

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## Метод определения железа

Zinc concentrates.  
Method for determination of iron

ГОСТ  
14048.2—78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли железа от 3,5 до 20 %.

Метод основан на титровании ионов железа раствором трилона Б при pH 1,5—2 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 363—65.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Контроль правильности результатов анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб путем воспроизведения массовой доли определяемого компонента в стандартном образце.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенную массовую долю определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализе стандартного образца не должны превышать допускаемых.

Результаты анализа проб считаются правильными, если воспроизведенная массовая доля определяемого компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на значение  $0,71 D$ , где  $D$  — допускаемое расхождение между результатами анализов.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в концентрате после добавления аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Величину добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % массовой доли анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допускаемых.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между массовой долей определяемого компонента в пробе с добавкой ( $C_{п+д}$ ) и результатами анализа пробы ( $C_{п}$ ).

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от

введенной ее величины не более чем на  $0,71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ , где  $D_1$  и  $D_2$  — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой, соответственно.

Контроль правильности результатов анализа, полученных разными методами, осуществляют путем сравнения результатов анализа одних и тех же проб, полученных по стандартизированной методике и аттестованной по ГОСТ 8.010\* и имеющей погрешность, не превышающую погрешность стандартизированной методики.

Результаты анализа считаются правильными, если разность (по модулю) между результатом основного и контрольного методов не превышает величины  $0,71 \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ , где  $D_1$  и  $D_2$  — допускаемые расхождения между результатами анализов для основного и контрольного методов соответственно.

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак; при работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, сероводорода), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016.

Разд. 1а. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336;

цилиндры и колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1 и раствор  $c(\text{HCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>, который готовят следующим образом: 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты разбавляют водой до объема 1000 см<sup>3</sup>;

кислоту уксусную по ГОСТ 61;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, 5 %-ный раствор;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм<sup>3</sup>;

аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм<sup>3</sup>;

буферный раствор; готовят следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до получения pH 5,6—5,8 (на 1 дм<sup>3</sup> раствора требуется примерно 30 см<sup>3</sup> уксусной кислоты); pH раствора проверяют с помощью pH-метра;

ксиленоловый оранжевый, индикатор, 0,5 %-ный раствор;

цинк металлический гранулированный по НТД;

этилендиамин- N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты динатриевую соль, 2-водную (трилон Б), по ГОСТ 10652, 0,075 М раствор; готовят следующим образом: 27,9 г трилона Б растворяют в воде, фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают. Титр раствора по железу устанавливают следующим образом: навеску цинка массой 0,1500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют в теплом месте на 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 8 г сернокислого аммония, приливают 2—3 капли раствора индикатора, ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

аммиака до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют цинк раствором 0,075 моль/дм<sup>3</sup> трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

Титр раствора трилона Б ( $T$ ), выраженный в граммах железа, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,8543}{V},$$

где  $m$  — масса навески цинка, г;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,5—1 г фтористого аммония и растворяют при слабом нагревании в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и продолжают нагревание до полного разложения навески и уменьшения объема раствора до 3—5 см<sup>3</sup>. К раствору приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до обильного выделения паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 70—80 см<sup>3</sup> воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до 60—70 °С, прибавляют около 1 г хлористого аммония, затем аммиак до выпадения гидроксида железа и дают еще 10 см<sup>3</sup> избытка. Подогревают до температуры, близкой к кипению, осадок при этом коагулирует. Фильтруют через неплотный фильтр и промывают 7—8 раз раствором хлористого аммония, нагретого до 70—80 °С. Осадок гидроксида железа смывают горячей водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксида, а фильтр промывают в эту же колбу горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции промывных вод на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием).

Раствор разбавляют горячей водой до 100—150 см<sup>3</sup> и осторожно приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, только до растворения осадка гидроксида. К раствору прибавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, до начала выпадения осадка гидроксида, затем 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>. Нагревают раствор до 70—80 °С, прибавляют 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1,2).

### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $T$  — титр раствора трилона Б по железу, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

| Массовая доля железа, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|-------------------------|---|--|
| От 3,00 до 6,00 включ.  | 0,15  | 0,25   |
| Св. 6,00 » 10,00 »      | 0,25  | 0,30   |
| » 10,00 » 15,00 »       | 0,30  | 0,35   |
| » 15,00 » 20,00 »       | 0,35  | 0,40   |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева, В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.78 № 2584

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 14048.2—68

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 8.010—90                           | 1.2                     |
| ГОСТ 12.1.005—88                        | 1а.1                    |
| ГОСТ 12.1.016—79                        | 1а.1                    |
| ГОСТ 61—75                              | 2.1                     |
| ГОСТ 1770—74                            | 2.1                     |
| ГОСТ 3117—78                            | 2.1                     |
| ГОСТ 3118—77                            | 2.1                     |
| ГОСТ 3760—79                            | 2.1                     |
| ГОСТ 3769—78                            | 2.1                     |
| ГОСТ 3773—72                            | 2.1                     |
| ГОСТ 4204—77                            | 2.1                     |
| ГОСТ 4461—77                            | 2.1                     |
| ГОСТ 4478—78                            | 2.1                     |
| ГОСТ 4518—75                            | 2.1                     |
| ГОСТ 10652—73                           | 2.1                     |
| ГОСТ 25363—82                           | 1а.1                    |
| ГОСТ 27067—86                           | 2.1                     |
| ГОСТ 27329—87                           | 1.1                     |

## 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1984 г., январе 1991 г. (ИУС 8—84, 6—91)

Редактор *В.Н. Копысов*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *Н.Л. Шнайдер*  
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Слано в набор 22.03.99. Подписано в печать 14.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.  
Тираж 124 экз. С 2575. Зак. 353.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6  
Плр № 080102