



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16274.0-77 — ГОСТ 16274.10-77

Издание официальное



БЗ 1—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ВИСМУТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16274.0-77 — ГОСТ 16274.10-77

Издание официальное

Москва — 1997

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ВИСМУТ**

Общие требования к методам анализа

Bismuth.

General requirements for methods of analysis

ГОСТ
16274.0—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—01—01

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа висмута марок Ви2, Ви1 — по ГОСТ 25086, марок Ви00, Ви000 и Ви0000 — по ГОСТ 22306 с дополнениями.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1.1.1. Отбор проб висмута марок Ви2, Ви1 и Ви00 по ГОСТ 10928, марок Ви000 и Ви0000 — по ТУ 48—6—114.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.1.2. Взвешивание проводят на весах аналитических с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и весах торсионных с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

1.1.3. Концентрирование примесей и все операции по приготовлению образцов сравнения и подготовке проб при анализе висмута марок Ви0000, Ви000 и Ви00 проводят в боксах, изготовленных из органического стекла.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1.1.4. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов, рассчитанные с доверительной вероятностью 0,95, не должны превышать значений, указанных в соответствующих таблицах стандартов.

Численные значения результатов анализа выражают числом с последней цифрой того же разряда, что и у численного значения допускаемого расхождения.

1.1.5. Контроль правильности выполнения анализа осуществляют методом добавок не реже одного раза в месяц, а также при каждой замене реактивов и растворов, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результат анализа.

Значение добавки выбирают близким к массовой доле примесей в пробе. Найденное значение добавки рассчитывают как разность между содержанием определяемого компонента в пробе с добавкой и результатом анализа пробы без добавки. Результат анализа считается правильным, если найденное значение добавки отличается от вводимой не более чем

$$\text{на } 0,71 \sqrt{d_n^2 + d_{n+g}^2} \text{ при } n=2, Q(p', n)=2,77 \text{ или}$$

$$\text{на } 0,5 \sqrt{d_n^2 + d_{n+g}^2} \text{ при } n=3, Q(p', n)=33,31,$$

где d_n и d_{n+g} — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в пробе и пробе с добавкой.

1.1.4, 1.1.5. (Измененная редакция, Изм. № 4).

1.1.6. (Исключен, Изм. № 4).

5—11. (Исключены, Изм. № 2).

12. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

12.1. Требования к проведению анализа

При определении примесей в металлическом висмуте используются объемные, колориметрические, полярографические, химико-спектральные и спектральные методы анализа.

12.2. Требования к помещениям

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

12.2.2. Температура, влажность, скорость движения воздуха и содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны лабораторных помещений — по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

12.2.2а. Аналитическая лаборатория должна быть оборудована нагревательными печами с вентиляционными шкафами, проточной водой, канализацией, рабочими столами, покрытыми линолеумом и другими кислотозащитными покрытиями, необходимой химической посудой.

12.2.2б. Площадь помещения для размещения спектрографов должна быть не менее 15 м² из расчета на одну действующую установку, для проведения фотометрических работ — не менее 16 м², фоторабот — не менее 8 м², для подготовки проб и углей — не менее 20 м².

12.2.2в. Полы во всех помещениях, в которых установлена аппаратура с электрооборудованием (спектрографы и др.), должны быть деревянными и покрыты линолеумом.

Допускаются бетонные полы с линолеумным покрытием. Участки пола на рабочих местах около этих приборов должны быть покрыты резиновыми ковриками

12.2.2а—12.2.2в. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

12.3. *Требования пожарной безопасности*

12.3.1. Требования пожарной безопасности лабораторных помещений — по ГОСТ 12.1.004.

12.3.2. Виды пожарной техники и средства пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

12.4. *Требования к размещению оборудования*

12.4.1. (Исключен, Изм. № 3).

12.4.2. Необходимо предусмотреть отдельные помещения для размещения спектрографов, проведения фотографических работ, работ по подготовке углей и проб.

12.4.3. В помещении, в котором размещены спектрографы, не допускается работать с химическими реактивами во избежание коррозии металлических частей приборов и повреждения оптических деталей.

12.4.4. Аналитические весы должны быть установлены в отдельном помещении.

12.4.5. (Исключен, Изм. № 3).

12.4.6. Все установки должны быть размещены на расстоянии не менее чем 1,5 м друг от друга.

12.4.7. Полярнографы и приборы, содержащие ртуть, должны быть размещены в отдельном помещении, изолированном от остальных рабочих помещений.

12.4.8. Оборудование помещения лаборатории, предназначенной для работы со ртутью, должно соответствовать требованиям санитарных правил проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением, утвержденным Минздравом СССР.

12.5. *Правила электрической безопасности*

12.5.1. Все работы в химической лаборатории должны проводиться при наличии исправного электрооборудования.

С. 4 ГОСТ 16274.0—77

12.5.2. Электрические приборы должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором.

12.5.3. Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления — по ГОСТ 12.2.007.0 и заземлены в соответствии с требованиями правил устройства электроустановок.

12.5.4, 12.5.5. (Исключены, Изм. № 3).

12.6. *Требования к исходным материалам и реактивам*

12.6.1. (Исключен, Изм. № 3).

12.6.2. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений должен проводиться по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.005.

12.6.3. Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят по методикам определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

12.7. *Требования к хранению и транспортированию исходных материалов и реактивов*

12.7.1. (Исключен, Изм. № 3).

12.7.2. Химические реактивы должны храниться в специально предназначенном для каждого вещества месте, в закрытых банках, склянках или других сосудах. К каждому сосуду должна быть прикреплена этикетка с точным названием вещества и его характеристикой (концентрация, удельный вес, чистота и т.д.).

Бутили с кислотами (соляной, азотной) должны храниться в исправных корзинах или обрешетках. Переносить их следует только вдвоем или перевозить на специальной тележке. Склянки с кислотами и щелочами следует переносить только в специальных деревянных ящиках или железных, выложенных асбестом.

Кислоты и щелочи необходимо хранить в шкафах под тягой или в специально оборудованных вентиляционных шкафах.

12.7.3. Ртуть должна храниться в толстых герметично закрывающихся сосудах под тягой. Допускается хранить ртуть в небольших количествах (до 1 кг) под слоем воды, парафинового масла, глицерина.

12.8. *Требования к способу утилизации, удалению и обезвреживанию реактивов*

12.8.1. Отработанные растворы кислот и щелочей после нейтрализации должны поступать в специальные отстойники, исключающие попадание вредных веществ в почву и водоемы. Разлитые кислоты и щелочи необходимо засыпать песком, нейтрализовать и лишь после этого проводить уборку.

12.8.2. Для сбора загрязненной ртути должна быть использована банка с водой, закрываемая резиновой пробкой. Не допускается выливать ртуть в канализационные раковины. Для демеркуризации помещений полы и стены должны быть промыты 3 %-ным раствором марганцовокислого калия, подкисленным соляной кислотой или 20 %-ным водным раствором хлорного железа. После демеркуризации в помещении должен быть проведен анализ воздушной среды на присутствие ртути.

12.9. На работу в химические и спектральные лаборатории допускаются лица, обученные правилам безопасной работы в лабораториях по ГОСТ 12.0.004.

12.10. *Применяемые средства защиты работающих*

12.10.1. Работающие в лаборатории обеспечиваются спецодеждой, спецобувью и средствами индивидуальной защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим, утвержденными Государственным комитетом СССР по труду и социальным вопросам.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

12.10.2. Для защиты глаз от ультрафиолетового излучения при работе с источником излучения (дуга, искра) необходимо применять защитные очки со светофильтрами по ГОСТ 12.4.013.

12.10.3. Для защиты органов дыхания работающих при заточке угольных электродов и подготовке проб к анализу необходимо применять респиратор типа «Лепесток» ШВ-1 по ГОСТ 12.4.028.

12.10.4. На столах, где установлены спектрографы, должны быть предусмотрены места для свободного размещения приспособлений для фотографирования спектров (штативы с электродами и пробами, реле времени и др.). Запрещается на рабочих местах размещать посторонние предметы.

12.10.5. Электрический источник возбуждения (дуга) должен быть экранирован и закрыт защитным заземленным кожухом, снабженным местным отсасывающим устройством для удаления из воздушной среды озона, окислов металлов, окислов углерода и других вредных соединений, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего.

12.10.6. Приспособление для заточки угольных электродов должно быть снабжено местным отсасывающим устройством для удаления углесодержащей пыли.

С. 6 ГОСТ 16274.0—77

12.10.7. Для защиты от статического электричества, возникающего при работе с генераторами дуги, необходимо выполнять требования ГОСТ 12.1.018, снабдив заземлениями согласно п. 2.5.3, и в процессе работы замыкать концы угольных электродов в промежутках между экспонированием спектров горением дуги.

12.1—12.10.7. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

12.11, 12.11.1—12.11.7. (Исключены, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

П.С. Поклонский, Ф.М. Мумджи, Г.В. Хабарова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.01.77 № 172

3. Периодичность проверки 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 16274.0—70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.0.004—90	12.9
ГОСТ 12.1.004—91	12.3.1
ГОСТ 12.1.005—88	12.2.2; 12.6.2
ГОСТ 12.1.007—76	12.2.2; 12.6.2
ГОСТ 12.1.018—93	12.10.7
ГОСТ 12.1.030—81	12.5.3
ГОСТ 12.2.007.0—75	12.5.3
ГОСТ 12.4.013—85	12.10.2
ГОСТ 12.4.009—83	12.3.2
ГОСТ 12.4.021—75	12.2.1
ГОСТ 12.4.028—76	12.10.3
ГОСТ 10928—90	1.1.1
ГОСТ 22306—77	1.1
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 48.6—114—89	1.1.1

6. Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 836 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в январе 1983 г., ноябре 1983 г., июне 1987 г., июле 1992 г. (ИУС 5—83, 2—84, 11—87, 10—92)