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.e-ecolog.ru

УДК 622.349.2 : 543.42 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГЛИНОЗЕМ

Общие требования к методам спектрального анализа

ГОСТ 23201.0—78

Alumina General requirements for methods of spectral analysis

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°С 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 выражать 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 термокорундом (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 термокорунда термокорундовым пестиком.

(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

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.

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

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

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

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

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

При $n_{\text{сп}}=n_{\text{хим}}=2$

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

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

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

gost.e-ecolog.ru

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