ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

ГОСТ 22864—83

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН *Министерством цветной металлургии СССР*

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. А. Куранов, Г. С. Хаяк, Н. С. Степанова, Н. Д. Сергиенко, Н. И. Тимофеев, Т. И. Беляева, Е. Е. Сафонова

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии **А. П. Снурников**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1370

УДК 669.21/.23 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БЛАГОРОДНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

Общие требования к методам анализа

Noble metals and alloys. General requirements for methods of analysis

ГОСТ 22864—83

Взамен ГОСТ 22864—77

ОКП 175000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1983 г. № 1370 срок действия установлен

с 01.07.84
до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа благородных металлов и их сплавов и требования безопасности.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб проводится по нормативно-технической документации на продукцию из благородных металлов и сплавов.

1.2. Взвешивание навесок проводится с погрешностью не более: 0,0002 г — для химического и атомно-абсорбционного методов анализа;

0,005 г — для спектрального метода анализа;

0,00007 г — для пробирного метода анализа.

1.3. Для проведения анализов и приготовления растворов применяются реактивы квалификации не ниже ч. д. а., дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72.

1.4. В реактивах, используемых при проведении анализов сплавов, содержащих серебро, а также в окружающей среде не должно содержаться ионов хлора.

1.5. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

1.6. Термин «горячая» вода (раствор) означает, что вода (раствор) имеет температуру свыше 70°С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983

1.7. Титр приготовленного стандартного раствора устанавливают не менее чем по трем аликвотам этого раствора и рассчитывают не менее чем до третьей значащей цифры.

1.8. Лабораторная мерная посуда должна быть не ниже 2-го класса точности и соответствовать ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74.

1.9. При анализе чистых металлов содержание основного вещества определяют по разности 100% и суммы определяемых примесей.

Содержание примесей определяют спектральным методом — в четырех параллельных навесках, химическим — в двух.

1.10. Содержание компонентов в сплавах определяют не менее чем в двух параллельных навесках.

1.11. За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допускаемых расхождений, рассчитанных при доверительной вероятности $P=0,95$, приведенных в стандартах на методы анализа.

1.12. Если расхождения между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений превышают значение допускаемых, анализ повторяют.

1.13. Параллельно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результаты анализа. Число параллельных определений при контрольном опыте должно соответствовать числу параллельных определений, указанному в конкретном стандарте на метод анализа.

1.14. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов (СО) воспроизведением содержания определяемого компонента в СО анализируемого материала по включенному в стандарт методу или по аттестованной в установленном порядке методике с каждой партией проб анализируемого материала.

1.15. Содержание определяемого компонента в СО находят из числа параллельных определений, установленного конкретным стандартом на метод анализа. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание определяемого компонента в СО.

Расхождение между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений при анализе СО не должно превышать значения допускаемого расхождения, приведенного в конкретном стандарте на метод анализа.

Результаты анализа являются правильными, если воспроизведенное содержание данного компонента в СО отличается от его аттестуемой характеристики в свидетельстве на СО не более чем

на половину значения допускаемого расхождения, указанного в соответствующем стандарте. Если указанное выше соотношение не выполняется, то проведение анализов по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

1.16. Для проведения анализа допускается применять аппаратуру другого типа, обеспечивающую требуемую точность анализа.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Концентрированные кислоты (азотная, серная, соляная) должны храниться в толстостенной стеклянной посуде емкостью не более 2 $дм^3$ в шкафах, оборудованных вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75.

2.2. Бутыли с кислотами, щелочами и аммиаком должны переносить в исправных корзинах или обрешетках или перевозить на специальных тележках.

2.3. При использовании исходных материалов, обладающих вредными и опасными свойствами, следует соблюдать требования безопасности регламентированные нормативно-технической документацией на соответствующие реактивы.

2.4. Лабораторные помещения, в которых проводятся анализы, должны быть оборудованы системой приточно-вытяжной вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75.

2.5. Рабочие места должны иметь освещение в соответствии с санитарными нормами и правилами, утвержденными Госстроем СССР.

2.6. Электрические приборы должны соответствовать правилам устройства электроустановок, их эксплуатация должна проводиться в соответствии с правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденными Госэнергонадзором.

2.7. Установки для проведения спектрального анализа должны быть оборудованы блокировками в дуговом генераторе, местной вытяжной вентиляцией от дугового источника возбуждения спектра, стеклянным экраном на штативе генератора для защиты от ультрафиолетовых излучений, защитным заземлением на генераторе и штативе.

2.8. При проведении анализа атомно-абсорбционным методом с использованием газовой смеси все работы должны проводиться в соответствии с правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором СССР.

2.9. Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны и класс опасности этих веществ — по ГОСТ 12.1. 005—76.

2.10. Отработанные кислоты и щелочи следует собирать раздельно в специальные емкости; после нейтрализации сливать в канализацию или в соответствии с местными условиями в специально отведенное для этих целей место.

Растворы, содержащие благородные металлы, следует собирать в специальные емкости с целью их дальнейшей утилизации.

2.11. К работе в аналитических лабораториях допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие предварительный медосмотр и допущенные по состоянию здоровья к работе с вредными веществами.

2.12. Работающие в лаборатории проходят периодический медицинский осмотр согласно указаниям Минздрава СССР.

2.13. Каждый работающий должен проходить обучение и специальный инструктаж по безопасности труда в соответствии с ГОСТ 12.0.004—79.

2.14. Работающие в химической и спектральной лабораториях должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты согласно действующим нормам выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений.

2.15. При проведении анализа необходимо соблюдать меры, предупреждающие попадание кислот и щелочей на кожу, применять индивидуальные средства защиты по ГОСТ 12.4.011—75, а также соблюдать меры личной гигиены. Защитные дерматологические средства — по ГОСТ 12.4.068—79.

2.16. Лабораторные помещения должны быть оснащены первичными средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009—75. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004—76.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Л. И. Пономарева*

Сдано в наб. 11.04.83 Подп. к печ. 10.05.83 0,5 п. л. 0,26 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 410

Изменение № 1 ГОСТ 22864—83 Благородные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.10.88 № 3483

Дата введения 01.07.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Пункт 1.7. Заменить слово: «титр» на «массовая концентрация».

Пункт 1.8 дополнить ссылками: ГОСТ 25336—82, ГОСТ 9147—80.

Пункты 1.9—1.11 изложить в новой редакции: «1.9. При анализе чистых металлов массовую долю основного компонента рассчитывают по разности 100 % и суммы определяемых примесей.

При анализе сплавов на основе благородных металлов массовую долю одного из компонентов рассчитывают по разности 100 % и суммы определяемых компонентов и примесей.

1.10. Массовую долю компонентов в сплавах определяют не менее, чем в двух параллельных навесках.

Число параллельных навесок при определении примесей указывают в конкретном стандарте на методы анализа.

1.11. За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений.

(Продолжение см. с. 82)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22864—83)

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при анализе проб или в конкретном опыте не должно превышать допускаемых расхождений d, значения которых приводятся в методиках анализа».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.12*а*: «1.12а. Расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, не должны превышать допускаемых расхождений, приведенных в стандартах на методы анализа».

Пункт 1.14 изложить в новой редакции: «1.14. Контроль точности результатов анализа проводят по государственным стандартным образцам (ГСО), отраслевым стандартным образцам (ОСО) или стандартным образцам предприятия (СОП) воспроизведением содержания определяемого компонента в СО методами, установленными в стандартах».

Пункт 1.15. Третий абзац. Заменить слова: «половину значения допускаемого расхождения, указанного в соответствующем стандарте» на «величину

$\Delta=\sqrt{\Delta_{ат}^2+0{,}5d^2}$, которая приводится в методике анализа, где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестации СО, приведенная в свидетельстве; d — допускаемое расхождение между результатами анализа»;

дополнить абзацем: «За окончательный результат принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.15*а*—1.15*в*: «1.15а. Контроль точности результатов анализа методом добавок, осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в анализируемом материале после добавления

(Продолжение см. с. 83)

соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Массу добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился бы в 2—3 раза по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствии добавки.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой проводят из того же числа параллельных определений, что и при анализе проб. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой. Найденное значение добавки определяют как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения d, нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если найденное значение добавки отличается от введенного значения не более, чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2+D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

За окончательный результат анализа проб принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15а.

1.15б. Контроль точности результатов анализа проб по синтетическим смесям проводится путем воспроизведения введенного в эту смесь массовой доли определяемого компонента по методике анализа.

Требования к приготовлению синтетических смесей и нормативно-техническая документация, регламентирующая методику их приготовления и оценку погрешности установления значений массовых долей компонентов смеси, — по ГОСТ 8.505—84.

(Продолжение см. с. 84)

Определение массовой доли компонента в синтетической смеси проводят одновременно с анализом проб из того же числа параллельных определений, установленных методикой анализа.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений данного компонента при анализе синтетической смеси не должно превышать значения d, нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если воспроизведенная массовая доля данного компонента в синтетической смеси отличается от введенной в смесь массовой доли не более, чем на значение $0{,}71D$, которое приводится в методике анализа.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15б.

1.15в. Контроль точности результатов анализа проб проводят путем их сопоставления с результатами анализа тех же проб, полученными по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа или аттестованной по ГОСТ 8.505—84 и имеющей погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики.

Результаты анализа проб считаются точными, если выполняется соотношение: абсолютное значение разности результатов анализа, полученных обоими методами с вероятностью $P=0{,}95$, не превышает значения $0{,}71\sqrt{D_1^2+D_2^2}$, где D_1 *и* D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа, численные значения которых регламентированы в конкретных контролируемой и контрольной методиках анализа.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий пп. 1.12, 1.12а и 1.15в».

Пункт 1.16. Заменить слово: «другого» на «того же».

Пункт 2.15. Заменить ссылку: ГОСТ 12.4.011—75 на ГОСТ 12.4.011—87.

Пункт 2.16. Заменить ссылки: ГОСТ 12.4.009—75 на ГОСТ 12.4.009—83, ГОСТ 12.1.004—76 на ГОСТ 12.1.004—85.

(ИУС № 1 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru