ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52950— 2018

ПАЛЛАДИЙ

Метод определения потери массы при прокаливании

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов им. В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 102 «Платиновые металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 ноября 2018 г. № 995-ст

4 ВЗАМЕН ГОСТ Р 52950—2008

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПАЛЛАДИЙ

Метод определения потери массы при прокаливании

Palladium. Method for determination of mass losses after ignition

Дата введения — 2019—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на палладий в порошке с массовой долей палладия не менее 99,8 %, предназначенный для производства сплавов, полуфабрикатов, химических соединений палладия и других целей.

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании порошка палладия в интервале массовых долей от 0,0020 % до 0,050 %. Метод основан на определении разности массы анализируемой пробы до и после прокаливания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.010 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ 8.010 и ГОСТ Р 8.563.

4 Точность (правильность и прецизионность) метода

4.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода — границы интервала ±Δ, в котором с вероятностью P = 0,95 находятся абсолютная погрешность результатов анализа, стандартные отклонения повторяемости S_r, стандартные отклонения промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения предела повторяемости r, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела воспроизводимости R, — в зависимости от массовой доли потерь при прокаливании приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели точности метода (P = 0,95)

В процентах

Уровень массовой доли потери массы при прокаливании	Граница интервала абсолютной погрешности ±Δ	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости R
0,0020	0,0020	0,0007	0,0025	0,0008	0,0023	0,0028
0,0050	0,0028	0,0008	0,0029	0,0010	0,0029	0,0035
0,020	0,006	0,0015	0,005	0,0020	0,006	0,007
0,050	0,008	0,0029	0,011	0,0030	0,008	0,010

Для промежуточных значений массовых долей потери массы при прокаливании значение показателя точности, %, для результата анализа X находят методом линейной интерполяции и вычисляют по формуле

$$A_X = A_н + (X - C_н)\frac{A_в - A_н}{C_в - C_н}, \quad (1)$$

где $A_н$, $A_в$ — значения показателя точности, соответствующие нижнему и верхнему уровню массовых долей потери массы при прокаливании, между которыми находится результат анализа, %;

$C_н$, $C_в$ — нижний и верхний уровни массовых долей потери массы при прокаливании, между которыми находится результат анализа, %.

4.2 Правильность

Систематическая погрешность метода при уровне значимости α = 5 % на всех определяемых уровнях массовых долей потери массы при прокаливании незначима.

4.3 Прецизионность

4.3.1 Диапазон результатов четырех определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, может превышать указанный в таблице 1 критический диапазон $CR_{0,95}$ (4) для n = 4 в среднем не более одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

4.3.2 В пределах одной лаборатории два результата анализа одной и той же пробы, полученные разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, могут различаться с превышением указанного в таблице 1 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ в среднем не более одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

4.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями (в соответствии с разделами 6—8), могут различаться с превышением указанного в таблице 1 предела воспроизводимости *R*, установленного в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1, в среднем не более одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

5 Требования

5.1 Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и экологической безопасности — в соответствии с нормативными документами на общие требования к методам анализа драгоценных металлов и сплавов.

5.2 К выполнению анализа допускаются лица не моложе 18 лет, обученные в установленном порядке и допущенные к самостоятельной работе на используемом оборудовании.

5.3 Отбор проб для анализа проводят в соответствии с технической документацией, принятой в установленном порядке.

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Аппарат Киппа или генератор для получения водорода.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие требуемую точность взвешивания.

Тигли платиновые № 100-4 по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

Часы общего назначения.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Электропечь с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не выше 1000 °С.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в таблице 1.

7 Проведение анализа

7.1 Платиновый тигель помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи в течение 10—15 мин при температуре от 850 °С до 950 °С. По окончании прокаливания фарфоровый тигель вместе с платиновым тиглем извлекают из печи, восстанавливают платиновый тигель пламенем водорода до получения серой поверхности тигля, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (от 15 °С до 30 °С), взвешивают платиновый тигель, фиксируя результат измерения массы не менее чем до четвертого десятичного знака.

Операцию прокаливания, охлаждения и взвешивания тигля повторяют до получения постоянной массы.

Критерием оценки доведения тигля до постоянной массы является разница результатов последовательных взвешиваний, не превышающая 0,0001 г.

7.2 В том же платиновом тигле взвешивают от 4,5 до 5,5 г анализируемого палладия, фиксируя результат измерения массы не менее чем до четвертого десятичного знака. Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи при температуре от 850 °С до 950 °С в течение 40—45 мин, извлекают фарфоровый тигель с платиновым тиглем из печи, восстанавливают анализируемый металл в тигле пламенем водорода в течение 2—3 мин и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

7.3 Платиновый тигель с навеской палладия взвешивают, фиксируя результат измерения массы не менее чем до четвертого десятичного знака, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при температуре от 850 °С до 950 °С в течение 10—15 мин, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и вновь взвешивают. Операцию прокаливания, охлаждения и взвешивания повторяют до получения постоянной массы платинового тигля с металлом.

7.4 Разность массы платинового тигля с палладием до и после прокаливания является массой потери при прокаливании в анализируемой пробе.

8 Расчет и оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

8.1 Потерю массы при прокаливании (массовую долю) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m}100, \quad (2)$$

где m_1 — разность массы тигля с палладием до и после прокаливания, г;

m — навеска палладия, г.

8.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{max} - X_{min}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(n)$, вычисляемым по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n)S_r, \quad (3)$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона;

n — число параллельных определений;

S_r — стандартное отклонение повторяемости, %.

Значения S_r и $f(n)$ приведены в таблицах 1 и 2 соответственно.

Таблица 2 — Коэффициенты критического диапазона $f(n)$

n	$f(n)$
4	3,6
8	4,3

Если диапазон результатов четырех параллельных определений ($X_{max} - X_{min}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, все результаты признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений.

Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}$ (4), проводят еще четыре параллельных определения.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{max} - X_{min}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}$ (8), то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений.

9 Оформление результатов измерений

Результат анализа (измерений) представляют в виде

$$(X \pm \Delta), P = 0,95, \quad (4)$$

где X — массовая доля потери массы при прокаливании, %;

Δ — характеристика погрешности измерения массовой доли потери при прокаливании при $P = 0,95$.

Значения Δ приведены в таблице 1.

При этом численное значение результата анализа округляют до разряда, в котором записана последняя значащая цифра его погрешности.

10 Контроль точности результатов анализа

10.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $R_{i(ТО)}$, приведенный в таблице 1.

При контроле воспроизводимости абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя лабораториями в соответствии с требованиями настоящего стандарта, не должно превышать предел воспроизводимости R, приведенный в таблице 1.

УДК 669.231:543.06.006.354 ОКС 77.120.99

Ключевые слова: палладий в порошке, методы анализа, потеря массы, прокаливание, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

БЗ 6—2018/87

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.11.2018. Подписано в печать 29.11.2018 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru