

---

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

## 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 академии 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*

© Стандартиформ, 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

## 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.

## 4 Точность (правильность и прецизионность) метода

### 4.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: предел абсолютной погрешности результатов анализа  $\Delta$  (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

Электродуховка 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  $(20 \pm 5)$  °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  $(20 \pm 5)$  °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  $(20 \pm 5)$  °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 ( $X_{\text{макс}} - X_{\text{мин}}$ ) 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 ( $X_{\text{макс}} - X_{\text{мин}}$ ) 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 ( $X_{\text{макс}} - X_{\text{мин}}$ ) 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  $\frac{1}{8}$ . 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.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.