ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71029— 2023

РУДЫ КОМПЛЕКСНЫЕ ОЛОВЯННО-ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ТОВАРНЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н. М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС») и Акционерным обществом «Горно-Металлургический Комплекс «Дальполиметалл» (АО «ГМК «Дальполиметалл»)

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 25 октября 2023 г. № 1225-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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 и охраны окружающей среды 4
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 5
8 Транспортирование и хранение 12
9 Гарантии изготовителя 12
Библиография 13

Введение

Российская Федерация располагает несколькими десятками месторождений оловянно-полиметаллических руд, неравномерно сосредоточенных на ее территории. Часть месторождений разрабатывается, подготавливается к освоению или находится на стадии поисково-оценочных работ. Другая часть — исследована, но в настоящее время не планируется к освоению или находится в резерве.

В настоящем стандарте использованы технические характеристики оловянно-полиметаллических руд крупнейших эксплуатируемых месторождений по экономическим районам Российской Федерации. Чаще всего рудные тела месторождений характеризуются четковидным строением, обусловленным чередованием раздувов и пережимов из-за криволинейности рудовмещающих трещин и пересечения жилами вмещающих пород разных физических свойств. Наиболее распространены массивные, брекчиевидные, полосчатые и вкрапленные руды. Главными рудными минералами являются сульфиды и сульфосоли (касситерит, пирротин, пирит, арсенопирит, сфалерит, халькопирит, галенит, марказит). Второстепенными – станнин, кубанит, валлериит. Породообразующие минералы представлены силикатами (хлорит), карбонатами (кальцит). В незначительном количестве (менее 5 %) присутствуют серицит, сидерит, эпидот, турмалин.

Требования настоящего стандарта направлены на нормативное обеспечение деятельности предприятий горно-металлургического комплекса при производстве и реализации группы однородной продукции — комплексных оловянно-полиметаллических товарных необогащенных руд, являющихся добытым полезным ископаемым, первой по своему качеству продукцией.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ КОМПЛЕКСНЫЕ ОЛОВЯННО-ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ТОВАРНЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Saleable non-enriched complex tin-polymetallic ores. Specifications

Дата введения — 2024—06—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на комплексные оловянно-полиметаллические (олово-свинцово-цинковые) товарные необогащенные руды (далее — оловянно-полиметаллические руды), являющиеся добытым полезным ископаемым — первой по своим техническим требованиям продукцией предприятий горнодобывающей промышленности, предназначенной для производства оловянных, свинцовых и цинковых концентратов.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает технические требования к показателям качества руд, общие технические требования, правила приемки, методы испытаний, требования к транспортированию и хранению.

1.3 Положения настоящего стандарта могут применяться при разработке стандартов организаций и (или) технических условий (ТУ) на комплексную оловянно-полиметаллическую руду при ее производстве и оценке соответствия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4525 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12601 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 13170 Руды и концентраты цветных металлов. Метод определения влаги

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

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

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

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

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 24598 Руды и концентраты цветных металлов. Ситовой и седиметационный методы определения гранулометрического состава

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

ГОСТ 27460 Трубки, капилляры и палочки из боросиликатного стекла 3,3. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33206 Руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки. Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

ГОСТ 33208 Руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки. Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

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

ГОСТ Р 56859 Руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки. Методы измерений массовой доли золота и серебра

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59138 Концентрат оловянный. Технические условия

СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта 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 стандарт 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 52361, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **комплексная оловянно-полиметаллическая товарная необогащенная руда:** Добытое полезное ископаемое, являющееся первой по своему качеству продукцией для предприятий горнодобывающей промышленности, не подвергнутое последующей переработке.

3.2 **показатели качества поставляемой партии:** Значения нормируемых физико-химических показателей руды, полученные по результатам испытаний одной или нескольких контролируемых партий, рассчитанные как взвешенное среднеарифметическое значение по каждому показателю.

3.3 **рудное тело:** Локальное скопление минерального сырья, оконтуренное на поверхности или в недрах и приуроченное к определенному структурно-геологическому элементу или комбинации этих элементов.

Примечание — Рудное тело представляет наименьшую по масштабам рудоносную площадь и может представлять месторождение полезного ископаемого или, при наличии других рудных тел, быть его частью. Рудное тело характеризуется некоторым замкнутым контуром, определенной формой, размерами, условиями и элементами залегания.

3.4

методика (метод) измерений: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности.

[[1], статья 2, пункт 11]

4 Технические требования

4.1 Комплексная оловянно-полиметаллическая руда должна быть добыта в соответствии с техническим проектом разработки месторождения и соответствовать требованиям настоящего стандарта.

4.2 Для отнесения минерального сырья к комплексной оловянно-полиметаллической руде оно должно соответствовать показателям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели минерального сырья для его отнесения к комплексной оловянно-полиметаллической руде

Тип руды	Наименование показателя	Значение показателя
Оловянно-полиметаллическая	Массовая доля олова (Sn), %, не менее	0,05
	Массовая доля свинца (Pb), %, не менее	0,2
	Массовая доля цинка (Zn), %, не менее	0,5
	Массовая доля серебра (Ag), млн$^{-1}$(г/т), не менее	20
Примечание — Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105 ± 5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105 ± 5) °С.		

4.3 По физико-химическим показателям комплексная оловянно-полиметаллическая руда должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Нормируемые физико-химические показатели комплексной оловянно-полиметаллической руды

Вид показателя	Наименование показателя	Значение показателя
Полезные компоненты	Массовая доля олова (Sn), %, не менее	0,05
	Массовая доля свинца (Pb), %, не менее	0,2
	Массовая доля цинка (Zn), %, не менее	0,5
	Массовая доля серебра (Ag), млн$^{-1}$(г/т), не менее	20
Влажность руды	Массовая доля влаги, %, не более	6
Крупность руды	Максимальная крупность кусков, мм, не более	300
Примечание — Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105 ± 5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105 ± 5) °С.		

4.4 Массовые доли меди, железа, мышьяка определяют, но не нормируют.

4.5 Максимальный размер кусков комплексной оловянно-полиметаллической руды после дробления не должен превышать 300 мм, допускается содержание класса крупностью свыше 300 до 600 мм — не более 5 %.

4.6 При испытании комплексной оловянно-полиметаллической руды применяют методики (методы) измерений, аттестованные в установленном порядке.

4.7 При разногласиях в оценке качества руды испытания проводят методами, указанными в разделе 7, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами, в согласованной сторонами аккредитованной лаборатории.

4.8 Допускаемое отклонение массовой доли нормируемых в таблице 2 показателей не должно превышать погрешности (расширенной неопределенности) методики измерений, указанных в разделе 7.

5 Требования безопасности и охраны окружающей среды

5.1 Оловянно-полиметаллическая руда пожаровзрывобезопасна, не содержит и не образует токсичных и пожаровзрывоопасных соединений в воздушной среде и сточных водах.

5.2 Ряд руд и минералов, входящих в состав оловянно-полиметаллической руды (в том числе касситерит), характеризуются повышенным содержанием природных радионуклидов, по [2] (пункт 5.1). С целью ограничения облучения населения установлены требования к показателям радиационной безопасности по [2], [3]. Рудам должна быть дана радиационно-гигиеническая оценка, по результатам которой устанавливают порядок обращения с такими рудами в производственных условиях.

5.3 В процессе добычи оловянно-полиметаллическая руда попадает в воздух рабочей зоны в виде пыли, которая при попадании в организм через органы дыхания может вызвать раздражение верхних дыхательных путей.

5.4 Среднесменная предельно допустимая концентрация (ПДК) пыли оловянно-полиметаллической руды в воздухе рабочей зоны составляет 0,05 мг/м^3 (по свинцу) по [4] (таблица 2.1). По степени воздействия на организм человека оловянно-полиметаллическая руда относится к 1-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76 (пункт 1.2).

Массовую концентрацию пыли оловянно-полиметаллической руды в воздухе рабочей зоны определяют периодически в соответствии с ГОСТ 12.1.005, а также по [5] (приложение 9) и [6].

5.5 Персонал, работающий с оловянно-полиметаллической рудой, должен быть обеспечен специальной одеждой, обувью и средствами защиты органов дыхания, глаз и рук согласно [7] и [8].

5.6 На всех этапах работы с оловянно-полиметаллической рудой должны быть соблюдены требования безопасности по ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.3.009, [9] —[11].

6 Правила приемки

6.1 Оценку соответствия показателей комплексной оловянно-полиметаллической руды требованиям настоящего стандарта осуществляют контролируемыми партиями.

6.2 Партией считают суммарную массу руды, отгруженной потребителю за месяц. Масса контролируемой партии не должна превышать 5000 т. При объеме поставляемых партий массой менее 5000 т массы контролируемой и поставляемой партий одинаковы. Допускается по согласованию с потребителем устанавливать другие значения массы контролируемой партии по условиям договоров на поставку продукции.

6.3 Документ о качестве руды должен содержать:

- наименование документа, его номер и дату оформления;
- наименование продукции;
- наименование рудника (месторождения);
- номер контролируемой партии и дату ее формирования;
- сведения о массе контролируемой партии;
- результаты испытаний с указанием полученных значений показателей, перечисленных в таблице 2.

Документ о качестве руды может быть оформлен с помощью буквенно-цифровых символов, либо содержать информацию о показателях качества руды в закодированном или условном виде.

6.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей таблицы 2 проводят повторные испытания контролируемой партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю контролируемую партию.

Если результаты повторных испытаний не соответствуют требованиям настоящего стандарта, предъявляемым к продукции по этим показателям, всю контролируемую партию бракуют.

6.5 Поставляемая потребителю партия оловянно-полиметаллической руды, которая состоит из нескольких установленных или согласованных с потребителем контролируемых партий руды, должна быть однородной по качеству и сопровождаться одним документом о качестве.

6.6 Значения результатов испытаний показателей качества поставляемой партии, состоящей из нескольких контролируемых партий, рассчитывают как взвешенное среднеарифметическое значение показателей партий, входящих в поставку.

Взвешенное среднеарифметическое значение рассчитывают как сумму произведений значения каждого показателя на массу контролируемой партии, деленную на сумму масс всех контролируемых партий, входящих в поставляемую партию.

Числовые значения результатов расчета каждого показателя записывают в документ о качестве до количества значащих цифр, которому соответствует норма этого показателя в таблице 2.

Округление чисел проводят в соответствии с СТ СЭВ 543.

7 Методы испытаний

7.1 Измерение массы

Массу партии руды определяют взвешиванием на весах среднего класса точности по ГОСТ Р 53228.

7.2 Отбор и подготовка проб

7.2.1 Отбор и подготовку проб оловянно-полиметаллической руды проводят в соответствии с ГОСТ 14180, определение влаги — по ГОСТ 13170, определение гранулометрического состава — по ГОСТ 24598.

7.2.2 Отбор проб проводят от всей партии руды равномерно по массе или по времени.

7.3 Определение максимальной крупности кусков

7.3.1 Для каждой контролируемой партии общую пробу просеивают через сито с ячейками 300 мм. Если вся проба прошла через сито, то максимальную крупность кусков руды считают соответствующей требованиям настоящего стандарта.

7.3.2 Допускается использовать автоматизированные устройства для контроля крупности транспортируемого конвейером кускового материала.

7.4 Значения показателей качества руды выполняют по следующим методикам (методам) измерений:

- измерение массовой доли олова по ГОСТ Р 59138 или 7.5 настоящего стандарта;
- измерение массовой доли меди, цинка и свинца — по ГОСТ 33206 или ГОСТ 33208;
- измерение массовой доли серебра — по ГОСТ Р 56859.

7.5 Определение содержания олова йодометрическим методом

7.5.1 Общие положения

Методика (метод) измерений предназначена для определения массовой доли олова в интервале содержаний от 0,05 % до 5,0 %.

Методика (метод) измерений обеспечивает получение результатов с расширенной неопределенностью (при коэффициенте охвата k = 2), не превышающих значений, приведенных в таблице 3. При оценке суммарной стандартной неопределенности учтены вклады в бюджет неопределенности, обусловленные применяемыми средствами измерений (весы лабораторные, бюретка и др.), холостым опытом, а также точностью установления концентрации титранта.

Таблица 3 — Метрологические характеристики методики (метода) измерений

Диапазон измерений массовой доли олова, %	Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_c,%	Относительная расширенная неопределенность (при k = 2) U,%	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности), $R_л$, %
От. 0,050 до 0,10 включ.	11	23	20
Св. 0,10 до 0,20 включ.	8,6	17	20
Св. 0,20 до 0,50 включ.	6,0	12	14
Св. 0,50 до 1,0 включ.	4,0	8,1	7,2
Св. 1,0 до 2,0 включ.	3,9	7,8	6,6
Св. 2,0 до 5,0 включ.	3,3	6,6	4,4

7.5.2 Сущность метода

Метод определения содержания олова основан на титровании олова йодом в присутствии индикатора — крахмала. В качестве восстановителя четырехвалентного олова используют металлический алюминий. Переведение олова в раствор осуществляют путем восстановительного спекания пробы со смесью, содержащей порошок металлического цинка (цинковая пыль) и хлорид аммония, с последующим растворением спека в соляной кислоте.

Йодометрическому определению олова при использовании алюминия в качестве восстановителя четырехвалентного олова мешают мышьяк, сурьма, молибден, вольфрам, висмут, медь, ниобий, тантал, титан, кремниевая кислота, сульфиды и органические вещества, присутствующие в растворе, подготовленном к восстановлению и титрованию. Для устранения влияния мышьяка, сурьмы, молибдена, сульфидов и органических веществ проводят предварительный окислительный обжиг навески. В процессе восстановительного спекания прокаленного образца со смесью цинковой пыли и хлорида аммония и последующего разложения полученного спека в соляной кислоте осуществляют отделение олова (за счет его перевода в раствор) от остаточных количеств мышьяка, сурьмы, молибдена, а также меди, висмута, вольфрама и ниобия, восстановленных до металлического состояния. В осадке, который может быть отфильтрован при необходимости, остаются также кремний, титан, тантал, природные соединения которых не восстанавливаются и не переходят в раствор в условиях проведения испытаний.

Хром и ванадий частично попадают в раствор и могут оказывать мешающее влияние, завышая результаты измерений.

Влияние меди, находящейся в растворе за счет окисления металлической меди кислородом воздуха, устраняют, добавляя йодистый калий. При содержании меди, превышающем 25 мг в используе-

мой для испытаний навеске, образец предварительно обрабатывают азотной кислотой. Влияние фтора устраняют, связывая его борной кислотой.

Методика (метод) измерений не применима, если содержание ванадия и хрома в растворе, подготовленном для титрования, превышает 1/10 от содержания олова.

Для повышения чувствительности йодокрахмальной реакции и получения отчетливого окончания титрования в присутствии меди в раствор перед титрованием добавляют йодистый калий.

7.5.3 Средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, стандартные образцы, материалы, реактивы

7.5.3.1 Средства измерений:

- весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228;
- пипетки с одной отметкой или пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227 соответственно, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 $см^3$;
- бюретки по ГОСТ 29251 класса I и II вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 $см^3$;
- колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 500 и 1000 $см^3$;
- цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$;
- термометр ртутный от 0 °С до 100 °С по ГОСТ 28498.

7.5.3.2 Испытательное оборудование:

- электропечь муфельная с рабочим диапазоном температуры 500 °С — 900 °С.

7.5.3.3 Вспомогательное оборудование, посуда:

- баня водяная лабораторная;
- плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919;
- тигли фарфоровые № 2, № 3 по ГОСТ 9147;
- ступки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- фильтры обеззоленные «красная лента»;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
- палочки стеклянные по ГОСТ 27460;
- колбы конические типа КН из термически стойкого стекла вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- стаканы тип Н (или тип В) вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- воронки лабораторные В-100, В-150 по ГОСТ 25336;
- подставка для тиглей;
- затвор Геккеля.

7.5.3.4 Стандартные образцы состава:

- стандартные образцы (СО) состава полиметаллических руд с аттестованными характеристиками массовых долей олова, установленными с неопределенностью (погрешностью), незначимой по сравнению с расширенной неопределенностью (при $k = 2$), приведенной в таблице 3. Используемые СО должны быть близкими по составу и содержанию олова к анализируемым пробам.

7.5.3.5 Реактивы и материалы

- кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461;
- кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118;
- кислота борная по ГОСТ 9656;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
- калий йодистый по ГОСТ 4232;
- кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- алюминий первичный по ГОСТ 11069;
- порошок цинковый по ГОСТ 12601;
- йод по ГОСТ 4159;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163;
- олово марки О1 или ОВЧ по ГОСТ 860;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

7.5.4 Общие требования

7.5.4.1 Для приготовления растворов применяют реактивы квалификаций химически чистый и чистый для анализа.

Допускается приготовление приведенных ниже растворов реактивов указанных концентраций в необходимых (больших или меньших) объемах.

7.5.4.2 Допускается применение других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, стандартных образцов, материалов и реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, с характеристиками не хуже, чем приведенные в 7.5.3.

7.5.4.3 Условия выполнения измерений:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность окружающего воздуха — не более 80 %.

7.5.4.4 При выполнении испытаний следует соблюдать требования охраны труда при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.5.4.5 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, прошедшие профессиональное обучение, имеющие опыт работы в аналитической лаборатории.

Процедуры, осуществляемые в рамках реализации данной методики (метода) измерений, могут выполняться несколькими операторами.

7.5.5 Подготовка к выполнению измерений

7.5.5.1 Приготовление растворов

а) приготовление соляной кислоты, раствор 3:2

К двум объемам дистиллированной воды прибавляют три объема концентрированной соляной кислоты, охлаждают, перемешивают. Срок хранения — один год;

б) приготовление соляной кислоты, раствор 1:10

К десяти объемам дистиллированной воды прибавляют один объем концентрированной соляной кислоты, охлаждают, перемешивают. Срок хранения — один год;

в) приготовление аммиака водного, разбавленный 1:1

К одному объему водного аммиака прибавляют один объем дистиллированной воды, перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения — 6 мес;

г) приготовление аммония азотнокислого, раствор с массовой долей 2 %

2 г аммония азотнокислого растворяют в 98 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения — 6 мес;

д) приготовление кобальта хлористого, раствор с массовой долей 1 %

1 г кобальта хлористого растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения — 6 мес;

е) приготовление натрия углекислого кислого (двууглекислого), насыщенный раствор

9,59 г натрия двууглекислого растворяют в 100 $см^3$ прокипяченной в течение часа дистиллированной воды. Срок хранения — 3 мес;

ж) приготовление крахмала растворимого, раствор с массовой долей 0,5 %

0,5 г растворимого крахмала размешивают с 10 $см^3$ воды до получения однородной смеси, медленно вливают, перемешивая, в 90 $см^3$ кипящей дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и хранят в прохладном месте. Срок хранения — 3 мес.

7.5.5.2 Приготовление раствора йода с концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/$дм^3$

12,70 г йода растворяют в 60 $см^3$ воды, содержащих 40 г йодистого калия, и тщательно перемешивают до полного растворения йода. Затем объем раствора доводят водой до 1 $дм^3$. Раствор хранят в склянке из темного стекла с пришлифованной пробкой.

Примечание — Допускается приготовление раствора йода с концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/$дм^3$ из стандарт-титра.

7.5.5.3 Установление титра раствора йода

Титр раствора йода устанавливают по олову: навеску металлического олова массой 0,0800 — 0,1200 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 $см^3$, приливают 20—30 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 2—3 $см^3$ 1 % раствора хлористого кобальта. Растворение навески проводят без нагревания. По окончании реакции к раствору приливают 60 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 2—3 г металлического алюминия в виде стружки, ленты или проволоки алюминия, нагревают на водяной бане до 30 °С — 40 °С до начала реакции и оставляют на 1 ч.

Затем добавляют 30 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, закрывают колбу резиновой пробкой с затвором Геккеля, заполненный насыщенным раствором двууглекислого натрия и нагревают до

слабого кипения. Кипение поддерживают до полного растворения губки олова и алюминия, следя за тем, чтобы в растворе вплоть до полного закипания находился небольшой избыток алюминия. Раствор охлаждают, следя за тем, чтобы затвор Геккеля был заполнен насыщенным раствором двууглекислого натрия. Вынимают пробку с затвором, быстро прибавляют в колбу 5 см^3 раствора крахмала, 0,5—1,0 г йодистого калия и титруют стандартным раствором йода (соответствующей концентрации) до получения синей окраски.

Титр раствора йода $T_{0,1}$ по олову вычисляют по формуле

$$T_{0,1} = \frac{m}{v}, \quad (1)$$

где m — масса навески олова, г;

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование олова, см^3.

Для установления титра используют не менее трех навесок металлического олова. Из вычисленных значений берут среднеарифметическое.

Расчетное значение титра регистрируют с точностью до четырех значащих цифр. Полученное значение титра должно быть близко к теоретическому. Теоретический титр раствора йода концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/дм^3 по олову составляет 0,005935 г/см^3.

Титр раствора йода с концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/дм^3 ($T_{0,1}$) устанавливают не реже одного раза в 10 суток.

7.5.5.4 Приготовление стандартных растворов йода с молярной концентрацией (1/2 I_2) 0,005; 0,01 и 0,02 моль/дм^3

Стандартные растворы йода готовят разбавлением раствора йода с концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/дм^3 следующим образом: аликвоту исходного раствора (в соответствии с таблицей 4) переносят в мерную колбу и доводят дистиллированной водой до метки.

Таблица 4 — Приготовление стандартных растворов йода

Концентрация стандартного раствора (1/2 I_2), моль/дм^3	Объем аликвоты раствора 0,1 (1/2 I_2) моль/дм^3, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Коэффициент разбавления K
0,005	5	100	20
0,01	10	100	10
0,02	20	100	5

Титр стандартных растворов йода T_c рассчитывают по формуле

$$T_c = \frac{T_{0,1}}{K}, \quad (2)$$

где $T_{0,1}$ — титр раствора йода с концентрацией 0,1 (1/2 I_2) моль/дм^3, установленный по 7.5.5.3, г/см^3;

K — коэффициент разбавления раствора йода (см. таблицу 4).

Растворы готовят в день применения.

7.5.5.5 Приготовление смеси для спекания

50 г цинкового порошка и 5 г хлористого аммония растирают раздельно в сухой ступке до исчезновения комков. Порошки соединяют и растирают в ступке до равномерного смешивания.

7.5.6 Испытание проб с массовой долей меди не более 5 %

7.5.6.1 Разложение проб

Навеску пробы массой 0,5—1,0 г (в зависимости от содержания олова) помещают в фарфоровый тигель № 2. Тигель с навеской устанавливают на подставке и помещают в муфельную печь при температуре, не превышающей 500 °С. Температуру муфельной печи постепенно поднимают до 600 °С — 650 °С и при этой температуре обжигают пробы в течение 30 мин. Затем повышают температуру до 750 °С — 800 °С и повторно выдерживают в течение 15—20 мин. Подставку с тиглем вынимают из муфельной печи, охлаждают тигель до комнатной температуры, прибавляют 4 г смеси для спекания,

тщательно перемешивают содержимое тигля стеклянной палочкой, затем последовательно насыпают по 1 г смеси для спекания, 1 г цинкового порошка и 2 г хлористого натрия, распределяя последний равномерным слоем толщиной 3—4 мм. Тигель устанавливают на подставке и помещают в муфельную печь, нагретую до 600 °С — 650 °С. Постепенно повышают температуру до 850°С — 900 °С, выдерживая при этой температуре в течение 15—20 мин. По истечении указанного времени подставку с тиглем вынимают, охлаждают тигель до 50 °С — 60 °С и помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Приливают 80 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:2, добавляют пять капель раствора хлористого кобальта и слегка подогревают на водяной бане до начала интенсивной реакции растворения спека. По окончании реакции содержимое колбы подогревают на водяной бане при температуре 60 °С — 70 °С до полного распада спека. При наличии частиц (комков) спека увеличенных размеров их необходимо растереть стеклянной палочкой, которую обмывают соляной кислотой, разбавленной 3:2. Раствор вместе с тиглем повторно подогревают до 60 °С —70 °С и выдерживают на водяной бане при указанной температуре, периодически помешивая в течение 30—40 мин.

7.5.6.2 Определение олова

Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, добавляют 0,2—0,3 г борной кислоты, 2 г металлического алюминия, и оставляют до начала реакции взаимодействия алюминия с соляной кислотой. Затем приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды, выдерживают восстанавливаемый раствор (при комнатной температуре) 15—20 мин, следя за тем, чтобы в нем постоянно присутствовал металлический алюминий, прибавляют 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и снова выдерживают в течение 5 мин. После закрывают колбу резиновой пробкой с затвором Геккеля, заполненным насыщенным раствором двууглекислого натрия, и нагревают содержимое колбы до кипения. Кипятят до полного растворения выделившейся губки олова и остатков алюминия, охлаждают, следя за тем, чтобы затвор Геккеля был заполнен насыщенным раствором двууглекислого натрия. Вынимают пробку с затвором Геккеля, быстро прибавляют в колбу 5 $см^3$ раствора крахмала, 0,5—1,0 г йодистого калия и титруют стандартным раствором йода до получения синей окраски. При анализе проб, в которых массовая доля олова не превышает 0,05 %, для титрования используют микробюретку и раствор йода с концентрацией 0,005 $моль/дм^3$.

При наличии в пробе темного осадка содержимое колбы фильтруют через тампон из марли, уплотненной фильтробумажной массой (из фильтровальной бумаги), собирая фильтрат в коническую колбу на 500 $см^3$. Тигель, колбу, воронку и тампон пять-шесть раз промывают соляной кислотой, разбавленной 1:10. К фильтрату добавляют 1 г металлического алюминия, выдерживают в течение 5—10 мин, приливают 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, закрывают затвором Геккеля, заполненным насыщенным раствором двууглекислого натрия, нагревают раствор до кипения и кипятят до полного растворения металлического олова и алюминия. Охлаждают, следя за тем, чтобы затвор Геккеля был заполнен насыщенным раствором двууглекислого натрия. Вынимают пробку с затвором Геккеля, быстро прибавляют в колбу 5 $см^3$ раствора крахмала, 0,5—1,0 г йодистого калия и титруют стандартным раствором йода до получения синей окраски.

Одновременно с анализом рабочих проб проводят не менее двух контрольных (холостых) опытов, проводя последние через все стадии анализа. Результат двух контрольных (холостых) опытов усредняют (V_0) и учитывают при итоговых расчетах.

7.5.7 Испытание проб с массовой долей меди более 5 %

Навеску пробы массой 0,5—1,0 г (в зависимости от содержания олова) помещают в фарфоровый тигель № 3 и обжигают в муфельной печи в условиях, описанных в 7.5.6.1.

Обожженную навеску пересыпают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выпаривают раствор на плитке до влажных солей. Приливают 50 $см^3$ дистиллированной воды, аммиак водный, разбавленный 1:1, до выпадения осадка гидроокисей и в избыток 5—6 $см^3$. Раствор с осадком фильтруют через фильтр «красная лента» с шариком из беззольной фильтробумажной массы (из фильтровалльной бумаги), два-три раза промывая осадок 2 % раствором азотнокислого аммония. Осадок вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель № 3, в котором проводился предварительный обжиг пробы, и озоляют в муфельной печи при температуре 650 °С — 700 °С. Озоленный остаток переносят в фарфоровый тигель № 2 и проводят измерения, как описано в 7.5.6.2.

7.5.8 Обработка результатов

Массовую долю олова X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot T_c \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_0 — объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольного (холостого) опыта, см^3;

T_c — титр стандартного раствора йода, используемого для титрования, рассчитанный по формуле (2), г/см^3;

с — концентрация стандартного раствора йода, применяемого для титрования, моль/дм^3;

m — масса навески пробы, г.

7.5.9 Контроль качества результатов измерений

7.5.9.1 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (время, исполнители, реактивы, оборудование и т. п.) путем сравнения результата контрольной процедуры D_k, равного расхождению двух результатов измерений (первичного — X_1 и повторного — X_2) массовой доли элемента (компонента) в одной и той же пробе с нормативом (пределом внутрилабораторной прецизионности) контроля $R_л$. Значения $R_л$ приведены в таблице 3.

Внутрилабораторную прецизионность признают удовлетворительной при выполнении условия

$$D_k = | X_1 - X_2 | \le R_л. \quad (4)$$

Предел внутрилабораторной прецизиозности $R_л$ проводят по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \quad (5)$$

При превышении норматива оперативного контроля измерения повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

При необходимости исполнитель выполняет контроль повторяемости результатов. Предел повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений лаборатория устанавливает при внедрении методики (метода) измерений. Предел повторяемости не должен превышать предел внутрилабораторной прецизионности.

При превышении предела повторяемости измерения повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.5.9.2 Алгоритм проведения оперативного контроля точности

Точность контрольного измерения X признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$| X - X_0 | \le K. \quad (6)$$

где X — результат определения массовой доли элемента, %;

X_0 — значение аттестованной характеристики в образце для контроля, %;

K — норматив контроля погрешности (точности), вычисляемый по формуле

$$K = U \text{ при } k = 2. \quad (7)$$

Значения U приведены в таблице 3. Выбор значения U проводят по значениям X_0.

При невыполнении условия (6) точность контрольного определения X признают неудовлетворительной и измерения повторяют. При повторном невыполнении условия процесс измерений приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Оперативный контроль точности проводят с каждой партией проб, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

7.5.10 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли олова, %, в руде представляют в виде:

$$X \pm U, \text{ при } k = 2, \quad (8)$$

где X — результат определения массовой доли, %;

U — значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$, соответствующее результату определения массовой доли, рассчитанное в соответствии с таблицей 3, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение неопределенности.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Транспортирование

8.1.1 Руду транспортируют железнодорожным и автомобильным видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

8.1.2 При экспорте способ перевозки руды определяют в контракте (договоре) на поставку с учетом правил, действующих на территориях грузоотправителя и грузополучателя.

8.1.3 По железной дороге руду перевозят насыпью в полувагонах с нижними разгрузочными люками в соответствии с правилами перевозок грузов железнодорожным транспортом, техническими условиями размещения и крепления грузов в вагонах с соблюдением требований ГОСТ 22235, а также в соответствии с техническими требованиями, включаемыми по согласованию предприятия-изготовителя с потребителем в контракты и договоры на поставку продукции.

8.1.4 Профилактические меры против смерзания продукции и примерзания ее к стенкам полувагонов в зимнее время, нормы безопасной влажности, а также сроки начала и окончания применения средств профилактики должны соответствовать действующим утвержденным в установленном порядке требованиям погрузки и безопасной перевозки грузов на железнодорожном и автомобильном транспорте, а также техническим требованиям, включаемым по согласованию предприятия-изготовителя с потребителем в контракты и договоры на поставку руды.

8.1.5 Транспортные средства и места складирования при перевалках груза в пути следования должны быть тщательно очищены от ранее перевозимых грузов.

8.2 Хранение

8.2.1 Склад для хранения руды должен быть размещен в сухом, не заболоченном и не затапливаемом месте вблизи железнодорожных погрузочных путей или автомобильных дорог.

8.2.2 Площадки, предназначенные для складирования, предварительно выравнивают и очищают. Для отвода грунтовых, дождевых и снеговых вод устраивают дренажные канавы.

8.2.3 Запрещается устраивать площадки для складов над подземными коммуникациями и сооружениями.

8.2.4 При длительном хранении руды для предотвращения ее распыливания и вымывания необходимо применять меры, исключающие потери руды.

8.2.5 Складирование руд проводят без послойного уплотнения.

8.2.6 Сроки хранения руды в зависимости от ее вида и способности изменять свойства при соприкосновении с атмосферой определяет предприятие и указывает их в нормативных документах.

8.2.7 Руда не классифицируется по ГОСТ 19433 и не относится к числу опасных грузов.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие продукции требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения руды устанавливают в нормативных документах предприятия-поставщика.

Библиография

[1] Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102 ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

[2] СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)

[3] СанПиН 2.6.1.2800-10 Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения

[4] СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

[5] Р 2.2.2006—05 Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда

[6] МУК 4.1.2468—09 Измерение массовых концентраций пыли в воздухе рабочей зоны предприятий горнорудной и нерудной промышленности

[7] Приказ Минтруда России от 29 октября 2021 г. № 766н «Об утверждении Правил обеспечения работников средствами индивидуальной защиты и смывающими средствами»

[8] Приказ Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 11 августа 2011 г. № 906н «Об утверждении Типовых норм бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам химических производств, занятым на работах с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением»

[9] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 8 декабря 2020 г. № 505 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых»

[10] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 28 октября 2020 г. № 429 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Инструкция по электроснабжению угольных шахт»

[11] СП 2.2.3670-20 Санитарно-эпидемиологические требования к условиям труда

УДК 622.349.3: 006.354 ОКС 73.060

Ключевые слова: руды оловянно-полиметаллические, показатели качества, методы испытаний, технические условия, транспортирование, хранение

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 27.10.2023. Подписано в печать 09.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru