УДК 622.349.2 : 543.42 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГЛИНОЗЕМ

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

Alumina. Method of spectral analysis. Determination of vanadium pentoxide, manganese suboxide, chromium oxide, titanium dioxide and zinc oxide

ГОСТ 23201.2—78

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на глинозем всех марок и устанавливает метод спектрального определения массовой доли пентоксида ванадия, субоксида марганца, оксида хрома, диоксида титана и оксида цинка.

Метод основан на испарении смеси глинозема с угольным порошком из канала угольного электрода в дуге постоянного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23201.0—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрограф с кварцевой оптикой типа ИСП-30;

ослабитель платиновый девяти- или десятиступенчатый для построения характеристической кривой фотоэмульсии;

фотоэлектрические установки МФС-4, 6, 8 (оптические квантометры) или аналогичные;

генератор дуги переменного тока ИВС-28;

генератор УГЭ-4 или генератор дуги постоянного тока любого типа на 20—30 А;

микрофотометр перегистрирующий типа МФ-2;

истиратель проб типа 75[6]-Др со стаканами, футерованными термокорундом (спекшейся окисью алюминия по ТУ

gost.e-ecolog.ru

Перепечатка воспрещена

036022 1181—097—85), или другое лабораторное размольное оборудование, отечественное или импортное, удовлетворяющее требованиям ГОСТ 23201.0—78;

станок для заточки графитовых электродов КП-35 или аналогичные приспособления;

лампу инфракрасную типа ОН-19;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1200°С;

тигли платиновые № 7 с крышками по ГОСТ 6563—75;

чашки платиновые № 7 по ГОСТ 6563—75;

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до (250±2)°С;

установку для перевода алюминия в раствор, включающую электродержатели из алюминия марки А-995 по ГОСТ 11069—74 и трансформатор типа ЛАТР-1М;

фотопластинки по п. 2.1.1 ГОСТ 23201.1—78;

шпатели из плексигласа и фторопласта;

бюксы из фторопласта или плексигласа;

ступки и пестики из плексигласа и термокорунда;

фасонные угольные электроды особой чистоты марки ОСЧ-7—4 по ТУ 48—20 108—79 форма «конус», «полусфера», «рюмка» или цилиндрические с диаметром канала 4 и глубиной 4—5 мм;

порошок угольный особой чистоты марки ОСЧ-3—4 по ГОСТ 23463—75;

стаканы емкостью 100—150 см³ из кварца или фторопласта;

стандартные образцы (ОСО, ГСО) глинозема с аттестованными значениями массовых долей указанных микропримесей.

При отсутствии ГСО (ОСО) для всего необходимого диапазона массовых долей определяемых примесей допускается использовать переведение в оксид алюминия ГСО для анализа технического алюминия и алюминия высокой чистоты.

Стандартные образцы для анализа глинозема готовят из стандартных образцов для спектрального анализа алюминия следующим образом: два стандартных образца алюминия (в форме стержней) очищают кипячением в соляной кислоте, разбавленной 1 : 1, в течение 10 мин. Затем промывают стержни водой и высушивают при 105—110°С. В кварцевый или фторопластовый стакан вместимостью 100—150 см³ наливают 45 см³ 2,5 н. раствора азотной кислоты. Стержни закрепляют в держателях из алюминия высокой чистоты, которые присоединяют к клеммам ЛАТР,

затем стержни погружают в стакан с кислотой, включают ЛАТР в сеть и растворяют стержни стандартного образца в интервале напряжения 10—20 В, периодически выключая установку и взвешивая стержни до тех пор, пока не растворится 3—4 г алюминия. Затем отключают ЛАТР, отсоединяют стержни, промывают их водой, высушивают, заворачивают в фильтровальную бумагу и хранят в закрытой таре до следующего растворения.

Полученные растворы переводят в платиновые чашки, высушивают под инфракрасной лампой и прокаливают в муфеле при 1100—1150°С до постоянной массы. Контроль полноты прокаливания выполняют по ГОСТ 6912—87. Массовая доля α-Al_2O_3 в прокаленном образце должна быть более 70%. Прокаленный стандартный образец переводят из платиновой чашки в ступку из плексигласа или термокорунда, растирают и хранят в бюксах из плексигласа или фторопласта;

фотореактивы по ГОСТ 3221—85 для обработки фотопластинок;

кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261—77;

кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125—84;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, расход 8 $см^3$ на одну пробу;

эксикаторы для хранения глиноземных проб;

силикагель окрашенный, осушитель;

ангидрид фосфорный, осушитель.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску глинозема массой 0,75 г смешивают с 1,5 г угольного порошка и перемешивают шпателем из плексигласа на листке кальки до получения однородной массы.

В стакан истирателя помещают пестик и полученную смесь засыпают между стенкой стакана и пестиком так, чтобы она не попала на верхнюю плоскость пестика или между дном стакана и пестиком. Закрывают крышку стакана, осторожно вставляют стакан в гнездо истирателя, закрепляют стакан в гнезде и включают истиратель на 3 мин. После измельчения полученную смесь подсушивают в сушильном шкафу при 105—110°С в течение 30 мин и охлаждают в эксикаторе.

Мелющие агрегаты необходимо тщательно очищать после измельчения каждой пробы жесткой кисточкой, шпателем из плексигласа или фторопласта и протирать чистой ветошью.

3.2. Готовят смеси не менее чем из четырех разных стандартных образцов глинозема с угольным порошком. Для этого каждую навеску стандартного образца глинозема массой по 0,75 г смешивают с 1,5 г угольного порошка и перемешивают шпателем из плексигласа или фторопласта на листке кальки до получения однородной массы. Измельчение стандартных образцов выполняют, как указано в п. 3.1.

Перед измельчением стандартных образцов мелющие агрегаты необходимо дополнительно промыть угольным порошком (произвести измельчение только угольного порошка) и измельчать стандартные образцы в порядке возрастания в них массовой доли примесей После измельчения стандартного образца с наибольшим содержанием примесей мелющие агрегаты вновь необходимо тщательно очистить и промыть угольным порошком.

3.3. В канал угольного электрода формы «рюмка» или обычного стержневого электрода набивают приготовленную смесь и электрод устанавливают в нижнем электрододержателе штатива, к которому присоединен анод дуги постоянного тока. В верхний электрододержатель устанавливают угольный электрод формы «конус» или «полусфера». Расстояние между электродами 2—3 мм, сила тока, в зависимости от используемого оборудования, 5—14 А, при использовании дуги переменного тока сила тока 7—16 А.

Освещение щели спектрографа трехконденсорное, диафрагму на среднем конденсоре устанавливают прямоугольную, высотой 3,2—5,0 мм. Ширина щели 0,010—0,015 мм. Спектры смесей пробы и стандартных образцов фотографируют дважды на одной фотопластинке. Экспозиция зависит от чувствительности фотопластинок.

При использовании для определения указанных примесей фотоэлектрических установок условия анализа соответствуют приведенным для дугового метода с фотоэлектрической регистрацией спектра в п. 2.2.3а ГОСТ 23201.1—78.

После фотографирования каждого спектра электрододержатели и изоляторы штатива протирают чистой ватой, смоченной спиртом.

Обработку фотопластинок выполняют по ГОСТ 3221—85.

3.4. Фотопластинку фотометрируют на микрофотометре, измеряя почернения аналитических линий и фона вблизи этих линий (S) в единицах логарифмической шкалы микрофотометра. Длины волн аналитических линий для разных диапазонов массовых долей оксидов элементов в глиноземе приведены в табл. 1.

Таблица 1

Длина волны аналитической линии, мм		Массовая доля определяемых элементов в глиноземе, %
определяемого элемента	элемента сравнения	
V 318,40	Al 305,99	Св. 0,0001 до 0,01
	Al 293,60	» 0,0001 » 0,01
	Al 226,35	» 0,0001 » 0,01
Mn 280,11	Al 305,99	Св. 0,0001 до 0,01
Mn 259,37	Al 293,60	» 0,0001 » 0,01
	Al 226,35	» 0,0001 » 0,01
Ti 334,94	Al 305,99	Св 0,0001 до 0,01
Ti 337,28	Al 293,60	» 0,0001 » 0,01
	Al 226,35	» 0,0001 » 0,01
Cr 425,43	Al 305,99	Св. 0,0001 до 0,01
Cr 359,35	Al 293,60	» 0,0001 » 0,01
Cr 301,49	Al 226,35	» 0,0001 » 0,01
Zn 334,50	Al 305,99	Св. 0,0001 до 0,10
	Al 293,60	» 0,001 » 0,10
	Al 226,35	» 0,001 » 0,10

По результатам фотометрирования подсчитывают разность почернений (ΔS) линии определяемого элемента ($S_{пр}$) и линии сравнения (S_{Al}). Далее усредняют полученные результаты по двум спектрам и находят среднюю разность почернений ($\Delta S_{ср}$) по формуле

$$\Delta S_{ср} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2}{2}.$$

При определении минимальных массовых долей с помощью характеристической кривой (см. справочное приложение 3 к ГОСТ 23201.1—78) переходят от почернений к интенсивностям и определяют:

интенсивность аналитической линии и фона, накладывающегося на эту линию ($I_{л+ф}$);

интенсивность фона вблизи аналитической линии ($I_ф$);

интенсивность линии сравнения (алюминия) ($I_{ср}$);

интенсивность линии определяемого элемента с учетом близлежащего фона ($I_{л+ф} - I_ф$).

Массовые доли оксидов элементов в глиноземе в процентах определяют по градуировочным графикам.

3.5. Градуировочные графики строят по всем стандартным образцам. Экстраполяция за пределы аттестованных значений массовых долей компонентов в стандартных образцах не допускается.

В зависимости от интенсивности аналитической линии и уровня сплошного фона на данном участке спектра градуировочные графики строят или в координатах ΔS—$\lg C$ или, при значительном уровне сплошного фона и небольших интенсивностях аналитических линий, в координатах:

$$\lg\frac{I_{np}}{I_{A1}}—\lg C \text{ или } \lg\frac{I_{A+\Phi}-I_{\Phi}}{I_{\Phi}} \cdot \lg C,$$

где C — массовая доля определяемого оксида элемента в стандартном образце, %.

3.3—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю пентоксида ванадия, субоксида марганца, оксида хрома, диоксида титана или оксида цинка в глиноземе (X) в процентах находят по соответствующим градуировочным графикам.

4.2. Для определения в товарном глиноземе массовой доли указанных микропримесей фотографическим методом или с использованием фотоэлектрических установок, анализируют одну навеску, ту же, что и для определения диоксида кремния, оксида железа и оксида натрия. Нахождение массовой доли примесей — по п. 2.3.1 ГОСТ 23201.1—78.

Разность двух единичных результатов анализа одной навески, полученных в течение одной смены, не должна превышать значений d_2, приведенных в табл. 2; разность двух единичных результатов анализа, полученных в разные смены, не должна превышать значений D_2, приведенных в табл. 2.

Разность единичного результата определения массовой доли примеси в стандартных образцах, используемых для контроля точности анализа, спектры которых каждый раз фотографируют со спектрами анализируемых проб, и аттестованного значения массовой доли примеси в СО $C_{атт}(\Delta d=|X—C_{атт}|)$ не должна превышать значений d_2, приведенных в табл. 2.

Для контроля точности используют не менее двух ГСО или ОСО, приготовленных, как указано в приложении 1 ГОСТ 23201.1—78 или переведенных в оксид алюминия электролитическим растворением ГСО для анализа алюминия по п. 2.1, аттестованные значения массовых долей компонентов которых близки к верхним и нижним границам диапазонов массовых долей определяемых компонентов.

Таблица 2

Примесь	Диапазон массовой доли, %	Абсолютные допускаемые расхождения двух единичных результатов определений массовой доли примесей d_2, характеризующие показатель сходимости $\sigma_{сх}$ ($P=0,95$), %	Абсолютные допускаемые расхождения двух единичных результатов определений массовой доли примесей D_2, характеризующие показатель воспроизводимости $\sigma(\overset{\circ}{\Delta})$ ($P=0,95$), %
TiO_2	От 0,0003 до 0,0010	0,0002	0,0004
	Св. 0,0010 » 0,0030	0,0007	0,0015
	» 0,003 » 0,010	0,001	0,002
Cr_2O_3	От 0,0003 до 0,0010	0,0002	0,0004
	Св. 0,0010 » 0,0030	0,0007	0,0015
	» 0,003 » 0,010	0,001	0,002
V_2O_5	От 0,0005 до 0,0010	0,0002	0,0003
	Св. 0,0010 » 0,0030	0,0007	0,0015
	» 0,003 » 0,010	0,001	0,002
MnO	От 0,0003 до 0,0010	0,0002	0,0003
	Св. 0,0010 » 0,0030	0,0007	0,0015
	» 0,003 » 0,010	0,001	0,002
ZnO	От 0,003 до 0,010	0,002	0,003
	Св. 0,010 » 0,030	0,007	0,015
	» 0,03 » 0,10	0,01	0,02

Если величина Δd при контроле точности больше допустимых значений, анализ повторяют, установив причины отклонения.

Выполнение анализа в случае превышения допустимых значений d_2 — по п. 2.3.2 ГОСТ 23201.1—78, контроль воспроизводимости и контроль точности результатов анализа — по пп. 9, 10 ГОСТ 23201.0—75.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

Л. В. Друцкая, канд. техн. наук; **Т. Г. Большинская**; **Л. Б. Трофимова**

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

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 3221—85	2.1, 3.3
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 6912—87	2.1
ГОСТ 11125—84	2.1
ГОСТ 14261—77	2.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 23201.0—78	1.1; 2.1; 4.2
ГОСТ 23201.1—78	3.3; 3.4; 4.2
ГОСТ 23463—79	2.1
ТУ 036022 1181—097—85	2.1
ТУ 48—20—108—79	2.1

5. **Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 26.07.89 № 2465**

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

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 18.09.89. Подп. в печ. 18.12.89. 2,25 усл. печ. л. 2,25 усл. кр.-отт. 1,92 уч.-изд. л. Зак. 4555. Тираж 4000 экз. Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Типография НПО «НИИТавтопром», 115533, Москва, пр. Андропова, 22/30.