



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ВОЛЬФРАМ, МОЛИБДЕН

**ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ ХИМИЧЕСКОГО
И СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

ГОСТ 29103—91

Издание официальное

41 р. 30 к. БЗ 11—12—91/1189

КОМИТЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ВОЛЬФРАМ, МОЛИБДЕН.

Общие требования к методам химического
и спектрального анализа

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

ГОСТ
29103—91

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,

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

«при умеренном нагревании» — 350—400 °С, «при слабом нагревании» — 100—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.

Наименование оксидов и хлоридов	Температура прокаливания, °С	Наименование оксидов и хлоридов	Температура прокаливания, °С
Алюминия оксид (Al_2O_3)	1000—1100	Олова оксид (SnO)	900—950
Ванадия оксид (V_2O_5)	500	Кадмия оксид (CdO)	900—1000
Висмута оксид (Bi_2O_5)	1000	Калия хлористый (KCl)	100—120
Вольфрама оксид (WO_3)	650	Кальция оксид (CaO)	1100
Гафния оксид (HfO_2)	900	Кобальта оксид (Co_2O_3)	800
Железа оксид (Fe_2O_3)	800	Кремния оксид (SiO_2)	1000—1100
Молибдена оксид (MoO_3)	450—550	Магния оксид (MgO)	900
Мышьяка оксид (As_2O_3)	100	Марганца оксид (MnO_2)	500
Натрий хлористый (NaCl)	100—120	Меди оксид (CuO)	600
Никеля оксид (Ni_2O_3)	400—500	Свинца оксид (PbO)	250
Ниобия оксид (Nb_2O_5)	900	Сурьмы оксид (Sb_2O_5)	600
		Тантала оксид (TaO_2)	900
		Титана оксид (Ti_2O_3)	900—1100
		Хрома оксид (Cr_2O_3)	900—1000
		Цинка оксид (ZnO)	1000
		Циркония оксид (ZrO_2)	900

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 среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, разность между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не превышает указанных в стандартах допустимых расхождений.

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

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

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

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

\bar{C} — среднее арифметическое значение трех параллельных определений.

Если условие не выполняется, то анализ повторяют и за результат анализа принимают среднее арифметическое 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 ($C_{\text{ат}}$) по модулю и средним значением параллельных определений не превышает $1/2$ допустимого расхождения (d)

$$(C_{\text{ат}} - \bar{C}) < \frac{1}{2}d,$$

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

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 проводятся 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 требованиями 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 электроизоляции. 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.

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 гидроксид 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.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

Ю. А. Абрамов, А. И. Скрипник, С. Н. Суворова, А. Г. Матюшина

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 кото рый дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на кото рый дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3—88	2 25	ГОСТ 12 4 013—85	2 25
ГОСТ 12 0 004—90	2 24	ГОСТ 12 4 021—75	2 2
ГОСТ 12 1 004—91	2 4 2 5	ГОСТ 12 4 023—84	2 25
ГОСТ 12 1 005—88	2 3, 2 18	ГОСТ 12 4 029—76	2 25
ГОСТ 12 1 007—76	2 3 2 19	ГОСТ 12 4 131—83	2 25
ГОСТ 12 1 010—76	2 5	ГОСТ 12 4 132—83	2 25
ГОСТ 12 2 006—87	2 17	ГОСТ 6709—72	1 1
ГОСТ 12 2 007 0—75	2 15	ГОСТ 20010—74	2 25
ГОСТ 12 4 009—83	2 7	ГОСТ 21130—75	2 15
ГОСТ 12 4 011—89	2 24		

Редактор *И В Виоградская*
Технический редактор *Л Я Митрофанова*
Корректор *Т А Васильева*

Сдано в наб 06.12.91 Подп в печ 19.03.92 Усл п л 0,5 Усл кр отт 0,5 Уч изд л 0,44.
Тираж 637

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер 3
Калужская типография стандартов ул Московская 256 Зак 23/4