ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52950— 2008

Палладий

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Издание официальное

Б3 1—2008/488

Москва
Стандартинформ
2008

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 Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов имени 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 августа 2008 г. № 174-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, 2008

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 loss after ignition

Дата введения — 2009—07—01

1 Область применения

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

Стандарт устанавливает метод определения потери массы при прокаливании порошка палладия в диапазоне массовых долей от 0,002 % до 0,050 %.

2 Сущность метода

Метод основан на прокаливании анализируемой пробы аффинированного палладия при температуре от 850 °С до 950 °С до постоянной массы и определении потери массы (разности массы анализируемой пробы до и после прокаливания) гравиметрическим методом.

3 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 5725-6—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 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

4 Термины и определения

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

5 Точность (правильность и прецизионность)

5.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится 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 ($P = 0,95$)

В процентах

Диапазон массовых долей потери массы при прокаливании	Границы интервала абсолютной погрешности результата анализа $\pm \Delta$	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
От 0,002 до 0,020 включ.	0,002	0,001	0,004	0,001	0,003	0,004
Св. 0,020 до 0,050 включ.	0,004	0,002	0,007	0,002	0,006	0,008

5.2 Правильность

Систематическая погрешность настоящего метода анализа не является значимой в указанных диапазонах массовых долей потери массы при прокаливании.

5.3 Прецизионность

5.3.1 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.

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

5.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями в соответствии с разделами 7 и 8 настоящего стандарта, могут различаться с превышением предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-1, 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, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности регламентированы в ГОСТ Р 52599.

6.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению 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 с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0001 г.

Аппарат Киппа для получения водорода.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

Часы общего назначения.

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 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) в течение 40 мин, взвешивают с погрешностью не более ± 0,0001 г.

Операцию прокаливания, восстановления, 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.

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 850 °С до 950 °С в течение 40 — 45 мин, затем извлекают фарфоровый тигель с платиновым тиглем из печи, восстанавливают анализируемый металл в тигле пламенем водорода в течение 2—3 мин, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры от 15 °С до 30 °С в течение 40 мин и взвешивают, определяя массу тигля с навеской прокаленного металла.

Операцию прокаливания, восстановления, 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 Потери массы при прокаливании (массовую долю) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} 100, \qquad (1)$$

где m_1 — разность массы платинового тигля с навеской палладия до и после прокаливания и восстановления, г;

m — навеска палладия, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений, вычисленных до четвертого десятичного знака и округленных до третьего десятичного знака.

9.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{макс}$ — $X_{мин}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(n)$. Критический диапазон $CR_{0,95}(n)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n)\ S_r, \qquad (2)$$

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 ($X_{макс} - X_{мин}$) 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 результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, проводят еще четыре параллельных определения.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{макс} - X_{мин}$) 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.

10 Контроль точности (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 $R_{I(TO)}$, указанный 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, указанный в таблице 1.

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: аффинированный палладий, палладий в порошке, методы анализа, потеря массы, прокаливание, правильность метода анализа, прецизионность метода анализа, абсолютная погрешность, предел повторяемости, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 09.09.2008. Подписано в печать 25.09.2008. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 150 экз. Зак. 1154.

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