ГОСТ 29103—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛЬФРАМ, МОЛИБДЕН

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ ХИМИЧЕСКОГО И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 1—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.27:543.06:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОЛЬФРАМ, МОЛИБДЕН

Общие требования к методам химического и спектрального анализа

ГОСТ 29103—91

Tungsten, molybdenum.
General requirements for methods of chemical and spectral analysis

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического и спектрального анализа в металлическом вольфраме и молибдене (порошок, штабик, проволока, пруток, лента, фольга), оксиде вольфрама и молибдена, вольфрамовой кислоте, паравольфрамате аммония, молибденовокислом аммонии, карбиде молибдена.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Для проведения анализов и приготовления растворов, реактивов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, за исключением случаев, когда указано применение бидистиллированной воды, и реактивы квалификации ос.ч., х.ч., ч. д. а.

1.2. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на данный вид продукции.

1.3. Под массовой долей растворов в процентах следует понимать количество вещества в граммах в 100 г раствора.

1.4. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2 и т. д.» первые цифры означают объемные части концентрированной кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

1.5. Массовую долю раствора устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества и находят среднее значение трех близко совпадающих результатов.

1.6. Выражение «растворение при сильном нагревании» означает, что электрическая плита обеспечивает температуру 500 °С, «при умеренном нагревании» — 350 °С—400 °С, «при слабом нагревании» — 100 °С—200 °С.

1.7. Взвешивание навесок проводят с погрешностью не более 0,0002 г.

1.8. Чистота металлов, применяемых для приготовления стандартных растворов, должна быть не менее 99,95 %.

1.9. При фотоэлектроколориметрических определениях примесей строят градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывают содержание определяемого элемента в граммах, а на оси ординат — значение оптических плотностей соответствующих растворов.

1.10. Основой для приготовления стандартных образцов (СО) для спектрального анализа служат оксиды вольфрама и молибдена. СО готовят из расчета содержания металлических примесей в металлических вольфраме и молибдене. При расчете содержания анализируемых примесей в продукции расчет ведется так же — металл к металлу.

Перед приготовлением СО оксиды металлов и хлориды натрия и калия прокаливают до постоянной массы при температурах, приведенных в таблице.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Наименование оксидов и хлоридов	Температура прокаливания, °С	Наименование оксидов и хлоридов	Температура прокаливания, °С
Алюминия оксид (Al_2O_3)	1000—1100	Кальция оксид (CaO)	1100
Ванадия оксид (V_2O_5)	500	Кобальта оксид (Co_2O_3)	800
Висмута оксид (Bi_2O_5)	1000	Кремния оксид (SiO_2)	1000—1100
Вольфрама оксид (WO_3)	650	Магния оксид (MgO)	900
Гафния оксид (HfO_2)	900	Марганца оксид (MnO_2)	500
Железа оксид (Fe_2O_3)	800	Меди оксид (CuO)	600
Молибдена оксид (MoO_3)	450—550	Свинца оксид (PbO)	250
Мышьяка оксид (As_2O_3)	100	Сурьмы оксид (Sb_2O_5)	600
Натрий хлористый (NaCl)	100—120	Тантала оксид (TaO_2)	900
Никеля оксид (Ni_2O_3)	400—500	Титана оксид (Ti_2O_5)	900—1100
Ниобия оксид (Nb_2O_5)	900	Хрома оксид (Cr_2O_3)	900—1000
Олова оксид (SnO)	900—950	Цинка оксид (ZnO)	1000
Кадмия оксид (CdO)	900—1000	Циркония оксид (ZrO_2)	900
Калий хлористый (KCl)	100—120		

1.11. На основании результатов фотометрирования аналитических пар линий и фона СО строят градуировочный график для каждого определяемого элемента (метод трех эталонов), по которому находят массовую долю примесей в пробе.

1.12. Для получения трех параллельных определений берут по три навески СО и анализируемой пробы, подготовленной в виде оксидов, которыми наполняют кратеры электродов, и фотографируют спектры.

1.13. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, разность между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не превышает указанных в стандартах допускаемых расхождений.

1.14. За результат спектрального анализа принимают среднеарифметическое трех параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ при выполнении условия

$$C_{max} - C_{min} \leq 3{,}3 \cdot S_r \overline{C},$$

где C_{max}, C_{min} — предельные значения определяемых концентраций примесей;

S_r — относительное стандартное отклонение, указанное в соответствующих таблицах стандартов на спектральный анализ;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение трех параллельных определений.

Если условие не выполняется, то анализ повторяют и за результат анализа принимают среднеарифметическое значение из шести параллельных определений. Если условие не выполняется и в этом случае, то проводят дополнительное усреднение пробы массой 2—5 г в ступке со спиртом в течение 30—40 мин.

1.15. Правильность результатов анализа контролируют, используя стандартные образцы, близкие по химическому составу к анализируемым образцам. Результаты анализа считают правильными, если разность между аттестованным содержанием в стандартном образце ($C_{ат}$) по модулю и средним значением параллельных определений не превышает $^1/_2$ допускаемого расхождения (d)

$$(C_{ат} - \overline{C}) \leq \frac{1}{2} d,$$

где $d = 3{,}3\ S_r \overline{C} = 3{,}3\ S$.

1.16. Весь анализ должен проводиться в условиях, исключающих возможность загрязнения СО, проб и образцов сравнения.

1.17. Допускается применение аппаратуры, материалов, посуды и реактивов при условии получения метрологических характеристик не хуже указанных в соответствующих стандартах на методы анализа.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Химические и спектральные (эмиссионные и атомно-абсорбционные) методы анализа должны выполняться в соответствии с нормативно-технической документацией по безопасному ведению работ в химических и спектральных лабораториях.

2.2. Лабораторные помещения, в которых проводят анализы, включая помещения, в которых проводят отбор и исследование проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

2.3. Общие санитарно-гигиенические требования к температуре, влажности, скорости движения воздуха и содержанию вредных веществ в воздухе рабочей зоны лабораторных помещений должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

2.4. Требования пожарной безопасности при работе в химической лаборатории должны соответствовать ГОСТ 12.1.004. При работе в лаборатории следует соблюдать типовые правила пожарной безопасности для промышленных предприятий, утвержденных Главным управлением пожарной охраны Министерства внутренних дел СССР.

2.5. Требования при работе с горючими и взрывоопасными газами (ацетилен, пропан-бутан, кислород) должны соответствовать ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004, а также правилам безопасности в газовом хозяйстве, утвержденным Госгортехнадзором СССР.

2.6. При использовании газов в баллонах следует соблюдать правила по устройству и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

2.7. Виды пожарной техники и средства пожаротушения должны соответствовать ГОСТ 12.4.009.

2.8. Аналитический зал должен быть оборудован нагревательными печами с вентиляционными шкафами, проточной водой, канализацией, химической посудой и рабочими столами.

2.9. Рабочие столы, шкафы и другая лабораторная мебель должны иметь гладкую поверхность, покрытие которых исключает загрязнение проб, и устанавливаться на ножках с сохранением свободного пространства для обеспечения возможности свободной уборки пола под ними.

2.10. Необходимо предусмотреть отдельные помещения для спектрографов, спектрофотометров, фотоэлектроколориметров, атомно-абсорбционных установок, фотографических работ, работ по подготовке проб и заточке угольных электродов.

2.11. В комнате, в которой размещены спектрографы, микрофотометры, спектропроекторы и аналитические весы, не допускается работать с химическими реактивами во избежание коррозии металлических частей приборов и повреждения оптических деталей. Помещения должны быть сухими.

2.12. Используемое при проведении спектрального анализа оборудование должно соответствовать требованиям нормативно-технической документации на его изготовление.

2.13. Штативы спектрографов должны иметь экраны для защиты от ультрафиолетового излучения, отсасывающие устройства для удаления из воздушной среды озона, оксидов металлов и оксида углерода, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего. Станок для заточки электродов также должен иметь отсасывающее устройство для удаления углесодержащей пыли.

2.14. Электрические приборы должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Главгосэнергонадзором.

Электрическое и электронное оборудование должно соответствовать требованиям стандартов, «Правил технической эксплуатации и безопасности обслуживания электроустановок промышленных предприятий», «Правил устройства электроустановок», утвержденных Главгосэнергонадзором.

2.15. Для предупреждения возможности накопления зарядов статического электричества все приборы должны быть надежно заземлены в соответствии с требованиями правил устройства электроустановок и снабжены устройствами для заземления, соответствующими требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 21130.

2.16. Полы во всех помещениях, в которых установлена аппаратура с электрооборудованием (спектрографы, атомно-абсорбционные установки и др.), должны обеспечивать возможность соблюдения чистоты помещений, оборудования и электроизоляцию. Участки пола на рабочих местах у этих приборов должны быть покрыты резиновыми ковриками.

2.17. Требования безопасности при работе с электронным оборудованием должны соответствовать ГОСТ 12.2.006*.

---

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р МЭК 60065—2002.

2.18. Пары кислот и пыль сухих щелочей, кислот, оксидов и металлов раздражающе действуют на дыхательные пути и слизистую оболочку глаз и носа. Кислоты и щелочи, попадая на кожу, вызывают сильные ожоги. Согласно ГОСТ 12.1.005 минеральные кислоты (соляная кислота, азотная) и щелочи (в пересчете на гидроокись натрия и калия) относятся ко 2-му классу опасности. Предельно допустимые концентрации этих веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

2.19. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007.

2.20. Анализ проб на содержание вредных веществ проводится по нормативно-технической документации на методы определения вредных веществ в воздухе, утвержденной Министерством здравоохранения СССР.

2.21. Используемые при спектральном методе анализа газы, реактивы и прочие исходные материалы должны соответствовать требованиям, изложенным в нормативно-технической документации на них.

2.22. Хранение реактивов и прочих исходных материалов должно соответствовать требованиям нормативно-технической документации, регламентирующей их хранение.

2.23. Подготовка проб и стандартных образцов проводится в боксах.

2.24. Предварительное обучение безопасным методам работы в химической (спектральной) лаборатории и правилам обращения с защитными средствами проводится в соответствии с ГОСТ 12.0.004 и ГОСТ 12.4.011.

2.25. В зависимости от выполняемого анализа работающие должны обеспечиваться 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 в соответствии с действующей нормативно-технической документацией на обеспечение средствами индивидуальной защиты.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.09.91 № 1522

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14339.0—82, ГОСТ 14338.0—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3—88	2.25
ГОСТ 12.0.004—90	2.24
ГОСТ 12.1.004—91	2.4; 2.5
ГОСТ 12.1.005—88	2.3; 2.18
ГОСТ 12.1.007—76	2.3; 2.19
ГОСТ 12.1.010—76	2.5
ГОСТ 12.2.006—87	2.17
ГОСТ 12.2.007.0—75	2.15
ГОСТ 12.4.009—83	2.7
ГОСТ 12.4.011—89	2.24
ГОСТ 12.4.013—85	2.25
ГОСТ 12.4.021—75	2.2
ГОСТ 12.4.023—84	2.25
ГОСТ 12.4.029—76	2.25
ГОСТ 12.4.131—83	2.25
ГОСТ 12.4.132—83	2.25
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 20010—93	2.25
ГОСТ 21130—75	2.15

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2004 г.

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.08.2004. Подписано в печать 24.09.2004. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 79 экз. С 3984. Зак. 827.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru