт.

Водяная баня.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Форвакуумный насос марки ВМ-461М или аналогичный.

Пробирки стеклянные вместимостью 15 см^3.

Палочки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Воронки стеклянные диаметром 75 мм.

Колбы мерные вместимостью 25; 50; 1000 см^3.

Мензурки вместимостью 100; 500; 1000 см^3.

Цилиндры мерные вместимостью 5 и 10 см^3.

Цилиндры мерные с притертыми пробками вместимостью 5 и 10 см^3.

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

Тигли кварцевые вместимостью 50 см^3.

Стаканы химические вместимостью 25; 100; 200; 1000 см^3.

Стекла часовые диаметром 70 мм.

Индикаторная бумага «Рифан» pH 3,4—1,9.

Фильтры «белая лента».

Фильтровальная бумага.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, концентрированная и растворы концентрацией 8; 6; 3; 2,3 и 1 моль/дм^3.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная: дистиллированную воду наливают в колбу перегонного аппарата вместимостью 2 дм^3, насыпают 1 г гидроокиси калия и марганцово-кислый калий до интенсивного окрашивания. Раствор кипятят. Собирают среднюю фракцию дистиллята, составляющую $^1/_3$ взятого объема дистиллированной воды. Первую и третью фракции отбрасывают.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрацией 100 г/см^3 в растворе соляной кислоты концентрацией 8 моль/дм^3.

Промывная жидкость: 200 см^3 гидрохлорида гидроксиламина концентрацией 100 г/дм^3 в растворе соляной кислоты заливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, перекристаллизованный, водный раствор концентрацией 100 г/дм^3.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ос.ч., насыщенный раствор в бидистиллированной воде.

Бром по ГОСТ 4109.

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

Ртуть марки Р0 по ГОСТ 4658.

Фон полярографический: 200 г хлористого калия и 1 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. pH раствора устанавливают 2,8 (по индикаторной бумаге) раствором соляной кислоты концентрацией 3 моль/дм^3.

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

Теллур высокой чистоты.

Раствор теллура основной: 100 мг теллура растворяют в 20 см^3 перегнанной соляной кислоты с добавлением азотной кислоты по каплям при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

1 см^3 раствора содержит 100 мкг теллура.

Раствор теллура рабочий: 10 см^3 основного раствора теллура заливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают полярографическим фоном до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 10 мкг теллура.

Более разбавленные рабочие растворы теллура готовят последовательным разбавлением полярографических фонов в объемном отношении 1:9 в день употребления.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску галлия массой 1 г растворяют при нагревании в 10 см^3 обратной царской водки в тигле вместимостью 50 см^3 под часовым стеклом. Полученный раствор упаривают досуха. Затем проводят денитрацию остатка на водяной бане. Для этого остаток обрабатывают сначала дистиллированной водой, а затем муравьиной кислотой, которую приливают осторожно по каплям. После полного прекращения выделения желтых паров оксидов азота, остаток еще дважды обрабатывают муравьиной кислотой (порциями по 2 см^3). Затем содержимое в тигле обрабатывают 4 раза дистиллированной водой порциями по 5 см^3, обмывая стенки тигля и каждый раз упаривая содержимое тигля досуха на водяной бане. Под конец должен исчезнуть запах муравьиной кислоты.

Сухой остаток растворяют в 10 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида. Раствор переводят в пробирку вместимостью 15 см³. Пробирку помещают в кипящую водяную баню. В раствор добавляют трижды по 1 см³ раствора серноватисто-кислого натрия с интервалом в 1 ч. Пробирку выдерживают в кипящей бане еще 2 ч и оставляют на ночь. На следующий день осадок серы отфильтровывают через фильтр «белая лента» и последовательно промывают 15 раз промывной жидкостью и 10 раз бидистиллированной водой.

Отмытый осадок переводят бидистиллированной водой (15—20 см³) в тигель вместимостью 50 см³. Туда же добавляют 1 см³ серной кислоты (1:1), 0,2 см³ насыщенного раствора хлористого калия и пять капель брома. Раствор упаривают на песчаной бане досуха. Обработку бромом повторяют, если сухой остаток содержит темные включения. Сухой остаток прокаливают на плитке мощностью 800 Вт до полного исчезновения запаха триоксида серы.

3.2. Полярографирование

В охлажденный тигель с осадком добавляют 25 см³ полярографического фона. Тигель слегка нагревают до полного растворения осадка, охлаждают содержимое и переводят его в мерный цилиндр вместимостью 25 см³. Доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Полярографирование анализируемого раствора ведут в ячейке полярографа с выносным анодным отделением. Размер стационарной ртутной капли должен соответствовать 20 делениям часового индикатора полярографа. Потенциал накопления минус 0,6 В, продолжительность накопления 1—3 мин. Развертка катодная 5 мВ/с. Потенциал пика теллура около минус 0,80 В.

3.3. Расшифровка 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 H более чем на $0{,}2H$. Если высота первого пика отличается от среднего значения H более чем на $0{,}2\,H$, то высоту первого пика не учитывают.

Массовую долю теллура в пробе определяют по методу добавок. Добавку разбавленного рабочего раствора теллура объемом не более 0,3 см³ вводят в весь объем полярографируемого раствора.

Раствор с добавкой полярографируют так же, как и анализируемый раствор. Добавка должна увеличивать массу теллура в полярографируемом растворе и высоту пика в 2-3 раза, если массовая доля теллура в пробе X, вычисленная по п. 4.1, не меньше $5 \cdot 10^{-6}$ %. При меньшем содержании теллура в пробе добавка

должна быть 0,05 мкг теллура.

С каждой серией проб проводят два контрольных опыта.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса теллура в добавке, мкг,

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

m — масса навески галлия в полярографируемом растворе, г,

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

v — объем полярографируемого раствора пробы 25 см^3,

Δv — объем добавки, см^3.

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

4.3. 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 теллура, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$
$1{,}0 \cdot 10^{-5}$	$0{,}5 \cdot 10^{-5}$
$5 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1{,}0 \cdot 10^{-4}$	$0{,}3 \cdot 10^{-4}$

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

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ:

Б. Я. Каплан, О. А. Ширяева

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

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13637.8—77**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 2062—77	Разд. 2
ГОСТ 4109—79	Разд. 2
ГОСТ 4234—77	Разд. 2
ГОСТ 4658—73	Разд. 2
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5848—73	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 10652—73	Разд. 2
ГОСТ 11125—84	Разд. 2
ГОСТ Р 50429.0—92	Разд. 1
ГОСТ 14261—77	Разд. 2
ГОСТ 14262—78	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 24363—80	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	4.4
ГОСТ 27068—86	Разд. 2

gost.e-ecolog.ru