|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(ЕАSC)** | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  ***(проект, KZ, первая редакция)*** |

**Уголь активированный золотосодержащий**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА**

Настоящий проект стандарта

не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**2022**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и   
ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального  органа по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

1. Настоящий стандарт подготовлен c учетом национального стандарта Республики Казахстан СТ РК ГОСТ Р 50279.2–2008 «Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из высушенных лакокрасочных пленок»
2. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

**Содержание**

[1 Область применения 1](#_Toc104130443)

[2 Нормативные ссылки 1](#_Toc104130444)

[3 Сущность метода 2](#_Toc104130445)

[4 Отбор проб 2](#_Toc104130446)

[5 Требования безопасности, квалификационные требования и условия выполнения измерений 3](#_Toc104130447)

[5.1 Условия безопасного проведения работ 3](#_Toc104130448)

[5.2 Требования к квалификации специалиста 3](#_Toc104130449)

[5.3 Условия выполнения измерений 4](#_Toc104130450)

[6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы и растворы 4](#_Toc104130451)

[7 Проведение анализа 5](#_Toc104130452)

[8 Обработка результатов 6](#_Toc104130453)

[9 Контроль точности результатов 7](#_Toc104130454)

[10 Характеристики показателей точности измерений 10](#_Toc104130456)

[11 Оформление результатов анализа 11](#_Toc104130457)

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**Уголь активированный золотосодержащий**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА**

Gold-containing activated carbon. Method for determining gold and silver

**Дата введения --**

# Область применения

Настоящий стандарт распространяется на уголь активированный золотосодержащий и устанавливает метод измерений массовой доли золота в диапазоне от 15,0 до 10000,0 млн-1 и серебра от 10,0 до 3000,0 млн-1 в углях активированных золотосодержащих пробирно-гравиметрическим методом.

# Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

[ГОСТ 8.315-2019](https://www.standards.ru/document/6478410.aspx) Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

[ГОСТ 12.0.004-2015](https://www.standards.ru/document/6142395.aspx) Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

[ГОСТ 12.1.004-91](https://www.standards.ru/document/4150822.aspx) Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

[ГОСТ 12.1.005-88](https://www.standards.ru/document/4123041.aspx) Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

[ГОСТ 12.1.007-76](https://www.standards.ru/document/4146568.aspx) Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

[ГОСТ 12.1.016-79](https://www.standards.ru/document/4162445.aspx) Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

[ГОСТ 12.1.030-81](https://www.standards.ru/document/4164983.aspx) Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление.

[ГОСТ 12.2.007.0-75](https://www.standards.ru/document/4122800.aspx) Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

[ГОСТ 12.4.011-89](https://www.standards.ru/document/4130316.aspx) Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

[ГОСТ 3778-98](https://www.standards.ru/document/4160127.aspx) Свинец. Технические условия.

|  |
| --- |
| *Проект, первая редакция* |

[ГОСТ 4168-79](https://www.standards.ru/document/4140483.aspx) Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия.

[ГОСТ 4217-77](https://www.standards.ru/document/4125479.aspx) Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия.

[ГОСТ 4461-77](https://www.standards.ru/document/4159616.aspx) Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

[ГОСТ 4689-94](https://www.standards.ru/document/4160771.aspx) Изделия огнеупорные периклазовые. Технические условия.

[ГОСТ 5539-73](https://www.standards.ru/document/4157882.aspx) Глет свинцовый. Технические условия.

[ГОСТ 6613-86](https://www.standards.ru/document/4139135.aspx) Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

[ГОСТ 6835-2002](https://www.standards.ru/document/4144919.aspx) Золото и сплавы на его основе. Марки.

[ГОСТ 6836-2002](https://www.standards.ru/document/4122461.aspx) Серебро и сплавы на его основе. Марки.

[ГОСТ 7657-84](https://www.standards.ru/document/4159156.aspx) Уголь древесный. Технические условия.

[ГОСТ 8429-77](https://www.standards.ru/document/4149867.aspx) Бура. Технические условия.

[ГОСТ 9147-80](https://www.standards.ru/document/4120871.aspx) Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

[ГОСТ 10178-85](https://www.standards.ru/document/4125585.aspx) Портландцемент и шлакопортландцемент. Технические условия.

[ГОСТ 24104-2001](https://www.standards.ru/document/4149528.aspx) Весы лабораторные. Общие технические требования.

[ГОСТ 25336-82](https://www.standards.ru/document/4144273.aspx) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

Примечание – При использовании настоящего стандарта целесообразно проверить действия ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании настоящего стандарта, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

# Сущность метода

Метод основан на сплавлении углей активированных золотосодержащих при температуре от 950 °С до 1050 °С с шихтой, содержащей металл-коллектор благородных металлов – свинец, флюсы (соду, буру), в присутствии восстановителя (древесного угля) или окислителя (селитры). В результате сплавления получают свинцовый сплав, содержащий золото, серебро и шлак. Золото и серебро отделяют от свинца путем купеляции свинцового сплава на капели при температуре от 900 °С до 950 °C, с получением золото-серебрянного королька и дальнейшем растворении серебра в азотной кислоте.

Массу серебра определяют по разности масс золото-серебрянного королька и золота.

# Отбор проб

4.1 Массовую долю золота и серебра в пробе определяют параллельно на четырех навесках.

4.2 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и числовое значение погрешности , гарантируемой при применении метода анализа, установленного настоящей методикой.

4.3 Порядок контроля точности результатов при реализации методики анализа в лаборатории приведен в разделе 9.

4.4 Взвешивание анализируемой пробы, веществ для приготовления растворов, стандартных образцов состава для контроля проводят на весах, имеющих погрешность не более 0,0002 г.

4.5 Для проведения анализа и приготовления растворов необходимо использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 и реактивы квалификации не ниже «чистые для анализа» (ч.д.а.), если в методе анализа не указана иная квалификация или если не приведен специ­альный способ очистки реактива.

4.6 Степень разбавления раствора реактива (кислота и др.) обозначают в виде А:В, например 1:2, где А – объемная часть разбавляемого вещества, В – объемная часть используемого растворителя.

# Требования безопасности, квалификационные требования и условия выполнения измерений

## Условия безопасного проведения работ

5.1.1 Все операции по подготовке проб (измельчение, перемешивание и сокращение) и проведение контроля производят в вытяжных шкафах или на разделочных столах, оснащенных вытяжной вентиляцией.

Анализ углей активированных золотосодержащих проводят в помещениях, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.1.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (свинца и его соединений, паров кислот и других веществ, образующихся в ходе анализа) не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.007.

5.1.3 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.016. Периодичность контроля зависит от класса опасности вещества по ГОСТ 12.1.007 и регламентируется ГОСТ 12.1.005.

5.1.4 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующие требованиям ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.030.

5.1.5 Для обеспечения пожарной безопасности следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004.

5.1.6 Организация обучения и проверки знаний требованиям безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

5.1.7 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011.

## Требования к квалификации специалиста

К выполнению измерений и обработке результатов анализа допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование или среднее образование и опыт работы в химической лаборатории не менее одного года.

## Условия выполнения измерений

Измерения выполняют при следующих условиях:

* температуре окружающего воздуха (20 ± 5) ºС;
* относительной влажности воздуха не более 80 %.

# Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы и растворы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более ± 0,0002 г и не более ± 0,02 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные микроаналитические с погрешностью взвешивания не более ± 0,02 мг по ГОСТ 24104.

Гигрометр психрометрический любого типа с погрешностью измерения не более ± 0,1 ºС.

Термометр комнатный любого типа с ценой деления не более 1 ºС.

Часы механические или электронные любого типа.

Печь тигельная, обеспечивающая температуру нагрева до 1100 ºС, с контролирующей и регулирующей аппаратурой.

Электропечь муфельная любого типа, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 ºС, с контролирующей и регулирующей аппаратурой.

Электрическая плита любого типа, обеспечивающая температуру нагрева до 600 ºС.

Изложница стальная или чугунная коническая.

Наковальня стальная для отбивки свинцового сплава.

Щипцы стальные для тиглей.

Щипцы стальные для капелей.

Молоток для отбивки свинцового сплава.

Молоток, шлифованный для расковки корольков.

Пинцет металлический.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые низкие вместимостью 10 см3 по ГОСТ 9147.

Тигли шамотные конической формы вместимостью 500 см3 или 750 см3.

Капели периклазовые с размером верхнего диаметра от 35 до 38 мм, нижнего от 28 до 30 мм, глубиной чашечки 10 мм; капели готовят из смеси, состоящей из 85 % периклазового порошка по ГОСТ 4689 и 15 % портландцемента марки не ниже 400 по ГОСТ 10178, измельченных до размера частиц, проходящих через сито с сеткой номер 0071 по ГОСТ 6613, с добавлением 10 % воды. Перед употреблением капели должны быть высушены. Допускается применение капелей другого состава, обеспечивающих точность метода анализа не ниже установленной настоящей МВИ.

Свинца (II) оксид или глет свинцовый по ГОСТ 5539.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

Бура по ГОСТ 8429, прокаленная.

Уголь древесный молотый по ГОСТ 7657.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168 или калий азотнокислый (селитра) по ГОСТ 4217.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 (проверенная на отсутствие ионов хлора), разбавленная 1:4, 1:1.

Серебро марки Ср 99,9 по ГОСТ 6836.

Золото марки Зл 99,9 по ГОСТ 6835.

Фольга свинцовая толщиной от 0,1 до 0,3 мм, изготовленная из свинца марки не ниже С0 по ГОСТ 3778.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

# Проведение анализа

7.1 Навеску пробы (угля активированного золотосодержащего) массой от 0,50 до 2,00 г смешивают с шихтой, содержащей 65 г соды, 75 г оксида свинца, 25 г буры и необходимым количеством древесного угля или селитры (для получения веркблея массой от 35 до 50 г). Перемешивание проводят в стеклянной банке вместимостью от 500 до 1000 см³ с притертой пробкой, путем встряхивания до получения однородной по цвету смеси.

Полученную смесь высыпают в бумажный кулек, плотно заворачивают, помещают в шамотный тигель, плавят в тигельной электропечи при температуре от 950 °C до 1050 °C от 30 до 35 мин. Процесс плавки считается оконченным после прекращения выделения газов. Расплав выливают в изложницу. После затвердения свинцовый сплав отделяют от шлака, очищают и придают форму кубика.

Сплав свинца помещают в муфельную электропечь на капель, предварительно нагретую в течении 10 мин до температуры от 900 °C до 950 °C, и выдерживают при закрытой дверце в течении времени от 2 до 3 мин, температура при этом должна быть не менее 900 °C.

После того как сплав свинца расплавиться, купелирование ведут при приоткрытых дверцах муфельной электропечи, повышая температуру к концу купелирования до 950 °С.

После удаления последних следов свинца, что заметно по бликованию, последующему потемнению и затвердению золото-серебряного королька, капель извлекают из печи и охлаждают. Пинцетом снимают королек с капели, очищают от приставших частиц капельной массы, расплющивают на наковальне в тонкую пластинку и взвешивают на лабораторных микроаналитических весах. Полученная масса составляет суммарную массу золота и серебра.

7.2 При соотношении в золото-серебряном корольке золота и серебра меньше, чем 3:1, пластинку помещают в пакет из свинцовой фольги массой от 2 до 3 г, добавляют металлическое серебро в количестве, дающем соотношение золота и серебра 1:3, плотно обжимают и помещают в муфельную электропечь на предварительно нагретую капель. Купелирование ведут вышеописанным способом. Пинцетом снимают королек с капели, очищают от приставших частиц капельной массы, расплющивают на наковальне в тонкую пластинку.

7.3 Полученную пластинку переносят в фарфоровый тигель, содержащий 2/3 высоты нагретой от 75 °С до 90 °С азотной кислоты, разбавленной 1:4. Содержимое тигля нагревают, избегая кипения, от 15 до 20 мин до полного растворения серебра и образования золотой корточки. Сливают из тигля раствор нитрата серебра, затем приливают на 2/3 высоты тигля азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают от 10 до 15 мин до прекращения пузырьков и образования золотой корточки темного цвета. Затем сливают из тигля раствор, оставшуюся золотую корточку промывают три раза декантацией горячей водой, высушивают на электроплите и прокаливают в муфельной электропечи при температуре от 500 °С до 600 °С от 3 до 5 мин. После охлаждения золото ссыпают на чашку микроаналитических весов и взвешивают.

Массу серебра определяют по разности масс золото-серебряного королька и золота.

7.4 Если массовая доля золота и серебра более 1000,0 млн-1, то одновременно с анализом проб проводят два контрольных анализа для определения потерь золота и серебра при купелировании. Для этого золото и серебро (массой соответствующей ожидаемой массе в анализируемой пробе) заворачивают в свинцовую фольгу и добавляют свинец (массой соответствующей массе веркблея), и купелируют в условиях анализа. Потерю в массе золота и серебра при проведении контрольного анализа прибавляют к результату анализа пробы.

Одновременно с исследуемой пробой проводят контрольный опыт с целью определения содержания золота и серебра в оксиде свинца. Результат контрольного опыта вычитают из результата анализа пробы (угля активированного золотосодержащего).

# Обработка результатов

8.1 Массовую долю золота Х, млн-1, вычисляют по формуле:

, (1)

где – масса золотой корточки, мг;

– масса золота в оксиде свинца, мг;

– масса золота, полученного в ходе контрольного опыта, мг;

*m –* масса навески пробы, г.

8.2 Массовую долю серебра Х, млн-1, вычисляют по формуле:

, (2)

где – суммарная масса золото-серебрянного королька, мг;

– масса золотой корточки, мг;

– масса серебра в оксиде свинца, мг;

*–* масса серебра, полученного в ходе контрольного опыта, мг;

*m –* масса навески пробы, г.

8.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений,,и (), если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости .

8.4 При попадании результатов анализа в соседние интервалы значение предела повторяемости берется по большему результату.

8.5 Нормативы оперативного контроля метода анализа представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Нормативы оперативного контроля при доверительной вероятности Р = 0,95

в миллионных долях

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Наименование  элемента | Массовая доля  элемента | Предел  повторяемости  (значение допускаемого расхождения между  результатами четырех  параллельных  определений)  *r* | Предел внутрилабораторной  прецизионности  (значение допускаемого расхождения между двумя результатами анализа, полученными в условиях внутрилабораторной прецизионности) |
| Золото | От 15,0 до 30,0 вкл. | 3,5 | 3,5 |
| Св. 30,0 « 60,0 « | 6,0 | 6,5 |
| « 60,0 « 120,0 « | 8,0 | 9,0 |
| « 120,0 « 250,0 « | 15,1 | 18,6 |
| « 250,0 « 500,0 « | 29,6 | 38,7 |
| « 500,0 « 1000,0 « | 50,9 | 77,5 |
| « 1000,0 « 2000,0 « | 152,2 | 154,9 |
| « 2000,0 « 5000,0 « | 252,2 | 296,3 |
| « 5000,0 « 10000,0 « | 410,5 | 445,6 |
| Серебро | От 10,0 до 20,0 вкл. | 3,5 | 3,5 |
| Св. 20,0 « 40,0 « | 6,6 | 6,7 |
| « 40,0 « 80,0 « | 9,9 | 10,0 |
| « 80,0 « 150,0 « | 15,8 | 17,2 |
| « 150,0 « 300,0 « | 29,9 | 31,7 |
| « 300,0 « 600,0 « | 41,2 | 46,6 |
| « 600,0 « 1200,0 « | 51,7 | 58,9 |
| « 1200,0 « 3000,0 « | 62,6 | 70,8 |

8.6 Контроль точности результатов анализа проводят согласно разделу 9.

# Контроль точности результатов

## Оперативный контроль точности результатов анализа

9.1.1 Контроль точности результатов анализа включает в себя контроль повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и правильности.

Периодичность проведения контроля устанавливают в лаборатории в зависимости от количества выполняемых определений элемента и состояния аналитических работ (смена реактивов, растворов, средств измерений, длительный перерыв в работе и т. д.).

При неудовлетворительных результатах контроля процедуру контроля точности результатов анализа повторяют. При повторном получении отрицательных результатов выясняют причины неудовлетворительных результатов контроля и устраняют их.

9.1.2 Оперативный контроль повторяемости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля – предел повторяемости r, приведенный в таблице 1.

Для контроля повторяемости сравнивают расхождения результатов параллельных определений, полученных при анализе пробы.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

, (3)

гдеи – макимальное и минимальное значения результатов четырех

параллельных определений;

*r* – значение предела повторяемости.

9.1.3 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля – предел воспроизводимости *RL,* приведенный в таблице 1.

Для контроля внутрилабораторной прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные в соответствии с настоящей МВИ в разных условиях в пределах лаборатории.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

(4)

где и – результаты анализа пробы;

– значение предела внутрилабораторной прецизионности/

9.1.4 Оперативный контроль правильности

9.1.4.1 Контроль правильности проводят с помощью стандартных образцов, по альтернативному (независимому) методу или методом варьирования навески.

Норматив контроля – критическое значение или или .

9.1.4.2 Оперативный контроль правильности по стандартным образцам

Образцами для контроля являются стандартные образцы, разработанные согласно ГОСТ 8.315.

Одновременно с анализом проб, в соответствии с настоящим стандартом, проводят анализ стандартного образца состава угля активированного золотосодержащего. Содержание определяемого элемента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Результат анализа стандартного образца сравнивают со значением аттестованной характеристики стандартного образца.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

(5)

где – результат анализа определяемого элемента в стандартном образце, полученный из результатов *n* единичных определений;

– значение аттестованной характеристики стандартного образца;

– критическое значение, вычисляемое по формуле

 (6)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где | – | среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности; |
|  | – | среднее квадратическое отклонение повторяемости, нормированное в МВИ; |
| *n* | – | число результатов единичных определений аттестованной характеристики стандартного образца; |
|  | – | оценка среднего квадратического отклонения значения аттестованной характеристики стандартного образца; |
| (7) | | |
| где | – | погрешность аттестованного значения стандартного образца. |

9.1.4.3 Оперативный контроль правильности по альтернативному (независимому) методу

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Сравнивают результаты анализа одних и тех же проб, полученные по настоящему и по принципиально отличающемуся от него какому-либо другому аттестованному или стандартизованному методу, имеющему погрешность, не превышающую погрешность настоящего метода.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

(8)

где и – результаты анализа, полученные по настоящему и альтернативному методам соответственно;

– критическое значение, вычисляемое по формуле:

(9)

где – оценкаобщего среднего квадратического отклонения для настоящего и альтернативного методов, вычисляемая по формуле:

(10)

где и – оценки средних квадратических отклонений настоящего и альтернативного методов соответственно:

 и (11)

 (12)

где и – средние квадратические отклонения внутрилабораторной прецизионности настоящего и альтернативного методов соответственно;

и – средние квадратические отклонения повторяемости настоящего и альтернативного методов соответственно;

и – число результатов единичных определений по настоящему и альтернативному методам соответственно.

9.1.4.4 Оперативный контроль правильности по методу варьирования навески

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Одновременно с анализом проб, в соответствие с настоящей МВИ, проводят анализ с измененной навеской.

Изменение навески должно быть проведено таким образом, чтобы содержание определяемого элемента соответствовало диапазону измерений по настоящей МВИ.

Сравнивают результаты анализа проб и проб с измененной навеской, полученные в соответствии с настоящимстандартом.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

(13)

где и – результаты анализа, полученные для проб и проб с измененной навеской;

– критическое значение, вычисляемое по формуле:

, (14)

где –среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности;

 – среднее квадратическое отклонение повторяемости;

*n –* число результатов единичных определений для проб (проб с измененной навеской).

# Характеристики показателей точности измерений

Методика измерений массовой доли золота и серебра в углях активированных золотосодержащих пробирно-гравиметрическим методом обеспечивает получение результатов измерений с приписанными характеристиками погрешности при доверительной вероятности P = 0,95, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 – Характеристики погрешности при доверительной вероятности Р = 0,95

в миллионных долях

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Наименова-ние элемента | Массовая доля  элемента | Показатель повторяемости(среднее квадратичес-кое отклонение повторяемости) | Показатель внутрилабораторной прецизионности (среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности) | Показатель точности (границы абсолютной погрешности)±Δ |
| Золото | От 15,0 до 30,0 включ. | 0,96 | 1,26 | 2,5 |
| Св. 30,0 « 60,0 « | 1,65 | 2,35 | 4,6 |
| « 60,0 « 120,0 « | 2,20 | 3,25 | 6,4 |
| « 120,0 « 250,0 « | 4,16 | 6,71 | 13,2 |
| « 250,0 « 500,0 « | 8,15 | 13,97 | 27,5 |
| « 500,0 « 1000,0 « | 14,02 | 27,98 | 55,0 |
| « 1000,0 « 2000,0 « | 41,93 | 55,92 | 110,0 |
| « 2000,0 « 5000,0 « | 69,48 | 106,97 | 210,4 |
| « 5000,0 « 10000,0 « | 113,09 | 160,87 | 316,4 |
| Серебро | От 10,0 до 20,0 включ. | 0,96 | 1,26 | 2,5 |
| Св. 20,0 « 40,0 « | 1,82 | 2,42 | 4,8 |
| « 40,0 « 80,0 « | 2,73 | 3,61 | 7,1 |
| « 80,0 « 150,0 « | 4,35 | 6,21 | 12,2 |
| « 150,0 « 300,0 « | 8,24 | 11,44 | 22,5 |
| « 300,0 « 600,0 « | 11,35 | 16,82 | 33,1 |
| « 600,0 « 1200,0 « | 14,24 | 21,26 | 41,8 |
| « 1200,0 « 3000,0 « | 17,25 | 25,56 | 50,3 |
| Примечание – Установленные численные значения границ абсолютной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности U при коэффициенте охвата k = 2. | | | | |

# Оформление результатов анализа

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

*X* при *Р* = 0,95,

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где *X* | – | результат анализа, полученный при реализации метода настоящего стандарта; |
| ± Δ | – | границы абсолютной погрешности, приведенные в таблице 2; |
| *Р* | – | доверительная вероятность. |

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

*X* ± U при *Р* = 0,95 и k = 2,

где *X* – результат анализа, полученный при реализации метода настоящей стандарта;

± U – значение расширенной неопределенности согласно таблице 2;

*Р* – доверительная вероятность;

k – коэффициент охвата.

# 

.

МКС 71.060

Ключевые слова: уголь активированный золотосодержащий, золото, серебро, пробирно-гравиметрический метод

РАЗРАБОТЧИК:

РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

Заместитель

Генерального директора Шамбетова А.Б.

Руководитель департамента

разработки НТД Сопбеков А.Н.

СОИСПОЛНИТЕЛЬ

Эксперт Сергазиева К.