# ГОСТ 20996.0-82 Селен технический. Общие требования к методам анализа (с Изменением N 1)

ГОСТ 20996.0-82\*

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Общие требования к методам анализа

Selenium. General requirements for methods of analyses

ОКСТУ 1709

Дата введения 1983-07-01

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. N 2481 дата введения установлена 01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу N 7-95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

ВЗАМЕН ГОСТ 20996.0-75

\* ИЗДАНИЕ (май 2000 г.) с Изменением N 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3-88)

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа технического селена и требования безопасности при выполнении анализов.

2. Отбор и подготовку проб селена для анализа проводят по ГОСТ 10298-79.

3. Массовую долю селена, железа и алюминия определяют параллельно в трех навесках, массовую долю остальных примесей - в двух навесках.

4. Одновременно с проведением анализа при определении примесей в техническом селене в тех же условиях проводят два контрольных опыта соответствующими методами анализа для внесения в результат поправки на загрязнение реактивов, вычитая значение контрольного опыта из результата определения компонента при анализе пробы или проведением определения по отношению к контрольному опыту.

5. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает значений допускаемых расхождений, указанных в соответствующих стандартах на методы анализа для соответствующих диапазонов массовых долей определяемых компонентов при доверительной вероятности 0,95.

Если расхождения результатов параллельных определений превышают допускаемую величину, определение необходимо повторить. Численные значения результатов анализа должны содержать последнюю значащую цифру в том же разряде, в котором стоит последняя значащая цифра численного значения допустимого расхождения результатов определения.

4, 5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

6. Взвешивание анализируемой пробы, осадков в ходе анализа, исходных веществ, используемых для приготовления стандартных и титрованных растворов, необходимо проводить с погрешностью не более 0,0002 г.

7. Для проведения анализов и приготовления растворов реактивов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 и реактивы квалификации не ниже ч.д.а., если в стандартах не оговорена другая степень чистоты.

8. В выражении "разбавленная 1:1, 1:2" и т.д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые - объемные части вещества, используемого для разбавления. Если разбавление не указано, то следует иметь в виду концентрированные кислоты или аммиак.

9. Выражение "горячая вода (раствор)" означает, что жидкость имеет температуру 70-90 °С, "теплая вода (или раствор)" - температуру 40-70 °С.

10. Лабораторные измерительные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы и др.) должны соответствовать ГОСТ 1770-74 и другим нормативным документам.

11. При фотометрических и атомно-абсорбционном определениях необходимо строить градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывается значение массовой доли определяемого компонента, а на оси ординат - оптическая плотность соответствующих растворов.

Для построения градуировочных графиков требуется не менее пяти точек, которые должны быть равномерно распределены по диапазону измерений, при этом максимальное и минимальное значения измерений устанавливают пределы диапазона измерений.

12. Титр растворов устанавливают не менее чем из трех навесок исходного вещества, выражают в граммах вещества на 1 см раствора и рассчитывают с точностью не менее чем до третьей значащей цифры, контролируют не реже одного раза в месяц.

13. Для приготовления стандартных растворов применяют металлы, содержащие основного компонента не менее 99,9%, или их окислы, или азотнокислые, углекислые соли. Способ приготовления стандартных растворов - по ГОСТ 4212-76.

14. Контроль правильности результатов анализа осуществляют при помощи стандартных образцов состава технического селена или методом добавок.

При использовании стандартных образцов результаты анализа считаются правильными, если выполняется соотношение

,

где  - среднее арифметическое воспроизведенной величины массовой доли, %;

 - аттестованная характеристика массовой доли компонента в техническом селене, %;

 - допустимое расхождение результатов параллельных определений, %.

При использовании метода добавок добавка должна в 2-3 раза превышать массовую концентрацию определяемой примеси в пробе (), а при , если  - нижний предел определяемых концентраций, добавка должна в 2-3 раза превышать значение .

Результаты анализа считаются правильными, если выполняется соотношение

,

где  - среднее арифметическое воспроизведенной величины массовой доли добавки, %;

 - массовая доля добавки, %;

 и  - допустимые расхождения результатов параллельных анализов компонента в пробе и в пробе с добавкой, %.

Периодичность проведения контроля правильности результатов анализа - по нормативному документу.

11-14. (Измененная редакция, Изм. N 1).

15. Требования безопасности

15.1. Размещение и хранение химических реактивов, проб селена и прочих материалов, применяемых в анализах и обладающих опасными и вредными свойствами, а также их использование должны соответствовать нормативным документам на их изготовление и применение.

15.2. Пробы технического селена, поступающие на анализ, следует хранить в пакетах из плотной бумаги по ГОСТ 2228-81 или в стаканчиках для взвешивания по ГОСТ 25336-82 в специальном шкафу или боксе, оборудованном вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021-75.

15.1, 15.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

15.3. Лабораторные помещения, в которых выполняется химический анализ технического селена, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021-75, обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88.

15.4. Лабораторные помещения, в которых выполняется работа по анализу химического состава технического селена, должны быть обеспечены огнетушителями ОХП-10 и ОУ-8 по НД.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

15.5. Все операции химического анализа (растворение пробы, осаждение, экстракция и т.д.), связанные с выделением ядовитых паров или газов, должны проводиться в боксах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

15.6. При проведении анализа технического селена в воздух рабочей зоны могут выделяться вредные вещества, предельно допустимые концентрации которых не должны превышать концентраций, указанных в таблице.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| Наименование вредного вещества | Класс опасности по ГОСТ 12.1.007-76 | Предельно допустимая концентрация, мг/м, по ГОСТ 12.1.005-88 |
| Азота окислы в пересчете на NO | 3 | 3 |
| Аммиак | 4 | 20 |
| Ангидрид серный | 2 | 1 |
| Ангидрид сернистый | 3 | 10 |
| Диэтиловый эфир | 4 | 300 |
| Йод | 2 | 1 |
| Кислота серная | 2 | 1 |
| Кислота соляная | 2 | 5 |
| Кислота уксусная | 3 | 5 |
| Спирт этиловый | 4 | 1000 |
| Толуол | 3 | 50 |
| Углерод четыреххлористый | 2 | 20 |

(Измененная редакция, Изм. N 1).

15.7. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны осуществляют по ГОСТ 12.1.007-76.

15.8. Рабочие места для выполнения анализов должны соответствовать ГОСТ 12.2.032-78 и ГОСТ 12.2.033-78.

15.9. При работе с токсичными, едкими, пожаро-, взрывоопасными реактивами следует соблюдать требования безопасности, изложенные в нормативных документах.

15.10. При работе с вредными и ядовитыми веществами необходимо применять средства защиты по ГОСТ 12.4.011-89, индивидуальные средства защиты (респираторы по ГОСТ 12.4.004-74 или ГОСТ 12.4.028-76, резиновые перчатки по ГОСТ 12.4.103-83, одежду по ГОСТ 27654-88 и ГОСТ 29058-91).

15.11. Спецодежда должна использоваться согласно инструкции о порядке выдачи, хранения и пользования спецодеждой, спецобувью и предохранительными приспособлениями\*, утвержденной Госкомитетом СССР по труду и социальным вопросам.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Действуют "Правила обеспечения работников специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты", утвержденные постановлением Минтруда от 18.12.98 N 51. - Примечание изготовителя базы данных.

15.12. При утилизации, удалении и обезвреживании отходов производства анализов необходимо руководствоваться правилами безопасной работы в химической лаборатории и нормативными документами, согласованными с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

15.13. При работе с газовыми установками следует руководствоваться ГОСТ 12.2.008-75 и правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором СССР.

15.14. Все электроприборы и электроустановки в лаборатории должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором СССР.

Эксплуатация электроприборов и электроустановок, используемых в процессе анализа, должна проводиться в соответствии с правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей\*, утвержденными Госэнергонадзором СССР, и ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 12.2.007.0-75.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действуют "Межотраслевые Правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок" (ПОТ Р М-016-2001, РД 153-34.0-03.150-00), утвержденные постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 5 января 2001 г. N 3; приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 27 декабря 2000 г. N 163. - Примечание изготовителя базы данных.

15.15. Работающие в химической лаборатории должны быть обеспечены спецжирами согласно "Правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда"\*, утвержденным Госкомитетом СССР по труду и социальным вопросам.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действуют "Нормы и условия бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов работникам, занятым на работах с вредными условиями труда", утвержденные постановлением Минтруда России от 31 марта 2003 года N 13. - Примечание изготовителя базы данных.

15.16. На работу в химические и спектральные лаборатории допускаются лица, обученные требованиям безопасной работы в лабораториях по ГОСТ 12.0.004-90.