ICS 73.060

201×-××-××实施

201×-××-××发布

粗锌化学分析方法

第9部分：锗量的测定

苯芴酮分光光度法

Methods for chemical analysis of coarse zinc

— Part 9：Determination of germanium content

Benzene fluorenone spectrophotometry

（送审稿）

(2018-3-9)

ICS.77.120.60

H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

D 42

|  |
| --- |
|       |

YS/T XXXX.9-201X

前  言

YS/T XXX-201X《粗锌化学分析方法》分为11个部分：

——第1部分：锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第7部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；

——第8部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；

——第9部分：锗量的测定 苯芴酮分光光度法；

——第10部分：铟量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分：铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锗、铟量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为YS/T XXX-201X的第9部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本部分由由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分起草单位：昆明冶金研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、云南驰宏资源综合利用有限公司、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘英波、罗舜、谭秀丽、黄萍、朱赞芳、杨毅、杨树泉、李子俊、谢柏华、刘卫、赵德平、刘维理、高珺、庞洪福、秦玲、彭峰、杨海岸、李超。

粗锌化学分析方法

第9部分：锗~~含~~量的测定

苯芴酮分光光度法

1. 范围

本部分规定了粗锌中锗量的测定方法。

本部分适用于粗锌中锗量的测定，测定范围：0.0010 %∼0.50 %。

1. ~~规范性引用文件~~

~~下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。~~

~~GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法~~

~~GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示及判定~~

1. 方法提要

试样用硝酸、磷酸、高锰酸钾分解，在盐酸介质中锗以四氯化锗的形式蒸出，蒸出的四氯化锗用水吸收。在酸性介质中，十六烷基三甲基溴化铵（CTMAB）阳离子表面活性剂存在下，四价锗与苯芴酮及CTMAB形成红色的络合物，于波长520 nm处测量其吸光度。

1. 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水为符合GB/T 6682规定的一级水。

* 1. 高锰酸钾。
	2. 亚硫酸钠。
	3. 盐酸（ρ 1.19 g/mL）。
	4. 硝酸（ρ 1.42 g/mL）。
	5. 氢氟酸（ρ l.15 g/mL）。
	6. 磷酸（ρ 1.70 g/mL）。
	7. 硝酸（1+1）。
	8. 十六烷基三甲基溴化铵CTMAB（0.5 %）：称取5.0 g十六烷基三甲基溴化铵于300 mL烧杯中，加入100 mL无水乙醇，溶解后，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
	9. 苯芴酮(0.06 %)：称取0.60 g苯芴酮于300 mL烧杯中，加入硫酸（1+6）50 mL，用玻棒充分搅拌，然后加入无水乙醇100 mL,使苯芴酮完全溶解，用脱脂棉滤入1000 mL容量瓶中，用无水乙醇稀至刻度，摇匀，放置24 h。
	10. 锗标准贮备液：称取0.1441 g光谱纯二氧化锗于150 mL烧杯中，加入1.0 g氢氧化钠，用水溶解后，加1 %酚酞1滴，用硫酸（1+1）中和并过量1 mL，移入1000 mL容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。此溶液每毫升含锗100μg。
	11. 锗标准溶液：吸取锗标准贮备液(4.10)20 mL于250 mL容量瓶中用水稀至刻度，摇匀。此溶液每毫升含锗8μg。
1. 仪器
	1. 分光光度计。
	2. 蒸馏装置，见图1。



1. 蒸馏装置示意图

说明：

1——电炉；

2——锥形瓶，250 mL；

3——橡胶塞；

4——玻璃管，φ8 mm；

5——比色管，100 mL；

6——冷却水槽。

市售的蒸馏装置也是可用的，给出的示意图是可满足要求的简便装置。

1. 试样

将试样剪碎至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过0.450mm筛，筛上筛下分别称重后，备用。

1. 分析步骤
	1. 试料

按表1用四分法按筛上、筛下比例称取试样，精确至0.0001 g。

1. 试料量、分取试液体积及补加盐酸体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 锗的质量分数/% | 试料质量/g | 分取试液体积/mL | 补加盐酸体积/mL |
| >0.0010~0.0030 | 1.0 | — | 5.0 |
| >0.0030~0.0080 | 0.50 | — |
| >0.0080~0.0200 | 15 | 8.5 |
| >0.020~0.080 | 5 | 9.5 |
| >0.080~0.20 | 2 | 10.0 |
| >0.20~0.50 | 1 |

* 1. 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
		1. 将试料置于250 mL锥形瓶中，加入15 mL硝酸（4.7），低温加热至激烈反应停止后,加人15 mL磷酸(4.6)及0.5 g高锰酸钾(4.1)，再加入硝酸5 mL(4.4)、氢氟酸5滴～6滴(4.5)，继续加热至液面平静，刚冒细微白烟时立即取下，稍冷。
		2. 沿锥形瓶内壁加入水15 mL，摇匀，待试液冷却至室温，加入盐酸（4.3）10 mL，立即进行蒸馏，用盛有25 mL水的比色管作接收器，蒸馏速度控制在1.0 mL/min～1.5 mL/min。当比色管内的吸收液体积达到50 mL时，停止蒸馏，取下比色管，以水冲洗前端蒸馏管，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中。

若锗的质量分数≤0.0080 %，按表1补加盐酸（4.3）。

若锗的质量分数＞0.0080 %，用水稀释至刻度，摇匀，根据锗的质量分数按表1分取试液于100 mL容量瓶中，并补加盐酸（4.3）。

* + 1. 加入0.20 g～0.30 g亚硫酸钠,加入CTMAB(4.8 )10 mL、苯芴酮（4.9）6 mL，用水稀释至刻度，摇匀，于20 ℃以上放置5 min～10 min，于分光光度计波长520 nm处，以水调零，用1 cm比色皿测定吸光度，减去试料空白溶液吸光度后，在工作曲线上查出锗的质量。
	1. 工作曲线的绘制
		1. 于一组100 mL容量瓶中，加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL锗标准溶液(4.11)，用水稀释至约40 mL，加入10 mL盐酸(4.3)，加0.20 g～0.30 g亚硫酸钠。
		2. 加入CTMAB （4.8）10 mL，苯芴酮（4.9）6 mL，用水稀释至刻度，摇匀，于20 ℃以上放置5 min～10 min，于波长520 nm处，以水调零，用1 cm比色皿测定吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以吸光度为纵坐标，锗的质量为横坐标，绘制工作曲线。
1. 分析结果的计算

锗~~含~~量以锗质量分数*w*Ge计，数值以%表示，按公式（1）计算。

$w\_{Ge}=\frac{m\_{1}∙V\_{0}×10^{-6}}{m\_{0}∙V\_{1}}×100$ …………………………………（1）

式中：

*wGe*——试样中锗的质量分数，单位为百分比（%）；

*m1*——自工作曲线上查得的锗的质量，单位为微克（μg）；

*m0*——试料的质量，单位为克（g）；

*V0*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后两位；小于0.10%时，表示到小数点后三位；小于0.010%时，表示到小数点后四位。

1. 精密度
	1. 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表2数据采用线性内插法求得：

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WGe*/% | 0.0010 | 0.0025 | 0.0050 | 0.020 | 0.2000 | 0.500 |
| r/% | 0.0003 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0061 | 0.013 |

* 1. 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表3数据采用线性内插法求得。

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WGe* /% | 0.0010 | 0.0025 | 0.0050 | 0.0200 | 0.20 | 0.50 |
|  *R*/% | 0.0004 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0010 | 0.009 | 0.015 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.9-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_