МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАДМИЙ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Общие требования к методам спектрального анализа

ГОСТ 23116.0—83

Cadmium of high purity.
General requirements for methods of spectral analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.85

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа кадмия высокой чистоты марок Кд0000 Кд000 и Кд00.

2. Общие требования к методам анализа кадмия высокой чистоты по ГОСТ 22306 с дополнениями.

2.1. Концентрирование примесей, все операции по приготовлению градуировочных образцов и подготовку проб к анализу проводят в боксах из органического стекла.

2.2. Для проявления фотопластинок используют метол-гидрохиноновый проявитель, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в соотношении 1:2.

Раствор 1:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1 дм^3
калий углекислый по ГОСТ 4221	60 г

Раствор 2:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 2 дм^3
метол по ГОСТ 25664	6 г
гидрохинон по ГОСТ 19627	15 г
натрий сернистокислый по ГОСТ 195	90 г
калий бромистый по ГОСТ 4160	6 г

Допускается применять контрастный проявитель другого состава.

Фиксаж кислый любого состава.

2.3. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из двух или трех спектрограмм).

Разность результатов двух параллельных определений с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения (d_n), вычисленного по формуле

$$d_n = S_{\text{сх}} \cdot \bar{x} \cdot Q(P, n),$$

где $S_{\text{сх}}$ — относительное среднеквадратическое отклонение сходимости;

$\bar{x}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов параллельных определений;

$Q(P, n) = 2{,}77$

$Q(P,n)$ — коэффициент распределения размаха параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ для $n = 2$.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения (d_a), вычисленного по формуле

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

$$d_a = S_в \cdot \bar{y} \cdot Q(P, n),$$

где $S_в$ — относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости;

$\bar{y}$ — среднеарифметическое двух сопоставимых результатов анализа.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в месяц, а также каждый раз при замене реактивов и растворов, замене партий электродов, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результаты анализа.

Величину добавок выбирают так, чтобы аналитический сигнал увеличивался в 1,5—2 раза. Проведение анализа навески кадмия высокой чистоты с добавкой и расчет результата анализа осуществляют согласно требованиям соответствующего стандарта на метод анализа. Найденную величину добавки рассчитывают как разность содержания определяемого компонента в пробе с добавкой ($C_{п+д}$) и результата анализа пробы ($C_п$). Результат анализа считается правильным, если найденная величина добавки отличается от расчетного содержания на величину, не более чем

$$0{,}5\, Q(P', n) \cdot Sr \cdot \sqrt{C_п^2 + C_{п+д}^2},$$

где Sr — относительное среднеквадратическое отклонение, регламентируемое соответствующим стандартом на метод анализа.

3. Требования безопасности

3.1. При анализе кадмия высокой чистоты все работы в лаборатории спектрального анализа должны проводиться на приборах и электроустановках, соответствующих правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и по ГОСТ 12.2.007.0.

3.2. Пробы кадмия, поступившие на анализ, следует хранить в полиэтиленовой упаковке, а реактивы, применяемые для анализа, следует хранить в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией, в упакованном виде.

3.3. При эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа необходимо соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором и по ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.007.3. Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030. Заземление должно соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и по ГОСТ 12.1.018.

3.3.1. При анализе кадмия высокой чистоты используют реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: теллур, аммиак, эфир диэтиловый, сурьму, свинец, висмут, индий, мышьяк, ртуть, бром, бутиловый эфир уксусной кислоты, таллий, азотную, серную, винную, щавелевую, бромистоводородную кислоты и угольные электроды, при заточке которых образуется углеродсодержащая пыль. При работе с указанными веществами следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в научно-технической документации на их изготовление и применение. Предельно допустимые концентрации по ГОСТ 12.1.005.

Оксид кадмия (аэрозоль) и пыль кадмия являются токсичными продуктами и относятся к веществам I класса опасности согласно ГОСТ 12.1.007.

3.4. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны кадмия, оксида кадмия, озона, оксидов азота, металлов и углерода, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами, каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником и защитным экраном согласно ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.4.011.

3.3, 3.3.1, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4.1. Станок, используемый для заточки графитовых электродов, должен иметь встроенный вытяжной воздухоприемник для предотвращения попадания углеродосодержащей пыли в воздушное пространство рабочей зоны.

3.4.2. Подготовка проб к анализу (взятие навески, растворение, выпаривание, экстракция, перемешивание с графитовым порошком) должна проводиться в вытяжных шкафах или боксах, оборудованных встроенным вытяжным воздухоприемником.

3.5. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен осуществляться согласно ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.005.

3.6. Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами должны проводиться утилизация, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от производства анализов кадмия в соответствии с санитарными правилами, утвержденными Минздравом СССР.

3.7. Вентиляция лабораторных помещений должна быть приточновытяжной с механическим побуждением и обеспечивать на рабочих местах метеорологические условия и чистоту воздушной среды согласно требованиям ГОСТ 12.1.005. Вентиляционные системы должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.4.021.

3.7.1. Лабораторные помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и типовым правилам пожарной безопасности для промышленных предприятий, утвержденных ГУПО МВД СССР, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.8. Все работы при проведении анализов кадмия необходимо выполнять в спецодежде и средствах индивидуальной защиты (халаты по ГОСТ 12.4.016, резиновые перчатки по ГОСТ 3, очки защитные, респираторы согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии.

Спецодежду необходимо хранить в шкафах отдельно от собственной одежды. Стирка спецодежды должна осуществляться централизованно в специализированных прачечных. Вынос спецодежды, а также пребывание в ней за пределами рабочего помещения не допускаются.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.1. Работающие в лаборатории спектрального анализа должны обеспечиваться молоком согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым на производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда.

3.8.2. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.12.83 № 6485

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3—88	3.8	ГОСТ 12.4.009—83	3.7.1
ГОСТ 12.0.004—90	3.8.2	ГОСТ 12.4.011—89	3.4
ГОСТ 12.1.004—91	3.7.1	ГОСТ 12.4.016—83	3.8
ГОСТ 12.1.005—88	3.3.1, 3.5, 3.7	ГОСТ 12.4.021—75	3.7
ГОСТ 12.1.007—76	3.3.1, 2.3.5	ГОСТ 195—77	2.2
ГОСТ 12.1.018—93	3.3	ГОСТ 4160—74	2.2
ГОСТ 12.1.019—79	3.4	ГОСТ 4221—76	2.2
ГОСТ 12.1.030—81	3.3	ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 12.2.007.0—75	3.1, 3.3	ГОСТ 19627—74	2.2
ГОСТ 12.2.007.3—75	3.3	ГОСТ 22306—77	2
ГОСТ 12.3.002—75	3.8.2	ГОСТ 25664—83	2.2

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

5. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 3—89)

gost.e-ecolog.ru