

**КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ**

Метод определения железа

Copper concentrates.  
Method for determination of iron**ГОСТ****15934.5-80\***Взамен  
ГОСТ 15934.5-70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985г. Постановлением Госстандарта № 1073 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли железа от 1 до 32 %.

Метод основан на предварительном выделении железа в виде гидроокиси и последующем определении железа титрованием раствором двухромовокислого калия либо раствором трилона Б. Перед титрованием двухромовокислым калием железо (III) восстанавливают до железа (II) двухлористым оловом.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по СТ СЭВ 314-76.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0-81 и ГОСТ 26100-84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1  
утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85  
(ИУС 7-85)

20



## 3. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:19, 1:100 и 1 н. раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 150 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий кремнекислый мета 9-водный по ГОСТ 4239—77.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор: 40 г соли помещают в стакан, добавляют 40—50 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты и нагревают до полного растворения, затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки разбавленной 1:1 соляной кислотой и перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота кремнемолибденовая, раствор: 0,170 г кремнекислого натрия растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды, приливают раствор гидроксида натрия до полного растворения соли и прозрачный раствор вливают в другой раствор, содержащий 0,44 г молибденовокислого аммония в 15 см<sup>3</sup> воды. Полученный раствор разбавляют водой до 25 см<sup>3</sup> и прибавляют 1,2 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты. Раствор пригоден 3—4 дня.

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

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, 0,05 н. раствор: 2,4516 г соли, перекристаллизованной и высушенной при 150—160 °С, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Титр 0,05 н. раствора двуххромовокислого калия, выраженный в граммах железа, равен 0,002792 г.

Кислота фенилантраниловая, раствор: 0,1 г безводного углекислого натрия растворяют в 30 см<sup>3</sup> теплой воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и после ее растворения разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

Промывная жидкость: 1 г хлористого аммония помещают в колбу, прибавляют 50 см<sup>3</sup> аммиака, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой и хорошо перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор: 18,61 г трилона Б растворяют в воде, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают и отфильтровывают.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

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).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску медного концентрата массой 0,2—1 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают в течение 15 мин и выпаривают до объема 5—7 см<sup>3</sup>. К охлажденному раствору приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем раствор охлаждают, прибавляют 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают 5—7 см<sup>3</sup> воды и снова нагревают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 50 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до кипения.

Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 3—4 раза горячей разбавленной 1:100 соляной кислотой, а затем горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в колбу вместимостью 400 см<sup>3</sup>. Фильтрат сохраняют.

Если нерастворимый остаток имеет темный цвет, фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют, а затем прокаливают в муфельной электропечи в течение 10—15 мин при 800—850°C. Тигель охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> плавиковой кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают до суха. К остатку в тигле прибавляют 1—2 г пирокислого калия, сплавляют при 700—800°C. Плав растворяют в 15—20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:19 соляной кислоты, присоединяют раствор к фильтрату и разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>. Затем приливают 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода и кипятят до полного разрушения перекиси.

После этого раствор охлаждают до 60—70°C и приливают аммиак до выпадения гидроксида и еще 10 см<sup>3</sup>. Раствор с осадком оставляют на теплой бане до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 5—7 раз горячим раствором промывной жидкости и затем 1—2 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты, собирая фильтрат в ту же колбу. Фильтр промывают 3—5 раз разбавленной 1:100 соляной кислотой и 2—3 раза горячей водой.

Объем раствора вместе с промывными водами при бихроматном титровании железа должен быть 40—50 см<sup>3</sup>, а при титровании раствором трилона Б—70—80 см<sup>3</sup>.

3.2. При бихроматном титровании анализируемый раствор нагревают до кипения и в горячий раствор осторожно, по каплям, приливают раствор двухлористого олова до обесцвечивания раствора и затем еще 1—2 капли. Затем к раствору прибавляют 0,1—0,2 г двууглекислого натрия, приливают две капли раствора кремнемолибденовой кислоты и в горячий раствор по каплям приливают раствор двухромовокислого калия до перехода окраски из синей в слабо-зеленую (это количество раствора двухромовокислого калия в расчет не принимают).

После этого раствор охлаждают в проточной воде, приливают 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup>, приливают четыре капли раствора фенилантрапиловой кислоты и титруют раствором двухромовокислого калия до появления не исчезающего окрашивания раствора, добавляя перед концом титрования еще четыре капли раствора фенилантрапиловой кислоты.

3.3. При титровании раствором трилона Б к анализируемому раствору приливают 1,0—1,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в оранжевую, затем приливают 10 см<sup>3</sup> 1 н. раствора соляной кислоты, нагревают раствор до 60—70°C и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую.

3.4. *Установка титра раствора трилона Б по окиси железа и цинку*

3.4.1. Навески окиси железа массой 0,100—0,200 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>. Затем прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Раствор выпаривают до 5—7 см<sup>3</sup>, снимают часовое стекло, охлаждают, приливают в колбу 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения оксидов азота. После этого раствор охлаждают, приливают 20 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 серной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты в течение 7—10 мин, снова охлаждают, обмывают стенки стакана 5—7 см<sup>3</sup> воды и нагревают до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в 100—

150 см<sup>3</sup> горячей воды, прибавляют аммиак до выделения гидроокиси и еще 10 см<sup>3</sup>, оставляют на водяной бане на 20—30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают три раза горячим раствором промывной жидкости. Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, собирая фильтрат в колбу, в которой проводилось осаждение.

Фильтр промывают 3—5 раз разбавленной 1:100 соляной кислотой. Объем раствора должен быть 70—80 см<sup>3</sup>. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.

3.4.2. Навеску цинка массой 0,050 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> разбавленной 1:1 соляной кислоты и оставляют на 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, 1—2 г фтористого аммония, приливают 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором аммиака до появления бледно-розовой окраски. Приливают 30—40 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют цинк 0,05 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

3.4.3. Титр раствора трилона Б ( $T$ ), выраженный в граммах железа, вычисляют по формулам:

$$T = \frac{m \cdot 0,6994}{V}$$

$$T = \frac{m_1 \cdot 0,8543}{V_1}$$

где  $m$  — масса навески окиси железа, г;

$m_1$  — масса навески цинка, г;

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

$V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, см<sup>3</sup>;

0,6994 — коэффициент пересчета окиси железа на железо;

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо.

#### 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 двуххромовокислого калия или трилона Б по железу;

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

$m$  — масса навески концентрата, г

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,1
Св. 2 » 4	0,2
» 4 » 8	0,25
» 8 » 16	0,3
» 16 » 32	0,5

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по стандартному образцу ГСО 2248—82 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).