

АЛЮМИНИЙ

Методы определения галлия

ГОСТ
12697.13—90

Aluminium.

Methods for the determination of gallium

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.91**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения галлия в алюминии: фотометрический при массовой доле галлия от 0,001 до 0,1 % и атомно-абсорбционный при массовой доле галлия от 0,01 до 0,1 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 12697.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, образовании сине-зеленого ионного ассоциата галлия с малахитовым зеленым в солянокислой среде с концентрацией 6,0—6,5 моль/дм³, экстракции ионного ассоциата бензолом и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 635 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типа СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:3.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Титан треххлористый.

Титан губчатый марки ТГ-100 по ГОСТ 17746.

Раствор хлорида титана: 4,65 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1) при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой (1:1) и перемешивают. Хранят раствор в темном месте в плотно закрытой колбе или сосуде из темного стекла.

Малахитовый зеленый (тетраметил-4,4'-диамино-трифенил-карбонил-хлорид), раствор 20 г/дм³: 2 г мелко растертого малахитового зеленого растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:3) и раствор фильтруют. Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

Бензол по ГОСТ 5955.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

Галлия (III) оксид (Ga_2O_3).

Галлий технический по ГОСТ 12797.

Стандартные растворы галлия.

С. 2 ГОСТ 12697.13—90

Раствор А: 1,0000 г галлия или 1,3442 г предварительно прокаленного при температуре 300 °С и охлажденного в эксикаторе оксида галлия (III) растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг галлия.

Раствор Б: 5,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки соляной кислотой (1:1). Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг галлия.

Раствор В: 20,0 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой (1:1) и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг галлия.

2.3. П р о в е д е н и е а н а л и з а

2.3.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 30 см³ соляной кислоты (1:1) и накрывают часовым стеклом. После прекращения бурной реакции стакан с раствором осторожно нагревают до полного растворения пробы, затем обмывают часовое стекло небольшим количеством воды в стакан и раствор упаривают до влажных солей. После охлаждения к остатку добавляют соляную кислоту (1:1) в количестве согласно табл. 1 в зависимости от массовой доли галлия и нагревают до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 1, ополаскивая стакан соляной кислотой (1:1), затем этим же раствором кислоты доливают до метки и перемешивают.

При необходимости раствор пробы фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Из раствора пробы или ее фильтрата отбирают аликовтную часть 5 см³ и переносят в сухую делительную воронку вместимостью 100 см³.

Т а б л и ц а 1

Массовая доля галлия, %	Объем раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³
От 0,001 до 0,005 включ.	25	50
Св. 0,005 » 0,030 »	50	100
» 0,030 » 0,100 »	50	250

К раствору в делительной воронке добавляют 1 см³ соляной кислоты, 0,5 см³ раствора хлорида титана (III), встряхивают в течение 1 мин, затем оставляют на 2—3 мин. К раствору добавляют 2,0 см³ раствора малахитового зеленого, перемешивают, добавляют 20,0 см³ бензола и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения водную fazу отбрасывают, а органическую fazу переносят в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают до метки бензolem и перемешивают, затем добавляют 0,2 г сульфата натрия и встряхивают до получения прозрачного раствора.

Измеряют оптическую плотность экстракта при длине волн 635 нм. Раствором сравнения служит экстракт контрольного опыта, одновременно проведенный через все стадии анализа.

Массу галлия в растворе пробы определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в пять из шести делительных воронок вместимостью 100 см³ помещают при массовой доле галлия менее 0,005 % 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,001; 0,002; 0,003; 0,004 и 0,005 мг галлия, при массовой доле галлия более 0,005 % 0,50; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 мг галлия. Во все делительные воронки добавляют такое количество соляной кислоты (1:1), чтобы объем раствора в воронках стал 5 см³, далее поступают согласно п. 2.3.1. Раствор шестой колбы, не содержащий стандартного раствора галлия, служит раствором сравнения при построении градуировочного графика.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам галлия строят градуировочный график.

2.4. О б р а б о т к а р е з у л т а т о в

2.4.1. массовую долю галлия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где m_1 — масса галлия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, соответствующая аликовтной части раствора пробы, г.