



23201.0-78 -
23201.2-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 23201.0-78 — ГОСТ 23201.2-78

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

GOST
СТАНДАРТЫ

ГОСТ 23201.0-78, Глинозем. Общие требования к методам спектрального анализа
Alumina. General requirements for methods of spectral analysis

ГЛИНОЗЕМ

Общие требования к методам спектрального анализа

Alumina. General requirements for methods of spectral analysis

ГОСТ

23201.0—78

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

1. Настоящий стандарт распространяется на глинозем всех марок и устанавливает общие требования к методам спектрального анализа.

2. Массовые доли примесей определяют в одной навеске глинозема. Отбор проб — по ГОСТ 27798—88. Периодический контроль воспроизводимости единичных и средних результатов выполняют с использованием разных навесок анализируемого материала.

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°C в фарфоровой или платиновой чашке, охлаждают и сохраняют в эксикаторе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. Взвешивание навесок глинозема и угольного порошка производят с погрешностью не более 0,02 г.

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

5. При проведении анализа и приготовлении растворов применяют реактивы квалификации не ниже «химически чистые» (х.ч.), материалы «спектрально-чистые» и дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72. Для фотореактивов, используемых для обработки фотопластинок, допускается квалификация «ч» и «ч.д.а.».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

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 выразить в соответствующей молярности или нормальности.

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

Допускается использовать другое лабораторное размольное оборудование; отечественное или импортное, применение которого обеспечивает требуемую точность анализа, не загрязняющее анализируемый материал примесями, подлежащими определению, а также ручное измельчение в ступках из термоборита термоборитовым лезвием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8. За единичный результат анализа (определения) принимают значение массовой доли компонента в анализируемом материале, найденное по значению аналитического сигнала, усредненного по двум спектрограммам, полученным на одной фотопластине для фотографического способа регистрации, или в двух следующих друг за другом сериях при фотоэлектрическом способе регистрации.

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 расхождения между ними сравнивают с нормативом D_2 в соответствующих стандартах, при контроле средних результатов с $\frac{D_2}{\sqrt{n}}$, где

\sqrt{n}

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 «примочный 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.

Если расхождения, превышающие D_2 , получены для большего числа проб, чем предусмотрено стандартом, устанавливают причины этого; затем повторяют контроль воспроизводимости, как указано выше, используя те же пробы.

10. Кроме контроля точности результатов анализа с применением стандартных образцов применяют также контроль полученных данных арбитражными химическими методами по ГОСТ 25542.1-82 — ГОСТ 25542.3-82, ГОСТ 25542.4—83, ГОСТ 25342.6—83, ГОСТ 13583.11—81, ГОСТ 13583.9—75, ГОСТ 13583.10—75 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 двух методов анализа можно считать удовлетворительным, если не более чем в 20% случаев не выполняется условие

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

где $d_{n_{\text{сп}}}$, $d_{n_{\text{хим}}}$ — показатели сходимости для спектрального и химического методов, приведенные в соответствующих стандартах;

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

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

При $n_{\text{сп}} = n_{\text{хим}} = 2$

$$|\bar{X}_{\text{сп}} - \bar{X}_{\text{хим}}| < 0,5 (d_{2_{\text{сп}}} + d_{2_{\text{хим}}}).$$

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

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.

8.—10. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

Л. В. Друцкая, канд. техн. наук; Т. Г. Большинская; А. Е. Трофимова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.78 № 1795

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 6709—72	5
ГОСТ 13583.9—75	10
ГОСТ 13583.10—81	10
ГОСТ 13583.11—81	10
ГОСТ 25542.1—82	10
ГОСТ 25542.2—82	10
ГОСТ 25542.3—82	10
ГОСТ 25542.4—83	10
ГОСТ 25542.6—83	10
ГОСТ 27798—88	2

5. Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 26.07.89 № 2464

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1989 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1989 г. (ИУС 12—89).