ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54493— 2011

ИРИДИЙ. РОДИЙ. РУТЕНИЙ

Метод определения потери массы при прокаливании

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

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 Московской государственной академией тонкой химической технологии им. М.В. Ломоносова (МИТХТ им. М.В. Ломоносова), Государственным учреждением 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

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 10 ноября 2011 г. № 537-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, 2012

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

ИРИДИЙ. РОДИЙ. РУТЕНИЙ

Метод определения потери массы при прокаливании

Iridium. Rhodium. Ruthenium. Method for determination of mass loss after ignition

Дата введения — 2012—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аффинированные иридий, родий, рутений в порошке с массовой долей основного металла не менее 99,8 %, предназначенные для производства сплавов, полуфабрикатов и других целей.

Стандарт устанавливает метод определения потери массы при прокаливании аффинированных иридия, родия, рутения в порошке в диапазоне массовых долей от 0,0020 % до 0,050 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

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

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

ГОСТ Р 52599—2006 Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

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

ГОСТ 8050—85 Двуокись углерода газообразная и жидкая. 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

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 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 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Метод основан на прокаливании аффинированных иридия, родия, рутения в порошке при температуре от 900 °С до 1000 °С до постоянной массы и определении потери массы (разности масс навески порошка до и после прокаливания) гравиметрическим методом.

5 Точность (правильность и прецизионность) метода

5.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: абсолютная погрешность результатов анализа (приписанная погрешность) Δ, стандартные отклонения повторяемости S_r и промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли потери массы при прокаливании приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели точности метода при $P = 0,95$

В процентах

Уровень потери массы при прокаливании	Границы интервала абсолютной погрешности $\pm \Delta$	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	0,0047	0,0017	0,0062	0,0020	0,0055	0,0066
0,020	0,007	0,002	0,009	0,003	0,009	0,010
0,050	0,009	0,003	0,011	0,004	0,010	0,012

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

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

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

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

X — результат анализа, %;

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

5.2 Правильность

Систематическая погрешность настоящего метода анализа не является значимой на всех уровнях потери массы при прокаливании.

5.3 Прецизионность

5.3.1 Диапазон четырех результатов ($n = 4$), 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 $CR_{0,95}(4)$ в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

5.3.2 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 различать-

ся с превышением предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, указанного в таблице 1, в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

5.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями в соответствии с разделами 7 и 8, могут различаться с превышением предела воспроизводимости R, указанного в таблице 1, в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

6 Требования

6.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методу анализа и требования к обеспечению безопасности выполняемых работ — по ГОСТ Р 52599.

6.2 Требования к квалификации исполнителей

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

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Электропечь для прокаливания, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0001 г.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли платиновые № 100-7 по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые № 4, низкие по ГОСТ 9147.

Часы общего назначения.

Водород технический по ГОСТ 3022 или полученный в лаборатории.

Диоксид углерода газообразный по ГОСТ 8050 или полученный в лаборатории.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

8 Проведение анализа

8.1 Чистый платиновый тигель помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи в течение 10—15 мин при температуре 900 °С — 1000 °С в токе водорода. По окончании прокаливания фарфоровый тигель вместе с платиновым тиглем извлекают из печи, не выключая ток водорода. Включают ток диоксида углерода и через 3—5 с отключают ток водорода. Охлаждают тигель в токе диоксида углерода 5—10 мин, затем переносят его в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают платиновый тигель с погрешностью не более ± 0,0001 г.

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

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

8.2 В тот же платиновый тигель, доведенный до постоянной массы, помещают от 4,5 до 5,5 г анализируемого металла и взвешивают тигель с металлом с погрешностью не более ±0,0001 г. Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи при температуре от 900 °С до 1000 °С в течение 20—25 мин в токе водорода.

8.3 По окончании прокаливания порошка иридия или родия фарфоровый тигель с платиновым тиглем извлекают из печи, не выключая ток водорода. Включают ток диоксида углерода и через 3—5 с отключают ток водорода. Охлаждают тигли в токе диоксида углерода до комнатной температуры, после чего переносят их в эксикатор. Платиновый тигель взвешивают, определяя массу тигля с навеской прокаленного металла с погрешностью не более ± 0,0001 г.

8.4 По окончании прокаливания порошка рутения фарфоровый тигель с платиновым тиглем извлекают из печи, не выключая ток водорода. Включают ток диоксида углерода и через 3—5 с отключают ток водорода, чтобы погасить пламя, затем вновь включают ток водорода. Охлаждают платиновый тигель с порошком рутения в токе диоксида углерода и водорода до комнатной температуры, после чего

его переносят в эксикатор. Платиновый тигель взвешивают, определяя массу тигля с навеской прокаленного металла с погрешностью не более ± 0,0001 г.

8.5 Операцию прокаливания, охлаждения и взвешивания тигля с металлом повторяют до получения постоянной массы, сократив время прокаливания до 10—15 мин. Критерием оценки доведения тигля с металлом до постоянной массы является разница результатов последовательных взвешиваний, не превышающая 0,0001 г.

9 Обработка результатов, оценка их приемлемости и получение окончательного результата анализа

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

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

где m_1 — разность масс платинового тигля с навеской металла до и после прокаливания, г;

m — масса навески металла, г.

9.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сравнения диапазона этих результатов ($X_{макс} - X_{мин}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$.

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

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

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

Критический диапазон для восьми ($n = 8$) результатов параллельных определений $CR_{0,95}(8)$ рассчитывают по формуле

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

где n — число параллельных определений;

$Q(n)$ — коэффициент критического диапазона, для восьми параллельных определений коэффициент равен 4,29;

S_r — стандартное отклонение повторяемости.

10 Контроль точности результатов анализа

10.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное значение разности двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, указанного в таблице 1.

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

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 77.120.99 В51

Ключевые слова: аффинированные родий, рутений, иридий, методы анализа, потеря массы, прокаливание, правильность метода анализа, прецизионность метода анализа, абсолютная погрешность, стандартное отклонение повторяемости, стандартное отклонение промежуточной прецизионности, предел повторяемости, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 25.04.2012. Подписано в печать 16.05.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 103 экз. Зак. 458.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru