

Внесено в ГУИС СССР 8-85

10175-75

Части 1, 2, 3+

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ,
АНТРАЦИТЫ, УГЛИСТЫЕ АРГИЛЛИТЫ
И АЛЕВРОЛИТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГЕРМАНИЯ

ГОСТ 10175—75

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ, АНТРАЦИТЫ,
УГЛИСТЫЕ АРГИЛЛИТЫ И АЛЕВРОЛИТЫ

Метод определения содержания германия

Brown coals, hard coals, anthracites, carbonaceous
argillites and alevrrolites.

Method for the determination of germanium

ГОСТ
10175-75*

Взамен
ГОСТ 10175-68

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 31 марта 1975 г. № 812 срок действия установлен

с 01.01.1976 г.
до 01.01.1986 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

90 01.01.91 ИУС 8-85

Настоящий стандарт распространяется на бурье и каменные угли, антрациты, углистые аргиллиты и алевролиты и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания в них германия.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного коллоидного раствора фенилфлуороната германия, образующегося при взаимодействии в кислой среде двуокиси германия с фенилфлуороном. Предварительно производят озоление пробы исходного материала, разложение зольного остатка и отделение мешающих определению германия элементов экстракцией или дистилляцией.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

- 1.1. Для проведения анализа должны применяться:
электропечь муфельная с терморегулятором;
термопара по ГОСТ 6616—74 с гальванометром, обеспечивающим измерение температуры до 900°C;
фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;
прибор для дистилляции (см. чертеж);
весы аналитические;
лодочки фарфоровые прямоугольные № 2, 3 и 4 по ГОСТ 6675—73;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (май 1981 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в июле 1980 г. (ИУС 10—1980 г.).

© Издательство стандартов, 1981

чашки платиновые круглодонные с носиком № 118—3, 118—4, 118—5 по ГОСТ 6563—75;

щипцы с платиновыми наконечниками по ГОСТ 6563—75;

кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 1, 6 и 9 н. растворы;

кислота фтористоводородная (лавицовая) по ГОСТ 10484—78; 40%-ный раствор;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77;

спирт этиловый (гидролизный) ректифицированный, плотностью не более 0,806 г/см³;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, 1%-ный водный раствор; готовят в день колориметрирования следующим образом: 0,5 г желатина помещают в колбу из термостойкого стекла, заливают 50 мл воды, дают желатину набухнуть, затем на водяной бане доводят до полного растворения. После охлаждения раствор готов к употреблению;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74;

фенилфлуорон, 0,05%-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,5 г фенилфлуорона помещают в колбу из термостойкого стекла с воздушным холодильником вместимостью 2 л, приливают 800 мл этилового спирта, 5 мл 6н. раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании на водяной бане. Полученный раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки этиловым спиртом и перемешивают. Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 2%-ный раствор солянокислого гидроксиламина в 9 н. растворе соляной кислоты;

германия двуокись;

стандартные растворы двуокиси германия:

раствор А; готовят следующим образом: к навеске двуокиси германия массой 0,1441 г (из расчета на прокаленную двуокись германия) приливают 40—50 мл дистиллированной воды, перемешивают и подогревают на песчаной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 10 мл соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 1000 мкг германия;

П р и м е ч а н и е. Перед приготовлением стандартного раствора А в отдельной навеске двуокиси германия определяют потери при прокаливании (прокаливание навески производят до постоянной массы при температуре 800°C) и учитывают их при взятии навески для приготовления раствора.

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора А и переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 1 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 100 мкг германия;

раствор В; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора Б и переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 1 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора В содержит 10 мкг германия;

раствор Г; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора В и переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 1 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора Г содержит 1 мкг германия.

Стандартные растворы В и Г готовят в день определения.

(Измененная редакция, Изд. № 1).

1.2. При проведении анализа и приготовлении растворов применяют реактивы квалификации не ниже ч. д. а. и дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Озоление

2.1.1. Из аналитической пробы анализируемого материала, приготовленной по ГОСТ 16479—70 берут в предварительно взвешенные фарфоровые лодочки навески массой 1—2 г в каждую и встряхиванием равномерно распределяют по дну лодочек таким образом, чтобы высота слоя была не более 3 мм.

Примечания:

1. Навеску пробы следует брать с таким расчетом, чтобы масса зольного остатка была не менее 0,1 г на каждое определение.

2. Вновь применяемые лодочки должны быть пронумерованы, прокалены до постоянной массы и храниться в экскаторе.

Для пересчета результатов анализа на сухую массу одновременно из той же пробы берут навески для определения влаги по ГОСТ 11014—70.

Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,2 мг.

2.1.2. Лодочки с навесками помещают в муфельную печь. Температуру муфельной печи медленно повышают в течение 2 ч до 550°C и затем лодочки с навесками выдерживают в течение 2 ч при температуре 550—575°C. Озоление проводят при приоткрытой дверце муфельной печи. Затем лодочки вынимают из муфельной печи и охлаждают.

2.2. Разложение зольного остатка

2.2.1. Основной способ разложения

Содержимое лодочки количественно переносят в платиновую чашку, смывают остаток из лодочки 3—5 мл горячей воды, приливают 3—5 мл азотной кислоты, 5 мл фтористоводородной кислоты и 5 мл ортофосфорной кислоты, перемешивают и помещают на водянную баню. Содержимое чашки выдерживают на кипящей водянной бане до прекращения выделения паров фтористоводородной кислоты. Затем обмывают стенки платиновой чашки водой, переносят чашку на песчаную баню и выпаривают содержимое до образования густой сиропообразной массы.