

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
52950—  
2008

---

Палладий

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ  
ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ**

Издание официальное

БЗ 1—2008/488



Москва  
Стандартинформ  
2008

## 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*

© Стандартиформ, 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

## 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

**П р и м е ч а н и е** — 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.

## 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)  $\Delta$ , стандартные отклонения повторяемости  $S_r$  и промежуточной прецизионности  $S_{i(ТО)}$ , значения критического диапазона  $CR_{0,95}(4)$ , предела промежуточной прецизионности  $R_{i(ТО)}$  и предела воспроизводимости  $R$ , в зависимости от массовой доли потери массы при прокаливании, приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 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 $S_{i(ТО)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{i(ТО)}$	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  $R_{i(ТО)}$ , 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  $\pm 0,0001$  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  $\pm 0,0001$  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  $\pm 0,0001$  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

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

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 ( $X_{\max}$  —  $X_{\min}$ ) 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,  
 $n$  — число параллельных определений;  
 $S_r$  — стандартное отклонение повторяемости.  
 Значения  $S_r$  и  $f(n)$  приведены в таблицах 1 и 2 соответственно.

Т а б л и ц а 2 — Коэффициенты критического диапазона  $f(n)$ 

$n$	$f(n)$
4	3,6
8	4,3

Если диапазон результатов четырех параллельных определений ( $X_{\max} - X_{\min}$ ) 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 ( $X_{\max} - X_{\min}$ ) 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  $R_{I(ТО)}$ , 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<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. 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.  
[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