УДК 669.871:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГАЛЛИЙ

Метод определения железа

ГОСТ Р 50429.4—92

Gallium.
Method for the determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает визуально-фотометрический метод определения железа в интервале массовых долей от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ %.

Метод основан на экстракционном концентрировании и последующем визуально-фотометрическом определении железа в виде роданида. Галлий не мешает определению.

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.

Бокс из оргстекла.

Плитка электрическая, покрытая кварцевой кюветой.

Пипетки вместимостью 1 $см^3$.

Цилиндры мерные вместимостью 10 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

Кварцевые стаканы вместимостью 50 $см^3$ с кварцевыми крышками.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Набор цилиндров для фотометрирования из бесцветного стекла с притертыми пробками высотой 20 см и диаметром 1,5 см.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, дважды перегнанная в кварцевом приборе, концентрацией 6 моль/дм^3.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, очищенная перегонкой в кварцевом приборе.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно очищенная на ионообменной колонке.

Смесь соляной, азотной кислот и воды, взятых в соотношении 1:1:1, свежеприготовленная.

Мочевина по ГОСТ 6691.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, очищенный от железа:

200 г роданистого калия растворяют при слабом нагревании в 100 см^3 воды, после растворения добавляют 50 мг хлористого алюминия и осаждают гидроокиси железа и алюминия добавлением нескольких капель аммиака, на следующий день осадок отфильтровывают, отбрасывая первую порцию фильтрата.

Изоамиловый спирт по ГОСТ 5830.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147.

Амилацетат (амиловый эфир уксусной кислоты).

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, концентрированная и концентрацией 9 моль/дм^3.

Квасцы железоаммонийные.

Раствор железа (основной), 0,8635 г железоаммонийных квасцов растворяют в 10—15 см^3 дистиллированной воды, добавляют 1—2 см^3 серной кислоты, концентрацией 9 моль/дм^3, доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 100 мкг железа.

Более разбавленные рабочие растворы железа готовят последовательным разбавлением водой в объемном отношении 1:9 в день употребления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка пробы

Пробу галлия отмывают от поверхностных загрязнений соляной кислотой при комнатной температуре в течение нескольких минут, а затем несколькими порциями воды.

3.2. Приготовление раствора сравнения

В пять цилиндров для фотометрирования вводят 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 см^3 рабочего раствора железа с содержанием 1 мкг/см^3,

добавляют по 1 см³ раствора соляной кислоты, доводят объем раствора до 10 см³ водой, приливают по 0,5 см³ раствора роданистого калия, перемешивают, добавляют по 1 см³ изоамилового спирта или амилацетата и несколько раз взбалтывают.

Одновременно проводят два контрольных опыта, отбирая в колориметрические цилиндры те же реактивы и в тех же количествах, что и при анализе пробы.

Растворы сравнения готовят одновременно с проведением анализа пробы. Растворы сравнения устойчивы в течение 20—30 мин.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску галлия массой 0,5 г, очищенную по п. 3.1, помещают в кварцевый стакан, приливают 6 см³ смеси соляной, азотной кислот и воды, стакан накрывают кварцевой крышкой. Галлий растворяют при умеренном нагревании на электрической плитке. Все операции, связанные с нагреванием, проводят в боксе. По окончании растворения крышку снимают и упаривают раствор досуха. Затем приливают 1 см³ раствора соляной кислоты и снова упаривают досуха. Для полного удаления азотной кислоты эту операцию повторяют еще два-три раза. Далее сухой остаток растворяют при нагревании в 1 см³ раствора соляной кислоты, приливают 10 см³ воды, прибавляют на кончике шпателя мочевину и нагревают до кипения. После охлаждения переносят раствор в цилиндр для фотометрирования, если необходимо доводят объем раствора водой до 10 см³, приливают 1,0 см³ раствора роданистого калия, перемешивают, приливают 1 см³ изоамилового спирта или амилацетата и несколько раз взбалтывают.

Окраску органического слоя раствора пробы и контрольного опыта сопоставляют с окраской органического слоя растворов сравнения в цилиндрах и находят раствор сравнения, окраска органического слоя которого ближе всего к окраске органического слоя раствора пробы. Количество железа в контрольном опыте не должно превышать 0,1 мкг.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю железа (X) в пробе в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10^{-4}}{m},$$

где m_1 — масса железа в растворе пробы, мкг,

m_2 — значение поправки контрольного опыта, мкг,
m — масса навески галлия, г.

5.2. 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) при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в таблице.

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

Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовой доли железа рассчитывают методом линейной интерполяции.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Е. Я. Бирюкова, Л. С. Разумова

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

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 13637.4—77

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3759—75	Разд. 2
ГОСТ 4139—75	Разд. 2
ГОСТ 5830—79	Разд. 2
ГОСТ 6691—77	Разд. 2
ГОСТ 6709—72	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 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 24147—80	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	5.3

gost.e-ecolog.ru