

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 20580.0-80 — ГОСТ 20580.9-80
(СТ СЭВ 905-78 — СТ СЭВ 913-78)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 20580.0-80 — ГОСТ 20580.8-80
(СТ СЭВ 905-78 — СТ СЭВ 913-78)

Издание официальное

МОСКВА—1985

УДК 669.4 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СВИНЕЦ

Общие требования к методам химического анализа

Lead.
General requirements for methods of chemical analysis

ОКСТУ 1725

ГОСТ 20580.0—80*

(СТ СЭВ 905—78)

Взамен
ГОСТ 20580.0—75

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 апреля 1980 г. № 1976 срок действия установлен
с 01.12.80

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.83 № 6396 срок действия продлен
до 01.12.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического анализа свинца (99,992—99,5%).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 905—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Общие требования к методам анализа свинца — по ГОСТ 25086—81.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по СТ СЭВ 456—77 и ГОСТ 3778—77.

1.2. Массовую долю натрия, кальция, магния и калия в свинце определяют по двум навескам; массовую долю остальных примесей — по трем. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение параллельных определений. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых величин, указанных в соответствующих стандартах на методы определения элементов. Если расхождения результатов параллельных определений превышают допускаемые, анализ повторяют.

Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа вычисляют при доверительной вероятности $P=0,95$.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* *Переиздание декабрь 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 4—84).*

1.3. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольные опыты для внесения в результат анализа соответствующей поправки на загрязнение реактивов. Число контрольных опытов соответствует числу навесок, взятых для анализа.

1.2, 1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.4. Погрешность взвешивания характеризуется количеством десятичных знаков.

В качестве допускаемых отклонений принимают единицу последнего десятичного знака со знаком «плюс», «минус».

Взвешивание навесок анализируемых образцов и металлов для приготовления стандартных растворов проводят на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

1.5. Все применяемые реактивы должны быть квалификации не ниже, чем ч.д.а.

1.6. Для приготовления растворов и при проведении анализа применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 или деионизированную воду, если не предусмотрены другие требования в стандартах на определение примесей.

1.7. В выражении «разбавленная 1 : 1, 1 : 2» и т. д. первые цифры указывают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части растворителя (например, воды).

1.8. Указание о концентрации растворов в процентах подразумевает содержание вещества в граммах в 100 $см^3$ раствора.

Концентрацию водных растворов выражают в единицах молярной концентрации, отнесенной к эквиваленту.

Например: с (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$; с $(\frac{1}{2}H_2SO_4)$ = 0,5 моль/$дм^3$.

1.9. Лабораторная мерная посуда должна быть калибрована.

Разложение свинца для определения натрия, кальция, магния и калия проводят во фторопластовой или кварцевой (ГОСТ 19908—80) посуде. Для хранения стандартного и градуировочных растворов используют кварцевую или полиэтиленовую посуду.

1.8, 1.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.10. Чистота металлов, применяемых для приготовления стандартных растворов, должна быть не менее 99,9%.

1.11. При фотометрических определениях кюветы выбирают таким образом, чтобы измерения проводились в оптимальной области оптической плотности для соответствующего окрашенного соединения и данного прибора.

1.12. Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных точек, равномерно распределенных по диапазону измерений, при этом максимальные и минимальные значения измерений устанавливают пределы диапазона. Каждая точка строится по среднеарифметическим результатам трех параллельных определений. При построении градуировочного графи-

ка по оси абсцисс откладывают концентрацию, а по оси ординат — измеренную величину или функцию от нее.

1.13. Одновременно, если это предусмотрено в стандартах на методы анализа, при выполнении арбитражных анализов или в случае необходимости проверки правильности получаемых результатов, в тех же условиях анализируют стандартный образец (СО) свинца, химический состав которого соответствует требованиям стандарта на метод определения данного компонента, при этом содержание контролируемого компонента в стандартном и анализируемом образце не должно отличаться более, чем в два раза.

Анализ стандартного образца необходимо проводить в том же количестве параллельных определений, что и анализируемого образца.

Средний результат анализа стандартного образца не должен отличаться от содержания, указанного в свидетельстве, более чем на половину величины допускаемых расхождений между результатами параллельных определений, указанных в стандартах на методы химического анализа. При отсутствии СО правильность результата анализа контролируют методом «введено-найдено». Значение добавки определяют таким образом, чтобы она не более чем в два раза отличалась от массовой доли определяемого элемента в пробе без добавки. Результаты анализа считаются правильными, если найденное значение добавки отличается от расчетного содержания на значение не более чем на $a\sqrt{d_{n_1}^2+d_{n_2}^2}$, d_{n_1}, d_{n_2} — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений компонента в пробе и пробе с добавкой, регламентируемые соответствующим стандартом на метод анализа; a — коэффициент, зависящий от числа параллельных определений и равный 0,5 при $n=2$ и 0,7—при $n=3$ либо $0{,}5\cdot Q\ (p, n)\times \times S_r\cdot\sqrt{\overline{C}_1^2+\overline{C}_2^2}$, где C_1 и C_2 — среднее арифметическое результатов параллельных определений компонента в пробе и в пробе с добавкой соответственно:

S_r — относительное стандартное отклонение, регламентируемое соответствующим стандартом на метод анализа;

Q — равно 2.77 при $n=2$ и 3,31 — при $n=3$.

Контроль правильности результатов анализа осуществляют не реже одного раза в месяц, а также при замене реактивов и растворов, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Химические анализы должны выполняться в соответствии с нормативно-технической документацией по безопасному ведению работ в химической лаборатории.

2.2. При использовании в качестве реактивов опасных веществ необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в ГОСТ 12.1.007—76 и нормативно-технической документации на указанные материалы.

2.3. Химические реактивы должны храниться в специально предназначенном для каждого вещества месте, в закрытой посуде.

Использование реактивов без сопроводительного документа, содержащего характеристику данного реактива, не допускается.

2.4. Пробы свинца, поступившие на анализ, следует хранить в стеклянных бюксах или полиэтиленовых пакетах. Остатки проб от анализа возвращаются заказчику.

2.5. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны производственных помещений — по ГОСТ 12.1.005—76.

2.6. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—76.

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.016—79.

2.7. Химическая лаборатория должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021—75.

2.8. Электроустановки и электроаппаратура, используемые при анализах, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019—79, ГОСТ 12.2.007—75, ГОСТ 21130—75, а также требованиям правил технической эксплуатации электроустановок потребителей и правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденных Госэнергонадзором.

2.9. Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами утилизацию, обезвреживание и уничтожение отходов производства анализов следует проводить в установленном порядке по согласованию с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

2.10. Все работы при проведении анализов следует выполнять в спецодежде и средствах индивидуальной защиты.

2.11. При использовании сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

2.12. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся при распылении анализируемых растворов в пламя, в количествах, превышающих предельно допус-

тимые концентрации, горелка пламенного эмиссионного и атомно-абсорбционного спектрофотометров должна находиться внутри вытяжного устройства, оборудованного защитным экраном.

2.13. При работе с легковоспламеняющимися жидкостями и горючими веществами следует руководствоваться требованиями ГОСТ 12.1.004—76.

2.14. Помещение химической лаборатории должно быть оснащено средствами пожарной техники по ГОСТ 12.4.009—75.

2.15. В помещениях, где проводятся работы со свинцом, не допускается хранить пищевые продукты, принимать пищу, курить.

2.16. Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004—79.

Требования к профессиональному отбору и проверке знаний работающих — по ГОСТ 12.3.002—75.

Разд. 2. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Изменение № 2 ГОСТ 20580.0—80 Свинец. Общие требования к методам химического анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.07.90 № 2203

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1а. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 456—77 на ГОСТ 24231—80.

Пункты 1.2, 1.3 изложить в новой редакции: «1.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

Абсолютные допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами трех параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в соответствующих таблицах стандартов.

1.3. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят три контрольных опыта для внесения в результат анализа соответствующей поправки на загрязнение реактивов».

Пункты 1.4—1.12 исключить.

Пункты 1.13, 2.1—2.3, 2.6 изложить в новой редакции: «1.13. Контроль правильности результатов анализа проб проводят по ГОСТ 25086—87 путем их сопоставления с результатами анализа тех же проб, полученных по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа, по стандартным образцам состава свинца или методом добавок.

Контроль правильности результатов анализа осуществляют не реже одного раза в месяц, а также при замене реактивов, растворов и аппаратуры, после длительных перерывов в работе и других изменениях, влияющих на результаты анализа.

2.1. Химические анализы должны выполняться в соответствии с правилами безопасной работы в химических лабораториях.

2.2. При проведении анализа свинца используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты (азотная, борная, серная, соляная, уксусная), аммиак, диэтиловый эфир, калий цианистый, медь, натрия гидроксид, оксид мышьяка (III), ртуть, свинец, свинец уксуснокислый, спирт вторичный бутиловый, спирт этиловый, стронций азотнокислый, сурьма, толуол, углерод четыреххлористый, хлороформ. При работе с названными веществами необходимо соблюдать требования безопасности по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

Свинец и его неорганические соединения токсичны, относятся к веществам 1 класса опасности. ПДК свинца в воздухе рабочей зоны — максимально разовая 0,01 мг/м³, среднесменная 0,005 мг/м³.

Свинец пожаровзрывоопасен.

2.3. Подготовка проб к анализу должна проводиться в вытяжных шкафах или боксах. Скорость воздуха, поступающего при включенной вытяжке из шкафа и открытых рабочих створках, должна быть в расчетном проеме не менее 1,2 м/с.

Химические реактивы, применяемые для анализа, должны храниться в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией.

2.6. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005—88.

Концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны определяют по методикам в соответствии с ГОСТ 12.1.016—79 и утвержденным Минздравом СССР.

Контроль параметров опасных и вредных производственных факторов — по ГОСТ 8.010—72.

Основные положения и требования к организации и проведению работ по метрологическому обеспечению в области безопасности труда — по ГОСТ 12.0.005—84».

Пункт 2.8. Заменить слово и ссылку: «Госэнергонадзором» на «Главгосэнергонадзором», ГОСТ 12.2.007—75 на ГОСТ 12.2.007.0—75; исключить ссылку: ГОСТ 21130—75.

Пункт 2.10 изложить в новой редакции: «2.10. Все работы при проведении анализов следует выполнять в спецодежде и средствах индивидуальной защиты по ГОСТ 24760—81, ГОСТ 3—88, ГОСТ 12.4.041—89, ГОСТ 12.4.013—85, ГОСТ 12.4.011—89».

Пункт 2.12 исключить.

Пункт 2.13. Заменить ссылку: ГОСТ 12.1.004—76 на ГОСТ 12.1.004—85.

Пункт 2.14 изложить в новой редакции: «2.14. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.004—85 и ГОСТ 12.4.009—83».

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru