

**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<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. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

- спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;
- печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева  $600^{\circ}\text{C}$ ;
- 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  $(\text{HCl}) = 9$  моль/дм<sup>3</sup>;
- 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<sup>3</sup>;
- гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79 или гидроксиламин 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>, свежеприготовленный;
- натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>;
- натрия перекись;
- спирт этиловый ректификованный 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 раствор 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 вернутого 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 окалина 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 сернокислового или солянокислого гидроксиламина 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> ортофосфорной 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	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	$s^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$m \cdot kg \cdot s^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$s \cdot A$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^4 \cdot A^2$
Электрическое сопротивление	ом	$\Omega$	Ом	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^3 \cdot A^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$m^{-2} \cdot кд \cdot ср$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$s^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$m^2 \cdot s^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$m^2 \cdot s^{-2}$