

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>N O R M A   B R A N Ż O W A</b>	<b>BN-86</b>
	Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych	<b>0818-01/21</b>
	<b>Oznaczenie zawartości germanu</b>	
		Grupa katalogowa 0139

**1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym, usunięcie krzemionki kwasem fluorowodorowym, ekstrakcja germanu czterochlorkiem węgla, reekstrakcja wodą, utworzenie kompleksu germanu z fenylofluoronem i fotometryczny pomiar absorpcji przy długości fali 505 nm.

**2. Odczynniki i roztwory**

- a) Kwas azotowy (1,4).
- b) Kwas fluorowodorowy (1,13).
- c) Kwas fosforowy (1,7).
- d) Kwas solny (1,18).
- e) Czterochlorek węgla.
- f) Fenylofluoron, roztwór 0,05%: 0,25 g fenylofluoronu rozpuścić w 425 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego, dodać 25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego (1+6) i dopełnić alkoholem etylowym do objętości 500 cm<sup>3</sup>.
- g) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 3%*m/V* w roztworze kwasu solnego o  $c = 9 \text{ mol/dm}^3$ .
- h) Roztwór żelatyny, 1%*m/V* świeżo przygotowany.
- i) Wzorcowe roztwory germanu:

**Roztwór A.** 0,1441 dwutlenku germanu umieścić w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 3 cm<sup>3</sup> 5% roztworu wodorotlenku sodowego, rozcieńczyć do objętości 75 cm<sup>3</sup>, zobojętnić roztworem kwasu siarkowego (1+9), dodając go kroplami wobec papierka Kongo do zmiany zabarwienia na niebieskie i dodać 3 krople kwasu w nadmiarze. Roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 0,1 mg germanu.

**Roztwór B.** 50 cm<sup>3</sup> roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,01 mg germanu.

**3. Aparatura.** Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum przepuszczalności w zakresie 490 ÷ 520 nm.

**4. Wykonanie oznaczania**

a) **Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do siedmiu

rozdzielaczy pojemności 200 cm<sup>3</sup> dodać kolejno 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 i 6,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B, uzupełnić objętość wodą do 25 cm<sup>3</sup>, dodać po 75 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, po 20 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla i dalej postępować jak przy wykonaniu oznaczania.

b) **Przebieg analizy.** Odważkę 0,5 ÷ 2 g próbki, w zależności od zawartości germanu, umieścić w parownicy platynowej, dodać 10 ÷ 20 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i odparować do sucha. Ochłodzić, dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i ponownie odparować do sucha. Jeżeli próbka nie uległa całkowitemu rozkładowi i pozostaje widoczna krzemionka, odparowanie z kwasem fluorowodorowym powtórzyć jeszcze raz. Do pozostałości dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu fosforowego, ogrzewać do wydzielania par kwasu fosforowego i uzyskania klarownego roztworu. Zawartość parownicy przenieść do rozdzielacza pojemności 200 cm<sup>3</sup>, parownicę przemyć taką ilością wody, aby po przeniesieniu objętość w rozdzielaczu wynosiła 25 cm<sup>3</sup>. Do rozdzielacza dodać 75 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ekstrahować 2 porcjami po 20 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla, wytrząsając każdorazowo przez 2 min. Warstwy organiczne zebrać w rozdzielaczu pojemności 100 cm<sup>3</sup> i przemyć dwukrotnie roztworem chlorowodoru hydroksyloaminy, używając po 20 cm<sup>3</sup> roztworu. Warstwę czterochlorku węgla zlać do rozdzielacza pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 10 cm<sup>3</sup> wody i reekstrahować german, wytrząsając przez 1 min. Warstwę organiczną zlać do zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup>, a wodną fazę do kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>. Warstwę organiczną przenieść ze zlewki do tego samego rozdzielacza i reekstrakcję powtórzyć jeszcze dwukrotnie w tych samych warunkach. Warstwę organiczną ostatecznie odrzucić, a warstwy wodne zebrać w kolbie pomiarowej, dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu żelatyny, 5 cm<sup>3</sup> roztworu fenylofluoronu, mieszając po dodaniu każdego odczynnika. Roztwór w kolbie uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 30 min zmierzyć absorpcję roztworu przy długości fali 505 nm, w odniesieniu do roztworu ślepej próby.

Zawartość germanu odczytać z krzywej wzorcowej.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 9 grudnia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1987, poz. 10)

**5. Obliczanie wyników.** Zawartość germanu ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

$m_1$  — zawartość germanu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

$m$  — masa odważki próbki pobranej do analizy, g.

**6. Dopuszczalne różnice** między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości germanu  
od 0,001 do 0,005% — 0,0005%,  
powyżej 0,005 do 0,01% — 0,001%.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Metali Nieżelaznych w Gliwicach.

**2. Dotychczas obowiązujące normy.** ZN-72/MPC-MN-02892 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r.

**3. Autorzy projektu normy** — mgr M. Świercz i inż. B. Kończak — Zakłady Górniczo-Hutnicze BOLESŁAW w Bukowniu.