МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 25542.0— 2023

ГЛИНОЗЕМ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила 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 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Русский Алюминий Менеджмент», Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2023 г. № 164-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстандарт	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 октября 2023 г. № 1253-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.0—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.0—93, ГОСТ 23201.0—78

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных 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 будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

В Российской Федерации 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

Поправка к ГОСТ 25542.0—2023 Глинозем. Общие требования к методам анализа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГЛИНОЗЕМ

Общие требования к методам анализа

Alumina. General requirement for methods of analysis

Дата введения — 2024—02—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к проведению химического и спектрального анализа глинозема.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13583.10 (ИСО 3390—76) Глинозем. Методы определения оксида марганца

ГОСТ 13583.11 Глинозем. Методы определения оксида хрома

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23201.1 Глинозем. Методы спектрального анализа. Определение диоксида кремния, оксида железа, оксида натрия и оксида магния

ГОСТ 23201.2 Глинозем. Метод спектрального анализа. Определение пентоксида ванадия, субоксида марганца, оксида хрома, диоксида титана и оксида цинка

ГОСТ 23201.3 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления растворов

ГОСТ 24104[2)] Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25542.1 Глинозем. Метод определения диоксида кремния

ГОСТ 25542.2 Глинозем. Методы определения оксида железа

ГОСТ 25542.3 Глинозем. Глинозем. Методы определения оксида натрия, оксида калия, оксида цинка, оксида кальция и щелочности

ГОСТ 25542.4 Глинозем. Метод определения диоксида титана

ГОСТ 25542.6 Глинозем. Методы определения оксида ванадия

[1)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия»

[2)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

Издание официальное

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29230 (ИСО 835-4—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ГОСТ 29253 (ИСО 385-3—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования к методам химического анализа

3.1 Отбор и подготовка проб для анализа — по ГОСТ 27798, методы разложения пробы и приготовления растворов по ГОСТ 23201.3.

3.2 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.

3.3 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 ±0,01 г, плавней — с погрешностью ±0,1 г.

3.4 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.

3.5 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.

3.6 Применяемые средства измерений должны быть поверены и отградуированы, а оборудование должно быть аттестовано в соответствии с действующими на территории государства нормативными документами.

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

3.7 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.

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

3.9 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.

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

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

3.12 При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры не должна превышать ±5 °С для значений от 100 °С до 400 °С, ±20 °С — для значений от 400 °С до 800 °С, ±50 °С — для значений от 800 °С до 1000 °С, если это не указано в стандарте на метод анализа.

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

3.14 Для выражения концентрации используют следующие единицы измерения:

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

объемную долю — в процентах (объем вещества в кубических сантиметрах в 100 $см^3$ раствора);

массовую концентрацию — г/$дм^3$ или г/$см^3$ (масса вещества в граммах в единице объема раствора);

молярную концентрацию — моль/$дм^3$ (количество вещества в молях в кубическом дециметре раствора);

молярную концентрацию эквивалента — моль/$дм^3$ (количество молей эквивалента вещества в кубическом дециметре раствора).

3.15 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.

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

3.17 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 — значение аналитического сигнала.

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

3.18 Точность результатов анализа контролируют, проводят одновременно в тех же условиях определение по трем параллельным навескам состава государственного стандартного образца глинозема.

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

3.19 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, если не установлено иное.

Расхождения наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений (при доверительной вероятности P = 0,95) не должны превышать допускаемых расхождений (r — предел повто-

ряемости) для соответствующих диапазонов концентраций определяемого компонента, указанных в соответствующем стандарте на методы определения примесей.

Расхождение результатов измерений одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, не должно превышать допускаемых расхождений R (R — предел воспроизводимости) для соответствующих диапазонов концентраций определяемого компонента, указанного в соответствующем стандарте на методы анализа.

Средний результат анализа стандартного образца глинозема не должен отличаться от соответствующего аттестованного значения, обозначенного в сертификате на стандартный образец, более чем на $0{,}71R$ 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.

3.20 Совместно с результатом измерений X может быть приведена расширенная неопределенность U измерений:

$$X \pm U.$$

Примечание — Расширенная неопределенность измерений U — параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые можно приписать измеряемой величине. Расширенную неопределенность рассчитывают по следующей формуле

$$U = k \cdot \mathrm{u}, \tag{1}$$

где k — коэффициент охвата, равный 2;

u — стандартная неопределенность измерений, равная величине среднего квадратичного отклонения предела воспроизводимости σ_R, рассчитанного по формуле

$$\sigma_R = \frac{R}{2{,}77}, \tag{2}$$

где R — предел воспроизводимости для соответствующих диапазонов концентраций определяемого компонента, указанного в соответствующем стандарте на методы анализа.

3.21 Допускается применять другие методики по нормативным документам, утвержденным на территории стран, принявших настоящий стандарт[1)].

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

4 Общие требования к методам спектрального анализа

4.1 Массовые доли примесей определяют в одной навеске глинозема. Отбор проб — по ГОСТ 27798. Периодический контроль воспроизводимости единичных и средних результатов выполняют с использованием разных навесок анализируемого материала.

4.2 Из массы просеянного глинозема, предназначенного для контроля химическими методами, отбирают не менее 10 г методом квартования или делителем проб, перемешивают, просушивают до постоянной массы при 110 °С в фарфоровой или платиновой чашке, охлаждают и сохраняют в эксикаторе.

4.3 Взвешивание навесок глинозема и угольного порошка проводят с погрешностью не более 0,02 г.

4.4 Взвешивание навесок при введении в глинозем элемента сравнения проводят на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

4.5 При проведении анализа и приготовлении растворов применяют реактивы квалификации не ниже «химически чистые» (х. ч.), материалы «спектрально-чистые» и дистиллированную воду по

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений»

ГОСТ 6709. Для фотореактивов, используемых для обработки фотопластинок, допускается квалификация «ч» и «ч. д. а.».

4.6 В выражении «разбавленная 1:1, 2:1 и т. д.» при приготовлении смесей первые цифры означают массовые доли глинозема или другого вещества, а вторые — массовые доли угольного порошка или буферной смеси, или другого разбавителя. При приготовлении растворов первые цифры означают объемные части кислоты, вторые — объемные части воды. Концентрацию водных растворов можно также выражать в соответствующей молярности или нормальности.

4.7 Измельчение глинозема или смеси глинозема с угольным порошком или другим буфером проводят в механических истирателях, мелющие агрегаты которых футерованы термокорундом (спекшимся оксидом алюминия).

Допускается использовать другое лабораторное размольное оборудование, применение которого обеспечивает требуемую точность анализа, не загрязняющее анализируемый материал примесями, подлежащими определению, а также ручное измельчение в ступках из термокорунда термокорундовым пестиком.

4.8 За единичный результат анализа (определения) принимают значение массовой доли компонента в анализируемом материале, найденное по значению аналитического сигнала, усредненного по четырем результатам.

4.9 Контроль воспроизводимости результатов спектрального метода определения примесей в глиноземе проводят не реже одного раза в квартал. Для повторного анализа отбирают не менее 9—10 проб, представляющих все марки товарного глинозема, выпущенного за указанный период.

Выполняют как контроль воспроизводимости средних результатов для подтверждения установленной марки, так и контроль воспроизводимости единичных результатов для проверки стабильности условий выполнения анализа по данной методике.

Контроль воспроизводимости средних результатов осуществляют, сравнивая полученный ранее и воспроизведенный по данной методике результат для выбранной пробы с использованием новой навески материала.

Контроль воспроизводимости единичных результатов выполняют, используя результаты, полученные в разные смены разными исполнителями для разных навесок материала.

При контроле воспроизводимости единичных результатов спектрального метода расхождения между ними сравнивают с нормативами, установленными в ГОСТ 23201.1 и ГОСТ 23201.2, при контроле средних результатов с $\frac{D_2}{\sqrt{n}}$, где n — число единичных определений при вычислении среднего результата.

Если разность результатов первичного и повторного анализов одной и той же пробы превосходит значение показателя воспроизводимости D_2 не более чем в 20 % случаев, стабильность результатов анализа считают удовлетворительной.

Допускается использовать для контроля воспроизводимости результаты стандартов предприятий, если они регламентируют не меньший объем контролируемых проб, не более высокий «приемочный процент», чем указано в настоящем стандарте, и показатель воспроизводимости D_2 не превосходит значений, указанных в стандартах для определения соответствующих примесей в глиноземе спектральным методом.

В случае получения для большего числа проб расхождений, превышающих D_2, необходимо установить причины расхождений, а затем повторить контроль воспроизводимости, как указано выше, используя те же пробы.

4.10 Кроме контроля точности результатов анализа с применением стандартных образцов применяют также контроль полученных данных арбитражными химическими методами по ГОСТ 25542.1 — ГОСТ 25542.4, ГОСТ 25542.6, ГОСТ 13583.10, ГОСТ 13583.11 не реже одного раза в квартал.

На контроль отбирают не менее 9—10 проб, представляющих все марки товарного глинозема, выпущенного предприятием за указанный период.

Совпадение результатов химического ($\bar{X}_{\text{хим}}$) и спектрального анализов ($\bar{X}_{\text{сп}}$) можно считать удовлетворительным, если не более чем в 20 % случаев не выполняется условие

$$\left|\bar{X}_{\text{сп}} - \bar{X}_{\text{хим}}\right| < 1{,}96\left(\frac{d_{\text{п(сп)}}}{Q\left(P, n_{\text{сп}}\right)\cdot\sqrt{n_{\text{сп}}}} + \frac{r_{\text{п(хим)}}}{Q\left(P, n_{\text{хим}}\right)\cdot\sqrt{n_{\text{хим}}}}\right), \quad (3)$$

где $d_{п\ (сп)}$, $r_{п\ (хим)}$ — показатели, характеризующие повторяемость (сходимость) для спектрального и химического методов, приведенные в соответствующих стандартах на методы;

$n_{сп}$, $n_{хим}$ — число единичных результатов при вычислении $\overline{X}_{сп}$ и $\overline{X}_{хим}$;

$Q(P, n)$ — фактор Пирсона, если P = 0,95, то Q = 2,77; 3,31; 3,63 соответственно при n = 2; 3; 4.

При $n_{сп} = n_{хим} = 2$

$$\left|\overline{X}_{сп} - \overline{X}_{хим}\right| < 0{,}5\left(d_{2\,сп} + r_{2\,хим}\right). \quad (4)$$

В том случае, если сравнение с данными химического анализа выполняют для результатов параллельного определения компонента в дуге и искре $X_{дуг}$ и $X_{искр}$, сравнивают отдельно $X_{дуг}$ и $X_{искр}$.

Если расхождения, превышающие указанные соотношения, получены для большего числа проб, чем предусмотрено стандартом, проверяют выполнение анализов не только спектральным, но и арбитражным химическим методом, затем повторяют анализ обоими методами, используя те же пробы.

УДК 669.712:543.06:006.354

МКС 71.100.10
73.060.40

Ключевые слова: глинозем, методы анализа, спектральный анализ, химический анализ

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 17.11.2023. Подписано в печать 27.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 25542.0—2023 Глинозем. Общие требования к методам анализа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru