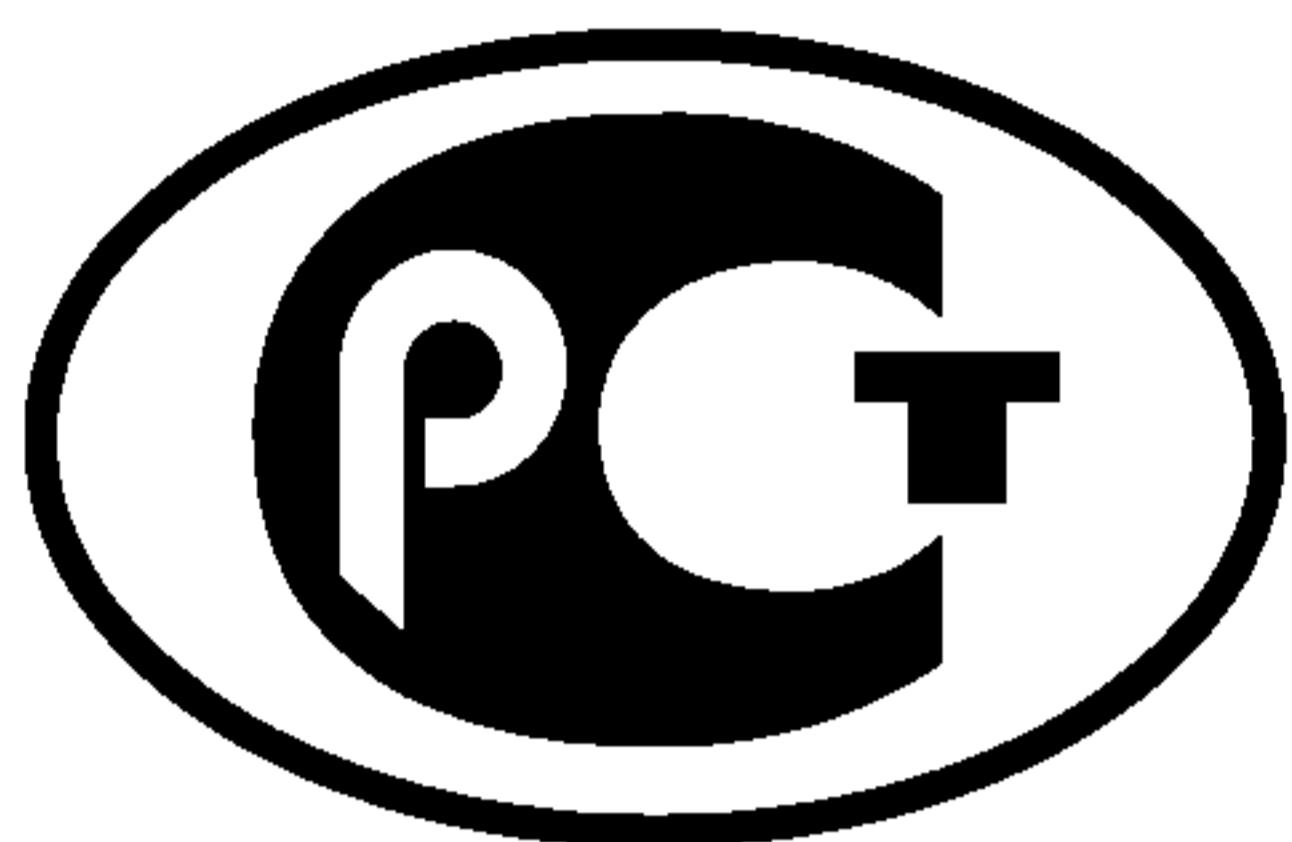

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52599—
2006

ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

БЗ 4—2006/80



Москва
Стандартинформ
2007

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым Акционерным обществом «Иркутский научно-исследовательский институт благородных и редких металлов и алмазов» (ОАО «Иргиредмет»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 304 «Благородные металлы, сплавы, промышленные и ювелирные изделия из них; вторичные ресурсы, содержащие благородные металлы».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2006 г. № 286-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие положения	2
4 Требования к отбору и подготовке проб	2
5 Требования к показателям точности методик анализа	3
6 Требования к средствам измерений, материалам и реактивам.	3
7 Требования к проведению анализа	3
8 Требования к обработке и представлению результатов анализа.	3
9 Контроль точности результатов анализа.	6
10 Требования безопасности.	7
Библиография	8

ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ**Общие требования к методам анализа**

Precious metals and their alloys. General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа драгоценных металлов (золота, серебра, платины, палладия, родия, иридия, рутения и осмия), в том числе аффинированных, и сплавов на основе драгоценных металлов, а также требования безопасности.

Стандарт распространяется на вновь разрабатываемые и пересматриваемые методики количественного химического анализа (далее — методики анализа), применяемые при контроле качества драгоценных металлов и их сплавов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ Р 52599—2006

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.068—79 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

СТ СЭВ 543-77 Числа. Правила записи и округления

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

Методики количественного химического анализа (МКХА), применяемые при контроле качества драгоценных металлов и сплавов на их основе, должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-1 — ГОСТ Р ИСО 5725-6 и настоящего стандарта.

4 Требования к отбору и подготовке проб

4.1 Отбор проб для анализа необходимо проводить в соответствии с нормативным документом (НД) на продукцию из драгоценных металлов и сплавов, в котором эта процедура изложена.

4.2 Пробы (образцы) могут поступать на анализ в виде слитков, проката (пластины, ленты), стержней, проволоки, стружки, гранул, губки и порошка. В методике анализа должно быть указано в каком виде пробы поступают на анализ и должны быть изложены способы подготовки их к анализу.

4.3 Перед выполнением градуировки и анализа стандартные образцы (СО) и лабораторные пробы (чистых металлов) очищают от поверхностных загрязнений. Способ очистки проб должен быть приведен в методике анализа.

Допускается подвергать очистке не всю лабораторную пробу, а навески, взятые от лабораторной пробы. Пробы драгоценных металлов в виде порошка и губчатых материалов химической очистке не подвергают.

4.4 При растворении проб аффинированного серебра и серебряных сплавов в используемых реактивах и окружающей среде не должно содержаться ионов хлора.

5 Требования к показателям точности методик анализа

5.1 В методике анализа должны быть представлены показатели точности методики и предусмотрены процедуры контроля точности результатов анализа при реализации методики в лаборатории в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

5.2 В НД на методику анализа приводят значения показателя точности методики (приписанной характеристики погрешности) и показателей прецизионности (повторяемости, воспроизводимости и промежуточной прецизионности) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1 — ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [1], [2].

Значения приписанных характеристик погрешности не должны превышать норм погрешности, если эти нормы указаны в нормативных документах на данную продукцию.

6 Требования к средствам измерений, материалам и реактивам

6.1 При проведении анализов применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104. В методике анализа должен быть указан класс точности весов и предел допускаемой погрешности взвешивания.

6.2 Для проведения анализов применяют реактивы квалификации х.ч., ч.д.а. и ос.ч.

Для приготовления растворов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если в методике анализа не предусмотрено иное.

6.3 В формулировке «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части реактива (кислоты и др.), вторые — объемные части воды.

6.4 Термин «горячая» вода (раствор) означает, что вода (раствор) имеет температуру выше 70 °С.

6.5 Лабораторная мерная посуда должна быть не ниже 2-го класса точности и соответствовать ГОСТ 1770, ГОСТ 25336, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229 и ГОСТ 29251.

6.6 Для приготовления основных растворов с установленным содержанием компонентов (растворов для градуировки, аттестованных смесей, растворов титрантов и др.) необходимо использовать металлы и соединения, содержащие не менее 99,9 % основного вещества, если в методике анализа не предусмотрено иное.

6.7 Основные растворы с известной концентрацией и образцы для градуировки (аттестованные смеси) необходимо хранить при комнатной температуре в плотно закрытых полиэтиленовых банках или в колбах с этикетками, на которых должно быть указано: наименование или условное обозначение, аттестованное значение, предел абсолютной погрешности его установления, дату приготовления и срок годности.

Сроки хранения растворов должны быть указаны в конкретной методике анализа.

6.8 При отсутствии паспорта или спецификации на анализируемую пробу (металл или сплав) необходимо проводить предварительный качественный анализ пробы для идентификации основных компонентов.

7 Требования к проведению анализа

7.1 Градуировочные характеристики получают с использованием стандартных образцов состава, образцов для градуировки или аттестованных смесей, приготовленных в соответствии с [3]. В методике анализа должна быть описана процедура приготовления аттестованных смесей (растворов).

7.2 Одновременно с проведением анализа проб в тех же условиях проводят контрольный («холостой») опыт для внесения поправки в результаты анализа на чистоту реактивов. Число параллельных определений при контрольном опыте должно быть указано в методике анализа.

7.3 Для проведения анализа применяют средства измерений, которые указаны в конкретной МКХА. Средства измерений должны быть поверены или калиброваны в установленном порядке.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности методики, не уступающих указанным в конкретной МКХА.

8 Требования к обработке и представлению результатов анализа

8.1 Содержание элементов-примесей и основного компонента в металлах и сплавах определяют не менее чем из двух параллельных определений. Число параллельных определений n должно быть указано в методике анализа.

8.2 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют при получении каждого результата анализа рабочих проб. Процедуру проверки приемлемости результатов проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2.

8.2.1 Процедура проверки приемлемости результатов предусматривает сравнение абсолютного расхождения между наибольшим $X_{\max, n}$ и наименьшим $X_{\min, n}$ n результатами единичного анализа r_k , выполненными в соответствии с методикой анализа, с пределом повторяемости r_n .

Если выполняется условие

$$r_k = X_{\max, n} - X_{\min, n} \leq r_n, \quad (1)$$

то за результат анализа принимают среднеарифметическое значение из n результатов единичного анализа X_i ($i = 1, \dots, n$).

8.2.2 Предел повторяемости при отсутствии его регламентации в методике анализа рассчитывают по формуле

$$r_n = Q(P, n)\sigma_r, \quad (2)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа n результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности P . Значения коэффициента Q для принятой вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1;

σ_r — стандартное (среднеквадратичное) отклонение повторяемости, соответствующее среднему значению результатов единичного анализа X_n (показатель повторяемости методики анализа), определяемое в соответствии с НД на методику анализа.

Т а б л и ц а 1 — Значения коэффициента $Q(P, n)$ для доверительной вероятности $P = 0,95$

n или $(n + m)$	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86	4,03	4,17	4,29	4,39	4,47

Если условие (1) не выполняется, проводят процедуру, описанную 8.2.3.

8.2.3 Получают еще m параллельных определений, при этом $m = n$, если анализ не является дорогостоящим, и $m = 1$, если анализ дорогостоящий.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение из $n + m$ результатов единичного анализа при выполнении условия

$$r_k = X_{\max, n+m} - X_{\min, n+m} \leq CR_{0,95}(n+m), \quad (3)$$

где $X_{\max, n+m}$ — максимальный результат из $n + m$ результатов единичного анализа;

$X_{\min, n+m}$ — минимальный результат из $n + m$ результатов единичного анализа;

$CR_{0,95}(n+m)$ — значение критического диапазона для числа результатов единичного анализа $n + m$.

Значение критического диапазона $CR_{0,95}(n+m)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(n+m) = Q(P, n+m)\sigma_r, \quad (4)$$

где $Q(P, n+m)$ — коэффициент, зависящий от числа $n + m$ результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности P . Значения коэффициента $Q(P, n+m)$ для принятой вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1;

σ_r — стандартное отклонение повторяемости, соответствующее среднему значению результатов параллельных определений \bar{X}_{n+m} .

8.3 Если условие (3) не выполняется, необходимо выяснить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и принять меры по их устранению или за окончательный результат анализа может быть принята медиана $\bar{X}_{med(n+m)}(n+m)$ результатов единичного анализа.

8.4 При возникновении необходимости получения окончательного результата анализа на основе двух результатов, полученных в условиях промежуточной прецизионности, применяется процедура проверки приемлемости результатов анализа, предусматривающая сравнение абсолютного расхождения между двумя результатами анализа (X_1 и X_2 , представляющими собой среднеарифметические значения из n параллельных определений в соответствии с методикой анализа) одной и той же пробы, полученными по одной и той же методике анализа в одной лаборатории (при вариации одного или нескольких факторов: время, аналитик,

приборы и т.п.) с пределом промежуточной прецизионности $R_{I(TO)} = 2,77 \sigma_{I(TO)}$, где $\sigma_{I(TO)}$ — стандартное отклонение результатов анализа, полученных в условиях промежуточной прецизионности.

Результаты анализа \bar{X}_1 и \bar{X}_2 считают приемлемыми, если абсолютное расхождение между ними не превышает предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R_{I(TO)}. \quad (5)$$

За окончательный результат анализа принимают их общее среднее значение. При превышении предела промежуточной прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и устраняют их.

8.5 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости, предусматривает сравнение абсолютного расхождения результатов анализа \bar{X}_1 и \bar{X}_2 , полученных в двух лабораториях по одной и той же методике анализа и представляющих собой среднеарифметические значения из n параллельных определений в соответствии с МКХА, с пределом воспроизводимости — $R = 2,77 \sigma_R$, где σ_R — стандартное отклонение воспроизводимости результатов анализа, то есть должно выполняться условие

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R. \quad (6)$$

Если абсолютное значение разности между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не превышает предел воспроизводимости R , то результаты анализа считают согласующимися и за окончательный результат анализа принимают их общее среднее значение.

8.6 В случае невыполнения этого условия в обеих лабораториях проводят повторный анализ и сравнивают абсолютное расхождение средних результатов (первого и повторного) каждой лаборатории с критической разностью $R' = 0,71R$. Если абсолютное расхождение средних результатов каждой лаборатории не превышает критическую разность R' , за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение из средних результатов каждой лаборатории. При невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и принимают меры по их устранению.

8.7 При анализе аффинированных металлов содержание основного компонента определяют по разности 100 % и суммы массовых долей определяемых примесей (в процентах). Перечень контролируемых элементов-примесей устанавливают в НД на продукцию. При округлении результатов анализа необходимо использовать СТ СЭВ 543.

8.8 Если содержание элемента-примеси в пробе меньше нижней границы определения элемента, приведенной в конкретной МКХА, то за содержание этого элемента принимают значение нижней границы определения и используют его при расчете содержания основного компонента в готовой продукции (аффинированных металлах).

8.9 Расчет содержания основного компонента по разности 100 % и суммы примесей выполняют в следующей последовательности:

- рассчитывают сумму массовых долей элементов, полученных при проведении анализа по конкретной МКХА, с точностью, указанной в методике, а именно, числовое значение результата анализа (массовой доли элемента) округляют до десятичного знака того разряда, которым заканчивается характеристика погрешности, соответствующая полученному значению массовой доли элемента;
- из 100 % вычитают сумму примесей, полученное значение округляют до десятичного знака, до которого нормировано содержание основного компонента в НД, путем отбрасывания последующих значений:

$$M = (100 - \Sigma m) \%,$$

например, $100 \% - 0,016 \% = 99,984 \% = 99,98 \%$,

$100 \% - 0,012 \% = 99,988 \% = 99,98 \%$,

$100 \% - 0,003 \% = 99,997 \% = 99,99 \%$.

Число значащих цифр зависит от исходных требований, задаваемых в нормативном документе на конкретный вид продукции.

8.10 При анализе многокомпонентных сплавов, содержащих драгоценные металлы, допускается содержание одного из основных компонентов рассчитывать по разности 100 % и суммы массовых долей остальных компонентов и элементов-примесей. Перечень определяемых компонентов и примесей и требования к точности методик анализа устанавливают в НД на продукцию и методы анализа. При округлении результатов анализа необходимо использовать СТ СЭВ 543.

9 Контроль точности результатов анализа

9.1 Требования к показателям точности результатов анализа

9.1.1 При реализации методики анализа в лаборатории устанавливают показатель прецизионности (включающий повторяемость, воспроизводимость и промежуточную прецизионность) и показатель правильности — оценку систематической погрешности лаборатории.

Контроль точности результатов анализа осуществляют в соответствии с [2] и с учетом ГОСТ Р ИСО 5725.1 — ГОСТ Р ИСО 5725.6.

9.2 Внутренний контроль качества результатов анализа проводят для методик анализа с установленными показателями точности, регламентированными НД и допущенными к применению в установленном порядке.

9.3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают оперативный контроль процедуры анализа и контроль стабильности результатов анализа.

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа должен быть приведен в документе на методику анализа.

Процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

9.4 В качестве средств контроля могут быть использованы:

- образцы для контроля (ОК), стандартные образцы (СО) по ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси (АС) по [3];
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном отношении;
- другие методики анализа с установленными показателями точности (контрольные методики).

9.5 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель с целью оценки точности результатов анализа серии проб, полученных совместно с результатами контрольных определений.

9.6 Контроль повторяемости при получении результатов контрольных определений проводят в тех случаях, когда методика анализа предусматривает проведение параллельных определений для получения результата анализа, и осуществляют для каждого из результатов контрольных определений, получаемых в соответствии с методикой анализа и с использованием процедур контроля по [2].

9.7 Контроль процедуры анализа с применением образцов для контроля (ОК) состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля X с аттестованным значением S по [2]. При этом применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах анализируемых проб не должны вносить в результаты анализа статистически значимую погрешность). Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Если при проведении контроля применяют образцы для контроля, которые не использовались при установлении показателя точности результатов анализа, норматив контроля K допускается рассчитывать по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\text{ат}}^2 + \Delta_X^2}, \quad (7)$$

где $\Delta_{\text{ат}}$ — погрешность аттестованного значения ОК;

Δ_X — значение показателя точности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению ОК.

9.8 Оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок, контрольной методики анализа или метода разбавления пробы реализуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в [2].

Допускается использовать и другие способы оперативного контроля, процедуры анализа.

9.9 Если необходимо сравнить результаты анализа, полученные в двух лабораториях по разным методикам, то процедура контроля состоит в сравнении абсолютного расхождения результатов анализа X_1 и X_2 , представляющих собой среднеарифметические значения из n параллельных определений в соответствии с методикой, с критической разностью

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq 1,96 \cdot \sqrt{\sigma^2(\Delta)_{\text{МКХА1}} + \sigma^2(\Delta)_{\text{МКХА2}}}, \quad (8)$$

где $\sigma(\Delta)_{\text{МКХА1}}$ и $\sigma(\Delta)_{\text{МКХА2}}$ — среднеквадратичные отклонения погрешностей, указанные в методиках анализа.

9.10 Выбор способа контроля зависит от анализируемых объектов и показателей, методов анализа, стоимости и длительности проведения анализа и т.п.

10 Требования безопасности

10.1 В лабораториях допускается хранение реактивов в шкафу, оборудованном вытяжной вентиляцией с коррозионно-стойким покрытием, в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

10.2 При переноске бутылей с кислотами, щелочами и аммиаком должна быть предусмотрена надежная защита тары от повреждений (обрешетки, корзины со стружкой).

10.3 При использовании исходных материалов, обладающих вредными и опасными свойствами, следует соблюдать требования безопасности, регламентированные нормативными документами на соответствующие реактивы.

10.4 Лабораторные помещения, в которых проводятся анализы, должны быть оборудованы системой приточно-вытяжной вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

10.5 Рабочие места должны иметь освещение в соответствии с санитарными нормами и действующими правилами [5].

10.6 Электрические приборы должны соответствовать правилам устройства электроустановок, их эксплуатация должна проводиться в соответствии с правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденными Главгосэнергонадзором, и соответствующими ГОСТ 12.1.019.

10.7 Установки для проведения спектрального анализа должны быть оборудованы блокировками в генераторе, местной вытяжной вентиляцией от источника возбуждения спектра, стеклянным экраном на штативе генератора для защиты от ультрафиолетового излучения, защитным заземлением на генераторе и штативе.

10.8 Спектрометр для атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой должен быть надежно заземлен. Не допускается снимать крышки с прибора во избежание поражения электрическим током высокого напряжения.

10.9 При выполнении рентгеноспектрального анализа необходимо соблюдать правила радиационной безопасности в соответствии с санитарно-эпидемиологическими правилами и нормами радиационной безопасности [6].

10.10 При проведении атомно-абсорбционного анализа с использованием пламени (горючего газа) все работы должны проводиться в соответствии с правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором, и в соответствии с пожарной безопасностью по ГОСТ 12.1.004.

10.11 Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны и класс опасности этих веществ — по ГОСТ 12.1.005.

10.12 Отработанные кислоты и щелочи следует собирать отдельно в специальные емкости; после нейтрализации сливать в канализацию или в соответствии с местными условиями в специально отведенное для этих целей место.

10.13 К работе в аналитических лабораториях допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие предварительный медицинский осмотр и допущенные по состоянию здоровья к работе с вредными веществами.

10.14 Каждый работающий должен проходить предварительное обучение по охране труда со сдачей экзаменов и последующую периодическую аттестацию. Все работники обязаны проходить обучение, инструктаж, проверку знаний, норм и инструкций по охране труда в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

10.15 Работающие в химической и спектральной лабораториях должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты согласно действующим нормам выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений по ГОСТ 12.4.011.

10.16 При проведении анализа необходимо соблюдать меры, предупреждающие попадание кислот и щелочей на кожу, применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011, соблюдать меры личной гигиены, использовать защитные дерматологические средства по ГОСТ 12.4.068.

10.17 Лабораторные помещения должны быть оснащены первичными средствами пожаротушения. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с [7] и требованиями ГОСТ 12.1.004.

Библиография

- [1] МИ 2335—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
- [2] РМГ 61—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
- [3] РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- [4] Рекомендации по стандартизации Р 50.2.003—2000 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества. Пакет программ. Q-Control
- [5] СНиП 23-05—95 Санитарные нормы и действующие правила. Естественное и искусственное освещение
- [6] СП 2.6.1.758—99 НРБ—99 Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. Нормы радиационной безопасности
- [7] ППБ-01—2003 Правила пожарной безопасности в Российской Федерации

УДК 669.21/23:543.06:006.354

ОКС 77.120.99

В 59

ОКСТУ 1709

Ключевые слова: драгоценные металлы, сплавы, методики количественного химического анализа, общие требования к методам анализа

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 18.12.2006. Подписано в печать 16.01.2007. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 295 экз. Зак. 17. С 3584.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.