ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52518— 2006

Платина

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Издание официальное

БЗ 9—2004/116

Москва
Стандартинформ
2006

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

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 6 февраля 2006 г. № 1-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, 2006

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

Платина

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Platinum. Method for determination of mass losses after ignition

Дата введения — 2006—07—01

1 Область применения

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

Стандарт устанавливает метод определения потери массы при прокаливании порошка платины в интервале массовых долей от 0 % до 0,05 %.

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 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 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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

Издание официальное

4 Точность (правильность и прецизионность) метода

4.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: предел абсолютной погрешности результатов анализа Δ (границы интервала, в котором погрешность измерений определяют с вероятностью $P = 0,95$), стандартные отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента — примеси приведены в таблице 1.

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

В процентах

Потеря массы (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности результата анализа $\pm \Delta$ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
До 0,02	0,0056	0,0014	0,005	0,0022	0,0061	0,0079
0,02—0,05	0,0069	0,0028	0,010	0,0027	0,0075	0,0097
Примечание — Для промежуточных значений массовых долей показатели точности находят методом линейной интерполяции.						

4.2 Правильность

Систематическая погрешность настоящего метода анализа не является значимой на всех уровнях определяемых содержаний.

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 предела промежуточной прецизионности $I(TO)$, указанной в таблице 1, 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 и 7 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.

5 Требования

5.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — по нормативным документам на общие требования к методам анализа драгоценных металлов и их сплавов.

5.2 Требования к квалификации исполнителей

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

6 Средства измерений и используемые вспомогательные устройства

Электропечь с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

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

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

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

7 Проведение анализа

7.1 Чистый платиновый тигель с постоянной массой помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи в течение 10—15 мин при температуре от 700 °С до 900 °С. По окончании прокаливания фарфоровый тигель вместе с платиновым тиглем извлекают из печи, охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 5) °С и определяют массу платинового тигля с точностью до 0,0001 г.

7.2 В том же платиновом тигле взвешивают 5 г анализируемого металла с точностью до 0,0001 г. Тигель с металлом помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в печи при температуре от 700 °С до 900 °С в течение 20—25 мин, извлекают фарфоровый тигель с платиновым тиглем из печи и охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 5) °С.

7.3 Платиновый тигель с навеской металла взвешивают, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при температуре от 700 °С до 900 °С в течение 10—15 мин, затем охлаждают в эксикаторе до температуры (20 ± 5) °С и вновь взвешивают. Операцию прокаливания и охлаждения тигля повторяют до получения постоянной массы платинового тигля с металлом.

7.4 Разность массы тигля с металлом до и после прокаливания дает массу потерь при прокаливании в анализируемой пробе.

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

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

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

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 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

$$CR_{0,95}(n) = f(n)s_r, \quad (2)$$

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

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.

9 Контроль точности

9.1 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 $I(TO)$, 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 2.

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59

Ключевые слова: аффинированная платина, платина 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 *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 10.03.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 180 экз. Зак. 149. С 2547.

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