УДК 622.344-15 : 546.289.06 : 006.354

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический метод определения германия

ГОСТ 14047.13—78*

Lead concentrates. Determination of germanium. Photometric method

ОКСТУ 1725

Взамен
ГОСТ 14047.13—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 августа 1978 г. № 2310 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 09.07.84 № 2443 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли германия от 0,0005 до 0,1 %.

Метод основан на образовании германием (IV) с фенилфлуороном в кислом растворе окрашенного в красный цвет комплексного соединения, стабилизируемого добавлением защитного коллоида — желатина, и фотометрировании раствора в области длин волн 520—550 нм.

От мешающих определению элементов германий отделяют экстрагированием из раствора соляной кислоты 9 моль/дм^3 четыреххлористым углеродом, а затем реэкстракцией его водой.

Концентрат разлагают сплавлением с перекисью натрия или кислотами.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 995—67.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (октябрь 1985 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1*

gost.e-ecolog.ru

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5—78.
(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАТАРУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 600° С;

термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый по ГОСТ 6616—74;

чашки платиновые лабораторные по ГОСТ 6563—75;

тигли лабораторные корундизовые или железные, которые перед использованием проверяют на содержание германия, как указано в проведении анализа. Используют те железные тигли, которые содержат не более 0,0004% германия;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 1 и 1 : 6;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и раствор с (HCl) = 9 моль/дм^3;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—78;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 10 г/дм^3;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79 или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор 20 г/дм^3 в растворе соляной кислоты 9 моль/дм^3;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный;

натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3;

натрия перекись;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор 10 г/дм^3;

фенилфлуорон, раствор 0,5 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании на водяной бане в смеси 85 см^3 этилового спирта и 5 см^3 разбавленной 1 : 6 серной кислоты, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор хранят в темной стеклянке с притертой пробкой;

германия двуокись;

стандартные растворы германия:

раствор А. 0,1441 г двуокиси германия смачивают в стакане

5 см³ воды, затем по каплям прибавляют раствор гидрата окиси натрия и нагревают до полного растворения двуокиси германия. Далее прибавляют одну каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют разбавленной 1 : 1 серной кислотой до исчезновения окраски индикатора, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 14 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг германия;

раствор Б. 2 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят в день употребления.

1 см³ раствора Б содержит 2 мкг германия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Щелочной способ разложения

3.1.1. Навеску свинцового концентрата 0,1—0,5 г (в зависимости от содержания германия) помещают в корундизовый или железный тигель, в который предварительно отвешено 3 г перекиси натрия перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 550—600° С в течение 5—6 мин до получения прозрачного и однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, затем плав выщелачивают водой, закрывая тигель часовым стеклом, и по мере выщелачивания раствор переливают в стакан вместимостью 300 см³, обмывая тигель струей воды.

К раствору при охлаждении приливают соляную кислоту до растворения гидратов, затем после разбавления раствора водой примерно до 100 см³ приливают аммиак до слабого запаха. Содержимое стакана нагревают до кипения, осадок гидратов окисей отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз горячим раствором хлористого аммония. Далее осадок с развернутого фильтра смывают возможно малым количеством воды в стакан, где проводилось осаждение, и приливают соляную кислоту до полного его растворения, охлаждая содержимое стакана в проточной воде. Общий объем раствора при этом не должен превышать 25 см³. Раствор фильтруют от окалины через тампон ваты в делительную воронку вместимостью 250—300 см³. Стакан и воронку промывают 75 см³ соляной кислоты.

К солянокислому раствору приливают 10 см³ четыреххлористого углерода, встряхивают в течение 2 мин, затем дают отстояться и органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 50—100 см³. К водному слою приливают 10 см³ четыреххлористого углерода и экстрагирование повторяют. Органический слой сливают и присоединяют к первому. Соединенные экстракты промывают раствором сернокислого или солянокислого гидроксиламина три раза по 10 см³. Далее экстракт сливают в делитель-

ную воронку, приливают 5 мл воды и взбалтывают в течение 1 мин. Водный слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстрагирование водой повторяют еще раз, сливая водный экстракт в ту же колбу. Затем к водному экстракту в колбе приливают 2,5 см³ соляной кислоты, 2,5 см³ раствора желатина и перемешивают. Приливают 2 см³ раствора фенилфлуорона, доливают до метки водой и снова перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре в области длин волн 520—550 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора.

Раствор сравнения готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают 30 см³ воды, 5 см³ соляной кислоты, 5 см³ раствора желатина и 4 см³ раствора фенилфлуорона, перемешивают, разбавляют до метки водой и снова перемешивают.

Массовую долю германия устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Кислотный способ разложения

3.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,1—0,5 г (в зависимости от содержания германия) помещают в платиновую чашку, смачивают водой и прибавляют по каплям 8—10 см³ азотной кислоты. После окончания реакции раствор выпаривают досуха на водяной бане. Приливают еще 8—10 см³ азотной кислоты и после выделения окислов азота — 5 см³ фтористоводородной кислоты, 5 см³ ортофосфорной кислоты и выпаривают на водяной бане до сиропообразного состояния. Для полного удаления азотной кислоты остаток смачивают 5 см³ воды и выпаривают до влажных солей. Последнюю операцию повторяют три раза. К остатку приливают 25 см³ воды, охлаждают, приливают 25 см³ соляной кислоты, переливают в делительную воронку вместимостью 250—300 см³, обмывая стенки чашки 50 см³ соляной кислоты, приливают 10 см³ четыреххлористого углерода и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.1.

3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 25 см³ отмеривают 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 7 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 2, 4, 6, 8, 10, 12 и 14 мкг германия. Растворы доливают водой до объема 10 см³, приливают по 2,5 см³ соляной кислоты, 2,5 см³ раствора желатина и перемешивают. Затем приливают 2 см³ раствора фенилфлуорона, разбавляют до метки водой и снова перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора как указано в п. 3.1.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям германия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \ 10^6},$$

где m_1 — количество германия, найденное по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля германия, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,0005 до 0,001	0,0002
Св. 0,001 » 0 005	0,0005
» 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,05	0,002
» 0,05 » 0,1	0,01

Изменение № 2 ГОСТ 14047.13—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический метод определения германия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.89 № 1926

Дата введения 01.01.90

Пункт 1 1 Заменить ссылку СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87

Пункт 2 1 Четвертый абзац Исключить слова «по ГОСТ 6616—74»;

двадцать второй абзац Заменить слова «германия двуокись» на «диоксид германия»,

двадцать четвертый абзац Заменить слова «двуокись германия» на «диоксид германия»

Пункт 3 1 1 Первый абзац Заменить значение 0,1—0,5 г на «массой 0,1000——0,5000 г»

Пункт 3 2 1 Первый абзац Заменить слова «массой 0,1—0,5 г» на «массой 0 1000—0 5000 г»

(Продолжение см. с 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14047.13—78)

Пункт 4 2 изложить в новой редакции: «4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

%

Массовая доля германия	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0 0005 до 0,001	0,0002	0,0005
Св. 0,001 » 0,005	0,0005	0,001
» 0,005 » 0,01	0,001	0,002
» 0.01 » 0,05	0,002	0,002
» 0,05 » 0,1	0.01	0,015

(ИУС № 10 1989 г.)

Цена 20 коп.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское
ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^4 \cdot А^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} кг^{-1} \cdot с^3 \cdot А^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^2 \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$м^{-2} \cdot$ кд · ср
[illegible]адионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^2 \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^2 \cdot с^{-2}$

gost.e-ecolog.ru