



**Негосударственное частное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Технический университет УГМК»**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ДИСЦИПЛИНЕ  
МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ И АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ**

<b>Направление подготовки</b>	<b>22.03.02 Metallurgy</b>
<b>Профиль подготовки</b>	<b>Metallurgy of non-ferrous metals</b>
<b>Уровень высшего образования</b>	<b>Applied Bachelor's</b>

Рассмотрено на заседании кафедры Metallurgy  
Одобрено Методическим советом университета 30 июня 2021 г., протокол № 4

г. Верхняя Пышма  
2021

Задания и методические указания к выполнению лабораторных работ составлены в соответствии с рабочей программой дисциплины «Методы контроля и анализа веществ».

Код направления и уровня подготовки	Название направления	Реквизиты приказа Министерства образования и науки Российской Федерации об утверждении и вводе в действие ФГОС ВО	
		Дата	Номер приказа
22.03.02	Металлургия	04.12.2015	1427
Автор – разработчик	Федоровых Н.В.		
Эксперт	Скопов Геннадий Вениаминович, главный специалист Управления стратегического планирования ООО «УГМК-Холдинг», д-р техн. наук, ст.науч.сотр.		
Заведующий кафедрой «Металлургия»	Мастюгин Сергей Аркадьевич, д-р техн. наук, доц.		
Продолжительность модуля/дисциплины:	108 часов (3 ЗЕ)		
Место проведения	Мобильная учебная аудитория (424), Лаборатория химических и физико-химических методов анализа (54/1)		
Цель модуля/дисциплины:	<ul style="list-style-type: none"> <li>– расширение и углубление знаний о химических свойствах элементов и их соединений, входящих в состав сырья, промежуточных и конечных продуктов металлургического производства;</li> <li>– ознакомление с основными методами аналитического контроля материалов металлургического производства и их рациональному выбору на основе аналитических и метрологических характеристик в зависимости от цели контроля, технических требований, экономической целесообразности.</li> </ul>		

Лабораторный практикум включает в себя 6 лабораторных работ (очная форма обучения) и 1 лабораторную работу (заочная форма обучения) по основным разделам курса и направлен на углубленное изучение теоретического материала и на приобретение умения, навыков и опыта проведения эксперимента, анализа и обработки его результатов.

При подготовке к выполнению лабораторных работ используются методические указания, в которых описаны методы исследования, условия проведения опытов и сформулированы вопросы и задания к лабораторным работам. С целью оценки уровня освоения материала по каждой лабораторной работе составляется отчет, на основании которого проводится защита лабораторной работы.

***Лабораторные работы для очной формы обучения***

Код раздела, темы	Номер работы	Наименование работы	Время на выполнение работы (час.)
P5	1	Определение содержания меди в медных концентратах и сплавах	4
P5	2	Определение содержания олова в меди	4
P5	3	Определение содержания цинка в медных концентратах и сплавах	4
P5	4	Определение содержания никеля в сплавах и солях никеля	4
P5	5	Определение содержания кремния в бокситах и ильменитовых концентратах	4
P5	6	Определение содержания железа в сплавах и рудах	6
<b>Всего:</b>			<b>26</b>

***Лабораторные работы для заочной формы обучения***

Код раздела, темы	Номер работы	Наименование работы	Время на выполнение работы (час.)
P5	1	Определение содержания меди в медных концентратах и сплавах	4
<b>Всего:</b>			<b>4</b>

## Лабораторная работа №1

**Тема работы** «Определение содержания меди в медных концентратах и сплавах»

**Цель работы:** изучить методы определения содержания меди

### **Опыт 1. Электрогравиметрическое определение меди в медных концентратах**

**Принцип метода.** Определение основано на выделении меди электролизом при содержании серебра в концентратах не более 500 г/т. Мешающие определению меди, железо и алюминий предварительно отделяют, осаждая их аммиаком в виде гидроксидов. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании меди 20—40%.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ , предварительно прокипяченная и охлажденная; 2) кислота серная,  $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1, 5:95, 1:99; 3) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ; 4) аммиак,  $\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$  и разбавленный 1:99, 5) пероксид водорода; 6) мочевины; 7) спирт этиловый (гидролизный) ректифицированный.

**Выполнение определения.** Навеску медного концентрата 1 г (при содержании меди до 20%) или 0,5 г (при содержании меди свыше 20%) помещают в колбу вместимостью 250 мл, смачивают водой, приливают 15 мл соляной кислоты и нагревают в течение 15—20 мин. Затем к раствору приливают 20 мл азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над колбой и выпаривают раствор до состояния влажных солей. Далее приливают 10 мл разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. При наличии в остатке от выпаривания темных включений приливают азотную кислоту порциями по 1 мл до обесцвечивания остатка и снова выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают к нему 5 мл воды, обмывая стенки колбы, и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. К охлажденному остатку приливают 50 мл воды, раствор кипятят 3—5 мин и отфильтровывают остаток на плотный фильтр. Колбу и фильтр промывают 7—8 раз разбавленной 1:99 серной кислотой.

Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 мл, нагревают до 70 °С и приливают аммиак до полного выпадения гидроксидов, а после проверки полноты осаждения добавляют 2—3 мл в избыток. Раствор с осадком оставляют на 30 мин при 70—90 °С. Затем осадок отфильтровывают на фильтре средней плотности. Фильтр с осадком промывают 3—4 раза горячим разбавленным 1:99 аммиаком.

Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в стакан, в котором проводилось осаждение, прибавляют 30 мл разбавленной 5:95 серной кислоты, 10 мл пероксида водорода и нагревают до полного растворения осадка.

В полученном растворе осаждение аммиаком проводят еще два раза, как указано выше.

Все фильтраты и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400 мл и выпаривают до 200 мл. Затем нейтрализуют раствор азотной кислотой и добавляют 8 мл в избыток.

Предварительно взвешенный катод укрепляют в держателе установки, затем погружают его в раствор так, чтобы верхний край электрода находился на 5 мм выше поверхности раствора, и подвергают раствор электролизу (не перемешивая) при силе тока 2—2,5 А и напряжении 2,2—2,5 В. Во время электролиза стакан должен быть накрыт двумя половинками часового стекла с полукруглыми выемками.

После обесцвечивания раствора прибавляют 0,1—0,2 г мочевины и включают мешалку. Через 20 мин раствор доливают водой до полного погружения электрода, обмывая стекла и стенки стакана. Если через 20 мин на вновь покрытой раствором поверхности катода не появится медь, электролиз считают законченным.

Катод освобождают от электролита, промывают над стаканом водой и отключают ток. Далее катод снимают, промывают погружением в спирт, высушивают при 100—105 °С в течение 5 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Содержание меди в пробе рассчитывают по указанной методике: 1. Искомое вещество определяют в той же форме, в которой оно находится в

пробе. Например, при расчете содержания меди ( $x$  %) в медных концентратах на основании данных электрогравиметрического анализа применяют формулу  $x = (g - g_1) \times 100 / G_k$ , в которой  $g$  — масса катода с выделившейся медью, г;  $g_1$  — масса катода, г;  $G_k$  — навеска концентрата, г.

2. Искомое вещество определяют не в той форме, в которой оно находится в пробе. Например, при определении содержания никеля в сплавах на медной основе диметилглиоксимом его содержание ( $x$  %) вычисляют по формуле  $x = A \times 0,2032 \times 100 / G_0$ , в которой  $A$  — масса просушенного осадка диметилглиоксимата никеля, г; 0,2032 — коэффициент пересчета диметилглиоксимата никеля на никель;  $G_0$  — навеска образца, г.

### **Опыт №2. Иодометрическое определение меди в цинковых сплавах, не содержащих олова**

**Принцип метода.** Определение основано на реакции восстановления меди (II) иодидом калия до меди (I). Выделившийся по реакции элементный иод титруют раствором тиосульфата натрия. Предварительно медь осаждают тиосульфатом натрия. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании меди 5—20%.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота азотная,  $\rho = 1,40$  г/см<sup>3</sup>; 2) кислота серная,  $\rho = 1,84$  г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:1; 3) иодид калия; 4) крахмал растворимый, раствор 5 г/л; 5) карбонат натрия кристаллический; 6) тиосульфат натрия, растворы 500 г/л; 0,1 н. титрованный, установленный по дихромату калия.

**Выполнение определения.** Навеску образца 0,2 г помещают в стакан вместимостью 500 мл, прибавляют 5 мл азотной кислоты, 5 мл разбавленной серной кислоты и растворяют при нагревании. Обмывают стенки стакана водой и выпаривают до появления паров серной кислоты. Последнюю операцию повторяют дважды. Охлаждают, соли растворяют в воде и разбавляют водой до объема 200 мл. Нагревают раствор до кипения, прибавляют 60—80 мл раствора тиосульфата натрия (500 г/л) и кипятят до просветления раствора. Фильтруют на быстросфильтрующем фильтре и промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, подсушивают и прокалывают при температуре 500 °С, остаток в тигле растворяют в 5 мл азотной кислоты, прибавляют 5 мл разбавленной серной кислоты и дважды выпаривают до паров серной кислоты.

Раствор переносят из тигля в коническую колбу вместимостью 500 мл, прибавляют воды до объема 200 мл, 5 г иодида калия, выдерживают в темном месте в течение 3—5 мин и титруют выделившийся иод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Прибавляют 3—5 мл свежеприготовленного раствора крахмала (5 г/л) и медленно при перемешивании титруют до исчезновения синей окраски крахмала. 1 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия соответствует 6,354 мг меди.

### **Опыт №3. Комплексометрическое определение меди в латунях**

**Принцип метода.** Прямое титрование меди комплексом III проводят при pH 10 в присутствии ПАР в качестве индикатора. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании меди — 60%.

**Реактивы и растворы.** 1) Аммиак,  $\rho = 0,91$  г/см<sup>3</sup>; 2) буферный ацетатный раствор, pH 5; 3) буферный аммонийно-аммиачный раствор, pH 9,5—10; 4) комплексон III, 0,05 М раствор; 5) кислота азотная,  $\rho = 1,40$  г/см<sup>3</sup>; 6) кислота соляная,  $\rho = 1,19$  г/см<sup>3</sup>; 7) кислота уксусная,  $\rho = 1,04$  г/см<sup>3</sup>; 8) метиленовый голубой, 0,05%-ный раствор; 9) ПАР 0,1%-ный спиртовой раствор; 10) персульфат аммония, 10%-ный раствор; 11) тиосульфат натрия, 1%-ный раствор; 12) смесь азотной и соляной кислот (1:3).

**Выполнение определения.** Навеску латуни 0,1 г растворяют в смеси кислот. Раствор упаривают до удаления оксидов азота, разбавляют водой, нейтрализуют аммиаком до начала образования осадка, который растворяют в уксусной кислоте. Затем прибавляют буферный раствор pH

5,10 мл раствора тиосульфата натрия. Полученный раствор разбавляют водой до 70—80 мл, нагревают до 70—75°C, вводят 1 мл раствора ПАР, 0,5 мл раствора метиленового голубого.

Титрование производят раствором комплексона III до перехода синевато-красной окраски в желто-зеленую (таким образом определяют содержание цинка). Затем вводят аммиачный буферный раствор pH 10,5 мл раствора персульфата аммония и тем же раствором комплексона III титруют медь до перехода голубой окраски раствора в желтоватую.

#### ***Опыт №4. Комплексонометрическое определение меди в бронзах***

**Принцип метода.** Прямое титрование меди комплексом III проводят при pH 4 в присутствии индикатора тет-ра. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании меди ~ 90%.

**Реактивы и растворы.** 1) Буферный ацетатно-аммиачный раствор, pH 4; 2) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ , разбавленная 1:1; 3) комплексом III, 0,01 н. раствор; 4) фторид натрия; 5) тетра, 0,2%-ный раствор.

**Выполнение определения.** Навеску бронзы 0,2 г растворяют в 10 мл разбавленной азотной кислоты, раствор кипятят до удаления оксидов азота, затем переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем до метки водой. Аликвотную часть раствора 10—20 мл помещают в коническую колбу, прибавляют 10 мл буферного раствора pH 4, 0,5 фторида натрия (если присутствует Fe, Sn), 1—2 капли раствора индикатора и титруют раствором комплексона III до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую.

### ***Лабораторная работа №2***

**Тема работы** «Определение содержания олова в меди»

**Цель работы:** изучить методы определения содержания олова.

#### ***Опыт 1. Спектрофотометрическое определение олова в меди***

**Принцип метода.** Метод основан на измерении светопоглощения окрашенного в красный цвет соединения олова с фенолфталоном. Предварительно олово отделяют от мешающих элементов осаждением его совместно с гидроксидом железа (III); относительное стандартное отклонение результатов определения составляет 0,1 при содержании олова 0,01—0,05%.

**Реактивы и растворы.** 1) Бромная вода, насыщенный раствор; 2) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ; 3) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1; 4) кислота серная,  $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$ , разбавленная 1:1, 1:4, 1:9; 5) аммиак,  $\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$  и разбавленный 1:1, 1:50; 6) аммония нитрат; 7) кислота винная, 5%-ный раствор; 8) кислота аскорбиновая, 5%-ный раствор; 9) сульфат железа (III), 1%-ный раствор; 10) желатина, 0,5%-ный раствор; И) индикаторная бумага конго; 12) спирт этиловый; 13) фенолфталонон, 0,03%-ный спиртовой раствор (для его получения 0,03 г фенолфталонона растворяют при нагревании на водяной бане в 100 мл этилового спирта, содержащего 1 мл серной кислоты, разбавленной 1:1); 14) олово марки 01; 15) запасной раствор олова (для его получения 0,1 г измельченного олова растворяют в 10 мл серной кислоты при нагревании; после охлаждения приливают 180 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и вновь перемешивают); в 1 мл раствора содержится 0,1 мг олова; 16) рабочий раствор (для его получения 10 мл запасного раствора переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:9); в 1 мл раствора содержится 0,01 мг олова.

**Построение градуировочного графика.** В семь мерных колб вместимостью 25 мл прибавляют по 2 мл раствора сульфата железа (III), 0,3 мл раствора винной кислоты и затем последовательно 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мл рабочего раствора олова, нейтрализуют растворы аммиаком, раз-

бавленным 1:1 до щелочной реакции по бумаге конго, прибавляют 1,6 мл разбавленного 1:1 раствора серной кислоты, доливают водой до объема 15 мл. По каплям прибавляют бромную воду до тех пор, пока раствор не приобретет желтую окраску, и оставляют на 5 мин. Избыток брома удаляют прибавлением раствора аскорбиновой кислоты до обесцвечивания и в избыток еще 1 мл, раствор вновь оставляют на 5 мин. Затем прибавляют 2,5 мл раствора желатины, 5 мл раствора фенилфлуорона, доливают водой до метки и оставляют стоять на 30 мин. Измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 510 нм, используя подходящую кювету по отношению к раствору контрольного опыта, не содержащего олова. По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

**Выполнение определения.** Навеску меди 1 г помещают в стакан вместимостью 400 мл и растворяют в 15 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1. После окончания бурной реакции прибавляют 5 мл соляной кислоты. Раствор осторожно нагревают до полного растворения меди и удаления оксидов азота, затем доливают водой до 200 мл и прибавляют 2 мл раствора сульфата железа. Нагревают до температуры 60—70 °С, гидроксиды осаждают аммиаком, разбавленным 1:1, который прибавляют при перемешивании в таком количестве, чтобы вся медь перешла в комплексное соединение, и еще в избыток 1 мл. Раствор с осадком выдерживают на водяной бане в течение 10—15 мин, а затем фильтруют на фильтре средней плотности. Стакан дважды обмывают горячим раствором аммиака, разбавленного 1:1. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз этим же раствором аммиака. Осадок смывают в стакан, в котором производили осаждение гидроксидов, прибавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 150 мл и вновь осаждают гидроксиды. Осадок фильтруют на том же фильтре и промывают два раза горячим раствором аммиака, разбавленным в соотношении 1:50.

Осадок растворяют горячим раствором серной кислоты, разбавленной 1:4. В стакан прибавляют 5 мл серной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор осторожно выпаривают до появления паров серного ангидрида. В случае, если раствор имеет темную окраску, прибавляют несколько кристалликов соли нитрата аммония и затем снова выпаривают до обесцвечивания раствора. Остаток охлаждают, стакан ополаскивают 10 мл воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 мл и доливают до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:4. Отбирают аликвотную часть раствора 25—10 мл в стакан вместимостью 100 мл и снова выпаривают до появления белых паров  $SO_3$  (остаток должен быть влажным). Раствор охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1:1, по индикаторной бумаге конго и по каплям прибавляют раствор аммиака, разбавленный 1:1, до изменения окраски бумаги от синего до красного цвета. Затем в раствор прибавляют 1,6 мл серной кислоты, разбавленной 1:1 и далее поступают, как описано при построении градуировочного графика.

## **Опыт №2. Полярнографическое определение олова в меди**

**Принцип метода.** Метод основан на восстановлении олова из оксалатного комплекса на ртутном электроде в присутствии электролита, содержащего метиленовый голубой. Медь осаждается в виде оксалата и не мешает определению олова. Введение метиленового голубого повышает чувствительность определения олова вследствие адсорбции на ртутном электроде.

Применяется полярнограф с наложением переменного напряжения. Относительное стандартное отклонение результатов определения составляет 0,2—0,1 при содержаниях олова 0,003—0,05%.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота азотная,  $\rho=1,40$  г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1:1; 2) кислота серная,  $\rho=1,84$  г/см<sup>3</sup>, разбавленная 1:1 и 1:9; 3) кислота фтористоводородная,  $\rho=1,13$  г/см<sup>3</sup>, 1М раствор; 4) метиленовый голубой (МГ), 0,37%-ный водный раствор; 5) олово марки 01; 6) растворы олова (готовят так же, как указано в методике спектрофотометрического определения олова и меди); 7) щавелевая кислота, 1М раствор.

**Выполнение определения.** Навеску меди 0,5 г растворяют в 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 10 мл серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до выделения паров

серной кислоты, охлаждают, обмывают стенки стакана раствором серной кислоты, разбавленной 1:9, снова нагревают до выделения паров серной кислоты и обмывают стенки стакана серной кислотой, разбавленной 1:9. Раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты (не пересушивая), приливают 25 мл горячего раствора щавелевой кислоты. Раствор кипятят в течение 3—5 мин и оставляют на 20 мин для осаждения оксалата меди. Затем раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл раствором щавелевой кислоты. Прибавляют 1,5 мл раствора метиленового голубого, доливают до метки раствором щавелевой кислоты и перемешивают. Часть раствора декантируют на плотный фильтр и собирают в сосуд для пропускания азота, продувают азотом и полярографируют от  $-0,55$  В. Потенциал пика  $-0,9$  В (донная ртуть).

Расчет проводят методом добавок. Для этого отбирают часть рабочего раствора олова, выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты (не пересушивая). К остатку прибавляют часть анализируемого раствора, перемешивают и после отстаивания осадка раствор декантируют на плотный фильтр, продувают азотом и полярографируют, как описано выше.

### *Лабораторная работа №3*

**Тема работы «Определение содержания цинка в медных концентратах и сплавах»**

**Цель работы:** изучить методы определения содержания цинка.

#### **Опыт 1. Комплексометрическое определение цинка в медных концентратах**

**Принцип метода.** Определение основано на титровании цинка в ацетатной буферной среде рН 5,6—5,8 раствором комплексона III в присутствии в качестве индикатора ксиленолового оранжевого. Свинец отделяют в виде сульфата, другие мешающие элементы маскируют комплексообразующими веществами. Метод применим при содержании цинка более 3%. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01.

**Реактивы и растворы.** 1) Аммиак,  $\rho = 0,91$  г/см<sup>3</sup> и разбавленный 1:1; 2) роданид аммония, раствор 100 г/л; 3) фторид аммония, раствор 100 г/л; 4) бифторид аммония; 5) буферный раствор, рН 5,6—5,8 (125 мл уксусной кислоты смешивают со 135 мл аммиака, разбавляют водой до 1000 мл и перемешивают); 6) кислота азотная,  $\rho = 1,40$  г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:1; 7) кислота соляная,  $\rho = 1,19$  г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:1; 8) кислота серная,  $\rho = 1,84$  г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:1, 1:99; 9) ксиленоловый оранжевый (смешивают индикатор с нитратом калия 1:99); 10) комплексон III, 0,025 М раствор (для его приготовления 9,305 г комплексона III растворяют в 200—250 мл воды, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают); 11) тиосульфат натрия, раствор 200 г/л; 12) цинк металлический гранулированный; 13) раствор, содержащий в 1 мл 0,01 г цинка (для приготовления раствора 1,0000 г цинка растворяют в 25 мл соляной кислоты при нагревании; раствор выпаривают до 3—5 мл, затем прибавляют 25 мл воды, 20 мл соляной кислоты; полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают).

**Выполнение определения.** Навеску медного концентрата 0,5—1 г помещают в колбу вместимостью 250 мл, смачивают водой, приливают 10—20 мл соляной кислоты. Раствор нагревают в течение 15—20 мин, затем выпаривают до 5—7 мл, охлаждают, приливают 10—15 мл азотной кислоты и продолжают нагревание до прекращения выделения оксидов азота. После этого раствор вновь охлаждают, приливают 20 мл разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, обмывают стенки колбы водой в количестве 5—7 мл. Повторяют выпаривание раствора до появления паров серной кислоты. Остаток снова охлаждают, приливают к нему 100 мл воды и кипятят 15—20 мин.

Колбу с содержимым помещают в ванночку с проточной водой для охлаждения в течение 2 ч. Осадок отфильтровывают на тампоне из фильтробумажной массы и промывают разбавленной



1:99 серной кислотой до исчезновения реакции на железо с роданидом аммония, а затем два раза водой.

Фильтрат и промывание воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 мл для последующего определения цинка.

Аликвотную часть раствора, содержащую 20—30 мг цинка, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и разбавляют водой до 50—70 мл. К раствору прибавляют аммиак небольшими порциями до начала выпадения нерастворимого осадка гидроксидов, а затем прибавляют 20 мл раствора фторида аммония. Полученный раствор перемешивают до растворения осадка гидроксидов, прибавляют 1—2 г бифторида аммония, 20 мл раствора тиосульфата натрия, 15 мл буферного раствора, 0,1—0,2 г индикатора ксиленолового оранжевого. Затем цинк титруют раствором комплексона III до перехода фиолетовой окраски раствора в желтую.

Для установления титра 0,025 М раствора комплексона III, выраженного в граммах цинка, микробюреткой отмеривают в три колбы 2, 4, 6 мл раствора цинка, прибавляют аммиак небольшими порциями и далее проводят анализ, как описано при подготовке аликвотной части раствора цинка к анализу. 1 мл 0,025 М раствора комплексона III соответствует 1,6345 мг цинка.

### **Опыт 2. Ускоренное полярографическое определение цинка в сплавах на алюминиевой основе**

**Принцип метода.** Содержание цинка определяют на приборе переменного тока на фоне 1 М раствора хлорида алюминия без предварительного отделения основы. Медь в количестве до 40 мг определению не мешает. При больших количествах сопутствующего никеля из суммарной волны следует вычитать волну никеля. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,05 при содержании цинка 1—2%.

**Реактивы и растворы.** 1) Алюминий металлический (99,95% Al); 2) бром; 3) хлорид гидроксил-аммония, раствор 100 г/л; 4) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1; 5) растворы цинка, никеля, содержащие по 100 мкг/мл.

**Выполнение определения.** Намеку сплава 0,7 г растворяют в 20 мл разбавленной соляной кислоты. По окончании растворения добавляют две капли брома и выпаривают раствор до получения влажных солей, затем смывают стенки стакана водой и снова упаривают до влажных солей. Растворяют соли в 10—15 мл горячей воды, добавляют 2 мл раствора хлорида гидроксил-аммония и кипятят полученный раствор 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Волну цинка снимают от потенциала — 0,9 В. Расчет содержания цинка выполняют по градуировочному графику, построенному по добавкам раствора цинка к чистому алюминию или по стандартному образцу. Для введения поправки на содержание никеля к навеске чистого алюминия добавляют соответствующее количество раствора никеля, растворяют алюминий в 20 мл разбавленной соляной кислоты и производят определение, как описано выше.

### **Опыт 3. Атомно-абсорбционное определение цинка, кадмия, меди в сульфидных минералах**

**Принцип метода.** Определение основано на кислотном разложении образца и фотометрировании полученного раствора в воздушно-ацетиленовом пламени по резонансным линиям элементов. Метод применим при содержании цинка до 1—10-5%, марганца, железа, кобальта, никеля или хрома до 1—3%. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,1.

**Реагенты и растворы.** 1) Кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ; 2) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ ; 3) кислота винная, 20%-ный раствор; 4) растворы металлов. Для построения градуировочного графика применяют растворы, содержащие, мг/мл; кадмия 0,04; меди и хрома по 0,1; железа, марганца, никеля, кобальта по 0,2, цинка 0,01.

**Выполнение определения.** Навеску образца 0,1—0,5 г разлагают в 10 мл соляной кислоты, добавляют к раствору несколько капель азотной кислоты и упаривают его до небольшого объема. Затем добавляют к раствору 5 мл соляной кислоты и нагревают досуха. К сухому остатку добавляют 2 мл раствора винной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 или 100 мл, доливают до метки водой. Полученный раствор фотометрируют и определяют содержание элементов, используя метод градуировочного графика.

#### **Лабораторная работа №4**

**Тема работы «Определение содержания никеля в сплавах и солях никеля»**

**Цель работы:** изучить методы определения содержания никеля.

##### **Опыт 1. Гравиметрическое определение никеля в сплавах на медной основе, не содержащих олова**

**Принцип метода.** Определение основано на осаждении никеля диметилглиоксимом в присутствии ацетата натрия. Медь отделяют электролизом (см. «Медь»), мешающие определению Fe, Al маскируют лимонной кислотой. Осадок, высушивают при 110 °С и взвешивают. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,015 при содержании никеля 0,3—3%.

**Реактивы и растворы.** 1) Аммиак,  $\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$ ; 2) хлорид аммония, 25%-ный раствор; 3) диметилглиоксим, 1%-ный спиртовой раствор; 4) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ ; 5) кислота лимонная; 6) кислота серная,  $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$ ; 7) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1; 8) ацетат натрия; 9) смесь азотной и серной кислот (для ее получения к 600 мл воды прибавляют 160 мл азотной и 180 мл серной кислот); 10) смесь соляной и азотной кислот 3:1.

**Выполнение определения.** Навеску сплава 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 300 мл, прибавляют 30—50 мл смеси соляной и азотной кислот, растворяют при нагревании и кипятят до удаления оксидов азота. Затем раствор разбавляют горячей водой до 200 мл, нагревают до кипения, кипятят 1 мин и выделяют основную массу меди электролизом при силе тока 1—1,5 А и напряжении 2—3 В в течение 2 ч. Электролит выпаривают до объема 100 мл. К раствору прибавляют 2 г лимонной кислоты, 15 мл раствора хлорида аммония, нейтрализуют аммиаком и снова осторожно, по каплям, подкисляют соляной кислотой. Прибавляют 5 мл спиртового раствора диметилглиоксима на каждые 10 мг никеля и 15 мл в избыток, затем при непрерывном перемешивании раствора добавляют ацетат натрия до появления осадка диметилглиоксимата никеля и 2 г ацетата натрия дают в избыток. Раствор оставляют стоять 3 ч. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтре средней плотности, промывают 8—10 раз теплой водой, осадок растворяют на фильтре горячей соляной кислотой (1:1), собирая фильтрат в тот же стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 8—10 раз теплой водой и отбрасывают. Повторяют осаждение никеля, для этого к раствору добавляют 2 г лимонной кислоты и далее поступают, как описано выше. Через 20—30 мин фильтруют осадок во взвешенный стеклянный тигель-фильтр с пористым дном, промывают 8—10 раз теплой водой, высушивают в сушильном шкафу при 110 °С до постоянной массы. Фактор пересчета на никель составляет 0,2032.

##### **Опыт №2. Комплексонометрическое определение никеля в солях никеля**

**Принцип метода.** Титрование никеля комплексоном III проводят при pH 9,5—10 в присутствии сульфарсазена или мурексида в качестве индикатора. Обратное титрование проводят при pH 5,5—6,0 с индикатором ксиленоловым оранжевым. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании никеля 40—50%.

**Реактивы и растворы.** 1) Аммиак,  $\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$ ; 2) хлорид аммония; 3) бура, 0,05 М раствор; 4) буферный аммонийно-аммиачный раствор, pH 9,5—10 (для его получения 54 г хлорида аммо-

ния растворяют в 200 мл воды; к полученному раствору прибавляют 350 мл раствора аммиака и доводят объем раствора до 1 л водой); 5) комплексен III, 0,05 М раствор; 6) мурексид; 7) хлорид натрия; 8) индикаторная смесь (мурексид растирают с хлоридом натрия в соотношении 1:100); 9) сульфарсазен, 0,05%-ный раствор в растворе буры.

**Выполнение определения.** Слабокислый раствор, содержащий 70—85 мг никеля, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 10 мл аммонийно-аммиачного буферного раствора, разбавляют водой до 100 мл. затем прибавляют 0,1 г индикаторной смеси или 0,3 мл раствора сульфарсазена. Полученный раствор перемешивают и титруют комплексом III до перехода интенсивной желтой окраски раствора в фиолетовую в случае применения в качестве индикатора мурексида или до перехода розовато-фиолетовой окраски в зеленую в случае применения в качестве индикатора сульфарсазена. При этом 1 мл точно 0,05 М раствора комплекса III соответствует 2,9350 мг никеля

### ***Опыт №3. Атомно-абсорбционное определение никеля в сплаве на основе кобальта***

**Принцип метода.** Определение основано на измерении интенсивности линии поглощения никеля 232 нм в присутствии основы и сопутствующих элементов (марганца, железа). Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,01 при содержании никеля 3%.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ ; 2) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ; 3) смесь азотной и соляной кислот 1:3; 4) раствор соли никеля (100 мкг/мл) и разбавленные растворы.

**Выполнение определения.** Навеску сплава 0,1 г растворяют в 5 мл смеси кислот. Раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 3 мл соляной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки водой. Из этого раствора ведут определение содержания никеля, градуировочный график строят по данным для раствора соли никеля.

## ***Лабораторная работа №5***

**Тема работы «Определение содержания кремния в бокситах и ильменитовых концентратах»**

**Цель работы:** изучить методы определения содержания кремния.

### ***Опыт 1. Гравиметрическое определение кремния в боксите гидраргиллитового минералогического состава***

**Принцип метода.** Определение основано на разложении боксита смесью серной и соляной кислот, выделении кремниевой кислоты из солянокислого раствора в присутствии желатина и определении диоксида кремния по разнице в массе до и после обработки фтористоводородной кислотой. Методика рассчитана на определение содержания кремния от 1 до 15%. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,02.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1 и 1:49; 2) кислота серная,  $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:1; 3) кислота фтористоводородная,  $\rho = 1,15 \text{ г/см}^3$ ; 4) смесь серной и соляной кислот для растворения боксита (готовят, осторожно вливая в 1000 мл воды 250 мл серной кислоты и после охлаждения приливают 625 мл соляной кислоты); 5) желатин, 1%-ный раствор (для приготовления его раствора 1 г желатина помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл со 100 мл нагретой до 70°C воды и растворяют желатин при нагревании, не доводя раствор до кипения).

**Выполнение определения.** Навеску боксита 1 г помещают в стакан вместимостью 400 мл, приливают 60 мл смеси кислот, накрывают часовым стеклом и выпаривают содержимое стакана на песочной бане до выделения белых паров. После охлаждения приливают в стакан 10 мл 1%-ного раствора желатина, 10 мл концентрированной соляной кислоты, 150 мл горячей воды, пе-

ремешивают и нагревают (не доводя до кипения) до полного растворения сульфатов. Через 1—2 мин. раствор фильтруют через неплотный беззольный фильтр, обмывают стенки стакана и промывают осадок на фильтре 3 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1:49, и 6 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 950—1000 °С в течение 40 мин, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. После достижения постоянства массы осадок диоксида кремния в тигле смачивают водой, прибавляют 3 капли концентрированной серной кислоты, 5 мл фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на песочной бане. Остаток прокаливают при 950 °С в течение 10 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Коэффициент пересчета оксида кремния (IV) на кремний равен 0,4674.

### **Опыт №2. Дифференциальное фотометрическое определение кремния в боксите**

**Принцип метода.** Определение основано на образовании кремнемолибденовой гетерополиоксидной кислоты, восстановленной до синего комплекса аскорбиновой кислотой. Методика рассчитана на определение содержания кремния 1 — 15%. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,02.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота аскорбиновая, 1%-ный раствор; 2) кислота серная,  $\rho=1,84$  г/см<sup>3</sup> и 0,07 М, 4 М растворы; 3) кислота соляная,  $\rho = 1,19$  г/см<sup>3</sup> и разбавленная 1:3; 4) молибдат аммония, 5%-ный раствор. 5) Карбонат натрия безводный; 6) натрий тетраборнокислый 10-водный, обезвоженный при 400 °С; 7) оксид кремния (IV); 8) смесь для сплавления (для ее получения смешивают карбонат натрия и тетраборат натрия в соотношении 3:1; 9) растворы оксида кремния (IV) (Для приготовления раствора А 0,2 г растертого и предварительно прокаленного в течение 1 ч при 1000 °С оксида кремния (IV) сплавляют в платиновом тигле с 5 г безводного карбоната натрия при 900 °С в течение 10—15 мин до получения прозрачного плава, который затем растворяют в воде при нагревании в платиновой чашке; после охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят водой до метки); 1 мл раствора А содержит 0,2 мг оксида кремния (IV). (Раствор Б готовят перед применением, для его получения 100 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят водой до метки); 1 мл раствора Б содержит 0,04 мг оксида кремния (IV).

**Построение градуировочного графика.** В ряд мерных колб вместимостью по 100 мл вводят 0—12,0 мл раствора Б с интервалом 2,0 мл. Раствор в каждой колбе доводят до 50 мл 0,14 н. раствором серной кислоты, приливают 5 мл раствора молибдата аммония, через 10 мин при перемешивании приливают 25 мл 8 н. раствора серной кислоты обмывая ею стенки колбы, через 2—3 мин добавляют 10 мл раствора аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов относительно раствора, содержащего 5,0 мл раствора Б, на фотоэлектроколориметре со светофильтром с максимумом светопропускания 630 нм или на спектрофотометре при длине волны 815 нм. При этом следует пользоваться постоянными кюветами, из которых одна предназначена для испытуемого раствора, а другая — для раствора сравнения. Строят график зависимости оптической плотности от концентрации кремния.

**Выполнение определения.** Навеску боксита 0,5 г помещают в платиновую чашку, смешивают с 3 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи, нагретой до 900—950 °С в течение 20 мин. Одновременно проводят контрольный опыт: 3 г смеси для сплавления помещают в платиновую чашку и выдерживают в муфельной печи 5 мин до расплавления смеси, после охлаждения плавы выщелачивают 50 мл горячей воды при нагревании. Полученные растворы переносят в стаканы вместимостью 300 мл, содержащие 60 мл соляной кислоты, разбавленной 1:3. Тщательно обмывают стенки платиновой чашки водой, раствор присоединяют к основному раствору, разбавляют водой до 250 мл, перемешивают и нагревают содержимое стакана до полного растворения осадка. Охлажденные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 5 мл помещают в

мерную колбу вместимостью 100 мл и далее поступают, как указано при построении градуировочного графика. Содержание оксида кремния (IV) определяют по градуировочному графику.

### **Опыт №3. Фотометрическое определение кремния в ильменитовых концентратах**

**Принцип метода.** Определение основано на образовании кремнемолибденовой гетерополикислоты, восстановленной до синего комплекса аскорбиновой кислотой. Определению кремния предшествует отделение титана путем сплавления навески с едким натром.

Методика рассчитана на определение содержания кремния 1—2%. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,05.

**Реактивы и растворы.** 1) Натр едкий; 2) кислота борная; 3) кислота серная,  $\rho = 1,84$  г/см<sup>3</sup> и 8 н. раствор; 4) кислота соляная,  $\rho = 1,19$  г/см<sup>3</sup>; 6 М и 0,15 М растворы; 5) молибдат аммония, 5%-ный раствор; 6) кислота аскорбиновая, 1%-ный раствор; 7) стандартный образец ферротитана с известным содержанием кремния в 1 мл раствора (38,4 мкг SiO<sub>2</sub>). Для получения раствора 0,1 г образца сплавляют в никелевом тигле с 3 г едкого натра. Плав выщелачивают при нагревании водой в платиновой чашке и далее поступают, как при выполнении определения, начиная со слов: «Раствор с осадком фильтруют»... и т. д. Раствор должен быть 0,15 М по соляной кислоте. Его хранят в полиэтиленовом сосуде.

**Построение градуировочного графика.** В ряд мерных колб вместимостью по 100 мл из микробюретки вводят раствор ферротитана в количестве 0,5—6,0 мл с интервалом 0,5 мл. Растворы разбавляют до 50 мл 0,15 М соляной кислотой, приливают 5 мл молибдата аммония. Растворы перемешивают и выдерживают 10 мин. Затем добавляют по 30 мл 8 н. серной кислоты, 10 мл аскорбиновой кислоты. Объем растворов доводят до метки водой. Через 20—30 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 630 нм в кювете с  $l = 20$  мм. Строят график зависимости оптической плотности от концентрации кремния.

**Выполнение определения.** Навеску тонкоизмельченного концентрата 0,1 г помещают в никелевый тигель и сплавляют с 3 г едкого натра в муфельной печи, нагретой до 400 °С, постепенно повышая температуру до 600—700 °С. Сплавление производят при этой температуре в течение 10—15 мин до получения однородного плава. Плав выщелачивают 100 мл воды в платиновой чашке при кипячении на песчаной бане. Раствор с осадком фильтруют в полиэтиленовый сосуд через парафинированную воронку л фильтр белая лента.

Осадок на фильтре промывают несколько раз водой, затем к фильтрату прибавляют 17,5 мл 6 М соляной кислоты, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем до метки водой и вновь переводят в полиэтиленовый сосуд. Кислотность раствора должна быть равной 0,15 М (необходимое количество кислоты находят следующим образом: взвешивают 3 г едкого натра, растворяют его в 50 мл воды и титруют раствор 6 М соляной кислотой по индикатору метилоранжу до перехода окраски; в избыток прибавляют 6,25 мл 6 М соляной кислоты). Аликвотную часть раствора (5—10 мл) отбирают в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют примерно до 50 мл 0,15 М соляной кислотой, прибавляют 5 мл молибдата аммония и далее поступают, как указано при построении градуировочного графика.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Содержание оксида кремния (IV) определяют по градуировочному графику.

### **Лабораторная работа №6**

**Тема работы «Определение содержания железа в сплавах и рудах»**

**Цель работы:** изучить методы определения содержания железа.

### **Опыт 1. Фотоколориметрическое определение железа, с применением сульфосалициловой кислоты в сплавах на основе ниобия**

**Принцип метода.** Железо образует с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде комплексное соединение желтого цвета. Мешающее действие ниобия устраняют, добавляя оксалат аммония.

Метод позволяет определять 0,05—5% железа с относительным стандартным отклонением 0,1—0,05.

**Реактивы и растворы.** 1) Кислота фтористоводородная,  $\rho = 1,15 \text{ г/см}^3$ ; 2) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ ; 3) кислота серная,  $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$  и разбавленная 1:4; 4) оксалат аммония, 4%-ный раствор 5) кислота сульфосалициловая, 20%-ный раствор; 6) аммиак, 25%-ный раствор; 7) раствор, содержащий в 1 мл 0,1 мг железа (для его получения в 30 мл соляной кислоты,  $\rho = 1,12$  растворяют 1 г чистого железа типа Армко; раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем до метки водой; в мерную колбу вместимостью 100 мл переносят 10 мл полученного раствора, доводят объем до метки водой, перемешивают).

**Построение градуировочного графика.** В мерные колбы вместимостью по 100 мл вводят по 20 мл воды, от 0,5 мл до 2 мл раствора железа из микробюретки, по 5 мл серной кислоты (1:4), 20 мл раствора сульфосалициловой кислоты, 15 мл раствора аммиака. Объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Интенсивность окраски растворов измеряют, как указано в ходе анализа. По полученным данным строят градуировочный график.

**Выполнение определения.** Навеску сплава 0,1 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 7—10 мл фтористоводородной кислоты, добавляя по каплям азотную кислоту. После охлаждения к раствору осторожно приливают 15 мл серной кислоты ( $\rho = 1,84$ ) и упаривают до паров серной кислоты.

Пробу охлаждают, переносят с помощью 10 мл раствора оксалата аммония в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем до метки водой.

Отбирают аликвотную часть (10 мл) испытуемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 20 мл воды, 20 мл раствора сульфосалициловой кислоты и 15 мл раствора аммиака. Доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают. Интенсивность окраски раствора измеряют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М с синим светофильтром в кювете с  $l = 50 \text{ мм}$  на фоне раствора контрольного опыта (раствор реактивов,» проведенный через весь ход анализа).

Содержаний железа в сплаве находят, используя градуировочный график.

### **Опыт №2. Атомно-абсорбционное определение железа в хромоникелевом сплаве**

**Принцип метода.** Определение основано на измерении поглощения железа по линии 248,3 нм без отделения основы и других сопутствующих элементов. Относительное стандартное отклонение результатов определения 0,03 при содержании 0,5% железа.

**Реактивы и растворы.** 1) кислота азотная,  $\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$ ; 2) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ .

**Выполнение определения.** Навеску сплава 0,1 г растворяют в 10 мл смеси соляной и азотной кислот (3:1), раствор упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 3 мл соляной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем до метки водой. Содержание железа определяют по аналитической линии. 248,3 нм в пламени ацетилен-воздух. Градуировочный график строят, используя раствор соли железа.

### **Опыт №3. Комплексонометрическое определение железа в материалах на основе меди**

**Принцип метода.** Метод основан на образовании комплексного соединения железа (III) с комплексоном III. В качестве индикатора применяют сульфосалициловую кислоту (при содержании железа выше 5 мг) или роданид, аммония (ниже 5 мг). Железо предварительно отделяют от

меди путем его осаждения аммиаком. Относительное стандартное отклонение результатов определений 0,005—0,01 при содержаниях железа соответственно 10—1%.

**Реактивы и растворы.** 1) Комплексон III, 0,025 М раствор; 2) сульфосалициловая кислота, 10%-ный раствор; 3) роданид аммония, 10%-ный раствор; 4) натр едкий, 1 М раствор; 5) кислота соляная,  $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$  и 1 М раствор.

**Выполнение определения.** Навеску 1—0,1 г (в зависимости от содержания железа) разлагают обычно принятым способом (см. «Медь»); железо осаждают аммиаком. Осадок гидроксида растворяют в минимальном количестве соляной кислоты, добавляют постепенно едкий натр до образования не исчезающей мути, затем добавляют 9 мл 1 М соляной кислоты ( $\text{pH} \sim 1$ ). Раствор разбавляют водой до 100 мл, нагревают до 70—80 °С, прибавляют 1 мл сульфосалициловой кислоты или роданида аммония и титруют раствором комплексона III до перехода лиловой окраски раствора в желтую. 1 мл 0,025 М раствора комплексона III соответствует 1,3962 мг Fe.

#### **Опыт №4. Титриметрическое определение железа в рудах**

**Принцип метода.** Определение основано на титровании (окислении) железа (II) раствором дихромата калия в присутствии дифениламинсульфоната в качестве индикатора. Железо (III) предварительно восстанавливают раствором хлорида олова (II) до железа (II). Метод рассчитан на определение 1—50% железа. Мешают определению сурьма, мышьяк, и большие количества меди. Относительное стандартное отклонение результатов определения 0,05.

**Реактивы и растворы.** 1) Дихромат калия, 0,1 н. титрованный раствор; 2) индикатор дифениламиносульфонат; 0,2%-ный раствор; кислота серная, 3 М раствор; 5) кислота фосфорная,  $\rho = 1,7 \text{ г/см}^3$ ; кислота соляная, 6 М раствор; 6) хлорид олова (II) (для его приготовления 150 г дигидрата хлорида олова (II) растворяют в 1000 мл 6 М раствора соляной кислоты); 7) хлорид ртути (II), 5%-ный раствор.

**Выполнение определения.** Образец руды разлагают кислотой или сплавляют с пероксидом натрия. Полученный раствор помещают в стакан, прибавляют равный объем 6 М соляной кислоты, нагревают почти до кипения. Прибавляют горячий раствор хлорида олова (II) до получения бледно-желтой окраски, быстро охлаждают стакан с раствором в струе водопроводной воды, приливают 10 мл раствора хлорида ртути (II) и оставляют в покое на 2—3 мин до появления слабого помутнения раствора. Приливают 200 мл воды, 10 мл 3 М серной кислоты, 5 мл раствора фосфорной кислоты, 6—8 капель раствора индикатора и титруют раствором дихромата калия до первого изменения зеленой окраски раствора в фиолетовую. Один миллилитр точно 0,1 н раствора дихромата калия соответствует 5,58 мг железа.