22864-83

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

ГОСТ 22864–83



Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. А. Куранов, Г. С. Хаяк, Н. С. Степанова, Н. Д. Сергиенко, Н. И. Тимофеев, Т. И. Беляева, Е. Е. Сафонова

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1370

УДК 669.21/.23 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

Общие требования к методам анализа

Noble metals and alloys. General requirements for methods of analysis

ГОСТ 22864—83

Взамен ГОСТ 22864—77

ОКП 175000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1370 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа благородных металлов и их сплавов и требования безопасности.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб проводится по нормативно-технической документации на продукцию из благородных металлов и сплавов.

1.2. Взвешивание навесок проводится с погрешностью не более: 0,0002 г — для химического и атомно-абсорбционного методов анализа;

0,005 г — для спектрального метода анализа;

0,00007 г — для пробирного метода анализа.

1.3. Для проведения анализов и приготовления растворов применяются реактивы квалификации не ниже ч. д. а., дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72.

1.4. В реактивах, используемых при проведении анализов сплавов, содержащих серебро, а также в окружающей среде не должно содержаться ионов хлора.

1.5. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983

1.7. Титр приготовленного стандартного раствора устанавливают не менее чем по трем аликвотам этого раствора и рассчитывают не менее чем до третьей значащей цифры.

1.8. Лабораторная мерная посуда должна быть не ниже 2-го класса точности и соответствовать ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74.

1.9. При анализе чистых металлов содержание основного вещества определяют по разности 100% и суммы определяемых примесей.

Содержание примесей определяют спектральным методом — в четырех параллельных навесках, химическим — в двух.

1.10. Содержание компонентов в сплавах определяют не менее чем в двух параллельных навесках.

1.11. За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допускаемых расхождений, рассчитанных при доверительной вероятности $P=0,95$, приведенных в стандартах на методы анализа.

1.12. Если расхождения между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений превышают значение допускаемых, анализ повторяют.

1.13. Параллельно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результаты анализа. Число параллельных определений при контрольном опыте должно соответствовать числу параллельных определений, указанному в конкретном стандарте на метод анализа.

1.14. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов (СО) воспроизведением содержания определяемого компонента в СО анализируемого материала по включенному в стандарт методу или по аттестованной в установленном порядке методике с каждой партией проб анализируемого материала.

1.15. Содержание определяемого компонента в СО находят из числа параллельных определений, установленного конкретным стандартом на метод анализа. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание определяемого компонента в СО.

Расхождение между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений при анализе СО не должно превышать значения допускаемого расхождения, приведенного в конкретном стандарте на метод анализа.

Результаты анализа являются правильными, если воспроизведенное содержание данного компонента в СО отличается от его аттестуемой характеристики в свидетельстве на СО не более чем

на половину значения допускаемого расхождения, указанного в соответствующем стандарте. Если указанное выше соотношение не выполняется, то проведение анализов по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

1.16. Для проведения анализа допускается применять аппаратуру другого типа, обеспечивающую требуемую точность анализа.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Концентрированные кислоты (азотная, серная, соляная) должны храниться в толстостенной стеклянной посуде емкостью не более 2 $дм^3$ в шкафах, оборудованных вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75.

2.2. Бутыли с кислотами, щелочами и аммиаком должны переносить в исправных корзинах или обрешетках или перевозить на специальных тележках.

2.3. При использовании исходных материалов, обладающих вредными и опасными свойствами, следует соблюдать требования безопасности регламентированные нормативно-технической документацией на соответствующие реактивы.

2.4. Лабораторные помещения, в которых проводятся анализы, должны быть оборудованы системой приточно-вытяжной вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75.

2.5. Рабочие места должны иметь освещение в соответствии с санитарными нормами и правилами, утвержденными Госстроем СССР.

2.6. 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 Госэнергонадзором.

2.7. Установки для проведения спектрального анализа должны быть оборудованы блокировками в дуговом генераторе, местной вытяжной вентиляцией от дугового источника возбуждения спектра, стеклянным экраном на штативе генератора для защиты от ультрафиолетовых излучений, защитным заземлением на генераторе и штативе.

2.8. При проведении анализа атомно-абсорбционным методом с использованием газовой смеси все работы должны проводиться в соответствии с правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором СССР.

2.9. Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны и класс опасности этих веществ — по ГОСТ 12.1. 005—76.

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

Растворы, содержащие благородные металлы, следует собирать в специальные емкости с целью их дальнейшей утилизации.

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

2.12. Работающие в лаборатории проходят периодический медицинский осмотр согласно указаниям Минздрава СССР.

2.13. Каждый работающий должен проходить обучение и специальный инструктаж по безопасности труда в соответствии с ГОСТ 12.0.004—79.

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

2.15. При проведении анализа необходимо соблюдать меры, предупреждающие попадание кислот и щелочей на кожу, применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011—75, а также соблюдать меры личной гигиены. Защитные дерматологические средства— по ГОСТ 12.4.068—79.

2.16. Лабораторные помещения должны быть оснащены первичными средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009—75. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004—76.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Л. И. Пономарева*

Сдано в наб. 11.04.83 Подп. к печ. 10.05.83 0,5 п. л. 0,26 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 410

Изменение № 1 ГОСТ 22864—83 Благородные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.10.88 № 3483

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Пункт 1.7. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 1.8 дополнить ссылками: ГОСТ 25336—82, ГОСТ 9147—80.

Пункты 1.9—1.11 изложить в новой редакции: «1.9. При анализе чистых металлов массовую долю основного компонента рассчитывают по разности 100 % и суммы определяемых примесей.

При анализе сплавов на основе благородных металлов массовую долю одного из компонентов рассчитывают по разности 100 % и суммы определяемых компонентов и примесей.

1.10. Массовую долю компонентов в сплавах определяют не менее, чем в двух параллельных навесках.

Число параллельных навесок при определении примесей указывают в конкретном стандарте на методы анализа.

1.11. За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при анализе проб или в конкретном опыте не должно превышать допускаемых расхождений d, значения которых приводятся в методиках анализа».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.12*а*: «1.12а. Расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, не должны превышать допускаемых расхождений, приведенных в стандартах на методы анализа».

Пункт 1.14 изложить в новой редакции: «1.14. Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам (ГСО), отраслевым стандартным образцам (ОСО) или стандартным образцам предприятия (СОП) воспроизведением содержания определяемого компонента в СО методами, установленными в стандартах».

Пункт 1.15. Третий абзац. Заменить слова: «половину значения допускаемого расхождения, указанного в соответствующем стандарте» на «величину $\Delta=\sqrt{\Delta_{аттест}^2+0{,}5d^2}$, которая приводится в методике анализа, где $\Delta_{аттест}$ — погрешность аттестации СО, приведенная в свидетельстве; d — допускаемое расхождение между результатами анализа»;

дополнить абзацем: «За окончательный результат принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.15*а*—1.15*в*: «1.15а. Контроль точности результатов анализа методом добавок, осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в анализируемом материале после добавления соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Массу добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился бы в 2—3 раза по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствии добавки.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой проводят из того же числа параллельных определений, что и при анализе проб. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой. Найденное значение добавки определяют как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения d, нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если найденное значение добавки отличается от введенного значения не более, чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2+D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

За окончательный результат анализа проб принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15а.

1.15б. Контроль точности результатов анализа проб по синтетическим смесям проводится путем воспроизведения введенного в эту смесь массовой доли определяемого компонента по методике анализа.

Требования к приготовлению синтетических смесей и нормативно-техническая документация, регламентирующая методику их приготовления и оценку погрешности установления значений массовых долей компонентов смеси, — по ГОСТ 8.505—84.

Определение массовой доли компонента в синтетической смеси проводят одновременно с анализом проб из того же числа параллельных определений, установленных методикой анализа.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений данного компонента при анализе синтетической смеси не должно превышать значения d, нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если воспроизведенная массовая доля данного компонента в синтетической смеси отличается от введенной в смесь массовой доли не более, чем на значение $0{,}71D$, которое приводится в методике анализа.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15б.

1.15в. Контроль точности результатов анализа проб проводят путем их сопоставления с результатами анализа тех же проб, полученными по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа или аттестованной по ГОСТ 8.505—84 и имеющей погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики.

Результаты анализа проб считаются точными, если выполняется соотношение: абсолютное значение разности результатов анализа, полученных обоими методами с вероятностью $P=0{,}95$, не превышает значения $0{,}71\sqrt{D_1^2+D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа, численные значения которых регламентированы в конкретных контролируемой и контрольной методиках анализа.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15в».

Пункт 1.16. Заменить слово: «другого» на «того же».

Пункт 2.15. Заменить ссылку: ГОСТ 12.4.011—75 на ГОСТ 12.4.011—87.

Пункт 2.16. Заменить ссылки: ГОСТ 12.4.009—75 на ГОСТ 12.4.009—83, ГОСТ 12.1.004—76 на ГОСТ 12.1.004—85.

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 1 1989 г.)