ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 26318.0-84—ГОСТ 26318.14-84

Издание официальное

1 р. 80 к.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.367:543.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Общие требования к методам анализа

Non-metallic ore materials.
General requirements for methods of analysis

ГОСТ
26318.0—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает общие требования к методам анализа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Методы предусматривают определение массовых долей элементов в пересчете на их окислы.

1.2. Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с ГОСТ 22871—77, ГОСТ 22370—77, ГОСТ 7030—75 и по действующей нормативно-технической документации на диопсид.

1.3. Массовую долю компонентов в процентах, кроме влаги, определяют из навесок материала, который предварительно высушивают при 105—110 °С до постоянной массы и хранят в эксикаторе. Масса считается постоянной, если разность результатов двух последовательных взвешиваний при сушке, проведенных с интервалом 30 мин, не превышает значения погрешности взвешивания.

1.4. Массу навесок анализируемых проб, остатков после высушивания и прокаливания, а также материалов, используемых для приготовления образцов сравнения и стандартных растворов, взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

Массу навесок индикаторов для приготовления растворов и индикаторных смесей взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,001 г.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1985
© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Массу навесок реактивов для приготовления титрованных и вспомогательных растворов взвешивают на технических весах с погрешностью не более 0,01 г, а плавней — с погрешностью не более 0,1 г.

Массу навесок анализируемого материала для определения массовой доли влаги взвешивают на технических весах с погрешностью не более 1 г.

1.3, 1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1.5. Для измерения объемов аликвотных частей растворов проб материала, холостых опытов, стандартных и титрованных растворов, а также окрашенных индикаторов, применяемых в фотометрических методах анализа, используют приборы мерные лабораторные (бюретки, пипетки) по ГОСТ 20292—74.

Для измерения объемов вспомогательных растворов, кислот и щелочей используют мерную лабораторную посуду по ГОСТ 1770—74.

Допускается для измерения объемов растворов использовать импортную мерную лабораторную посуду и импортные мерные лабораторные приборы с метрологическими характеристиками не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.6. Для приготовления растворов и проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 и реактивы квалификации не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а.).

1.7. Смеси для сплавления растирают в фарфоровой ступке с неповрежденной внутренней поверхностью и хранят в полиэтиленовой посуде.

1.8. В выражении «разбавленная 1:1, 1:20 и т. д.» первые цифры обозначают объемную часть разбавляемого реактива, а вторые — объемную часть воды. Термин «горячая вода» означает, что она имеет температуру 70—80 °С.

1.9. Значение титра и коэффициента молярности раствора устанавливают и вычисляют как усредненный результат не менее трех параллельных определений. Титр вычисляют с точностью до четвертой значащей цифры.

1.8, 1.9. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1.10. Градуировочные графики строят в системе прямоугольных координат, откладывая на оси абсцисс концентрацию или массовую долю определяемого компонента, а на оси ординат — усредненные значения оптических плотностей соответствующих им растворов (или оптического показателя влажности), которые находят при приготовлении растворов (образцов) для построения градуировочного графика и измерении оптических плотностей не менее двух раз.

При построении градуировочного графика и проведении анализа используют одни и те же реактивы и растворы. Проверку

градуировочного графика проводят при смене реактивов и растворов и при проведении арбитражных анализов, если в стандарте на метод анализа не оговорена другая частота проверки и построения градуировочного графика.

Правильность построения градуировочного графика проверяют по стандартным образцам, проведенным через весь ход анализа.

1.11. Анализ выполняют из двух параллельных навесок анализируемого материала. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений при условии, что расхождение между ними не превышает величины допускаемых расхождений, указанных в соответствующих стандартах на метод анализа при доверительной вероятности $P=0{,}95$ или величины допускаемых расхождений (R), представленных на графиках в приложении 2. Допускаемые расхождения в таблицах и на графиках приведены в абсолютных процентах.

Если расхождения между результатами параллельных определений превышают допускаемые, то анализ повторяют. Расхождения, превышающие норматив, регистрируют в специальном журнале.

Нижнее и верхнее значения массовых долей определяемого компонента в таблицах указывают границы рабочего диапазона определяемых содержаний.

1.12. Параллельно с проведением анализа в тех же условиях проводят холостой (контрольный) опыт для учета загрязнений реактивов.

1.13. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава, близких по общему минералогическому составу к анализируемому материалу. Содержание определяемого компонента в анализируемом материале и стандартном образце не должно различаться более чем в два раза.

Определение массовой доли компонента в анализируемой пробе считается правильным, если экспериментально найденное содержание этого компонента в одновременно анализируемом стандартном образце удовлетворяет условию

$$|\overline{C}_{\text{эксп}} - C_{\text{атт}}| \leqslant \frac{1{,}64 \cdot C_{\text{атт}} \cdot \sigma_{r,k,\overline{c}}}{100},$$

где $|\overline{C}_{\text{эксп}} - C_{\text{атт}}|$ — абсолютное значение разности экспериментально найденного из двух параллельных определений и аттестованного значений содержания компонента в стандартном образце;

1,64 — квантиль нормального распределения для односторонней доверительной вероятности $P=0{,}95$;

$\sigma_{r,k,\bar{c}}$ — нормативное относительное среднее квадратическое отклонение межлабораторной воспроизводимости, приведенное в приложении 1 в виде таблиц, приложении 2 в виде графиков и в приложении 3 в виде формул;

$\frac{C_{\text{атт}}\sigma_{r,k,\bar{c}}}{100}$ — абсолютное среднее квадратическое отклонение межлабораторной воспроизводимости (норматив).

Если расхождение экспериментально найденного содержания в стандартном образце и аттестованного значения превзойдет норматив, необходимо предпринять дополнительное исследование, например, проверку по набору из нескольких стандартных образцов. Отклонения, превышающие норматив, заносят в специальный журнал.

При проверке правильности всей методики в целом, а не отдельного результата анализа следует пользоваться несколькими стандартными образцами, охватывающими весь рабочий диапазон содержаний, и обрабатывать результаты проверки статистическим регрессионным методом.

1.11—1.13. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1.14. Допускается применение другой аппаратуры, материалов, посуды, реактивов и индикаторов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.15. Все погрешности приводить не более чем с двумя значащими цифрами. Последний разряд в значении результата анализа должен соответствовать последнему разряду допустимого расхождения.

Вычисления следует вести с сохранением одной лишней значащей цифры относительно окончательного результата.

При округлении последняя значащая цифра остается без изменения, если за ней следует цифра 4 или меньшая; последнюю значащую цифру увеличивают на единицу, если следующая за ней (отбрасываемая) цифра 6 или более.

Если отбрасываемая цифра 5, то число округляют до ближайшего четного.

1.16. Температура воздуха в помещении, относительная влажность и барометрическое давление должны соответствовать нормам, установленным для них в нормативно-технической документации по эксплуатации приборов и оборудования.

1.17. Нестандартизованные средства измерения должны быть аттестованы по ГОСТ 8.326—89.

1.18. Погрешность измерения температуры при операциях высушивания и прокаливания пробы, сплавления, нагрева воды не должна превышать °С:

±2 — для интервала температуры 40—100 °С;
±5 » » » 100—500 °С;
±25 » » » 500—1000 °С.

1.19. Обеспечение требований безопасности — по ГОСТ 12.1.007—76 и нормативно-технической документации.

1.15—1.19. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В табл. 1—9 приведены два метрологических показателя:

1. Характеристика межлабораторной воспроизводимости — относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа от центра распределения межлабораторного (кругового) анализа ($\sigma_{r,k}$, % (отн).

2. Характеристика сходимости — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее рассеяние параллельных определений ($\sigma_{r,cx}$, % (отн).

Допускаемые расхождения двух параллельных определений (R_{max}, при $P=0{,}95$) в абсолютных процентах, приведенные в стандартах на методы определений отдельных компонентов, связаны с относительным средним квадратическим отклонением сходимости соотношением

$$R_{max}=\frac{2{,}8\cdot C}{100}\ \sigma_{r,cx}\ ,$$

где C — массовая доля компонента, %.

Таблица 1

Определение оксида кремния по ГОСТ 26318.2—84

Массовая доля оксида кремния C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	Сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)
20	3,6	1,2
30	2,2	0,72
40	1,6	0,55
50	1,2	0,43
60	0,92	0,35
70	0,76	0,30

Таблица 2

Определение оксида железа (III) по ГОСТ 26318.3—84

Массовая доля оксида железа C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	Сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)
0,1	28	13
0,2	22	9,4
0,5	16	5,8
1,0	12	4,0
2,0	10	2,8
5,0	7,2	1,8
10	5,6	1,2
20	4,3	0,87

Таблица 3

Определение оксида алюминия (III) по ГОСТ 26318.4—84

Массовая доля оксида алюминия C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	Сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)
5,0	7,9	1,8
10	5,4	1,2
20	3,5	0,78
30	2,8	0,61
40	2,2	0,52

Таблица 4

Определение оксида титана (IV) по ГОСТ 26318.5—84

Массовая доля оксида титана C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	Сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)
0,02	28	18
0,05	21	12
0,1	17	8,0
0,2	14	5,6
0,5	11	3,6
1,0	8,6	2,5
2,0	7,0	1,8

Таблица 5

Определение оксидов кальция и магния по ГОСТ 26318.6—84

Массовая доля оксида C, %	Оксид кальция		Оксид магния	
	межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)	межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	сходимость определений $\sigma_{r,cx}$ % (отн.)
0,2	23	21	23	11
0,5	16	11	16	6,6
1,0	12	6,9	12	4,6
2,0	8,8	4,4	8,8	3,3
5,0	6,0	2,4	6,0	2,0
10	—	—	4,5	1,4
20	—	—	3,4	1,0
30	—	—	2,8	0,8

Таблица 6

Определение оксидов калия и натрия по ГОСТ 26318.7—84

Массовая доля оксида C, %	Оксид калия		Оксид натрия	
	межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)	межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	сходимость определений $\sigma_{r,cx}$, % (отн.)
0,5	16	7,5	16	8,0
1,0	12	5,1	12	4,4
2,0	9,2	3,4	9,2	2,4
5,0	6,4	2,1	6,4	1,1
10	4,9	1,4	—	—
20	3,7	1,0	—	—

Таблица 7

Определение оксида серы (VI) по ГОСТ 26318.9—84

Массовая доля оксида C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)
0,02	26
0,05	21
0,1	17
0,2	14
0,5	12

Таблица 8

Определение оксида фосфора (V) по ГОСТ 26318.10—84

Массовая доля оксида C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)
0,02	21
0,05	16
0,1	12
0,2	9,3
0,5	8,2

Таблица 9

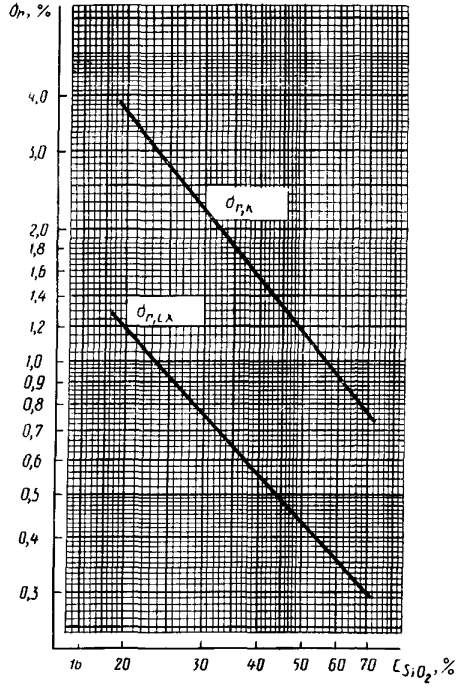
Определение влаги и потери массы при прокаливании по ГОСТ 26318.11—84 и ГОСТ 26318.14—84

Значение показателя C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)	Значение показателя C, %	Межлабораторная воспроизводимость $\sigma_{r,k}$, % (отн.)
0,05	21	1,0	7,0
0,1	14	2,0	5,4
0,2	11	5,0	3,5
0,5	9,0	10	2,1

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

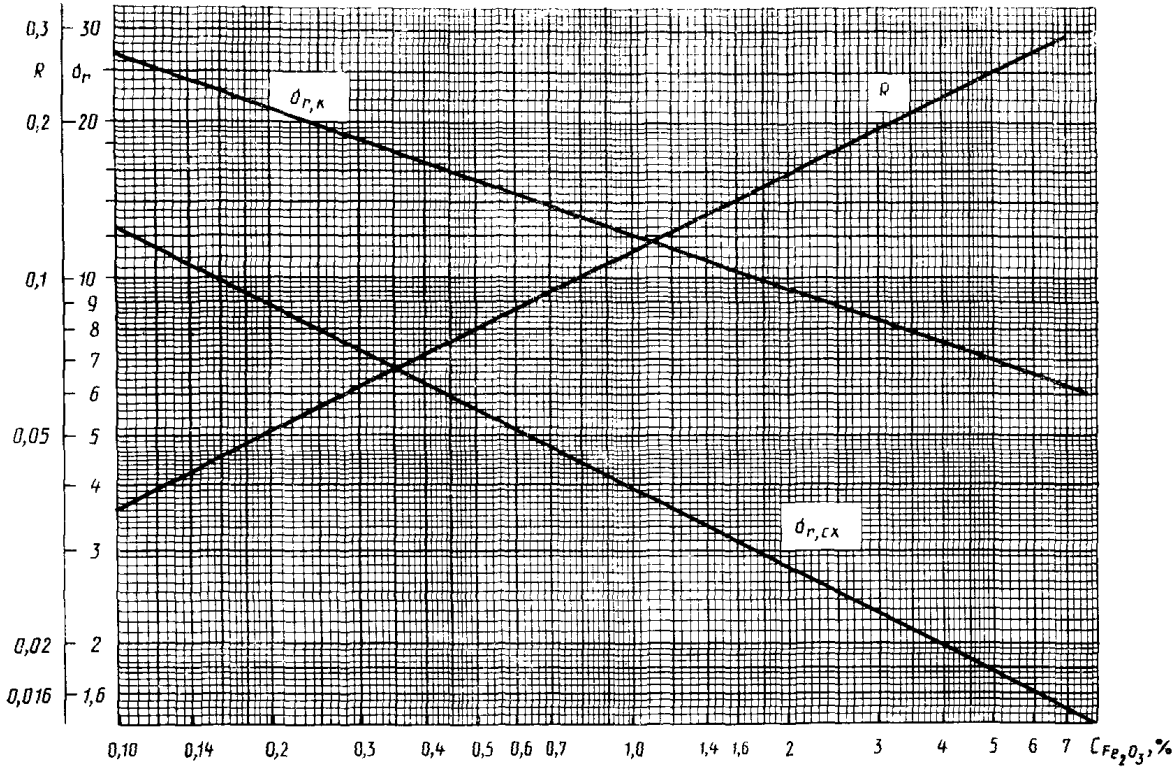
ГРАФИКИ ЗАВИСИМОСТЕЙ ДОПУСКАЕМЫХ РАСХОЖДЕНИЙ ДВУХ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ R в % (абс.), ОТНОСИТЕЛЬНЫХ СРЕДНИХ КВАДРАТИЧЕСКИХ ОТКЛОНЕНИЙ В % (отн.), СХОДИМОСТИ $\sigma_{r,cx}$ И МЕЖЛАБОРАТОРНОЙ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ $\sigma_{r.k}$ ОТ СОДЕРЖАНИЙ В ЛОГАРИФМИЧЕСКИХ КООРДИНАТАХ

Предел допускаемых значений относительных средних квадратических отклонений сходимости $\sigma^r_{,cx}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,k}$ в % (отн.) при определении оксида кремния (SiO_2)



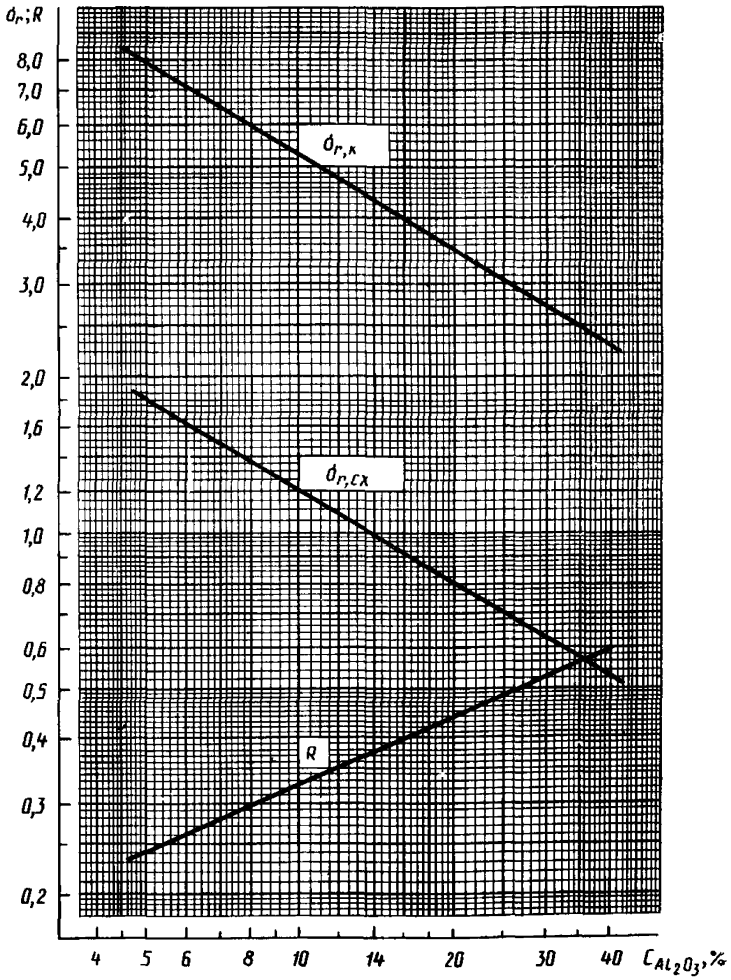
Черт. 1

Предел допускаемых значений расхождений R двух параллельных определений в % (абс при $P = 0{,}95$ и относительных средних квадратических отклонений в % (отн.), сходимости $\sigma_{r,сх}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,к}$ при определении оксида железа (Fe_2O_3)



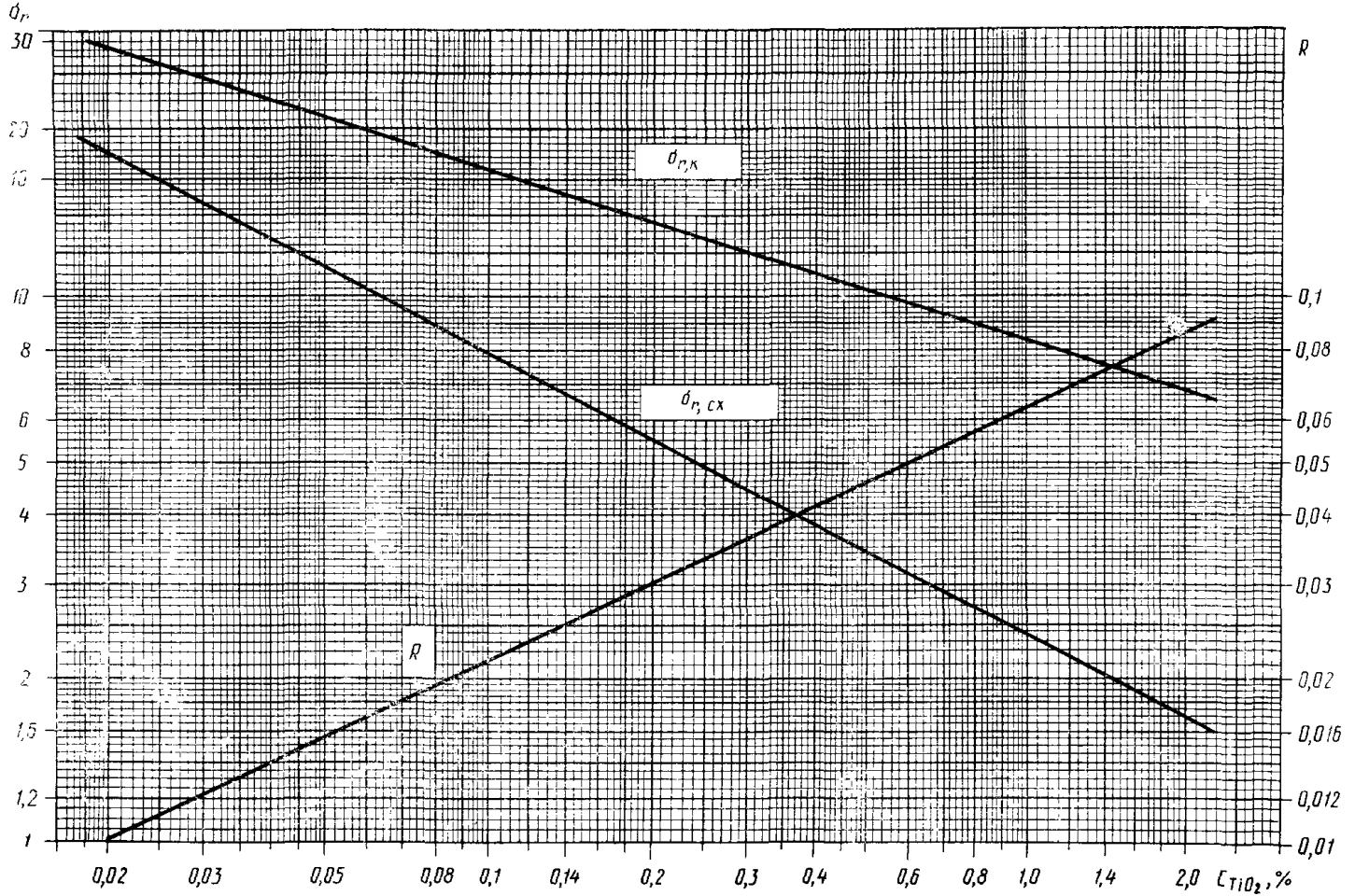
Черт. 2

Предел допускаемых значений расхождений R двух параллельных определений в % (абс.) при $P=0,95$ и относительных средних квадратических отклонений сходимости $\sigma_{r,cx}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,k}$ в % (отн.) при определении оксида алюминия (Al_2O_3)



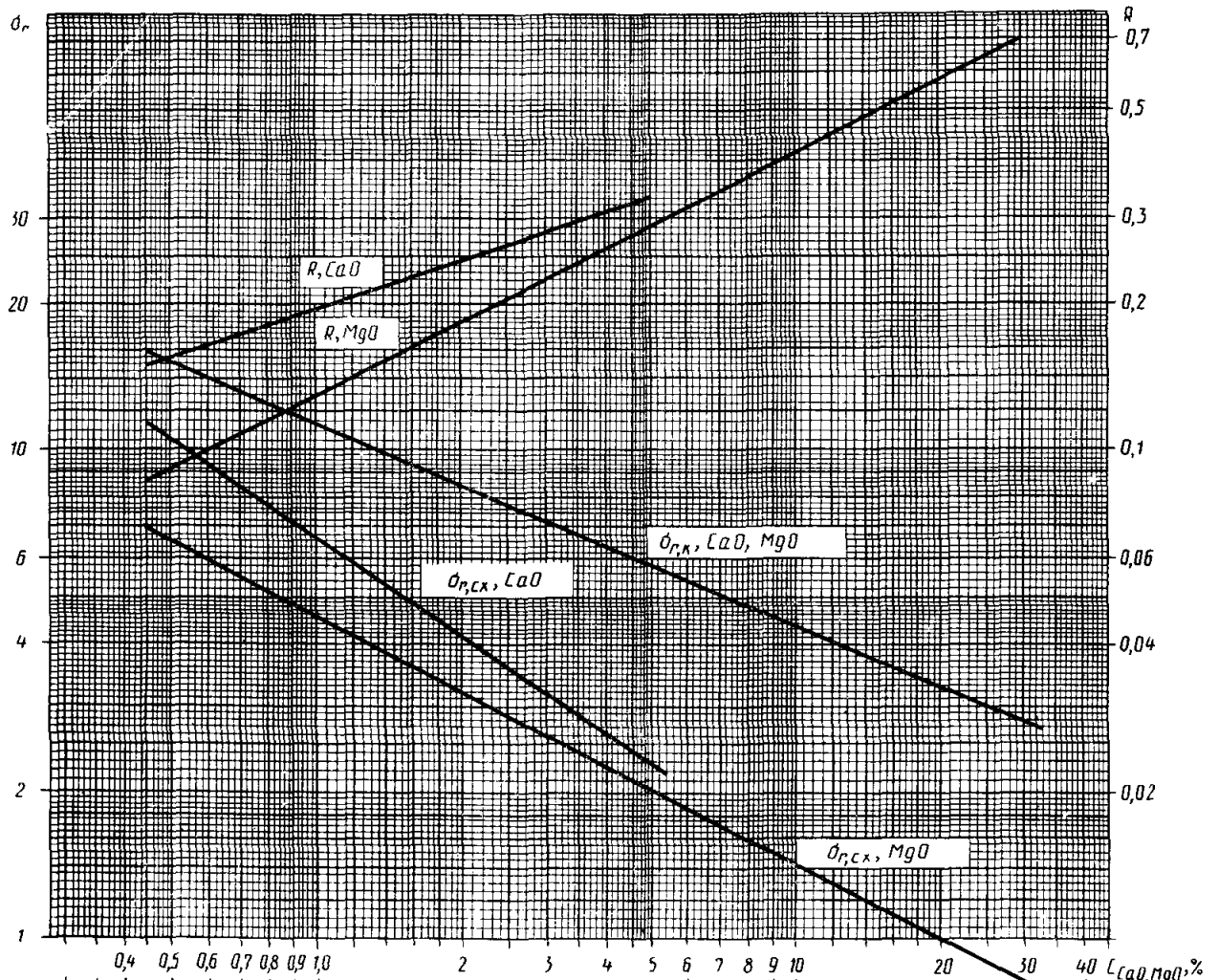
Черт. 3

Предел допускаемых значений расхождений R двух параллельных определений в % (абс.) при $P = 0{,}95$ и относительных средних квадратических отклонений сходимости $\sigma_{r,сх}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,к}$ в % (отн.) для оксида титана (TiO_2)



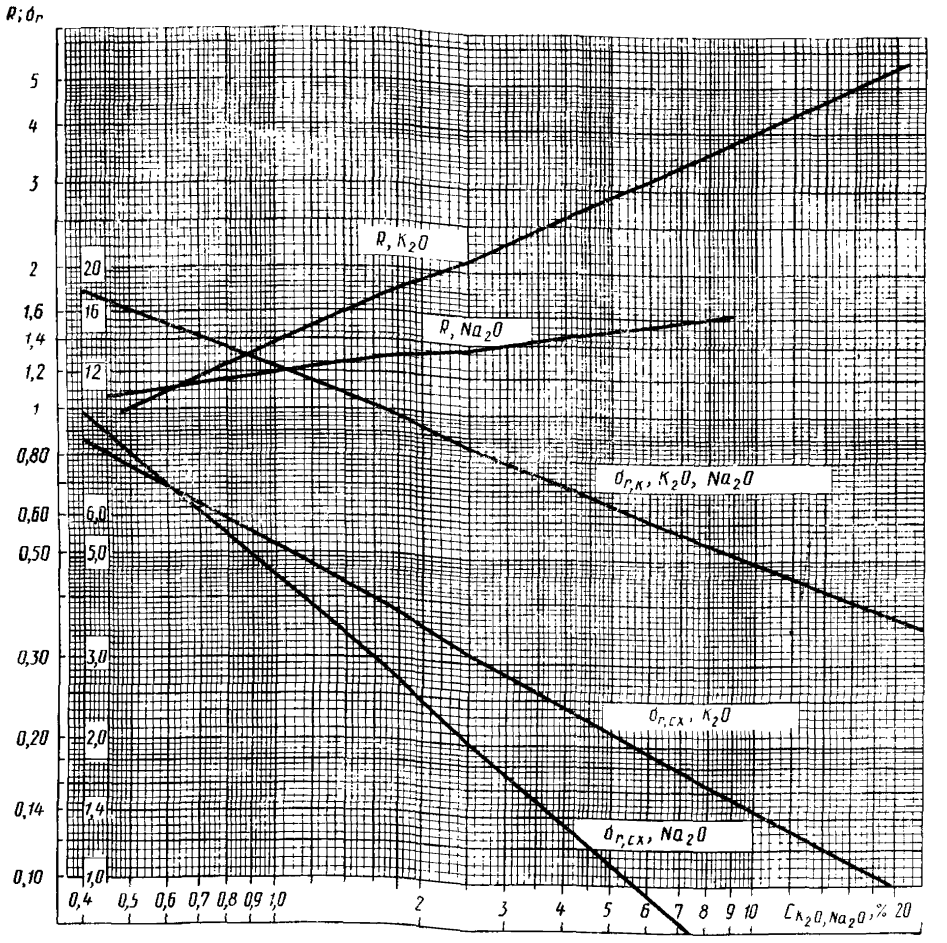
Черт. 4

Предел допускаемых значений расхождений R двух параллельных определений в % (абс.) при $P=0{,}95$ и относительных средних квадратических отклонений в % (отн.) сходимости $\sigma_{r,cx}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,k}$ при определении оксидов кальция (CaO) и магния (MgO)



Черт. 5

Предел допускаемых значений расхождений R двух параллельных определений в % (абс.) при $P=0{,}95$ и относительных средних квадратических отклонений сходимости $\sigma_{r,cx}$ и межлабораторной воспроизводимости $\sigma_{r,k}$ в % (отн.) при определении оксидов калия (K_2O) и натрия (Na_2O)



Черт. 6

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

КОЭФФИЦИЕНТЫ УРАВНЕНИЙ РЕГРЕССИИ

(lg a и b) для зависимостей от содержаний допускаемых расхождений двух параллельных определений R в % (абс.), относительных средних квадратических отклонений межлабораторной воспроизводимости ($\sigma_{r,k}$) и сходимости ($\sigma_{r,cx}$) в % (отн):

$$\lg\sigma_{r,k}=\lg a-b\lg c,$$

$$\lg\sigma_{r,cx}=\lg a-b\lg c,$$

$$\lg R=\lg a+b\lg c.$$

Диапазон определяемых содержаний — по приложению 1

Показатель точности	lg$a$	b	lg$a$	b
	Оксид кремния		**Оксид кальция**	
$\sigma_{r,k}$	2,209	1,265	1,065	0,417
$\sigma_{r,cx}$	0,0682	1,103	0,831	0,672
R	0,60	0	—0,725	0,329
	Оксид алюминия		**Оксид магния**	
$\sigma_{r,k}$	1,314	0,604	1,065	0,417
$\sigma_{r,cx}$	0,627	0,568	0,667	0,513
R	—0,925	0,431	—0,900	0,504
	Оксид железа		**Оксид калия**	
$\sigma_{r,k}$	1,086	0,345	1,085	0,398
$\sigma_{r,cx}$	0,598	0,506	0,707	0,546
R	—0,961	0,487	0,139	0,462
	Оксид титана		**Оксид натрия**	
$\sigma_{r,k}$	0,935	0,604	1,085	0,398
$\sigma_{r,cx}$	0,381	0,568	0,642	0,858
R	—1,166	0,431	0,080	0,147

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20543.0—75, ГОСТ 14328.0—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 8.315—78	1.13
ГОСТ 8.326—89	1.17
ГОСТ 12.1.007—76	1.19
ГОСТ 1770—74	1.5
ГОСТ 6709—72	1.6
ГОСТ 7030—75	1.2
ГОСТ 20292—74	1.5
ГОСТ 22370—77	1.2
ГОСТ 22871—77	1.2
ГОСТ 26318.2—84	Приложение 1
ГОСТ 26318.3—84	То же
ГОСТ 26318.4—84	»
ГОСТ 26318.5—84	»
ГОСТ 26318.6—84	»
ГОСТ 26318.7—84	»
ГОСТ 26318.9—84	»
ГОСТ 26318.10—84	»
ГОСТ 26318.11—84	»
ГОСТ 26318.14—84	»

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1988 г., марте 1990 г., ноябре 1990 г. (ИУС 11—88, 6—90, 4—91)

gost.e-ecolog.ru