

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Издание официальное



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.0—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.0—82

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГЛИНОЗЕМ
Общие требования к методам
химического анализа

ГОСТ
25542.0—93

Alumina. General requirement for methods
of chemical analysis

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к проведению химического анализа глинозема.

1. Отбор и подготовка проб для анализа — по ГОСТ 25389—93 и ГОСТ 27798—93.

2. Массовую долю примесей определяют параллельно не менее чем в трех навесках с тремя проведенными через все стадии анализа контрольными опытами для внесения в результат соответствующей поправки, если не предусмотрены другие требования в конкретных стандартах на методы химического анализа.

Поправку вычисляют вычитанием полученного значения из значения анализа пробы или проведением определения по отношению к раствору контрольного опыта.

Если при анализе раствор контрольного опыта применяют в качестве раствора сравнения, то раствор сравнения готовят, смешивая три одинаковых объема трех параллельных растворов контрольного опыта.

Расхождения результатов параллельных определений при проведении контрольного опыта не должны превышать наименьшего допускаемого расхождения между результатами параллельных определений, указанных в стандартах на методы химического анализа.

3. Массу навесок проб, стандартных образцов, веществ, используемых для приготовления стандартных растворов, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Массу навесок реактивов для приготовления вспомогательных растворов взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,01$ г, плавней — с погрешностью $\pm 0,1$ г.

Издание официальное

4. Для взвешивания навесок используют весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности и весы лабораторные технические 4-го класса точности или аналогичных типов.

5. При проведении анализов применяют градуированные измерительные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы и т. д.) не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 6563, ГОСТ 25336.

6. Применяемые стандартизованные средства измерений должны пройти государственную поверку, нестандартизованные средства должны пройти ведомственную метрологическую аттестацию или поверку по ГОСТ 8.326.

7. Допускается применять другую (в том числе зарубежную) аппаратуру, материалы и реактивы с метрологическими характеристиками, не уступающими указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

8. Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже, чем «чистый для анализа» (ч. д. а), если не предусмотрены другие требования в конкретных стандартах на методы химического анализа.

9. Для приготовления растворов и проведения анализов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

10. Степень разбавления кислот и растворов обозначают выражением «разбавленный 1:1, 1:2» и т. д., где первые цифры обозначают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

11. Если в стандарте на метод анализа не указана концентрация или разбавление кислоты или водного раствора аммиака, то это концентрированная кислота или раствор аммиака.

12. Для приготовления стандартных растворов применяют металлы чистотой не менее 99,9%.

13. При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры не должна превышать $\pm 5^{\circ}\text{C}$ для $100 - 400^{\circ}\text{C}$, $\pm 20^{\circ}\text{C}$ — для $400 - 800^{\circ}\text{C}$, $\pm 50^{\circ}\text{C}$ — для $800 - 1000^{\circ}\text{C}$, если это не указано в стандарте на метод анализа.

14. Термины, касающиеся степени нагрева воды или раствора и продолжительности какой-либо операции, — по ГОСТ 27025.

15. Концентрацию раствора выражают:
относительной плотностью;
массой вещества в граммах в единице объема растворов (г/дм^3);
массой вещества в граммах, отнесенной к 100 г раствора (массовая доля в процентах);

объемом вещества в кубических сантиметрах, отнесенным к 100 см³ раствора (объемная доля в процентах);

количеством вещества в молях, содержащегося в единице объема раствора (моль/дм³);

молярной концентрацией эквивалента — (моль/дм³).

16. При определении массовых долей примесей методом атомной абсорбции устанавливают длину волны, состав газа пламени, восстановительное или окислительное действие пламени и другие условия, при которых проводят анализ, выбирают такими, чтобы достигнуть оптимальных параметров по чувствительности и точности для соответствующего элемента и применяемого прибора.

17. При фотометрических определениях кюветы выбирают так, чтобы измерения проводились в оптимальной области оптической плотности для соответствующего окрашенного соединения и данного прибора.

18. Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти точек, которые равномерно распределяются по диапазону измерений. При этом максимальное и минимальное значения измерений устанавливают пределы диапазона. Каждая точка измерения строится по среднеарифметическим результатам трех параллельных измерений.

При построении градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массу определяемого компонента в определенном объеме раствора или его массовую долю в процентах, а по оси ординат — аналитический сигнал.

При выполнении анализов атомно-абсорбционным или пламенно-фотометрическим методом построение градуировочного графика производят одновременно с выполнением анализов.

19. Округление числовых значений — по СТ СЭВ 543.

20. Правильность результатов анализа контролируют, проводя одновременно в тех же условиях определение по трем параллельным навескам состава государственного стандартного образца глинозема.

Допускается использовать отраслевые стандартные образцы глинозема, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Допускается контроль правильности результатов анализа проводить методом добавок по ГОСТ 25086.

21. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Максимальное расхождение результатов параллельных определений при анализе пробы (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать сходимости ($d_{\text{сх}}$ — сходимость), указанной в соответствующих стандартах на методы определения примесей.

Максимальное расхождение между результатами анализа одной и той же пробы, полученное в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, не должно превышать воспроизводимости ($d_{\text{вс}}$ — воспроизводимость) для соответствующего диапазона концентраций данного компонента, указанной в конкретном стандарте на методы анализа.

Средний результат анализа стандартного образца глинозема не должен отличаться от соответствующего аттестованного значения, обозначенного в свидетельстве на стандартный образец, более чем на $0,71 d_{\text{вс}}$ для соответствующего диапазона концентраций данного компонента, указанного в конкретном стандарте на методы анализа. Результат, удовлетворяющий перечисленным требованиям, принимают за окончательный.

При превышении допускаемых расхождений одного из результатов параллельных определений анализ следует повторить.

22. Допускается применять другие методики, аттестованные по ГОСТ 8.010, не уступающие методикам, включенным в настоящие стандарты.

23. После окончания гарантийного срока действия реактивов допускается проверять пригодность реактивов для определения массовой доли компонентов, указанных в соответствующих стандартах, анализом государственного стандартного образца глинозема.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
СТ СЭВ 543—77	19
ГОСТ 8.010—90	22
ГОСТ 8.315—91	20
ГОСТ 8.326—89	6
ГОСТ 1770—74	5
ГОСТ 6563—75	5
ГОСТ 6709—72	9
ГОСТ 24104—88	4
ГОСТ 25086—87	20
ГОСТ 25336—82	5
ГОСТ 27025—86	14
ГОСТ 25389—93	1
ГОСТ 27798—93	1

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Стандарт дополнить пунктом — 1а (перед п. 1):

«1а В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.010—90*	ГСИ. Методики выполнения измерений
ГОСТ 8.315—97	ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
ГОСТ 8.326—89	ГСИ. Метрологическая аттестация средств измерений
ГОСТ 1770—74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
ГОСТ 6563—75	Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 6709—72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 19908—90	Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 24104—88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

* На территории РФ действует ГОСТ Р 8.563—96.

(Продолжение см. с. 26)

ГОСТ 25336—82	методам анализа Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25389—93	Глинозем. Подготовка пробы к испытанию
ГОСТ 27025—86	Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
ГОСТ 27798—93	Глинозем. Отбор и подготовка проб
ГОСТ 29169—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой
ГОСТ 29227—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29228—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания
ГОСТ 29229—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с
ГОСТ 29230—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные
ГОСТ 29251—91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29252—91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания
ГОСТ 29253—91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с
СТ СЭВ 543—77	Числа. Правила записи и округления».

Пункт 3. Заменить значение: 0,0002 г на $\pm 0,0002$ г.

Пункты 5, 6 изложить в новой редакции:

«5. Для проведения анализа применяют мерную лабораторную посуду по ГОСТ 1770 не ниже 2-го класса точности (цилиндры, мензурки, колбы, пробирки); пипетки по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230 и бюретки по ГОСТ 29251, ГОСТ 29252 и ГОСТ 29253; посуду и оборудование по ГОСТ 25336; посуду из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908; тигли и чашки из платины и серебра по ГОСТ 6563; посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000.

6. Применяемые средства измерений должны быть внесены в государственный реестр по ГОСТ 8.326.

Применяемые средства измерений (в том числе зарубежные) должны обеспечивать метрологические характеристики результатов анализа, указанные в соответствующих стандартах на методы анализа».

(Продолжение см. с. 27)

Пункт 7 исключить.

Пункт 15 изложить в новой редакции:

«15. Для выражения концентрации используют следующие единицы измерения:

массовую долю — % (масса вещества в граммах в 100 г раствора);

объемную долю — % (объем вещества в кубических сантиметрах в 100 см³ раствора);

массовую концентрацию — г/дм³ или г/см³ (масса вещества в граммах в единице объема раствора);

молярную концентрацию — моль/дм³ (количество вещества в молях в кубическом дециметре раствора);

молярную концентрацию эквивалента — моль/дм³ (количество молей эквивалента вещества в кубическом дециметре раствора)».

Пункт 18. Второй абзац. Заменить слова: «аналитический сигнал» на «значение аналитического сигнала».

Пункт 20. Первый и третий абзацы. Заменить слово: «правильность» на «точность» (2 раза).

(Продолжение см. с. 28)

Пункт 21. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Расхождения наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должны превышать допускаемых расхождений d_{cx} (d_{cx} — показатель сходимости) для соответствующих диапазонов концентраций определяемого компонента, указанных в соответствующем стандарте на методы определения примесей.

Расхождения результатов анализов одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной лаборатории, но в различных условиях, не должно превышать допускаемых расхождений $d_{\text{вс}}$ ($d_{\text{вс}}$ — показатель воспроизводимости) для соответствующих диапазонов концентраций определяемого компонента, указанного в соответствующем стандарте на методы анализа».

Пункт 22 после слов «не уступающие» дополнить словами: «по точности».

(ИУС № 8 1999 г.)

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *В. Прусакова*
Корректор *Т. И. Васильева*
Оператор *А. П. Финогенова*

Сдано в набор 23.05.95. Подписано в печать 12.07.95. Усл. печ. л. 0,46. Усл. кр.-отт. 0,46.
Уч.-изд. л. 0,34. Тираж 455 экз. С. 2621. Зак. 1423.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256
ПШР № 040138