МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33729— 2016

ПЛАТИНА

Метод определения потери массы при прокаливании

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов им. В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»), Федеральным казенным учреждением «Государственное учреждение по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России) при Министерстве финансов Российской Федерации», Московским государственным университетом тонкой химической технологии им. М.В. Ломоносова (МИТХТ)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 февраля 2016 г. № 85-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 июня 2016 г. № 586-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33729–2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52518–2006*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений – в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в 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, 2016

В Российской Федерации 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

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июня 2016 г. № 586-ст ГОСТ Р 52518–2006 отменен с 1 января 2017 г.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАТИНА

Метод определения потери массы при прокаливании

Platinum. Method for determination of mass losses after ignition

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

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

Настоящий стандарт устанавливает метод определения потери массы при прокаливании порошка платины 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 межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—2013[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] В Российской Федерации наряду с указанным действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

3 Термины и определения

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

4 Точность (правильность и прецизионность) метода

4.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: границы интервала ± Δ, в котором с вероятностью P = 0,95 находится 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	Границы 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	0,0027	0,0008	0,0029	0,0010	0,0029	0,0037
0,020	0,006	0,0014	0,005	0,0022	0,006	0,008
0,050	0,007	0,0028	0,010	0,0027	0,008	0,010

Для промежуточных значений массовых долей потери массы при прокаливании значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по формуле

$$A_X = A_H + (X - C_H)\frac{A_B - A_H}{C_B - C_H}, \quad (1)$$

где A_X — значение показателя точности для результата анализа X, %;

A_H, A_B — значения показателя точности, соответствующие нижнему и верхнему уровню массовых долей потери массы при прокаливании, между которыми находится результат анализа, %;

X — результат анализа, %;

C_H, C_B — 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 чаще 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 чаще 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 ИСО 5725-1, в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

5 Требования

5.1 Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению 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

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

Тигли платиновые № 100 с крышками № 101 по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Электропечь с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 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 800 °С до 900 °С. По окончании прокаливания фарфоровый тигель вместе с платиновым тиглем извлекают из печи, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (от 15 °С до 30 °С), взвешивают платиновый тигель, фиксируя результат измерения массы 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 5,0 г анализируемого металла, фиксируя результат измерения массы до четвертого десятичного знака. Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи при температуре от 800 °С до 900 °С в течение 20–25 мин, извлекают фарфоровый тигель с платиновым тиглем из печи и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

7.3 Платиновый тигель с навеской металла взвешивают, фиксируя результат измерения массы до четвертого десятичного знака, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при температуре от 800 °С до 900 °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 металлом 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

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

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

m — навеска платины, г.

8.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{max} - X_{min}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(n)$. Критический диапазон $CR_{0,95}(n)$ рассчитывают 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 значений 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 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 $R_{I(TO)}$, 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 МКС 77.120.99

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

Редактор *А. А. Лиске*
Технический редактор *В. Ю. Фотиева*
Корректор *В. И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А. С. Тыртышного*

Сдано в набор 12.07.2016. Подписано в печать 14.07.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 29 экз. Зак. 1638.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru