

ICS 77.120.99
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23523—2009

再生锗原料中锗的测定方法

Determination of germanium content in germanium renewable raw materials

2009-04-08 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、南京锗厂有限责任公司。

本标准参加起草单位：湖南怀化市洪江恒昌锗业有限公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司、深圳中金岭南韶关冶炼厂。

本标准主要起草人：包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟朝、孙燕、王坚。

再生锗原料中锗的测定方法

1 范围

本标准规定了再生锗原料中锗含量的测定方法。

本标准适用于再生锗原料中锗的测定。测定范围：1%~99%。

2 方法原理

试料以 FeCl_3 或 H_2O_2 氧化，盐酸蒸馏分离锗，在 3 mol/L 磷酸和 4.5 mol/L 盐酸介质中，以 0.35 mol/L 次亚磷酸钠把 Ge^{4+} 还原为 Ge^{2+} ，以淀粉溶液为指示剂，在 20 °C 以下，用碘酸钾标准溶液滴定。

3 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 碘化钾(KI)。
- 3.2 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。
- 3.3 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.4 次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.5 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.7 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 3.8 过氧化氢(30%)。
- 3.9 盐酸(1+1)。
- 3.10 碳酸氢钠饱和溶液。
- 3.11 淀粉溶液(5 g/L)。
- 3.12 碘酸钾标准溶液 I

称取 1.000 0 g 预先在 130 °C 下烘干至恒重的基准 KIO_3 于 400 mL 烧杯中。加入 20 g 碘化钾(3.1)、0.5 g 无水碳酸钠(3.2)、200 mL 水搅拌至完全溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，放置 24 h。浓度 $c(1/6 \text{KIO}_3)$ 为 0.028 04 mol/L。

3.13 碘酸钾标准溶液 II

称取 3.566 7 g 预先在 130 °C 下烘干至恒重的基准 KIO_3 于 400 mL 烧杯中，加入 40 g 碘化钾(3.1)、1.0 g 无水碳酸钠(3.2)、200 mL 水，搅拌至完全溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，放置 24 h，浓度 $c(1/6 \text{KIO}_3)$ 为 0.100 0 mol/L。

4 分析步骤

按图 1 所示准备好蒸馏系统，其中蒸馏瓶为 300 mL 锥形瓶 I，接收瓶为 500 mL 锥形瓶 II，内盛 50 mL 水和 7 g 次亚磷酸钠(3.4)，冷凝管为 200 mL 的蛇型玻璃冷凝管。

4.1 试样

样品经制备后过 0.125 mm(120 目)筛，并于 105 °C 烘干至恒重，同时测定其水分。

4.2 测定次数

独立地进行 3 次测定，取其平均值。