ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59138— 2020

КОНЦЕНТРАТ ОЛОВЯННЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Научно-исследовательский институт цветных металлов «ГИНЦВЕТМЕТ» (АО «Институт «ГИНЦВЕТМЕТ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 373 «Цветные металлы и сплавы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 октября 2020 г. № 976-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2020

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Технические требования 3
5 Требования безопасности 4
6 Правила приемки и методы испытаний 5
7 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение 10
8 Указания по эксплуатации 11
9 Гарантии изготовителя 11
Приложение А (рекомендуемое) Марки концентратов, назначение и область применения 12
Библиография 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНЦЕНТРАТ ОЛОВЯННЫЙ

Технические условия

Tin concentrates. Specifications

Дата введения — 2021—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты, получаемые при обогащении оловосодержащих руд и песков, а также концентраты от обогащения других руд цветных металлов, содержащих олово как попутный элемент. Оловянные концентраты предназначены для производства металлического олова и оловосодержащих сплавов. Концентраты направляют в плавку непосредственно или после предварительной доводки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 859 Медь. Марки

ГОСТ 860 Олово. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 3885 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7933 Картон для потребительской тары. Общие технические условия

ГОСТ 8828 Бумага-основа и бумага двухслойная водонепроницаемая упаковочная. Технические условия

ГОСТ 9347 Картон прокладочный и уплотнительные прокладки из него. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 13170 Руды и концентраты цветных металлов. Метод определения влаги

ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14180 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определение влаги

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 22221.0 Концентраты оловянные. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 22221.1 Концентраты оловянные. Метод определения массовой доли олова

ГОСТ 22221.2 Концентраты оловянные. Методы определения массовой доли вольфрама

ГОСТ 22221.3 Концентраты оловянные. Методы определения массовой доли серы

ГОСТ 22221.4 Концентраты оловянные. Методы определения массовой доли мышьяка

ГОСТ 22221.5 Концентраты оловянные. Методы определения массовой доли меди и цинка

ГОСТ 22221.6 Концентраты оловянные. Методы определения массовой доли свинца

ГОСТ 22221.7 Концентраты оловянные. Метод определения массовой доли фтора

ГОСТ 22221.8 Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута

ГОСТ 22235 Вагоны грузовые магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие требования по обеспечению сохранности при производстве погрузочно-разгрузочных и маневровых работ

ГОСТ 22377 Контейнеры среднетоннажные. Маркировочный номер

ГОСТ 24598 Руды и концентраты цветных металлов. Ситовый и седиментационный методы определения гранулометрического состава

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 30302 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50610 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р 53198—2008 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

СП 44.13330.2011 «СНиП 2.09.04—87 Административные и бытовые здания»

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил) в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя, «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р 53198.

4 Технические требования

4.1 Основные положения

4.1.1 Концентрат оловянный должен соответствовать требованиям настоящего стандарта.

4.1.2 Назначение и область применения концентратов приведены в приложении А.

Пример условного обозначения концентрата оловянного марки КО- I:

Концентрат КО-I

Пример условного обозначения концентрата оловянного зернистого марки КОЗ-I:

Концентрат КОЗ-I

Пример условного обозначения концентрата оловянного шламового марки КОШ-2:

Концентрат КОШ-2

Пример условного обозначения концентрата оловянно-свинцового марки КОС-3:

Концентрат КОС-3

4.1.3 Химический состав оловянных концентратов в пересчете на сухую массу приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Нормируемые показатели химического состава оловянных концентратов

Марка концентрата	Код ОКПД 2	Массовая доля, %							
		Олово, не менее	Примеси, не более						
			Pb	As	S	Cu	Zn	Fe	WO_3
КО-1	07.29.15.171	60	2	0,3	0,3	—*	—	—	—
КО-2	07.29.15.172	45	2	0,3	0,3	—	—	—	—
КОЗ-I	07.29.15.173	30	2	5	—	—	—	—	—
КОЗ-2	07.29.15.174	15	2	5	—	—	—	—	—
КОШ-1	07.29.15.174	15	2	2	8	0,7	3	—	—
КОШ-2	07.29.15.174	8	2	1,5	8	0,7	3	—	—
КОШ-3	07.29.15.174	5	3	0,5	—	—	—	—	—
КОС-1	07.29.15.174	15	5	2	15	0,7	3	0,5	5

Окончание таблицы 1

Марка концентрата	Код ОКПД 2	Массовая доля, %							
		Олово, не менее	Примеси, не более						
			Pb	As	S	Cu	Zn	Fe	WO_3
КОС-2	07.29.15.174	8	5	1,5	15	0,7	3	0,5	5
КОС-3	07.29.15.174	5	—	0,5	—	—	—	0,5	5
* Знак «—» означает отсутствие примеси.									

4.1.4 Содержание свинца в концентрате КОС-1 должно быть не менее 2 %.

4.1.5 Требования к гранулометрическому составу оловянного концентрата должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Гранулометрическая характеристика концентратов

Марка концентрата	Содержание класса – 0,071 мм, %, не более	Максимально допустимый размер частиц, мм, не более	Содержание частиц, превышающих максимальный допустимый размер, %, не более
КО	—	8	5
КОЗ-1	12	рудные — 3,2 россыпные — 8	5
КОЗ-2	12	рудные — 3,2 россыпные — 8	5
КОШ	—	0,15	10
КОС-1	45	3	5
КОС-2 и 3	—	3	5

4.1.6 Массовая доля влаги в концентратах марок КО, КОЗ не должна превышать 0,5 %; в концентратах марок КОШ и КОС — не более 3 %.

4.1.7 В зависимости от состава перерабатываемого сырья по согласованию изготовителя с потребителем допускается устанавливать другие показатели по содержанию примесей, влаги и гранулометрическому составу при условии соответствия концентрата требованиям настоящего стандарта по содержанию основного вещества.

4.1.8 Смешивание зернистого гравитационного концентрата со шламовым гравитационным или флотационным концентратами не допускается.

4.1.9 Наличие в концентратах различных посторонних предметов не допускается (куски породы, дерева, металла и др.).

Примечание — По соглашению между изготовителем и потребителем могут быть установлены другие дополнительные требования к внешнему виду оловянных концентратов.

5 Требования безопасности

5.1 Отбор и подготовка проб, транспортирование, упаковка и погрузка концентратов сопровождаются выделением пыли, содержащей вредные вещества в количестве 0,5 % — 5 % свинца (в основном в форме галенита), 0,5 % — 10 % мышьяка (в основном в форме арсенопирита, лаленгита), до 25 % двуокиси кремния, до 20 % трехокиси алюминия.

5.2 Токсикологическая характеристика пыли определяется по наиболее токсичным компонентам — свинцу и мышьяку, относящимся к первому классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

5.3 Воздействие пыли, содержащей свинец и мышьяк, на организм человека выражается в основном в поражении нервной и сердечно-сосудистой систем, крови, желудочно-кишечного тракта; содержащаяся в пыли двуокись кремния оказывает фиброгенное воздействие, вызывая поражения органов дыхания (пневмокониозы, пылевые фиброзы, хронические пылевые бронхиты).

5.4 В воздухе рабочей зоны содержание вредных веществ не должно превышать предельно допустимых норм, установленных ГОСТ 12.1.016, 0,01 мг/м^3 сульфида свинца, 0,01 мг/м^3 (среднесменная) и 0,04 мг/м^3 (максимальная разовая) — мышьяка, 2 мг/м^3 двуокиси кремния.

5.5 Воздух, удаляемый местными отсосами, содержащий пыль и вредные вещества, перед выбросом в атмосферу подлежит очистке до норм, установленных санитарными нормами проектирования промышленных предприятий согласно СП 44.13330.2011.

5.6 Контроль за содержанием пыли и вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен проводиться периодически согласно ГОСТ 12.1.007. Периодичность контроля согласовывается с местными органами государственного санитарного надзора.

5.7 Отбор проб и определение запыленности воздуха проводится согласно ГОСТ 12.1.005

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ проводится по ГОСТ 12.1.016 на методы определения вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

5.8 Технологическое оборудование, работа которого сопровождается пылевыносом, должно быть максимально герметизировано и оснащено местными отсосами согласно ГОСТ 12.1.030, ГОСТ 12.2.007.

5.9 Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами должна проводиться утилизация, обезвреживание и уничтожение отходов вредных веществ по согласованию с местными органами Государственного надзора.

5.10 Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы с оловянным концентратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021 и дополнительной аспирационной вентиляцией, обеспечивающими санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005.

5.11 Санитарно-гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию, помещениям должны быть обеспечены согласно ГОСТ 12.0.004.

5.12 Погрузочно-разгрузочные работы следует проводить согласно ГОСТ 12.3.009.

5.13 При работе с оловянным концентратом должны соблюдаться правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении полезных ископаемых и окусковании руд и концентратов согласно ГОСТ 12.4.021.

5.14 Все операции по разделке проб (измельчение, перемешивание и сокращение) проводят в вытяжных шкафах.

5.15 Химические анализы выполняются согласно требованиям раздела 6.

5.16 Работающие с оловянным концентратом должны:

- не принимать пищу в рабочих помещениях;
- быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями согласно СП 44.13330.2011;
- защищать органы дыхания респираторами, быть обеспечены спецодеждой согласно типовых норм [1];
- проходить предварительные и периодические медицинские осмотры.

6 Правила приемки и методы испытаний

6.1 Концентрат оловянный предъявляется к приемке партиями массой от 2,0 до 60 т. Партия должна состоять из концентрата одной марки и быть оформлена одним документом о качестве, содержащим:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя;
- наименование марки концентрата;
- номер партии;
- количество мест;
- массу брутто;
- массу нетто в пересчете на сухое вещество;
- результаты химического анализа на компоненты, указанные в таблице 1, гранулометрического анализа, содержание влаги;
- массу основного компонента;
- дату отгрузки партии;
- обозначение настоящего стандарта.

Предприятиям-поставщикам, гарантирующим содержание нормируемых примесей значительно ниже допустимых техническими условиями, по договоренности с предприятием-потребителем допускается отправка концентрата без определения примесей.

6.2 Представители предприятий поставщика и потребителя имеют право принимать участие в опробовании концентратов друг у друга.

Контрольную проверку массы нетто и контрольное опробование концентрата проводит ОТК потребителя при вскрытии контейнеров перед загрузкой концентрата в производство.

Контрольное опробование проводят выборочно или каждой партии в соответствии с условиями договора между поставщиком и потребителем.

При расхождении в анализах поставщика и потребителя, превышающем установленные нормативными документами допуски, предприятие-потребитель обязано направить отобранную пробу на анализ в арбитражную лабораторию (если иное не предусмотрено договором между поставщиком и потребителем), результаты анализа которой считаются окончательными. Предприятие-поставщик извещается об этом.

6.3 Отбор объединенных проб от партии концентрата марок КО и КОЗ необходимо проводить механическим пробоотборником.

В случае невозможности использования механического пробоотборника концентрат этих марок, а также концентраты марок КОШ и КОС допускается опробовать вручную. Опробование и подготовку проб концентрата для определения влаги и химического состава проводят в соответствии с ГОСТ 14180.

6.4 Проба для определения гранулометрического состава концентрата выделяется из объединенной пробы при первом сокращении.

6.4.1 Гранулометрический анализ концентрата производится согласно ГОСТ 24598.

6.5 Отбор проб для химического анализа и их подготовку проводят в соответствии с ГОСТ 14180.

По соглашению между изготовителем и потребителем допускается применять другие методы отбора проб, обеспечивающие требуемую точность отбора.

6.6 Массовую долю влаги определяют гравиметрическим методом по ГОСТ 13170 со следующим дополнением:

- приемлемость полученных результатов определения массовой доли влаги оценивают по ГОСТ Р 53198.

6.7 Химический состав оловянного концентрата можно определять по ГОСТ 22221.0—22221.8 с допускаемой крупностью частиц в пробе для химического анализа — 0,071 мм или с использованием других методик анализа при условии получения по ним метрологических характеристик результатов измерений согласно ГОСТ Р 53198—2008 (раздел 13).

6.8 Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра индуктивно-связанной плазмой для определения содержания основного компонента и ряда примесей в оловянных концентратах.

Метод основан на возбуждении спектра индуктивно-связанной плазмой и изменении интенсивности излучений аналитических спектральных линий определяемых элементов фотоэлектрическим методом. Пробу предварительно растворяют в соляной кислоте. Связь интенсивностей аналитических спектральных линий с концентрацией определяемых элементов в растворе устанавливают с помощью градуировочных графиков.

Градуировочную характеристику получают с использованием градуировочных образцов. В качестве градуировочных образцов применяют стандартные образцы или аттестованные смеси.

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовые значения массовой концентрации определяемых элементов, а по оси ординат значения аналитического сигнала.

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных образцов, охватывающих весь диапазон определяемых массовых долей элементов. Для каждого из них вычисляют значение аналитического сигнала, как среднеарифметическое трех результатов параллельных определений.

Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа обеспечивает определение массовых долей элементов в оловянном концентрате в диапазоне, %:

олово	— от 0,10 до 70,0;
свинец	— от 0,05 до 20,0;
мышьяк	— от 0,05 до 20,0;
медь	— от 0,001 до 20,0;
цинк	— от 0,001 до 20,0;
железо	— от 0,001 до 20,0;
триоксид вольфрама	— от 0,05 до 50,0.

6.8.1 Приемлемость результатов параллельных определений проверяют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и путем сопоставления абсолютного расхождения между наибольшим и наименьшим результатами единичного определения с пределом повторяемости r:

$$r = Q(P, n)S_r, \quad (1)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа n параллельных определений, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P = 0,95$. Значения этого коэффициента приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения коэффициента $Q(P, n)$

n	2	3	4	5
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86

Если абсолютное расхождение не превышает r, то результаты параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат измерений (анализа) принимают среднеарифметическое значение этих результатов.

Если абсолютное расхождение превышает r, то используют методы проверки приемлемости результатов измерений (анализа) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

При проверке повторяемости результатов параллельных определений ($n = 3$) абсолютное значение разности X_{max} и X_{min} не должно превышать значения предела повторяемости r, то есть с доверительной вероятностью $P = 0,95$ должно выполняться условие

$$|X_{max} - X_{min}| \le r, \quad (2)$$

где $r = 3,31\ S_r$.

При невыполнении условия (2) процедуру проверки совместимости результатов измерений (анализа) повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Контроль повторяемости параллельных определений осуществляют при смене реактивов и замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

6.8.2 Проверка совместимости результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости

При проверке результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости разность результатов одной и той же пробы, полученная разными операторами в разное время, в двух лабораториях, не должна превышать предел воспроизводимости

$$R = 2,77S_R. \quad (3)$$

При невыполнении условий измерения прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

6.8.3 Контроль стабильности результатов анализа

Контроль стабильности результатов измерений (анализа) в пределах лаборатории организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.8.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

6.8.4.1 Средства измерений

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой любого типа.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

6.8.4.2 Вспомогательные устройства

Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Вытяжной шкаф любого типа.

6.8.4.3 Материалы

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 250 см^3 по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 100 и 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1, 2, 5, 10 и 25 см^3 по ГОСТ 29228.

Пипетка безопасная 2 см^3.

Цилиндры вместимостью 5,10,20 см^3 по ГОСТ 1770.

Ступка и пестик агатовые.

6.8.4.4 Реактивы

Реактивы и особо чистые вещества по ГОСТ 3885.

Газообразный аргон высшего сорта по ГОСТ 10157.

Олово по ГОСТ 860.

Цинк по ГОСТ 3640.

Медь по ГОСТ 859.

Свинец по ГОСТ 3778.

Мышьяк по [2].

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Вольфрам (порошок) по [3].

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор азотной кислоты (1:1), (1:4).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор соляной кислоты (1:1).

Смесь соляной и азотной кислот (3:1); (4:1) царская водка.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор серной кислоты (1:1).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрия перекись [4].

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Все реактивы, применяемые для приготовления основных растворов и растворов сравнения, должны иметь квалификацию х.ч. (химически чистый) или о.с.ч. (особо чистый) по ГОСТ 4517.

6.8.4.5 Приготовление стандартных растворов и растворов сравнения

Стандартный раствор олова

Раствор, содержащий 1000 мг олова в 1 $дм^3$, готовят следующим образом:

Навеску металлического олова массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 25—30 $см^3$ царской водки при нагревании. Раствор упаривают до 1—2 $см^3$. После охлаждения приливают 30 $см^3$ соляной кислоты, раствор нагревают до кипения, снимают и охлаждают, приливают 20—30 $см^3$ дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор свинца

Раствор, содержащий 1000 мг свинца в 1 $дм^3$, готовят следующим образом:

Навеску металлического свинца массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты (1:4) и выпаривают досуха. Затем добавляют 30 $см^3$ соляной кислоты, кипятят до полного растворения осадка, добавляют дистиллированной воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор меди

Раствор, содержащий 1000 мг меди в 1 $дм^3$, готовят следующим образом:

Навеску меди металлической массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1) и выпаривают досуха. Затем добавляют 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и выпаривают раствор до выделения паров серного ангидрида. Колбу охлаждают, приливают 5 $см^3$ дистиллированной воды и повторяют выпаривание, остаток растворяют в небольшом количестве воды, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор цинка

Раствор, содержащий 1000 мг цинка в 1 $дм^3$, готовят следующим образом:

Навеску цинка металлического массой 0,250 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты (1:1). Упаривают раствор до 2—3 $см^3$, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты и 20—30 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают, раствор кипятят, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор железа

Раствор, содержащий 1000 мг железа в 1 $дм^3$, готовят следующим образом:

Навеску порошка железа массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты при нагревании, затем прибавляют 2 $см^3$ азотной кислоты. Рас-

твор упаривают до 1—2 см^3, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты, кипятят, разбавляют дистиллированной водой. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор мышьяка

Раствор, содержащий 1000 мг мышьяка в 1 дм^3, готовят следующим образом:

Навеску металлического мышьяка [2], растертую предварительно в ступке, массой 0,250 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 25—30 см^3 царской водки при нагревании. Раствор упаривают до 1—2 см^3. После охлаждения в колбу приливают 30 см^3 соляной кислоты, раствор нагревают до кипения, не кипятят, сразу снимают и охлаждают, приливают дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Стандартный раствор вольфрама

Раствор, содержащий 1000 мг вольфрама в 1 дм^3, готовят следующим образом:

Навеску 0,100 г металлического вольфрама [3] помещают в стеклоуглеродную чашку. Приливают 10 см^3 азотной кислоты и 3 см^3 фтористоводородной кислоты. После разложения вольфрама отгоняют фтористоводородную кислоту, упаривая раствор досуха. Чашку охлаждают, добавляют 2 г гидроокиси натрия и приливают 10 см^3 дистиллированной воды, осадок растворяют при нагревании. После растворения охлаждают, приливают 5 см^3 фосфорной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение шести месяцев.

Растворы сравнения олова готовят следующим образом:

Отмеренные объемы стандартного раствора помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты, 150 мг хлористого натрия и доводят дистиллированной водой до метки. Растворы хранят в течение месяца.

Растворы сравнения железа, меди и цинка готовят следующим образом:

Отмеренные объемы стандартных растворов помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки (для содержания от 1 до 100 мг/см^3). В растворы, содержащие 0,05 мг/см^3; 0,1 мг/см^3 или до 1 мг/см^3 железа, меди, цинка, соляную кислоту не добавляют, чтобы не внести дополнительные примеси. Растворы хранят в течение месяца.

Растворы сравнения мышьяка готовят следующим образом:

Отмеренные объемы стандартных растворов помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Растворы хранят в течение месяца.

Растворы сравнения вольфрама готовят следующим образом:

Отмеренные объемы стандартного раствора помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки. Растворы хранят в течение месяца.

6.8.4.6 Приготовление растворов проб оловянного концентрата

Навеску оловянного концентрата массой 100 мг помещают в стеклоуглеродный тигель, туда же помещают 0,5 г гидроокиси натрия и 1,5 г перекиси натрия [4], перемешивают стеклянной палочкой с заостренным концом для получения однородной смеси, сплавляют в муфельной печи в течение 6—7 мин при температуре 690 °С. Тигли достают, расплав охлаждают, приливают 10 см^3 дистиллированной воды и выщелачивают остаток при нагревании. Затем раствор охлаждают и осторожно приливают 15 см^3 соляной кислоты. После растворения всей пробы раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор разбавляют в 10 раз горячей водой. Раствор готов для анализа.

6.8.4.7 Порядок пропускания растворов

Сначала пропускают растворы сравнения, затем серию анализируемых растворов, по три измерения каждого. Строят градуировочный график зависимости интенсивности излучений аналитических спектральных линий определяемых элементов от их концентрации и определяют содержание элементов. Для каждой пробы делают три параллельных измерения.

6.8.4.8 Проведение анализа

Подготовку спектрометра к выполнению анализов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию прибора. Режимы работы спектрометра устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы изготовителя прибора. Для конкретного прибора оптимальные параметры спектрометра и расход аргона устанавливают экспериментально в пределах, обеспечивающих макси-

мальную чувствительность определения массовых долей элементов. Рекомендуемые аналитические линии приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Массовые доли элементов и длины волн аналитических линий элементов

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей элементов, %	Длина волны, нм
Олово	От 0,1 до 70,0	190,00
Свинец	От 0,05 до 20,0	220,35
Мышьяк	От 0,05 до 20,0	193,70
Медь	От 0,001 до 20,0	327,40; 324,75
Цинк	От 0,001 до 20,0	213,86
Железо	От 0,001 до 20,0	259,94; 238,20
Триоксид вольфрама	От 0,05 до 20,0	207,91

Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

6.8.4.9 Обработка результатов

Массовую долю X, %, определяемого элемента в пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000}, \quad (4)$$

где C — концентрация определяемого компонента в растворе пробы, мг/дм^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех результатов параллельных определений, если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости r, то есть с доверительной вероятностью $P = 0,95$.

Контроль повторяемости параллельных определения осуществляется при смене реактивов и замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

Контроль качества результатов анализа проводят согласно 6.8.1 и 6.8.2.

7 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

7.1 Упаковка

7.1.1 Оловянные концентраты перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующих на транспорте данного вида. Концентраты поставляют упакованными в специализированные металлические контейнеры типа СК-2-3,2 или СК-2-5 по ГОСТ 30302 и ГОСТ Р 50610 или аналогичные контейнеры других типов с такими же или более высокими техническими характеристиками, материалами упаковочными по ГОСТ 6613, ГОСТ 7933, ГОСТ 8828, ГОСТ 9347, ГОСТ 10354, обеспечивающими сохранность продукта при перевозке железнодорожным транспортом и (или) водными видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов на данном виде транспорта.

Примечание — Контейнеры должны соответствовать требованиям документации на них, быть сертифицированы компетентным органом Российской Федерации.

7.2 Транспортная маркировка

7.2.1 Транспортная маркировка оловянных концентратов, отгружаемых в контейнерах, должна наноситься на каждый контейнер и соответствовать положениям ГОСТ 14192 и договорным условиям на поставку продукции потребителю.

7.2.2 Транспортная маркировка груза с указанием основных, дополнительных и информационных надписей по ГОСТ 14192 с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 должна быть надежной,

долговечной и наносится на каждое грузовое место (на контейнер или ярлык) и содержать следующие данные:

- транспортное наименование груза с указанием марки концентрата;
- наименования грузополучателя и пункта назначения;
- наименования предприятия-изготовителя или грузоотправителя (его товарный знак) и пункта отправления;
- массы брутто и нетто груза;
- номер партии;
- обозначение настоящего стандарта.

На каждый контейнер наносится маркировочный номер по ГОСТ 22377.

7.3 Концентрат транспортируется всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

7.3.1 Транспортировка концентрата железнодорожным транспортом осуществляется повагонными отправками на открытом подвижном составе с учетом полного использования грузоподъемности подвижного состава по ГОСТ 22235.

Размещение и крепление контейнеров проводится в соответствии с требованиями погрузки и крепления грузов, действующими на транспорте данного вида по ГОСТ 12.3.009.

7.3.2 Концентрат в контейнерах хранится на открытых складских площадках в условиях, не допускающих потерь, загрязнения и попадания влаги.

8 Указания по эксплуатации

8.1 Оловянные концентраты подлежат металлургической переработке на специализированном предприятии, в результате которой получают металлическое олово и оловосодержащие припои и сплавы, причем последние могут быть подвержены повторной металлургической переработке в целях дополнительного извлечения из них цинка, свинца и других компонентов.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие оловянных концентратов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий его транспортирования и хранения.

9.2 Хранить оловянные концентраты необходимо в закрытых помещениях.

Приложение А
(рекомендуемое)

Марки концентратов, назначение и область применения

Концентраты и их назначение указаны в таблице А.1.

Таблица А.1

Марка	Концентрат	Назначение, область применения
КО	Концентрат оловянный	Для плавки на черновое олово
КОЗ	Концентрат оловянный зернистый	Для обогащения на доводочной фабрике
КОШ	Концентрат оловянный шламовый	Для плавки на черновое олово, оловянно-свинцовый сплав или фьюмингования
КОС	Концентрат оловянно-свинцовистый	Для плавки на черновой оловянно-свинцовый сплав или фьюмингования

Библиография

[1] Приказ Минтруда России от 9 декабря 2014 г. № 997н «Об утверждении Типовых норм бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и других средств индивидуальной защиты работникам сквозных профессий и должностей всех видов экономической деятельности, занятым на работах, с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением»

[2] ТУ 113-12-112—89 Мышьяк металлический для полупроводников

[3] ТУ 48-19-72—92 Порошок вольфрамовый

[4] ТУ 6-09-2706—79 Реактивы натрия. Перекись

УДК 622.345.15:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: концентрат оловянный, массовая доля, гранулометрическая характеристика концентратов, требования безопасности, контроль воздуха рабочей зоны, правила приемки, методы контроля, атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой, стандартные образцы, градуировочный раствор, контроль качества результатов анализа, транспортировка концентрата

БЗ 12—2020

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.11.2020. Подписано в печать 19.11.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru