

# КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, ЦИНКА И КАДМИЯ

Издание официальное

БЗ 11—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Н. Семавни, Э.Н. Гадзалов, Э.Б. Маковская, В.Г. Соколова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.04.80 № 1981

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 15934.2—70

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.1	ГОСТ 4217—77	3.1
ГОСТ 244—76	2.1	ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 1467—93	2.1	ГОСТ 4463—76	3.1
ГОСТ 2082.0—81	1.2	ГОСТ 4518—75	2.1, 3.1
ГОСТ 3117—78	3.1	ГОСТ 4658—73	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 3640—94	2.1, 3.1	ГОСТ 11293—89	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1, 3.1	ГОСТ 26100—84	1.2
ГОСТ 3769—78	3.1	ГОСТ 27067—86	3.1
ГОСТ 3778—77	2.1, 3.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1		

## 5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 16.04.91 № 507

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., апреле 1991 г. (ИУС 7—85, 7—91)

Редактор *В.Н. Копысов*  
 Технический редактор *В.И. Прусакова*  
 Корректор *Р.А. Ментова*  
 Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.04.99. Подписано в печать 28.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,80.  
 Тираж 116 экз. С2915. Зак. 462.

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

## КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Методы определения свинца, цинка и кадмия

ГОСТ  
15934.2—80

Copper concentrates.

Methods for determination of lead, zinc and cadmium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает полярографический метод определения массовой доли свинца, цинка от 0,01 до 3 % каждого, кадмия от 0,04 до 0,3 % и комплексонометрический метод определения массовой доли свинца, цинка от 3 до 12 % каждого.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0 и ГОСТ 26100.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СВИНЦА, ЦИНКА И КАДМИЯ

Метод основан на полярографическом определении свинца на фоне 2,4 М раствора соляной кислоты, цинка и кадмия — 1 М хлоридно-аммиачном фоне. Медь, мешающую определению, отделяют тиосульфатом натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф с наложением постоянного напряжения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1, 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:19.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, свежеприготовленные 0,25 и 1 %-ные растворы: 0,25 и 1,0 г желатина помещают в стаканы вместимостью по 250 см<sup>3</sup>, прибавляют по 30—40 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 1 ч, периодически помешивая смесь стеклянной палочкой. Затем стаканы с содержимым помещают в горячую воду и при перемешивании нагревают до растворения желатина. Растворы охлаждают, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и вновь перемешивают.

Железо восстановленное.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640.

Свинец не ниже марки СО по ГОСТ 3778.

Кадмий марки КД00 или КД0 по ГОСТ 1467.

Натрий сернистокислый 7-водный, насыщенный раствор.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980  
© ИПК Издательство стандартов, 1999  
Переиздание с Изменениями

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1 и 1:3.

Натрий сернистоокислый.

Натрий серноватистоокислый тиосульфат натрия по ГОСТ 244, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор 1:10.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиачно-хлоридный фон: в колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 50 г хлористого аммония и 50 г сернистоокислого натрия, приливают 200 см<sup>3</sup> аммиака, 100 см<sup>3</sup> раствора желатина концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают. Хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой. Срок хранения 10—15 сут.

Стандартные растворы свинца:

раствор А: 1,000 г свинца растворяют в 25 см<sup>3</sup> разбавленной 1:3 азотной кислоты, раствор выпаривают до 2—3 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. После охлаждения выпаривание повторяют еще раз с 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем к остатку приливают 200—300 см<sup>3</sup> 3 н. раствора соляной кислоты и, если образовался осадок, смесь нагревают до растворения осадка. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки 3 н. раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг свинца;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки 3 н. раствором соляной кислоты и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

Стандартные растворы цинка:

раствор А: 1,000 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10—20 см<sup>3</sup> воды, соляную кислоту порциями по 4—5 см<sup>3</sup> до полного растворения металла и затем еще 40 см<sup>3</sup>. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг цинка;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Стандартные растворы кадмия:

раствор А: 1,000 г кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и приливают 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до 2—3 см<sup>3</sup>. Выпаривание повторяют еще два раза с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. После охлаждения приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают содержимое колбы до растворения солей, затем приливают еще 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг кадмия;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки разбавленной 1:19 соляной кислотой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг кадмия.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.2; 2.2.1. **(Исключены, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Определение массовой доли цинка и кадмия*

Навеску медного концентрата массой 0,25—2 г в зависимости от массовой доли цинка и кадмия помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, приливают 30—35 см<sup>3</sup> соляной кислоты, добавляют 0,2—1 г фтористого аммония и выпаривают раствор до влажного остатка. Затем приливают 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. К остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривание повторяют. Эту операцию проводят еще один раз, выпаривая досуха.

К сухому остатку добавляют 10—15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:1 и упаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают и приливают 40—50 см<sup>3</sup> воды, кипятят до растворения сульфатов. Затем приливают еще 100 см<sup>3</sup> воды и из горячего раствора осаждают медь 20—25 см<sup>3</sup> горячего раствора тиосульфата натрия. Кипятят до полной коагуляции осадка и затем фильтруют через простой бумажный фильтр, промывая его 10—12 раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают.

К фильтрату добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода и кипятят до удаления сернистого газа, затем раствор выпаривают досуха. Охлаждают, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), помещают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, куда предварительно налито 20 см<sup>3</sup> аммиака, разбавляют фоном до метки и перемешивают.

Наливают в электролизер 15—20 см<sup>3</sup> анализируемого раствора и полярографируют цинк в интервале потенциалов от минус 1,1 до минус 1,6 В, кадмий — от минус 0,5 до 1,0 В по отношению к ртутному аноду.

В этих же условиях полярографируют растворы сравнения цинка и кадмия. Для этого в ряд мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают по 20 см<sup>3</sup> аммиака, 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и пипеткой отмеривают 2,4 и 8 см<sup>3</sup> стандартного раствора А цинка или кадмия и 1, 2, 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б цинка или кадмия. Охлаждают, разбавляют фоном до метки и перемешивают. Полярографируют как описано выше.

#### 2.3.2. Определение массовой доли свинца

Навеску медного концентрата 0,5—1 г помещают в стакан или колбу вместимостью 200—300 см<sup>3</sup>, смачивают водой, прибавляют 0,2—0,5 г фтористого аммония, приливают 10—15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до кипения, закрыв стакан покровным стеклом. Затем стекло снимают, обмывают его небольшим количеством воды и приливают в стакан 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, выпаривают до влажного остатка. К остатку приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до влажного состояния. Прибавляют вновь 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривание повторяют.

К влажному остатку приливают 25—30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:3), кипятят 2—3 мин, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки раствором соляной кислоты (1:3) и перемешивают.

Дают осесть нерастворившемуся остатку и переносят 20—25 см<sup>3</sup> раствора в сухой стакан. Добавляют 0,5 г порошка восстановленного железа, перемешивают и оставляют стоять до полного обесцвечивания раствора восстановления трехвалентного железа.

Раствор после обесцвечивания фильтруют через плотный фильтр и собирают фильтрат в сухой стакан, отбрасывая его первые порции. Избыток железного порошка можно не фильтровать, а задерживать в стакане магнитом, прикасаясь им к внешней стороне стакана.

К фильтрату в стакане прибавляют 5—6 капель раствора желатина, перемешивают и полярографируют в электролизере с выносным анодом в интервале потенциалов от минус 0,2 до минус 0,7 В.

Одновременно полярографируют растворы сравнения свинца. Для этого в ряд мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 2,4 и 8 см<sup>3</sup> стандартного раствора А свинца и 1, 2, 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б свинца, приливают 25—50 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, разбавляют водой до метки и перемешивают. Далее поступают как описано в п. 2.3.2.

2.3—2.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3—2.3.6. (Исключены, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю цинка, свинца или кадмия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где  $H$  — высота волны, полученная при полярографировании испытуемого раствора, мм;

$V$  — объем мерной колбы, в которую помещен испытуемый раствор перед удалением кислорода, см<sup>3</sup>;

$K$  — средняя величина отношений высот волн, полученных при полярографировании растворов сравнения, к концентрациям этих же растворов,  $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$ ;

$m$  — масса навески концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений сходимости ( $d_n$ ) и воспроизводимости ( $D$ ), приведенных в табл. 1—3.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ( $d_p$ )	анализов ( $D$ )
От 0,010 до 0,040 включ.	0,018	0,021
Св. 0,040 * 0,080 *	0,024	0,028
* 0,080 * 0,100 *	0,030	0,035
* 0,100 * 0,200 *	0,036	0,042
* 0,200 * 0,400 *	0,048	0,056
* 0,40 * 0,80 *	0,06	0,07
* 0,80 * 1,00 *	0,12	0,14
* 1,00 * 3,00 *	0,17	0,20
* 3,00 * 6,00 *	0,19	0,22
* 6,00 * 10,00 *	0,24	0,28
* 10,00 * 15,00 *	0,29	0,34

Таблица 2

Массовая доля цинка, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ( $d_p$ )	анализов ( $D$ )
От 0,010 до 0,040 включ.	0,018	0,021
Св. 0,040 * 0,080 *	0,024	0,028
* 0,080 * 0,100 *	0,030	0,035
* 0,100 * 0,200 *	0,036	0,042
* 0,200 * 0,400 *	0,048	0,056
* 0,40 * 0,80 *	0,06	0,07
* 0,80 * 1,00 *	0,10	0,11
* 1,00 * 2,00 *	0,14	0,17
* 2,00 * 3,00 *	0,19	0,22
* 3,00 * 4,00 *	0,21	0,25
* 4,00 * 5,00 *	0,24	0,28
* 5,00 * 6,00 *	0,26	0,31
* 6,00 * 7,00 *	0,30	0,35
* 7,00 * 9,00 *	0,33	0,41
* 9,00 * 12,00 *	0,36	0,42

Таблица 3

Массовая доля кадмия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ( $d_p$ )	анализов ( $D$ )
От 0,040 до 0,100 включ.	0,012	0,014
Св. 0,100 * 0,300 *	0,024	0,028

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 27329 не реже одного раза в квартал.

Результаты анализа проб считаются правильными, если при использовании стандартного образца воспроизведенная массовая доля данного компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на  $0,71D$  (табл. 1—3).

2.4.2, 2.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА И ЦИНКА

Метод основан на титровании раствором трилона Б ионов свинца и цинка в ацетатно-буферной среде с индикатором кислородным оранжевым после связывания мешающих определению элементов с комплексообразователями.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, 1:9 и 1:99.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>, подкисленный уксусной кислотой до рН 5,4—5,9.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний сернистый по ГОСТ 3769.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518 и раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27067, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Ксиленоловый оранжевый индикатор; смесь с азотнокислым калием (смешивают ксиленоловый оранжевый с азотнокислым калием в соотношении 1:100) или 0,5 %-ный раствор (срок хранения 1 месяц).

Буферный раствор: 125 см<sup>3</sup> уксусной кислоты смешивают со 135 см<sup>3</sup> аммиака, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают (рН раствора 5,6—5,8; проверяют с помощью рН-метра).

Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N'N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; 0,0125 и 0,025 М растворы: 4,652 и 9,305 г трилона Б соответственно растворяют в 200—250 см<sup>3</sup> воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и отфильтровывают.

Триэаноламин, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Свинец не ниже марки С-1 по ГОСТ 3778.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640.

Стандартный раствор свинца: 2,500 г свинца помещают в коническую колбу, прибавляют 50 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 азотной кислоты и нагревают до растворения. Раствор охлаждают, разбавляют водой примерно до 100 см<sup>3</sup> и кипятят 10—15 мин для удаления окиси азота. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 г свинца.

Стандартный раствор цинка: 1,000 г цинка растворяют в 25 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты при нагревании. Раствор выпаривают до 3—5 см<sup>3</sup>, прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 г цинка.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

**3.2. (Исключен, Изм. № 1).**

**3.3. Проведение анализа**

3.3.1. Навеску медного концентрата массой 1,00 г (при массовой доле свинца, цинка до 6 %) или 0,50 г (при массовой доле свинца, цинка свыше 6 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 15—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и нагревают раствор в течение 15—20 мин. Затем раствор выпаривают до объема 5—7 см<sup>3</sup>, охлаждают, добавляют 10—15 см<sup>3</sup> азотной кислоты и продолжают нагревание до прекращения выделения окиси азота. Снова охлаждают, приливают 10—20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты (если остаток темного цвета, добавляют 1—2 капли азотной кислоты и продолжают нагревание до обесцвечивания остатка, при необходимости операцию повторяют). Охлаждают, приливают 5—10 см<sup>3</sup> воды и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты. После охлаждения добавляют 60—100 см<sup>3</sup> и кипятят 5—10 мин.

Колбу помещают в ванночку под проточную воду и охлаждают в течение 2 ч. Осадок фильтруют на тампон из фильтробумажной массы и промывают серной кислотой (1:99) до отрицательной реакции промывных вод на ион железа с раствором роданистого аммония и затем еще два раза водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и выпаривают при нагревании до объема 50 см<sup>3</sup>. Сохраняют для определения цинка.

3.3.2. Для определения свинца осадок вместе с тампоном переносят в колбу, в которой проводилось осаждение. Воронку промывают 30—35 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, собирая раствор в ту же колбу. Содержимое колбы нагревают до температуры, близкой к кипению, и оставляют на 15—20 мин, время от времени перемешивая. Раствор охлаждают, в случае слабо желтой окраски прибавляют 2—3 см<sup>3</sup> триэаноламина, разбавляют водой до 150—200 см<sup>3</sup> и добавляют 20—50 мг или 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого. Цвет раствора должен быть бледно-

фиолетовым. Если раствор окрашен в розовый цвет, добавляют по каплям разбавленный 1:1 аммиак до появления фиолетовой окраски и титруют раствором трилона Б до перехода окраски в желтый цвет.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.3.4. Фильтрат, полученный по п. 3.3.1, переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют небольшими порциями аммиак до начала появления осадка гидроокисей, затем 2—3 капли соляной кислоты (1:1), 20 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия и 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, 20—50 мг индикатора или 2—3 капли его раствора и титруют цинк трилоном Б до перехода окраски из фиолетовой в желтую.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.5. *Установка титра 0,0125 и 0,025 М растворов трилона Б*

3.3.5.1. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.3.5.2. Навеску цинка массой 0,020 или 0,030 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют на теплом месте 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 8 г сернистого аммония, 1—2 г фтористого аммония, приливают 2—3 капли ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 аммиаком до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют цинк соответственно 0,0125 или 0,025 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

Титр раствора трилона Б, выраженный в граммах цинка ( $T_1$ ) или свинца ( $T_2$ ), вычисляют по формулам:

$$T_1 = \frac{m}{V},$$

$$T_2 = \frac{m \cdot 3,1692}{V},$$

где  $m$  — масса навески цинка, г;

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

3,1692 — коэффициент пересчета цинка на свинец.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю свинца или цинка ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m}$$

где  $T$  — титр раствора трилона Б по свинцу или цинку;

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

$m$  — масса навески концентрата, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений и анализов — по п. 2.4.2.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по п. 2.4.3.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**