ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53198— 2008

РУДЫ И КОНЦЕНТРАТЫ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

БЗ 2—2009/642

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Общие положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный научно-исследовательский институт цветных металлов» (ФГУП «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 25 декабря 2008 г. № 676-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2009

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 4
4 Обозначения и сокращения 5
5 Общие положения 5
6 Требования к отбору и подготовке проб 5
7 Требования к лабораторным помещениям 5
8 Требования к оборудованию, его размещению и организации рабочих мест 6
9 Требования к применению инструментальных и химических методов анализа 7
10 Требования к приготовлению растворов 8
11 Требования к основным растворам, аттестованным смесям (растворам) и градуировочным графикам 8
12 Требования к проведению измерений и обработке результатов анализа 9
13 Контроль стабильности результатов анализа 10
14 Требования безопасности при работе с реактивами и исходными материалами 13
15 Требования к хранению реактивов, проб анализируемой продукции и исходных материалов . . . 15
16 Требования пожарной безопасности при проведении анализов 15
17 Требования к персоналу, допускаемому к участию в проведении анализов 16
Приложение А (справочное) Перечень руд и концентратов цветных металлов 17
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ И КОНЦЕНТРАТЫ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Общие требования к методам анализа

Ores and concentrates of non-ferrous metals.
General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды и концентраты цветных металлов (см. приложение А) и устанавливает общие требования к методам анализа и требования безопасности.

Стандарт распространяется на методики выполнения измерений, применяемые при анализе руд и концентратов цветных металлов.

Стандарт не распространяется на руды и концентраты легких металлов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 12.4.026—2001 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная. Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

ГОСТ Р 12.4.230.1—2007 (ЕН 166—2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.42—99 (ИСО 8258—91) Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

ГОСТ Р 50779.45—2002 Статистические методы. Контрольные карты кумулятивных сумм. Основные положения

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

Издание официальное

ГОСТ Р 52599—2006 Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.395—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.0.001—82 Система стандартов безопасности труда. Основные положения

ГОСТ 12.0.003—74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

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 12.1.014—84 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.1.038—82 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

ГОСТ 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.2.032—78 Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.2.033—78 Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.2.049—80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.2.062—81 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Ограждения защитные

ГОСТ 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.031—83 Система стандартов безопасности труда. Работы со ртутью. Требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.010—75 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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

ГОСТ 12.4.028—76 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.029—76 Фартуки специальные. Технические условия

ГОСТ 12.4.034—2001 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Классификация и маркировка

ГОСТ 12.4.041—2001 (ЕН 133—90) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.066—79 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук от радиоактивных веществ. Общие требования и правила применения

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.120—83 Система стандартов безопасности труда. Средства коллективной защиты от ионизирующих излучений. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.155—85 Система стандартов безопасности труда. Устройства защитного отключения. Классификация. Общие технические требования

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 454—76 Бром технический. Технические условия

ГОСТ 545—76 Йод технический. Технические условия

ГОСТ 701—89 Кислота азотная концентрированная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2184—77 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 2228—81 Бумага мешочная. Технические условия

ГОСТ 2263—79 Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ 2567—89 Кислота фтористоводородная техническая. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3273—75 Натрий металлический технический. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического нефелометрического анализа

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4658—73 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8655—75 Фосфор красный технический. Технические условия

ГОСТ 8774—75 Литий. Технические условия

ГОСТ 8986—82 Фосфор желтый технический. Технические условия

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

ГОСТ 9285—78 (ИСО 992—75, ИСО 995—75, ИСО 2466—73) Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 13170—80 Руды и концентраты цветных металлов. Метод определения влаги

ГОСТ 14180—80 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р 52361, а также дополнительные термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **анализ пробы:** Совокупность последовательных регламентированных операций для установления массовой доли определяемого компонента в пробе.

3.1.2 **воспроизводимость:** Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.1.3 **измерение:** Установление значения аналитического сигнала.

3.1.4 **норматив контроля, *k*:** Значение разности между найденным значением массовой доли элемента в стандартном образце и соответствующим аттестованным значением данной величины в стандартном образце при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.1.5 **правильность:** Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов анализа, к принятому опорному значению.

3.1.6 **повторяемость:** Прецизионность в условиях повторяемости.

3.1.7 **предел промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, R_W:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютным значением разности результатов двух анализов X_{max} и X_{min}, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности.

3.1.8 **предел воспроизводимости, *R*:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютным значением разности между результатами двух анализов, полученных в условиях воспроизводимости.

3.1.9 **предел повторяемости (сходимости), *r*:** Значение, которое с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не превышается абсолютной величиной разности между наибольшим и наименьшим из n результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости.

3.1.10 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентируемых условиях.

3.1.11 **принятое опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как:

а) теоретическое или установленное значение, базирующееся на научных принципах;

б) приписанное или аттестованное значение, базирующееся на экспериментальных работах какой-либо национальной или международной организации;

в) согласованное или аттестованное значение, базирующееся на совместных экспериментальных работах под руководством научной или инженерной группы;

г) математическое ожидание измеряемой характеристики, то есть среднее значение заданной совокупности результатов измерений — в тех случаях, когда перечисления а), б) и в) недоступны.

3.1.12 **результат измерений:** Среднеарифметическое значение заданной совокупности измерений.

3.1.13 **результат анализа:** Значение массовой доли определяемого компонента в пробе, полученное расчетным путем с учетом сравнительных эталонных значений (градуировочных зависимостей), выраженное в узаконенных единицах.

3.1.14 **точность:** Степень близости результата анализа к принятому опорному значению.

3.1.15 **характеристика погрешности результатов анализа, $\pm \Delta$:** Граница интервала, в котором погрешность измерений находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$*.

---

* Соответствует значению расширенной неопределенности. Расширенная неопределенность U — величина, определяемая интервалом вокруг математического ожидания результатов измерений, охватывающих большую долю распределения значений, которые обоснованно могут быть приписаны измеряемой величине.

4 Обозначения и сокращения

4.1 В настоящем стандарте применены следующие обозначения:
C — массовая концентрация элемента в растворе;
$C_{ат}$ — аттестованное значение массовой доли элемента;
m — масса навески пробы;
V — объем раствора;
X — массовая доля определяемого элемента;
n — число параллельных определений;
N — число результатов анализа;
S_r — оценка стандартного отклонения повторяемости;
r — предел повторяемости;
S_R — оценка стандартного отклонения воспроизводимости;
R — предел воспроизводимости;
S_W — оценка стандартного отклонения промежуточной прецизионности;
R_W — предел промежуточной прецизионности;
$\pm \Delta$ — характеристика погрешности результатов анализа;
$CR_{0,95}(n)$ — критический диапазон для вероятности $P = 0,95$;
CD_P — критическая разность для вероятности $P = 0,95$.
4.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:
ГСО — государственный стандартный образец состава;
СО — стандартный образец состава;
МКХА — методика количественного химического анализа;
НД — нормативная документация.

5 Общие положения

МКХА, применяемые при контроле состава руд и концентратов цветных металлов, должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725.1 — ГОСТ Р ИСО 5725.6 с обеспечением требований безопасности по основополагающим межгосударственным стандартам: ГОСТ 12.0.001, ГОСТ 12.0.003, ГОСТ 12.0.004, ГОСТ 12.3.002 и требованиям настоящего стандарта при проведении анализа руд и концентратов цветных металлов.

6 Требования к отбору и подготовке проб

6.1 Отбор и подготовку проб руд и концентратов для химического анализа и определения влаги проводят по ГОСТ 14180 и НД на конкретную продукцию.

6.2 Проба для анализа должна быть измельчена до порошкообразного состояния с размером частиц не более 0,080 мм и тщательно перемешена с последующей проверкой измельчения.

Примечание — Навеска из недостаточно измельченной пробы может являться причиной расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа.

6.3 Взвешивание порошков должно проводиться в емкостях небольшого веса, к которым относятся стеклянные бюксы, алюминиевые тарированные совки и посуда из стеклоуглерода.

6.4 Перед проведением анализа порошкообразные пробы руды и концентрата должны быть высушены при температуре (105 ± 10) °С до постоянной массы. Определение влаги по ГОСТ 13170.

7 Требования к лабораторным помещениям

7.1 Освещение лабораторных помещений должно соответствовать правилам [1] и [2].

7.2 Лабораторные помещения должны быть обеспечены общеобменной естественной и искусственной вентиляцией, а также местной приточно-вытяжной вентиляцией. Вентиляционные системы — по ГОСТ 12.4.021.

Воздух рабочей зоны по содержанию вредных веществ должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. Контроль содержания вредных веществ по ГОСТ 12.1.014 и ГОСТ 12.1.016.

7.3 Рабочие столы и вытяжные шкафы, предназначенные для работы с пожаро- и взрывоопасными веществами, должны иметь бортики и быть покрыты несгораемыми материалами, а при работе с кислотами, щелочами и другими химически активными веществами — материалами, стойкими к их воздействию.

7.4 Лабораторные помещения, предназначенные для работ с ртутью, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.3.031.

7.5 Лабораторные помещения, предназначенные для работ с источниками ионизирующих излучений, должны соответствовать требованиям санитарных правил [3].

8 Требования к оборудованию, его размещению и организации рабочих мест

8.1 Для взвешивания навесок руд и концентратов, а также приготовления растворов и смесей применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104. Допускаемая погрешность однократного взвешивания не более ± 0,0002 г.

8.2 Для прокаливания навесок руд и концентратов применяют муфельные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 1000 °С.

Для высушивания руд и концентратов применяют сушильные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 250 °С.

Для растворения и выпаривания растворов применяют электрические плиты с закрытой спиралью, обеспечивающие нагревание до температуры 350 °С.

8.3 Для измерения промежутков времени менее 5 мин применяют песочные часы и секундомеры, более 5 мин — таймеры и часы любого типа.

8.4 Для проведения анализа применяют лабораторную посуду, соответствующую требованиям ГОСТ 25336, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 1770, ГОСТ 6563, ГОСТ 9147 и ГОСТ 19908.

8.5 Допускается применение наряду со средствами измерений, указанными в нормативном документе на метод анализа, другие средства измерений данного типа, обеспечивающие метрологические характеристики результатов анализа.

8.6 Лабораторное оборудование и приборы должны соответствовать требованиям НД на конкретные типы, ГОСТ 12.2.003 и ГОСТ 12.2.049.

8.7 Лабораторное оборудование и приборы необходимо размещать в рабочих помещениях согласно требованиям инструкций по их эксплуатации с учетом требований безопасности по ГОСТ 12.3.002 и правилам [3].

8.8 Движущиеся части механизмов лабораторных установок должны быть ограждены в соответствии с общими правилами безопасности по 8.7 и требованиями ГОСТ 12.2.062.

8.9 Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые при выполнении анализов, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 21130.

8.10 Электроприборы, применяемые для нагрева легковоспламеняющихся жидкостей, должны быть с закрытой спиралью и проводами, с химически стойкой изоляцией.

8.11 Условия электробезопасности на рабочих местах должны обеспечиваться в соответствии с общими требованиями и номенклатурой видов защиты согласно ГОСТ 12.1.019.

8.12 Требования безопасности по приборам, применяемым в рентгеноспектральных, рентгеноструктурных, рентгенофлуоресцентных методах анализа, должны соответствовать требованиям безопасности, изложенным в инструкциях по эксплуатации этих приборов, и требованиям норм [4] и [5].

8.13 Рабочее место для выполнения работ должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032, ГОСТ 12.2.033 и правил [5]. Все рабочие места должны быть обеспечены инструкциями по безопасности труда работающих.

8.14 Баллоны со сжатым и сжиженным газами должны устанавливаться в специальных помещениях в соответствии с требованиями правил [6].

Сосуды и аппараты, работающие под давлением, должны эксплуатироваться в соответствии с правилами [7].

8.15 Элементы оборудования и установок должны быть окрашены в сигнальные цвета и оборудованы знаками безопасности по ГОСТ Р 12.4.026. В помещениях должны быть применены указатели согласно правилам [8].

8.16 На рабочем месте при выполнении процесса измерений, при работе с растворами, взвешивании проб, проведении операций фильтрования, установлении титра растворов должны быть обеспечены нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395 и санитарным нормам [9].

9 Требования к применению инструментальных и химических методов анализа

9.1 Аналитические приборы готовят к работе согласно инструкциям по эксплуатации этих приборов.

9.2 Массовые концентрации элементов в анализируемом растворе определяют с помощью градуировочных графиков.

9.3 Для применения инструментальных методов анализа требуется правильный выбор спектральной аналитической линии определяемого элемента. Этот выбор диктуется инструментальными возможностями аппаратуры и составом анализируемых проб.

9.4 С целью селективного определения элемента требуется выбор спектральной аналитической линии, свободной от наложения линий матрицы химического состава руды или концентрата.

9.5 При определении элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой требуется выбор длины волны аналитической линии определяемого элемента, мощности плазмы, расхода аргона, скорости подачи раствора в плазму, высоты регистрируемой зоны плазмы, соблюдения допустимых границ содержания кислот и солей в растворе пробы.

9.6 Кислотность и солевой состав градуировочных растворов и растворов проб необходимо поддерживать идентичными.

9.7 При определении элементов методом атомной абсорбции длину волны, состав газа пламени, который определяет восстановительное или окислительное его действие, расход газа, тип горелки и другие условия выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных параметров для обеспечения требуемых показателей точности и чувствительности при определении элемента. В методе атомной абсорбции диапазон линейной зависимости «сигнал — концентрация» значительно уже, чем в методе атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Поэтому при построении градуировочной зависимости необходимо использовать несколько концентраций элемента в узком интервале. Кислотность и солевой состав растворов проб и растворов для градуировки необходимо поддерживать идентичными.

9.8 При определении элементов методами атомно-эмиссионного анализа с дуговым и искровым возбуждением спектра устанавливают рабочие режимы приборов, длины волн аналитических линий и линий сравнения, рабочий диапазон спектра, характер разряда, частоту разряда, диапазон регулирования тока и др.

9.9 При использовании рентгеноспектральных методов указывают тип спектрометра со всеми принадлежностями и характеристики устройств для подготовки проб к анализу.

9.10 Порошкообразные смеси, используемые в качестве образцов сравнения, должны быть аттестованы. Для каждой смеси, выполняющей роль образца сравнения, должно быть указано значение погрешности приготовления смеси.

9.11 Спектр анализируемой пробы и каждого стандартного образца получают в одинаковых условиях. Максимальная погрешность вносится погрешностью градуировочных характеристик.

9.12 При использовании спектрофотометрических методов анализа требуется выбор длины волны определяемого элемента и толщины поглощающего свет слоя кювет, обеспечивающих проведение измерений в оптимальной области оптических плотностей.

9.13 Для всех вышеуказанных методов допустимо использование аналитических сигналов при других длинах волн при условии достижения требуемых метрологических характеристик результатов анализа.

9.14 При определении массовых долей элементов (20 %—80 %) необходимо применение химических, например, титриметрических, гравиметрических методов анализа.

9.15 Титр растворов T устанавливают, рассчитывая не менее чем по трем навескам вещества (если в МКХА не заложено другое число навесок).

Титр выражают в граммах вещества на 1 см^3 раствора (г/см^3).

За титр раствора принимают среднеарифметическое значение, полученное из трех результатов титрования. Рассчитанные значения округляют до четвертой значащей цифры после запятой.

Погрешность установления титра раствора, ΔT, г/см^3, вычисляют по формуле:

$$\Delta T = \pm \frac{S_r t_{0,95}}{\sqrt{n}}, \quad (1)$$

где S_r — стандартное отклонение повторяемости результатов титрования, г/см^3;

$t_{0,95}$ — коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $P = 0,95$;

n — число определений.

Если пренебречь погрешностью титра, должно соблюдаться следующее неравенство:

$$\frac{S_r t_{0,95}}{\sqrt{nT}} \le \frac{\Delta}{\overline{X}}, \qquad (2)$$

где Δ — предел абсолютной погрешности результатов анализа;

$\overline{X}$ — соответствующая массовая доля определяемого элемента.

10 Требования к приготовлению растворов

10.1 Для приготовления водных растворов и при выполнении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или соответствующую ей по качеству деионизированную воду. Возможны более жесткие требования (бидистиллат, тридистиллат), что должно быть указано в соответствующей НД, регламентирующей МКХА.

10.2 Степень разбавления раствора реактива (кислота, щелочь и др.) обозначают в виде A:B, например 1:2, где A — объемная часть разбавляемого вещества, B — объемная часть используемого растворителя.

Массовую концентрацию растворов выражают:

- величиной, определяемой отношением массы вещества к занимаемому им объему;
- величиной, определяемой отношением массы вещества к определенной массе (100 г) раствора (массовая концентрация, массовая доля, которая может выражаться в процентах);
- величиной, определяемой отношением объема вещества к определенному объему (100 см^3) раствора (объемная доля, которая может выражаться в процентах);
- величиной, определяемой отношением количества молей вещества в растворе к его объему.

10.3 Термин «теплый» по ГОСТ 27025 означает, что раствор должен иметь температуру от 40 °С до 75 °С. Термин «горячая вода (раствор)» означает, что вода (раствор) имеет температуру выше 75 °С.

Термин «охлаждение» означает охлаждение до температуры от 15 °С до 25 °С.

11 Требования к основным растворам, аттестованным смесям (растворам) и градуировочным графикам

11.1 Для приготовления основных растворов по ГОСТ 4517 применяют металлы, содержащие не менее 99,9 % основного вещества, соли и реагенты. Навески этих веществ взвешивают на аналитических весах. Необходимую точность взвешивания и измерения объема приводят в стандартах на методы определения массовых долей элементов с указанием количества десятичных знаков.

11.2 Приготовление аттестованных смесей проводят согласно рекомендации [10]. Характеристики погрешности δ_0 приготовления аттестованных смесей рассчитывают по формуле

$$\delta_0 = \sqrt{\left[\sum\left(\frac{\Delta M_i}{M_i}\right)^2 + \sum\left(\frac{\Delta m_i}{m_i}\right)^2 + \sum\left(\frac{\Delta V_i}{V_i}\right)^2\right]}, \qquad (3)$$

где M_i — массовая доля основного вещества (реактива), % масс;

ΔM_i — характеристика погрешности определения массовой доли основного вещества, % масс;

m_i — масса навески реактива, г;

Δm_i — характеристика погрешности аналитических весов, г;

V_i — номинальный объем используемой мерной посуды, см^3;

ΔV_i — характеристика погрешности дозирования объема, см^3.

Аттестованная смесь по метрологическому назначению выполняет функции СО состава вещества по ГОСТ 8.315.

11.3 Основные растворы и образцы для градуировки (аттестованные смеси) необходимо хранить при температуре от 15 °С до 25 °С (см. ГОСТ 27025) в плотно закрытых полиэтиленовых банках или в колбах с пришлифованными пробками. На емкостях с основными растворами должны быть этикетки, на которых указывают: наименование, аттестованное значение, дату приготовления и срок годности согласно ГОСТ 3885 и ГОСТ 4212. Сроки хранения растворов устанавливаются в соответствии с требованиями НД, регламентирующих МКХА или иными соответствующими документами.

11.4 Градуировочные характеристики получают с использованием стандартных образцов состава, образцов для градуировки, основных растворов, аттестованных смесей в соответствии с рекомендацией [10]. В методике должна быть описана процедура приготовления основных и градуировочных растворов.

11.5 Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат, по оси абсцисс откладывают числовые значения массовой концентрации или массы элемента, а по оси ординат величину аналитического сигнала или функцию от него.

11.6 Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных точек, каждая из которых строится по среднеарифметическим результатам трех параллельных измерений. Градуировочные точки должны быть равномерно распределены по диапазону измерений и охватывать требуемый интервал определений.

Допускается приготовление многоэлементных растворов, содержащих несколько элементов в одном растворе. Растворы должны быть приготовлены с учетом максимальной стабильности ионных форм существования введенных элементов, также допускается:

- использовать для градуировки растворы с введением нескольких определяемых элементов;
- изменять диапазон определяемых элементов в растворах для градуировки при соблюдении линейности градуировочной функции;
- использовать автоматизированные системы построения градуировочных графиков;
- определять несколько элементов из раствора одной навески пробы, учитывая соответствие массовых концентраций элементов в растворах для градуировочных графиков и массовых долей этих элементов.

11.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| \le K_{гр}, \quad (4)$$

где X — воспроизведенное по градуировочной характеристике аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

C — аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

Значения норматива контроля стабильности градуировочной характеристики приводят в тексте документа на метод анализа.

Значения $K_{гр}$ не должны превышать $0{,}5\Delta$ (погрешности анализа).

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с использованием градуировочных образцов с массой определяемого компонента вблизи нижней, верхней границ и середины диапазона построения градуировочного графика.

При невыполнении условия для одного градуировочного образца эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия строят новую градуировочную характеристику.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партий реактивов и аппаратуры.

Периодичность контроля стабильности градуировочной характеристики определяют индивидуально для каждого метода анализа в зависимости от частоты анализа рабочих проб в лаборатории.

11.8 Приготовление растворов индикаторов — по ГОСТ 4919.1 и буферных растворов — по ГОСТ 4919.2.

12 Требования к проведению измерений и обработке результатов анализа

12.1 Массовую долю компонентов и примесей определяют параллельно в двух навесках, если в методике анализа не заложено использование большего числа параллельных определений. Одновременно с проведением анализа проводят контрольный опыт для определения загрязнения реактивов и внесения поправки в результат анализа. Число параллельных контрольных опытов указывают в методике анализа.

12.2 Массовую долю драгоценных, редких и рассеянных элементов определяют в трех навесках пробы.

12.3 Результаты параллельных определений должны быть получены в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1, пункт 3.14. Абсолютное расхождение между этими значениями должно сравниваться с пределом повторяемости r:

$$r = Q(P, n)\, S_r, \quad (5)$$

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 1.

Таблица 1

n	2,0	3,0	4,0	5,0
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86

Если при этом диапазон результатов четырех $CR_{0,95(4)}$ параллельных определений $X_{max} - X_{min}$ не превышает критический диапазон $CR_{0,95(4)}$, то в качестве результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений.

Если полученное расхождение не превышает r, результаты параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение.

Если расхождение превышает r, проводят еще два параллельных определения. Если при этом диапазон результатов n параллельных определений $|X_{max} - X_{min}|$ не превышает критический диапазон для $CR_{0,95(n)}$, то в качестве результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений:

$$CR_{0,95(n)} = Q_n S_r . \quad (6)$$

Если диапазон результатов n параллельных определений превышает $CR_{0,95(n)}$, за окончательный результат может быть принято значение медианы всех результатов параллельных определений или необходимо выяснить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и принять меры по устранению их.

Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться тем же числом знаков после запятой, что и значения показателей:

S_r — стандартное отклонение повторяемости;

r — предел повторяемости;

S_r — стандартное отклонение воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости;

R_W — предел промежуточной прецизионности;

$\pm\Delta$ — предел абсолютной погрешности результатов анализа;

k — норматив контроля, значение разности между найденной массовой долей определяемого элемента в стандартном образце и соответствующим аттестованным значением стандартного образца при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Округление результатов анализа проводят в соответствии с требованиями стандарта [11].

13 Контроль стабильности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа включает контроль правильности, воспроизводимости, промежуточной прецизионности и повторяемости результатов анализа в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и рекомендаций [12].

13.1 Оперативный контроль повторяемости

При контроле повторяемости, проводимом в условиях повторяемости (результаты параллельных определений получают одним и тем же методом на идентичных пробах, в одной и той же лаборатории, одним и тем же аналитиком, с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени), абсолютное расхождение двух результатов ($n = 2$) параллельных определений X_1 и X_2 не должно превышать предела повторяемости r, т. е. с доверительной вероятностью $P = 0,95$ должно выполняться условие

$$|X_1 - X_2| \le r. \quad (7)$$

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

При невыполнении этого соотношения анализ повторяют. При повторном несоответствии полученных результатов этому соотношению выполнение анализов прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.2 Контроль промежуточной (внутрилабораторной прецизионности)

Нормативом контроля является предел промежуточной прецизионности R_W. Образцами для контроля служат анализируемые пробы.

Для контроля промежуточной прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные одним и тем же методом в разных условиях (разное оборудование, разные аналити-

ки, разные реактивы, различные промежутки времени) в одной лаборатории. Результат контроля считают удовлетворительным, если выполнено условие

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le R_W, \quad (8)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты анализа одной пробы.

$$R_W = 2{,}77 S_W, \quad (9)$$

где S_W — оценка стандартного отклонения промежуточной прецизионности.

13.3 Контроль воспроизводимости

Контроль воспроизводимости проводят при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями.

13.3.1 Результаты анализа, получаемые в лабораториях — участницах процедуры проверки приемлемости, сопровождают протоколом, который содержит:

- наименование методики анализа;
- значение результата анализа с указанием способа его получения (в виде результата единичного анализа, либо среднеарифметического значения результатов единичного анализа, либо медианы результатов единичного анализа) и количества результатов единичного анализа, использованных для расчета результата анализа.

13.3.2 Результаты анализа $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, полученные в двух разных лабораториях, считают приемлемыми, если абсолютное расхождение между ними R_k не превышает критической разности $CD_{0,95}$:

$$R_k |\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0,95}. \quad (10)$$

13.3.3 Расчет значений критической разности

Значения критической разности рассчитывают в зависимости от способа получения результатов анализа в каждой из лабораторий и от количества результатов единичного анализа, использованных для расчета результатов анализа.

13.3.4 Если методикой предусмотрено получение результата анализа на основе результатов единичного анализа*, и оба результата анализа были получены как среднеарифметические n_1 и n_2 результатов единичного анализа соответственно, то значение критической разности рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \sqrt{S_R^2 - \left(\frac{1}{n} - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right) S_r^2}, \quad (11)$$

где n_1 и n_2 — число результатов единичного анализа, использованных для расчета результата анализа в лабораториях.

Примечание — Если представленные каждой из лабораторий результаты анализа получены в точном соответствии с НД на методику анализа (как результаты единичного анализа или среднеарифметические n результатов единичного анализа), то критическая разность является пределом воспроизводимости и его значение может быть рассчитано по формуле

$$R = CD_{0,95} = 2{,}77 S_R. \quad (12)$$

13.3.5 Если методикой предусмотрено получение результата анализа на основе n результатов единичного анализа, и один результат анализа был получен как среднеарифметическое n_1, а второй — как медиана n_2 результатов единичного анализа, то значение критической разности рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \sqrt{S_R^2 - \left(\frac{1}{n} - \frac{1}{2n_1} - \frac{C_{n_2}^2}{2n_2}\right) S_r^2}, \quad (13)$$

где C_n — отношение СКО медианы к СКО среднеарифметического значения.

13.3.6 Если методикой предусмотрено получение результата анализа на основе n результатов единичного анализа и оба результата анализа были получены как медианы n_1 и n_2 результатов единичного анализа соответственно, то значение критической разности рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = 2{,}77 \sqrt{S_R^2 - \left(\frac{1}{n} - \frac{C_{n_1}^2}{2n_1} - \frac{C_{n_2}^2}{2n_2}\right) S_r^2}. \quad (14)$$

* Если НД на методику анализа не предусмотрено проведение параллельных определений, то $n = n_1 = n_2 = 1$.

13.3.7 Если в НД на методику анализа не предусмотрено проведение параллельных определений, то расчет значений предела вопроизводимости и критической разности $CD_{0,95}$ может быть проведен в соответствии с 12.3.4—12.3.6 при $n = 1$, что соответствует формулам расчета значений критической разности, приведенным в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2).

13.3.8 При выполнении условия (10) в качестве окончательного результата анализа используют общее среднее значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях:

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}. \quad (15)$$

При невыполнении условия (10) оба результата считают неприемлемыми.

13.4 Контроль правильности с применением образцов для контроля

Контроль правильности проводят с использованием стандартных образцов состава, по альтернативному методу или методом добавок.

Норматив контроля — критическое значение k. Образцами для контроля являются стандартные образцы состава руд и концентратов цветных металлов.

Стандартный образец подбирают таким образом, чтобы массовая доля определяемого элемента в нем не отличалась более чем в два раза по сравнению с пробой.

Результат анализа стандартного образца сравнивают с аттестованным значением определяемого элемента в стандартном образце.

Результат контроля считают удовлетворительным при условии

$$|\overline{X} - X_{ат}| \le k, \quad (16)$$

где $\overline{X}$ — результат анализа определяемого элемента в образце для контроля — среднеарифметическое n результатов параллельных определений, расхождение между наибольшим и наименьшим из которых не превосходит предела повторяемости,

$X_{ат}$ — аттестованное значение компонента в стандартном образце.

Норматив контроля вычисляют по формуле

$$k = 2\sqrt{S_R^2 - S_r^2\left(1 - \frac{1}{n}\right) + S_{(A)}^2}, \quad (17)$$

где S_R^2 — оценка среднеквадратического отклонения воспроизводимости;

S_r^2 — оценка среднеквадратического отклонения повторяемости;

n — число результатов единичных определений в стандартном образце;

$S_{(A)}^2$ — погрешность аттестованного значения стандартного образца.

13.5 Контроль правильности с применением альтернативного (независимого) метода

Контроль правильности проводят путем сравнения результатов анализа идентичных проб, полученных по контролируемому и альтернативному методам анализа. Выбор альтернативного метода анализа осуществляют в соответствии с рекомендациями, приведенными в рекомендациях [12] и [13] и ГОСТ Р 52599.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le k, \quad (18)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты анализа, полученные по контролируемому и контрольному методам соответственно;

k — норматив контроля.

$$k = 2S, \quad (19)$$

где S — оценка общего среднеквадратического отклонения для контролируемого и контрольного методов.

Общее среднеквадратичное отклонение рассчитывают по формуле

$$S = \sqrt{S_1^2 + S_2^2}, \quad (20)$$

где S_1 и S_2 — оценки среднеквадратических отклонений контролируемого и контрольного методов одновременно.

Критическое значение рассчитывают по формуле:

$$k = 2\sqrt{S_R^2 + \frac{\Delta_0^2}{3}}, \quad (21)$$

где Δ_0 — характеристика погрешности аттестованного значения стандартного образца.

13.6 Контроль правильности результатов анализа с применением метода добавок

Контроль проводят путем сравнения результатов контрольного анализа K_K с нормативным k.

За результаты анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений.

Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле

$$K_K = \overline{X}' - \overline{X} - C_0, \quad (22)$$

где $\overline{X}$ — результат контрольного измерения массовой доли определяемого элемента в рабочей пробе с введенной добавкой;

$\overline{X}'$ — результат контрольного измерения массовой доли определяемого элемента в рабочей пробе.

Величина добавки C_0 в пределах лаборатории должна удовлетворять условию:

$$C_0 > \Delta_{Л,\overline{X}} + \Delta_{Л(\overline{X}+C_0)}. \quad (23)$$

Норматив контроля k рассчитывают по формуле

$$k = \sqrt{\Delta_{Л,\overline{X}'}^2 + \Delta_{Л,\overline{X}}^2}, \quad (24)$$

где $\pm\Delta_{Л,\overline{X}'}$ ($\pm\Delta_{Л,\overline{X}}$) — характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая массовой доле определяемого элемента в пробе с добавкой (рабочей пробе соответственно).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le k, \quad (25)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

В качестве приписанной характеристики погрешности устанавливают границы абсолютной погрешности результатов анализа $\pm\Delta$.

Контроль повторяемости параллельных определений, промежуточной прецизионности и воспроизводимости результатов анализа проводят при смене реактивов, замене аппаратуры и неприемлемых результатах анализа, но не реже одного раза в месяц.

13.7 Контроль стабильности результатов анализа

Контроль в пределах одной лаборатории необходимо осуществлять путем проверки прецизионности и правильности результатов, поддерживая эти показатели на требуемом уровне в течение длительного времени.

Контроль стабильности показателя промежуточной прецизионности проводят с использованием контрольных карт кумулятивных сумм по ГОСТ Р 50779.45.

Контроль стабильности показателей правильности проводят с использованием контрольных карт Шухарта и ГСО по ГОСТ 50779.42 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Периодичность проведения контроля указывается в документах лаборатории, а также проводится при смене реактивов, специалистов, замене аппаратуры, изменении других условий выполнения анализов.

14 Требования безопасности при работе с реактивами и исходными материалами

14.1 Реактивы и прочие исходные материалы, используемые в анализах проб продукции цветной металлургии, а также требования безопасности при работе с ними должны соответствовать НД на эти материалы, утвержденным в установленном порядке.

14.2 При работе с кислотами и солями должны соблюдаться следующие требования безопасности:

- при работе с азотной кислотой по ГОСТ 4461 и ГОСТ 701 необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты (респираторами, резиновыми перчатками, защитными очками, спецодеждой), а также соблюдать правила личной гигиены. Анализы следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории;

- не следует допускать соприкосновение азотной кислоты со скипидаром, карбидами, порошками металлов, солями хлорноватой и пикриновой кислот, а также с горючими материалами. При попадании кислоты на кожу и слизистую оболочку глаз необходимо оказать первую помощь: обильно промыть водой пораженный орган, а затем раствором бикарбоната натрия массовой долей 2 %, и немедленно доставить пострадавшего в медицинский пункт. При раздражении слизистой оболочки дыхательных путей необходимо напоить теплым молоком, применить вдыхание кислорода и оказать врачебную помощь;

- все виды работ с соляной кислотой по ГОСТ 3118 следует проводить в суконной одежде, прорезиненном фартуке, резиновых сапогах, противокислотных перчатках, защитных очках;

- при попадании соляной кислоты на кожные покровы ее необходимо немедленно смыть обильной струей воды, а при попадании брызг в глаза промыть их струей воды и обработать раствором бикарбоната натрия массовой долей 2 %. При воздействии паров соляной кислоты на органы дыхания необходима немедленная помощь врача;

- работающие с серной кислотой по ГОСТ 2184 должны быть обеспечены специальной одеждой и обувью, а также средствами индивидуальной защиты. При ожогах серной кислотой обильно промывают пораженный орган водой, затем раствором бикарбоната натрия массовой долей 5 % или раствором карбоната аммония массовой долей 10 %. При хранении кислоту изолируют от металлических порошков, карбидов, солей азотной, хлорноватой, пикриновой кислот и от горючих материалов. При возгорании веществ в присутствии кислоты их следует тушить песком. При тушении не допустимо применение воды;

- фтористоводородная кислота (плавиковая кислота) по ГОСТ 2567 и ее пары, а также дым, образующийся в присутствии аммиака, чрезвычайно ядовит. Кислота разрушающе действует на стекло и другие вещества, не действует на платину. Если фтористоводородная кислота оказалась в сфере огня, то при его тушении возможно применение воды. Вскрывать посуду с фтористоводородной кислотой необходимо очень осторожно, чтобы не повредить тару. При открывании пробки горло посуды следует держать в направлении «от себя». При ожогах фтористоводородной кислотой необходимо пораженный участок немедленно промыть проточной водой до тех пор, пока побелевшая поверхность кожи не покраснеет. Затем накладывают свежеприготовленную суспензию окиси магния в глицерине массовой долей 20 %;

- безводная хлорная кислота может взрываться при соприкосновении с органическими веществами, например, деревом, углем, бумагой, эфиром и др. При работе с хлорной кислотой не следует пользоваться резиновыми перчатками. Сосуд (стакан или колбу) необходимо брать металлическими щипцами. При массовых анализах, связанных с применением хлорной кислоты, следует часто промывать водой внутренние стенки и каналы вытяжного шкафа. При попадании на кожу хлорную кислоту следует обильно промыть водой. Необходимо избегать контакта хлорной кислоты с органическими и горючими веществами;

- соли хлорной кислоты, хлорат калия (калий хлорноватокислый, бертолетова соль), хлорат натрия, опасны при попадании внутрь, так как являются сильными кровяными ядами. Они опасны при пожаре, при соприкосновении с горючими веществами могут взрываться. При их тушении применяют воду. Хранить реактивы следует изолированно от горючих веществ, кислот и серы.

14.3 Требования безопасности при работе со щелочью

Все виды работ с гидроксидом натрия (см. ГОСТ 2263) и гидроксидом калия (см. ГОСТ 9285) следует проводить только в защитной одежде: в костюмах из хлопчатобумажной ткани, в резиновых сапогах и перчатках из щелочестойкой резины и защитных очках. В случае попадания продукта на кожные покровы и спецодежду пораженные места следует немедленно промыть водой или физиологическим раствором, после этого сделать примочки из растворов уксусной, виннокаменной, соляной или лимонной кислоты массовой долей 5 %. При попадании в глаза немедленно промыть их водой или физиологическим раствором и обратиться к врачу.

14.4 Требования безопасности при работе с галогенами

Работать с бромом (см. ГОСТ 454) следует под тягой в резиновых перчатках. Бром хранят в специальных склянках темного стекла небольшой емкости с плотно притертой пробкой. При отравлении парами брома необходим свежий воздух, вдыхание водяных паров с небольшой примесью нашатырного спирта, ингаляция содового раствора, вдыхание кислорода.

Работать с йодом (см. ГОСТ 545) следует под тягой в резиновых перчатках. Йод хранят в банках темного стекла с притертой пробкой.

14.5 Кислоты и щелочи следует разливать при помощи стеклянных сифонов с грушей или другими нагнетательными приспособлениями.

Пролитые кислоты и щелочи, кроме фтористоводородной кислоты, должны засыпаться песком, а после его уборки места разлива кислот должны обрабатываться известью или содой. Пролитую фторис-

товодородную кислоту необходимо нейтрализовать гидроксидом натрия в виде порошка или его раствором.

При разливе раствора щелочи его обезвреживают, поливая место разлива обильным количеством воды.

При просыпании твердой щелочи ее следует собрать совком, а место рассыпания обмыть обильным количеством воды.

14.6 Работы со щелочными металлами (литием по ГОСТ 8774 и натрием по ГОСТ 3273) должны выполняться в вытяжном шкафу, обитым внутри листовой сталью с асбестовой прокладкой, вдали (не ближе 5 м) от источников огня и воды, с использованием для нагрева масляных, песчаных или воздушных бань. При работе со щелочными металлами следует пользоваться пинцетом.

14.7 Работы с концентрированным пероксидом водорода по ГОСТ 177, неорганическими и органическими пероксидами должны производиться в средствах защиты персонала с использованием защитных очков или масок из органического стекла, хлопчатобумажных халатов и резиновых перчаток.

14.8 Работы с фосфором (желтым по ГОСТ 8986 и красным по ГОСТ 8655) необходимо проводить в вытяжном шкафу при работающей вентиляции. Для переноски фосфора в реакционный сосуд следует пользоваться пинцетом.

Работающие с красным фосфором должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.103.

14.9 Работы, проводимые с чрезвычайно- и высокоопасными, а также радиоактивными веществами, следует проводить в специально оборудованных шкафах типа «Изотоп» в соответствии с требованиями безопасности, изложенными в НД по работе с этими веществами.

14.10 Учет, расходование и работу с радиоактивными веществами следует проводить в соответствии с требованиями правил [4] и [5].

4.11 Работы с ртутью по ГОСТ 4658 должны проводиться в соответствии с ГОСТ 12.3.031 и санитарными правилами [14].

15 Требования к хранению реактивов, проб анализируемой продукции и исходных материалов

15.1 Помещения для хранения реактивов, проб анализируемой продукции и прочих исходных материалов, используемых в анализах, должны соответствовать требованиям норм [15] и быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

15.2 Помещения для хранения радиоактивных веществ должны быть оборудованы в соответствии с правилами [3].

15.3 Помещения для хранения газов в сжатом и газообразном состояниях и охлаждающих газовых смесей должны быть оборудованы согласно правилам [6].

15.4 Пробы анализируемой продукции и исходных материалов следует хранить в соответствующей герметизируемой стеклянной посуде по ГОСТ 3885, ГОСТ 25336 или в пакетах из плотной бумаги по ГОСТ 2228.

15.5 Помещения для хранения хлора должны соответствовать правилам [15].

16 Требования пожарной безопасности при проведении анализов

16.1 Лабораторные помещения и их оборудование должны соответствовать общим требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. Виды пожарной техники, предназначенной для защиты от пожаров в лабораториях, ее размещение и содержание должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.4.009.

16.2 Все работы с легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ) и горючими жидкостями (ГЖ) должны проводиться в вытяжном шкафу при работающей вентиляции и выключенных нагревательных приборах. Нагрев ЛВЖ и ГЖ следует проводить на предварительно нагретых банях, заполненных теплоносителем (например, песок). Теплоноситель должен иметь температуру, не превышающую температуру вспышки ЛВЖ и ГЖ. Не допускается нагревать на водяных банях вещества, которые могут вступать в реакцию с водой с возможным взрывом или выделением газов.

17 Требования к персоналу, допускаемому к участию в проведении анализов

17.1 Обучение персонала безопасным методам работы в лаборатории и правилам обращения с защитными средствами, а также инструктаж по безопасности труда с соответствующим оформлением проводится в установленном порядке согласно ГОСТ 12.0.004.

17.2 Выбор коллективных средств защиты персонала должен производиться с учетом требований ГОСТ 12.3.002 и ГОСТ 12.4.010.

17.3 Персонал лаборатории должен быть обеспечен бытовыми помещениями согласно нормам [16] по группе производственных процессов, в зависимости от используемых в процессе анализов вредных веществ.

17.4 Работающие с источниками ионизирующих излучений должны обеспечиваться средствами защиты согласно ГОСТ 12.4.120 и ГОСТ 12.4.066.

17.5 Защита от повышенных значений напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека, должна предусматривать наличие оградительных, изолирующих, предохранительных устройств, автоматического контроля и сигнализации, автоматического отключения, заземления и зануления, систем дистанционного управления, молниеотводов и разрядников, изолирующих покрытий, знаков безопасности, средств индивидуальной защиты согласно ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.030, ГОСТ 12.4.155, ГОСТ 12.1.038 и ГОСТ 12.4.103.

17.6 Обеспечение персонала лабораторий средствами индивидуальной защиты должно соответствовать нормам [17].

17.7 Виды и типы применяемых при анализах индивидуальных средств защиты должны соответствовать ГОСТ Р 12.4.230.1, ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.028,ГОСТ 12.4.029, ГОСТ 12.4.034, ГОСТ 12.4.041, ГОСТ 12.4.066 и ГОСТ 12.4.103.

Приложение А
(справочное)

Перечень руд и концентратов цветных металлов

А.1 Перечень руд и концентратов цветных металлов приведен в таблице А.1.

Таблица А.1

Руды цветных металлов	Концентраты цветных металлов
Медные; медно-цинковые; медно-свинцовые; медно-никелевые; медно-молибденовые; медно-свинцово-цинковые; медно-кобальтовые; свинцовые; свинцово-цинковые; свинцово-баритовые; свинцово-цинково-баритовые; свинцово-цинково-оловянные; свинцово-медно-кобальто-никелевые; свинцово-медно-кобальтовые; свинцово-молибденовые; молибденовые; молибдено-висмутовые; вольфрамовые; вольфрамо-молибденовые; кобальтовые; оловянные; сурьмяные; мышьяковые; ртутные; золотосодержащие; золотосодержащие россыпные; пески	Медные; медно-молибденовые; молибденовые; медно-никелевые; пирротиновые; свинцовые; цинковые; висмутовые; вольфрамовые; сурьмяные; оловянные; никелевые; баритовые; золотосодержащие; платиновых металлов; флотационный золотосодержащий; гравитационный золотосодержащий; золотосеребросодержащий
Примечание — В зависимости от месторождений, добычи и переработки возможны другие наименования элементосодержащих руд и концентратов цветных металлов.	

Библиография

[1] СанПин 2.2.1/2.1.1.1278—2003	Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий
[2] ПУЭ	Правила устройства электроустановок. Раздел 6. Электрическое освещение
[3] ПБ 11-493—2002	Общие правила безопасности для металлургических и коксохимических предприятий и производств
[4] СП 2.6.1.799—99 (ОСПОРБ—99)	Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности
[5] СП 2.6.1.758—99	Нормы радиационной безопасности
[6] ПБ 12-609—2003	Правила безопасности для объектов, использующих сжиженные углеводородные газы
[7] ПБ 03-576—2003	Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением
[8] Правила, ПУЭ	Правила электроустановок. Раздел 7. Электрооборудование специальных установок
[9] СанПиН 2.2.4.548—96	Санитарные нормы и правила. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
[10] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[11] СТ СЭВ 543—77	Числа. Правила записи и округления
[12] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик, количественного химического анализа. Методы оценки
[13] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
[14] СП 4607—88	Санитарные правила при работе с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением
[15] ПБ 09-594—2003	Правила безопасности при производстве, хранении, транспортировании и применении хлора
[16] СНиП 2.09.04—87	Строительные нормы и правила. Административные и бытовые здания
[17] Постановление Минтруда России от 18 декабря 1998 г. № 51	Типовые отраслевые нормы бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам горной и металлургической промышленности

УДК 622.3412/349:543.06:006.354 ОКС77.120.01 А39

Ключевые слова: точность измерения, стабильность результатов анализа, воспроизводимость, приемлемость, основные растворы, требования безопасности, нормы безопасности

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.10.2009. Подписано в печать 11.11.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,30. Тираж 116 экз. Зак. 775.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru