МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.0—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.0—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Общие требования к методам анализа

Melted welding fluxes.
General requirements for methods of analysis

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического анализа сварочных плавленых флюсов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3—88 Перчатки хирургические резиновые. Технические условия

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 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 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.013—85* Система стандартов безопасности труда. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.023—84 Система стандартов безопасности труда. Щитки защитные лицевые. Общие технические требования и методы контроля

ГОСТ 12.4.029—76 Фартуки специальные. Технические условия

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 12.4.131—83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132—83 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

Издание официальное

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9087—81 Флюсы сварочные плавленые. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 20010—93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 21130—75 Изделия электротехнические. Зажимы заземляющие и знаки заземления. Конструкция и размеры

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Общие требования

3.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 9087 с дополнениями.

3.1.1 Пробу массой 150—200 г измельчают до прохождения через сито с сеткой № 05 по ГОСТ 6613, тщательно перемешивают и сокращают квартованием до 25—30 г, снова измельчают до прохождения через сито с сеткой № 02 по ГОСТ 6613.

Отбирают 10—15 г, отмагничивают от железных включений, измельчают до тонкого порошка, полностью проходящего через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613.

Лабораторную пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре (100±5) °С в течение 1 ч и хранят в эксикаторе по ГОСТ 25336, заполненном хлористым кальцием, прокаленным при температуре 700—800 °С в течение 1 ч.

3.1.2 Взвешивание навесок, осадков,тиглей проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или на любых других весах с характеристиками, отвечающими метрологическим требованиям.

3.1.3 Массовую долю каждого компонента в пробе и стандартном образце определяют в двух навесках, при массовой доле компонента свыше 20 % — в трех навесках. Одновременно с проведением анализов в тех же условиях проводят два (три) контрольных опыта для внесения в результат анализа поправки на загрязнение реактивов.

За результат анализа пробы или стандартного образца принимают среднее арифметическое результатов двух определений с учетом среднего арифметического значения двух результатов контрольного опыта.

Численное значение результата анализа должно оканчиваться цифрой такого же разряда, как и соответствующее значение погрешности Δ.

При получении результатов анализа, отличающихся от границ марки меньше чем на 0,7 значения допускаемого расхождения для соответствующего интервала концентрации, следует провести повторный анализ одновременно с анализом стандартного образца. С целью контроля погрешности результата анализа испытываемого образца не менее одного раза в смену в тех же условиях проводят анализ стандартного образца в двух навесках.

Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превысит предела Δ, %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли компонента при выполнении следующих условий:

- расхождение между результатами двух (трех) определений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2 (d_3), %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли компонента;
- воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли компонента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое при доверительной вероятности 0,85 значение δ, %, приведенное в соответствующем стандарте на метод анализа массовой доли компонента.

При невыполнении одного из указанных условий проводят повторный анализ. Если и при повторном анализе требования к точности результатов не выполняются, эти результаты признают

неверными, анализ прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождения между двумя средними результатами анализа, полученными в различных условиях (например при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_к$, %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли компонента.

Контроль погрешности среднего результата методом добавок осуществляют вычислением массовой доли определяемого компонента в анализируемом материале после добавления соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора этого компонента к навеске анализируемого материала до проведения анализа. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился в 1,5—2 раза по сравнению с аналитическим сигналом этого компонента в отсутствие добавки. При этом должны сохраняться оптимальные условия проведения анализа, предусмотренные конкретным стандартом на метод анализа. Проводят определение этого компонента в пробе после введения добавки. Величину добавки рассчитывают как разность между найденным значением массовой доли компонента в пробе с добавкой и без добавки.

Погрешность среднего результата анализа не превысит предела Δ, если найденная величина добавки отличается от расчетной не более чем на $\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$, где δ_1 и δ_2 взяты из соответствующего стандарта на метод анализа для значений массовой доли контролируемого компонента в пробе соответственно с добавкой и без добавки.

Контроль погрешности результатов анализа по синтетическим смесям выполняется путем воспроизведения значения массовой доли определяемого компонента, введенного в смесь. Определение массовой доли контролируемого компонента в синтетической смеси проводят одновременно с анализом пробы с таким же количеством определений, установленным методикой анализа.

Погрешность результата анализа не превысит предела Δ, если для синтетической смеси выполняются условия:

- расхождение между результатами двух (трех) определений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2 (d_3), %, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли компонента;
- воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли компонента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ, %, приведенное в соответствующем стандарте на метод анализа массовой доли компонента;
- воспроизведенное значение массовой доли компонента в синтетической смеси отличается от введенного в смесь не более чем на величину δ, взятую из соответствующего стандарта на методы анализа.

3.1.4 Для приготовления водных растворов реактивов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или деионизированную воду качества, не ниже указанного в стандарте, если не предусмотрены другие требования в стандартах на методы анализа.

3.1.5 В выражениях «разбавленная 1:1, 1:2» и т.д. или обозначениях (1:1), (1:2) и т.д. первая цифра означает объемную часть разбавляемого реактива (например концентрированной кислоты), вторая — объемные части растворителя (например воды).

Если в стандарте не указывается концентрация кислоты или водного раствора аммиака, то применяют концентрированную кислоту или концентрированный водный раствор аммиака.

3.1.6 Концентрация раствора выражается в единицах измерения:

- массовая концентрация — г/дм^3; г/см^3;
- молярная концентрация эквивалента — моль/дм^3.

3.1.7 При приготовлении растворов реактивов и проведении анализа после каждого добавления реактивов раствор перемешивают.

3.1.8 Для проведения анализа применяют:

- цилиндры, мензурки, колбы и пробирки по ГОСТ 1770;
- пипетки по ГОСТ 29227;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- посуду и оборудование стеклянные по ГОСТ 25336;
- фарфоровые тигли, лодочки и др. по ГОСТ 9147;
- тигли и чашки из платины по ГОСТ 6563;
- реактивы квалификации не ниже, чем «чистые для анализа» (ч.д.а.);

- другие средства измерения, оборудование и другую лабораторную посуду с метрологическими и техническими характеристиками не хуже стандартизованных.

3.1.9 При титриметрическом анализе массовую концентрацию титрованного раствора по определяемому компоненту устанавливают по трем навескам или аликвотным частям исходного вещества. Среднее арифметическое трех полученных результатов округляют до четырех значащих цифр.

Массовую концентрацию стандартного раствора, приготовленного из металла или химического вещества, устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества.

Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам, если это предусмотрено стандартом на методы определения компонента.

3.1.10 Понятия «комнатная температура», «теплая» или «горячая» вода (или раствор) означают, что жидкость имеет температуру соответственно 15—25 °С, 40—75 °С, свыше 75 °С.

3.1.11 При использовании инструментальных методов анализа необходимо выбирать оптимальные условия измерения аналитического сигнала, обеспечивающие необходимую чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого компонента и массовой доли его в анализируемой пробе.

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: на оси абсцисс откладывают числовое значение массовой концентрации, массовой доли или массы компонента в определенном объеме раствора; на оси ординат — величину аналитического сигнала, измеренный параметр или функцию от него.

Условия подготовки растворов для измерения аналитического сигнала и способ построения градуировочного графика указывают в стандарте на методы определения массовой доли компонента. Проверку градуировочного графика проводят одновременно с проведением анализа в соответствии с требованиями стандарта на методы определения массовой доли компонента. Допускается применять градуировочную функцию, представляющую собой уравнение градуировочного графика, а также использовать метод сравнения аналитического сигнала пробы с аналитическим сигналом стандартного раствора определяемого компонента или раствора стандартного образца, если это предусмотрено в стандарте на методы определения массовой доли компонента.

3.1.12 Для построения градуировочных графиков необходимо не менее пяти градуировочных точек, которые распределяют равномерно по всему диапазону измерения. Каждая из точек должна строиться по среднему арифметическому результатов двух (трех) определений.

4 Требования безопасности

4.1 Химические анализы должны выполняться в соответствии с нормативной документацией по безопасному ведению работ в химической лаборатории, утвержденной в установленном порядке.

4.2 Лабораторные помещения, в которых проводятся химические анализы, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

4.3 Требования к пожарной безопасности при работе в химической лаборатории должны соответствовать ГОСТ 12.1.004.

4.4 Виды пожарной техники и средств пожаротушения должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.4.009.

4.5 Вытяжные шкафы должны быть оборудованы закрытыми нагревательными плитами и муфельными печами.

4.6 Для подготовки флюсов к анализу, атомно-абсорбционных установок, лабораторных весов необходимо иметь отдельные помещения.

4.7 Электрооборудование и электроприборы должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 21130 и правилам устройства электроустановок.

4.8 Пары кислот и пыль сухих щелочей и оксидов раздражающе действуют на дыхательные пути и слизистую оболочку глаз и носа. Растворы и щелочи, попадая на кожу, вызывают сильные ожоги. Согласно ГОСТ 12.1.005 минеральные кислоты (соляная, азотная, серная и фтористоводородная) и щелочи относятся ко второму классу опасности. Предельно допустимые концентрации этих веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

4.9 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений должен производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.005.

4.10 Требования при работе с горючими и взрывоопасными газами должны соответствовать ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004, а также правилам безопасности в газовом хозяйстве.

4.11 При использовании газов в баллонах следует соблюдать правила по устройству и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

4.12 Хранение реактивов и прочих необходимых материалов должно соответствовать требованиям нормативной документации, регламентирующей их хранение.

4.13 Размещение и хранение химических реактивов и прочих материалов, применяемых при анализе и обладающих опасными и вредными свойствами, а также их использование должны соответствовать нормативной документации на их изготовление и применение.

4.14 К работе в химической лаборатории допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие предварительное обучение безопасным методам работы в химической лаборатории и правилам обращения с защитными средствами согласно ГОСТ 12.0.004 и специальный инструктаж по технике безопасности с записью в установленном порядке согласно ГОСТ 12.0.004.

4.15 В зависимости от выполняемого анализа, работающие в химической лаборатории должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты (халатами по ГОСТ 12.4.131 и ГОСТ 12.4.132, резиновыми перчатками по ГОСТ 20010 или ГОСТ 3, фартуками по ГОСТ 12.4.029, защитными очками по ГОСТ 12.4.013, защитными щитками по ГОСТ 12.4.023, противогазами по ГОСТ 12.4.121).

УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: флюс сварочный плавленый, общие требования к методам анализа, метод разложения, определения, массовая доля, доверительная вероятность, градуировочный график, погрешность

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 188.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 242 экз. С/Д 3719. Зак. 819.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru