МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 92-Х

ОЛОВО

МОСКВА
1969

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от I8 мая I964 года.

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВКМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВКМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-аналитические методы
Инструкция № 92-Х

ИОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, ОЛОВЯННЫХ РУДАХ И КОНЦЕНТРАТАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 92-Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

/ Протокол № 16 от 28.VI.69 г./

Председатель НСАМ	З.Г. Сочеванов
Председатель секции химико-аналитических методов НСАМ	К.С. Пахомова
Ученый секретарь	Р.С. Фридман

Инструкция № 92-Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам / протокол № 16 от 23 июня 1969 г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие 1 сентября 1969 г.

ИОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, ОЛОВЯННЫХ РУДАХ И КОНЦЕНТРАТАХ [x]

Сущность метода

Метод основан на реакции окисления двухвалентного олова до четырехвалентного в кислой среде раствором иода в иодистом калии [1,5,6].

$$Sn^{2+} + J_2 = Sn^{4+} + 2J^-$$

Индикатором служит раствор крахмала. Для повышения чувствительности иодкрахмальной реакции в раствор перед титрованием добавляют иодистый калий [6].

При разложении пробы олово переходит в солянокислый раствор в четырехвалентном состоянии. Чтобы перевести олово в двухвалентное состояние, его восстанавливают металлическим алюминием до металла, а затем полученное губчатое олово растворяют при нагревании в атмосфере углекислого газа во избежание окисления образующегося олова II кислородом воздуха. Чтобы ускорить растворение олова, концентрацию кислоты в растворе увеличивают.

---

x) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1969 г.

Иодометрическое определение олова может осложняться присутствием мешающих элементов, поэтому при выборе хода анализа следует руководствоваться данными полуколичественного спектрального анализа.

Определению олова мешают мышьяк, сурьма, медь, молибден, вольфрам, ванадий, хром, ниобий [5], тантал [6], титан, фтор и большие количества кремневой кислоты.

Мышьяк Ш и У восстанавливаются алюминием до элементарного состояния: если содержание мышьяка во взятой навеске превышает 10 мг, результаты определения олова получаются заниженные. Это, вероятно, связано с адсорбцией олова осадком мышьяка [5,6].

Сурьма Ш и У восстанавливаются алюминием до элементарного состояния и при этом захватывают значительные количества олова. Кроме того, выделившаяся в элементарном виде сурьма может частично восстанавливать четырехвалентное олово до двухвалентного во время титрования раствором иода [1]. При содержании в навеске более 10 мг сурьма существенно мешает определению олова.

При высокой концентрации соляной кислоты ионы меди П восстанавливаются металлическим алюминием до металла и частично до одновалентной меди. Медь I в отсутствие избытка иодистого калия титруется раствором иода, что делает конец титрования нечетким [8]. При добавлении 0,5 г иодистого калия на каждые 100 мл раствора конец титрования получается отчетливый и результаты определения олова удовлетворительные, если содержание меди в испытуемом растворе не превышает 10 мг.

Молибден УI восстанавливается алюминием и затем титруется иодом. При этом результаты определения олова завышаются. Кроме того, восстановленный молибден окрашивает раствор в коричневый цвет, что затрудняет определение конца титрования.

Вольфрам УI восстанавливается алюминием и образует соединение голубого цвета, которое не титруется иодом, но при высоком содержании вольфрама маскирует конечную точку титрования. Если вольфрама мало, и голубая окраска слабая, то результаты определения олова не искажаются [1].

Если содержание мышьяка, сурьмы, меди, молибдена и вольфрама в навеске не превышает 10 мг каждого, то их можно не отделять[5].

Ванадий, хром, ниобий /тантал/ восстанавливаются алюминием, и продукты их восстановления титруются иодом. При этом результаты определения олова завышаются. Присутствие этих элементов легко обнаруживается по изменению окраски раствора при восстановлении олова: ванадий окрашивает солянокислый раствор в пурпурный цвет, хром и ниобий - в синий.

Титан IУ восстанавливается алюминием до титана Ш, который в условиях определения олова титруется иодом в том случае, если раствор иода вводится в большом избытке. В присутствии титана конечной точкой титрования следует считать первое появление синей окраски / иодкрахмальная реакция /, устойчивой в течение нескольких секунд[5].

В присутствии фтора получаются заниженные результаты. Причина занижения заключается, по-видимому, в образовании комплексного соединения H_2SnF_6, из которого олово восстанавливается алюминием не полностью[6].

В растворе, подготовленном для определения олова, не должно содержаться азотной кислоты, так как при взаимодействии ее с иодистоводородной кислотой выделяется иод. Результаты определения олова при этом занижаются.

При анализе руд сложного состава / по данным спектрального анализа / необходимо предварительно отделить мешающие элементы.

При анализе сульфидных руд для удаления серы, основной массы молибдена и трехвалентного мышьяка материал обжигают при температуре темнокрасного каления / 500-550°С/[5]. Если порода при этом шлакуется, обжигать ее нельзя.

Для отделения больших количеств меди, висмута и мышьяка материал обрабатывают азотной кислотой и выделяют олово в виде нерастворимой мета-оловянной кислоты. Если в пробе содержится станнин, навеску следует предварительно обжечь: в противном случае при обработке азотной кислотой небольшие количества олова могут перейти в раствор [2,5].

Мышьяк арсенатов не удаляется обычным прокаливанием; скородит, кроме того, плохо растворяется в азотной кислоте. Если желательно отделить мышьяк в начале анализа, то навеску или остаток после обработки азотной кислотой обжигают в смеси с серой [5].

Молибден и медь, оставшиеся в пробе после обжига и последующей обработки азотной кислотой, отделяют, осаждая гидроокись олова аммиаком вместе с гидроокисью железа, которая служит коллектором[6].

Сурьма при обжиге руды удаляется только частично. При содержании сурьмы более 10 мг в навеске ее выделяют вместе с мышьяком металлическим железом из раствора, содержащего 30-40 мл соляной кислоты d 1,19 на каждые 100 мл раствора. При большом объеме осадка его переосаждают [5,7].

Вольфрам при его высоком содержании отделяют от олова коагуляцией желатином вместе с кремнекислотой [7] или сплавлением с пиросульфатом калия[5].

Большое количество фтора удаляют упариванием с серной кислотой. Влияние небольших количеств фтора устраняют, связывая его в комплекс борной кислотой [5].

Пробу разлагают сплавлением с перекисью натрия в железных тиглях. Материал тиглей часто содержит заметные количества олова, поэтому параллельно анализу ведут глухой опыт. Если тигли не относятся к одной партии, следует определить содержание олова в растворе глухого опыта для каждого тигля отдельно.

Кремневую кислоту при высоком ее содержании удаляют упариванием с фтористоводородной и серной кислотами в платиновых чашках. Касситерит, хромит и некоторые другие минералы при этом не разлагаются и после растворения сернокислых солей остаются в нерастворимом остатке [5]. Неразложившийся остаток дополнительно сплавляют с перекисью натрия в железных тиглях.

Метод позволяет определять олово при содержании его от 0,05% и выше в материалах, не содержащих хрома, ванадия, ниобия и тантала[х)].

х) В присутствии хрома, ванадия, ниобия и тантала олово предварительно выделяют в виде сульфида сероводородом [7].

Допустимые расхождения [4]

Содержание олова, %	Допустимые расхождения, отн. %
2 - 4,99	I2
I - I,99	I5
0,5 - 0,99	I9
0,2 - 0,499	23
0,I - 0,I99	37
0,05 - 0,099	47

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная d I,40 x).
2. Кислота борная.
3. Кислота кремневая свежеосажденная. Навеску 2-5 г крем - незема или толченого кварца сплавляют с едкой щелочью в железном тигле . Сплав выщелачивают холодной водой и от - фильтровывают вытяжку. Перед употреблением часть щелочного раствора нейтрализуют соляной кислотой и добавляют избыток ее до выпадения осадка кремневой кислоты.
4. Кислота серная, разбавленная I:I.
5. Кислота соляная d I,I9 без следов азотной кислоты или ос.ч.,разбавленная I:3, I:I9 и I:I00 или 2:I00.
6. Кислота фтористоводородная ,40% - ная.
7. Аммиак, 25% - ный раствор.
8. Аммоний азотнокислый кристаллический и 3%-ный и 5%-ный растворы .
9. Аммоний сернокислый, 3%- ный раствор.
I0. Аммоний углекислый, свежеприготовленный 20%-ный раствор.
II. Аммоний хлористый, 3%-ный раствор, подщелоченный аммиаком.
I2. Аммоний хлористый, 5%-ный раствор, подкисленный соляной кислотой.

x) d - относительная плотность.

13. Калий иодистый.
14. Калий пиросернокислый или кислый сернокислый.
15. Калий хлорноватокислый / бертолетова соль /
16. Натрий двууглекислый, насыщенный раствор.
17. Перекись натрия. Из железной /луженой/ или жестяной тары реактив нужно пересыпать в стеклянные банки с крышками и проверить на содержание олова.
18. Желатина, 1%- ный свежеприготовленный раствор. 1 г желатины растворяют в 100 мл дистиллированной воды, нагретой до 70°С.
19. Алюминий металлический в виде тонкой стружки, не содержащий карбидов.
20. Железо, восстановленное водородом, или железная проволока диаметром 1 мм, длиной 2-2,5 м, свернутая в несколько спиралей. Железо и проволоку проверяют на содержание олова.
21. Сера в порошке.
22. Стандартный 0,01 - 0,02 н.раствор иода. В склянке с притертой пробкой растворяют 40 г иодистого калия в 30 - 40 мл воды. В раствор всыпают 2,6 г иода для приготовления 0,02 н. или 1,3 г для приготовления 0,01 н. раствора, перемешивают до полного растворения иода и доливают водой до 1 л Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Титр раствора устанавливают по олову. Навеску 0,5-0,8 г олова помещают в коническую колбу, приливают 50-60 мл соляной кислоты d 1,19, закрывают воронкой и оставляют на ночь для полного растворения.Раствор переносят в мерную колбу на 1 л, обмывают коническую колбу 100 мл соляной кислоты d 1,19, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают пипеткой 50 мл раствора олова, помещают в коническую колбу емкостью 1 л, прибавляют 25 мл соляной кислоты и разбавляют водой до 150-170 мл. Восстанавливают олово и титруют в тех же условиях, что и в пробе / см. ниже /. 1 мл 0,02н. раствора иода соответствует 1,187 мг олова.

23. Крахмал, 0,5% -ный раствор. Навоску 0,5 г крахмала растирают в небольшом количестве воды и жидкую кашицу вливают при помешивании в 100 мл кипящей воды. Раствор кипятят несколько минут и охлаждают. Прозрачную или слабо опалесцирующую жидкость хранят в прохладном месте. Раствор годен в течение 10-12 дней.

Аппаратура

Насадка - затвор для иодометрического определения олова системы В.И. Кузнецова [3] /рис.1 /.

Ход анализа

А. Определение олова без предварительного отделения мешающих элементов/оловянные руды и концентраты, не содержащие хрома, ванадия, ниобия и тантала; допускается присутствие мышьяка, сурьмы, меди, молибдена, вольфрама не более 10 мг каждого в навеске/

Навеску от 0,25 до 1,0г /в зависимости от предполагаемого содержания олова / смешивают в железном тигле с 6-8 кратным количеством перекиси натрия, закрывают тигель крышкой и сплавляют до получения однородной массы, периодически перемешивая содержимое вращением тигля.

По охлаждении сплава тигель в горизонтальном положении помещают в стакан емкостью 400 мл, в который предварительно наливают 50-60 мл горячей воды, ополаскивая ею крышку тигля. Стакан прикрывают часовым стеклом, так как сплав разлагается с обильным выделением газов. По окончании разложения сплава тигель вынимают щипцами и обмывают его тонкой струей соляной кислоты 1:19, нагретой до 60-70°С.

К щелочному раствору прибавляют при перемешивании солянную кислоту d 1,19 сначала постепенно почти до полной нейтрализации щелочи / до растворения основной массы гидроокиси железа/, а затем в один прием приливают 25 мл. Окалину отфильтровывают через ватный тампон. Стакан и тампон

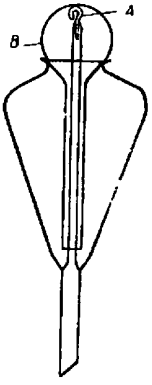

Рис.I. Насадка- затвор /2/5 натуральной величины/
А- трубка для регулировки подачи в колбу раствора бикарбоната
В- круглодонная колба с длинным горлом

промывают соляной кислотой I:I9, нагретой до 60-70°С. Фильтрат и промывную жидкость собирают в коническую колбу на 500 мл и доводят объем раствора водой до 200 мл.

К раствору прибавляют 2 г металлического алюминия в виде стружки, слегка нагревают до начала реакции, дают постоять до исчезновения желтой окраски, вызванной трехвалентным железом, добавляют 0,5 г иодистого калия на каждые I00 мл раствора и оставляют еще на I-2 часа. Затем добавляют I5-20 мл соляной кислоты d I,I9 на каждые I00 мл раствора. Колбу закрывают каучуковой пробкой с насадкой, в которую наливают насыщенный раствор бикарбоната натрия. Содержимое колбы кипятят до полного растворения губки олова и алюминия (сурьма и мышьяк часто остаются при этом в виде темного порошка или хлопьев).

Раствор бикарбоната натрия доливают в насадку по мере его израсходования. Дают раствору остыть, затем охлаждают колбу водой, тщательно следя за тем, чтобы насадка была все время наполнена раствором бикарбоната. Вынимают пробку с насадкой, прибавляют к охлажденному раствору в колбе 5 мл - 0,5%-ного раствора крахмала и титруют 0,0I-0,02 н.раствором иода.

При высоком содержании титана следует особенно внимательно и осторожно заканчивать титрование. За конечную точку принимают тот момент, когда от прибавления последней капли иода весь раствор при помешивании окрашивается в синий цвет. Конечную точку проверяют, прибавив еще 2-3 капли раствора иода / предварительно замечают показание бюретки /.В присутствии титана окраска быстро исчезает вследствие взаимодействия трехвалентного титана с иодом. После восстановления алюминием раствор бывает часто окрашен в красно-фиолетовый цвет восстановленным титаном.Окраска эта сохраняется и после того, как олово оттитровано.

Если полнота восстановления или правильность титрования олова вызывает сомнения, олово можно снова восстановить и оттитровать: к оттитрованному раствору прибавляют 2-3 г металлического алюминия и затем восстанавливают олово и титруют раствор как указано выше.

Параллельно ведут глухой опыт на реактивах в тех же условиях, что и анализ проб.

Вычисление результатов анализа. Содержание олова в исследуемом материале вычисляют по формуле:

$$\%\,Sn = \frac{T./\ A-Б\ /}{H} \cdot 100$$

где Т - титр раствора иода, выраженный в г/мл олова;

А - объем раствора иода, пошедшего на титрование, мл;

Б - объем раствора иода, пошедшего на титрование раствора глухого опыта, мл;

Н - навеска, г.

Б. Определение олова с предварительным отделением мешающих элементов /горные породы, руды и концентраты сложного состава /

Сульфидные руды и руды, содержащие молибден, трехвалентный мышьяк, олово в виде станнина. Навеску руды 0,25 - 1,0 г помещают в фарфоровый тигель и обжигают в муфеле под тягой сначала при низкой температуре, изредка перемешивая содержимое тигля железной проволокой, а затем при температуре темно- красного каления / 500-550°С / до прекращения выделения сернистого газа. Железную проволоку вытирают кусочком бумаги и озоляют его в том же тигле. Содержимое фарфорового тигля переносят в железный тигель, счищая остатки жесткой кисточкой, смешивают с 6-8 кратным количеством перекиси натрия и продолжают как в разделе А.

Руды, содержащие медь, висмут, молибден, мышьяк в виде сульфида или арсенида. Навеску руды 0,25 - 1,0 г, предварительно обожженную как указано выше, переносят в стакан емкостью 250 мл и, прикрыв его стеклом, обрабатывают 10 мл азотной кислоты d 1,40 сначала на холоду, а затем при нагревании на электроплитке, прикрытой асбестом, до прекращения выделения окислов азота. Смывают стекло и стенки стакана водой, выпаривают раствор досуха и остаток просушивают до исчезновения запаха окислов азота. Прибавляют 5 мл азотной кислоты d 1,40, выпаривают и снова высушивают остаток. Эту операцию повторяют еще раз. Остаток смачивают 3 мл азотной

кислоты d 1,40, прибавляют 2 г азотнокислого аммония, 60-70 мл воды, нагретой до 60-70 °С, и нагревают до кипения. Раствор с осадком оставляют на водяной бане на два часа. Прибавляют фильтробумажную массу, фильтруют раствор через плотный фильтр, очищают стенки стакана от приставших частиц кусочками фильтра, ополаскивают стакан и промывают остаток на фильтре 4-5 раз 5% -ным раствором азотнокислого аммония. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с остатком помещают в фарфоровый тигель, подсушивают, осторожно озоляют и прокаливают при температуре темно- красного каления. Остаток переносят в железный тигель, сплавляют с 6-8 кратным количеством перекиси натрия и далее как указано в разделе А.

Породы, содержащие более 30% SiO_2 Навеску или остаток после прокаливания, обработанные азотной кислотой, сплавляют, выщелачивают водой и подкисляют водную вытяжку соляной кислотой / см. раздел А/. Если при подкислении выпадает осадок кремневой кислоты, к раствору / объемом не более 60-80 мл / прибавляют 5-10 мл 1%- ного свежеприготовленного раствора желатины[x], оставляют в теплом месте на несколько минут до коагуляции осадка, отфильтровывают /неплотный фильтр/и промывают осадок на фильтре горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Осадок отбрасывают. В фильтрате восстанавливают олово и титруют как указано в разделе А.

Руды с высоким содержанием кремнекислоты и содержанием олова < 1%. Навеску пробы 1,0 -3,0 г или остаток после прокаливания, обработанный азотной кислотой, помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 15-20 мл фтористоводородной кислоты, 6-8 мл серной кислоты 1:1 и, изредка перемешивая, упаривают на водяной бане: если нужно, приоавляют еще фтористоводородной кислоты. Затем чашку нагревают на плитке до появления густых паров серной кислоты и еще несколько минут. Дают чашке остыть, смывают стенки водой, перемешивают

х) При очень высоком содержании кремнезема применяют 2%-ный раствор желатины.

и вновь выпаривают до тех пор, пока в чашке останется 1-2 мл серной кислоты. Прибавляют 30-40 мл воды и нагревают до растворения солей. Раствор переносят в стакан, нагревают и осаждают гидроокиси 25%- ным раствором аммиака, прибавляя его до явного запаха. Осадку дают отстояться, раствор фильтруют и осадок промывают горячим 3%- ным раствором азотнокислого аммония с несколькими каплями аммиака. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, осторожно озоляют и прокаливают при темнокрасном калении. Остаток переносят в железный тигель, сплавляют с перекисью натрия и продолжают как указано в разделе А / если состав руды допускает непосредственное определение олова /.

Специальные случаи анализа

При анализе руд сложного состава вводят дополнительные операции, чтобы устранить влияние элементов, сопутствующих олову.

Отделение мышьяка / руды, содержащие в навеске более 10 мг мышьяка в виде арсенатов или скородита / . Навеску пробы или остаток после обжига и обработки азотной кислотой смешивают в фарфоровом тигле с 3-4 г серы в порошке, осторожно нагревают под тягой до воспламенения серы, отставляют горелку и затем, по мере сгорания серы, снова подогревают. Остаток прокаливают при темно-красном калении до прекращения выделения сернистого газа. Остаток после прокаливания снова смешивают с 1,5 г серы, обжигают и прокаливают . Остаток переносят в железный тигель, смешивают с перекисью натрия, сплавляют и далее как описано в разделе А.

Отделение сурьмы /при содержании более 10 мг сурьмы в навеске /.

Сурьму выделяют из солянокислого раствора после удаления окалины / см. раздел А/. Увеличивают содержание в растворе соляной кислоты d 1,19 до 30-40 мл на каждые 100 мл раствора, прибавляют железо, восстановленное водородом, до обесцвечивания раствора / переход трехвалентного железа в двухвалентное / и еще 5 г или одновременно вносят

15-20 г свернутой спиралью железной проволоки / диаметром 1 мм, длиной 2-2,5 м / , по данным спектрального анализа не содержащей олова. Раствор нагревают до 50-60°С и оставляют на 1-2 часа. Быстро отфильтровывают остаток железа и выделившуюся сурьму через фильтр, на который насыпают некоторое количество железа, восстановленного водородом, и промывают соляной кислотой 1:3. При большом содержании сурьмы осадок может удержать часть олова. В этом случае осадок растворяют в соляной кислоте, в которую прибавлен хлорат калия, снова выделяют сурьму железом и объединяют фильтраты. В полученном растворе / если другие мешающие элементы уже отделены / устанавливают нужную кислотность, восстанавливают олово алюминием и продолжают как указано в разделе А.

Отделение вольфрама/ при содержании более 10 мг вольфрама в навеске/.

Навеску руды, если нужно, обжигают и обрабатывают азотной кислотой как описано выше. Фильтр с нерастворимым остатком озоляют и прокаливают в фарфоровом тигле, прибавляют 5-6 г пиросульфата калия / или кислого сернокислого калия/ и сплавляют. Остывший тигель погружают в 20%-ный раствор углекислого аммония / 50 мл/ и при помешивании и слабом нагревании выщелачивают сплав: вольфрам переходит в раствор . Осадок отфильтровывают ,переносят вместе с фильтром в фарфоровый тигель, фильтр озоляют, остаток прокаливают, переносят в железный тигель, сплавляют с перекисью натрия и продолжают как в разделе А.

Определение олова в рудах с высоким содержанием флюорита. Навеску руды обжигают и обрабатывают азотной кислотой. Если в пробе присутствуют арсенаты, то навеску обжигают с серой как описано выше. Остаток переносят в стакан , прибавляют 10 мл серной кислоты 1:1, нагревают на плитке до выделения паров серной кислоты и до полного разложения флюорита. Охлаждают, разбавляют водой и, не отфильтровывая нерастворимый остаток, осаждают аммиаком олово вместе с железом. Отфильтровывают осадок, переносят его количественно на фильтр, промывают 3%-ным раствором сернокислого аммония с несколькими каплями аммиака, озоляют

фильтр вместе с осадком в фарфоровом тигле, прокаливают остаток, переносят его в железный тигель, сплавляют с перекисью натрия и продолжают как описано в разделе А, добавив в раствор перед восстановлением олова несколько граммов борной кислоты.

Литература

1. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М., Госхимиздат, стр. 309, 1957.

2. Гост 13169-67. Гост 13183-67. Концентраты оловянные. Методы химического анализа. М., 1967.

3. Кузнецов В.И. Видоизмененный затвор Контат-Генкеля для иодометрического определения олова. Заводская лаборатория 11,7-8,743 /1945/.

4. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности /воспроизводимости/ результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР. 1968.

5. Лисицин В.И. Методы количественного определения олова в рудах. В кн. Методические указания по сокращенным анализам. М., Госгеолиздат, 1950, стр. 55.

6. Файнберг С.Ю., Филиппова Н.А. Анализ руд цветных металлов. М., Металлургиздат, стр. 241, 1963.

7. Чуенко Л.И. Олово и его руды. Ш. Методы определения олова. 1. Объемные методы определения олова. В кн. Анализ минерального сырья. Л., Госхимиздат, стр. 544, 1956.

8. Шубин М.И. Определение олова в шламах. Заводская лаборатория 3, 3, 216 /1934/.

Сдано в печать 25.8.69. Подп.к печ.15.XI.69 г.
Л72337 Заказ 79. Тираж 1000 экз.

Ротапринт ОЭП ВИМСа

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков	0,33
П.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
Ш.	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IУ.	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I-2
У.	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях.	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	0,5
УI.	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	2
УП.	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок.	
УШ.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru