

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический метод определения германия

Lead concentrates. Determination of germanium.  
Photometric method

ГОСТ

14047.13—78\*

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 Госстандarta 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<sup>3</sup> 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 1984 г. (ИУС 11—84).

#### **1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

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

#### **2. АППАРАУРА, 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 пе-  
ред использованием проверяют на содержание германия, как ука-  
зано в проведении анализа. Используют те железные тигли, кото-  
рые 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 солянную по ГОСТ 3118—77 и раствор с (HCl) =  
9 моль/дм<sup>3</sup>;  
кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ  
10484—78;  
кислоту ортоfosфорную по ГОСТ 6552—80;  
аммиак водный по ГОСТ 3760—79;  
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;  
гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79 или гидро-  
ксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор 20 г/дм<sup>3</sup> в  
растворе соляной кислоты 9 моль/дм<sup>3</sup>;  
желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, свеже-  
приготовленный;  
натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;  
натрия перекись;  
спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300—72;  
углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74;  
фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;  
фенилфлуорон, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом:  
0,05 г фенилфлуорона растворяют при нагревании на водяной  
бане в смеси 85 см<sup>3</sup> этилового спирта и 5 см<sup>3</sup> разбавленной 1 : 6  
серной кислоты, раствор охлаждают, переливают в мерную колбу  
вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 14 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг германия;

раствор Б. 2 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят в день употребления.

1 см<sup>3</sup> 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 растворов переливают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, обмывая тигель струей воды.

К раствору при охлаждении приливают соляную кислоту до растворения гидратов, затем после разбавления раствора водой примерно до 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Раствор фильтруют от окалины через тампон ваты в делительную воронку вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>. Стакан и воронку промывают 75 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

К солянокислому раствору приливают 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода, встряхивают в течение 2 мин, затем дают отстояться и органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>. К водному слою приливают 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и экстрагирование повторяют. Органический слой сливают и присоединяют к первому. Соединенные экстракты промывают раствором сернокислого или солянокислого гидроксиамина три раза по 10 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>. Экстрагирование водой повторяют еще раз, сливая водный экстракт в ту же колбу. Затем к водному экстракту в колбе приливают 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 2,5 см<sup>3</sup> раствора желатина и перемешивают. Приливают 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают 30 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора желатина и 4 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты. После окончания реакции раствор выпаривают досуха на водяной бане. Приливают еще 8—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и после выделения окислов азота — 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 5 см<sup>3</sup> ортоfosфорной кислоты и выпаривают на водяной бане до сиропообразного состояния. Для полного удаления азотной кислоты остаток смачивают 5 см<sup>3</sup> воды и выпаривают до влажных солей. Последнюю операцию повторяют три раза. К остатку приливают 25 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переливают в делительную воронку вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, обмывая стенки чашки 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, приливают 10 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.1.

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

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

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	м	м
Масса	килограмм	кг	кг
Время	секунда	с	с
Сила электрического тока	ампер	А	А
Термодинамическая температура	kelvin	К	К
Количество вещества	моль	мол	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			
		междуна- родное	русское		
Частота	герц	Hz	Гц	$\text{с}^{-1}$	
Сила	ニュто́н	N	Н	$\text{м} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$	
Давление	паскаль	Pa	Па	$\text{м}^{-1} \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$	
Энергия	джоуль	J	Дж	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2}$	
Мощность	ватт	W	Вт	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3}$	
Количество электричества	кулон	C	Кл	$\text{с} \cdot \text{А}$	
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-1}$	
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^4 \cdot \text{А}^2$	
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-3} \cdot \text{А}^{-2}$	
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^3 \cdot \text{А}^2$	
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$	
Магнитная индукция	tesла	T	Тл	$\text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-1}$	
Индуктивность	генри	H	Гн	$\text{м}^2 \cdot \text{кг} \cdot \text{с}^{-2} \cdot \text{А}^{-2}$	
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср	
Освещенность	люкс	lx	лк	$\text{м}^{-2} \cdot \text{кд} \cdot \text{ср}$	
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$\text{с}^{-1}$	
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$	
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$\text{м}^2 \cdot \text{с}^{-2}$	