ГОСТ 25733—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД КРИСТАЛЛООПТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ α-МОДИФИКАЦИИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 12—2005

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.712:546.621—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Метод кристаллооптического определения α-модификации оксида алюминия

ГОСТ 25733—83

Alumina. Method for the crystallooptic determination of aluminium oxide α-modification

МКС 71.100.10
73.060.40
ОКП 17 1130

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт распространяется на глинозем, выпускаемый по ГОСТ 30558, ГОСТ 30559, и устанавливает метод определения α-модификации оксида алюминия (α-Al_2O_3)в глиноземе всех марок.

Сущность кристаллооптического экспресс-анализа заключается в установлении показателя преломления Al_2O_3 и точечном методе определения содержания α-Al_2O_3 в иммерсионном препарате.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор пробы для анализа — по ГОСТ 27798.

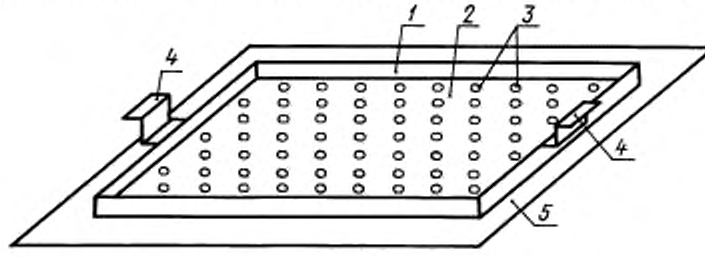
1.2. При резкой неоднородности фракционного состава глинозема, когда фракция до 20 мкм составляет не менее 20 % от общей массы, отквартованную навеску просеивают через сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613. Оставшиеся на сите частицы осторожно, не допуская переизмельчения, растирают трех-пятикратными круговыми движениями пестика в агатовой ступке и просеивают до полного прохождения всего материала через сито.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

сократитель коробчатый (чертеж), представляющий собой прямоугольную коробку из жести с бортами и ручками, на дне которой имеется 50 круглых отверстий диаметром 3 мм каждое. Размеры сократителя могут быть произвольными. Рекомендуемые размеры сократителя 350×150 мм.



1 — короб; *2* — дно с отверстиями; *3* — отверстия круглой формы; *4* — ручки; *5* — плоская подставка

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© Стандартинформ, 2007

ступку яшмовую или агатовую с пестиком;
кисточку мягкую (волосяную);
сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613;
стекла предметные по ГОСТ 9284;
стекла покровные размером 18×18 по ГОСТ 6672 (стандартные стекла разрезаются на четыре квадрата размером 9×9 мм);
шпатель;
полотенце из тонкой ткани;
микроскоп поляризационный марок ПОЛАМ-111, 112, 113, МИН-8 с бинокулярной насадкой АУ-12, изготовляемые по нормативно-технической документации;
препаратоводитель типа СТ-11, входящий в комплект микроскопа;
жидкость иммерсионная (йодистый метилен) с показателем преломления 1,740. Для осветления йодистого метилена в ампулу опускают мелко нарезанную медную или латунную стружку;
счетчик одиннадцатиклавишный;
спирт этиловый по ГОСТ 18300.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Из 100 г анализируемого материала с помощью коробчатого сократителя выделяют пробу массой 1 г, делят ее на четыре части методом квартования и готовят препарат, отбирая порошок из всех частей. Из приготовленной к анализу пробы кончиком шпателя наносят небольшое количество порошка на предметное стекло. Рядом с порошком наносят каплю йодистого метилена так, чтобы пипетка не касалась порошка. Шпателем порошок подводят к жидкости и перемешивают, следя за равномерным распределением твердых частиц в иммерсии. Препарат покрывают покровным стеклом и производят слабое перемещение покровного стекла по предметному с одновременным легким нажатием для равномерного распределения зерен в жидкости, не допуская даже частичного разрушения агрегатов Al_2O_3.

3.2. Препарат считается приготовленным правильно, если зерна в нем не перекрывают друг друга, а иммерсионная жидкость не выходит за пределы покровного стекла, так как излишки жидкости содержат, в основном, мелкую фракцию.

Иммерсионная жидкость удаляется с предметного и покровного стекол этиловым спиртом. На промывку одного препарата требуется 0,3 $см^3$ этилового спирта.

Необходимо следить за чистотой покровного и предметного стекол, убирая с них следы отпечатков пальцев и излишки жидкости.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовленный препарат помещают на предметный столик микроскопа в препаратоводитель и просматривают его без анализатора при 500—600^x увеличении. Для подсчета фаз применяют объективы с 40^x или 20^x увеличением и окуляры с 15^x увеличением и перекрестьем.

4.2. Показатель преломления агрегата (или монокристалла) определяют следующим образом: сфокусировав один из агрегатов в перекрестье нитей окуляра, плавным поворотом микрометренного винта к себе поднимают тубус микроскопа и наблюдают за перемещением световой полоски на границе двух сред: твердой и жидкой.

Показатель преломления наблюдаемого агрегата оценивают, руководствуясь следующими возможными явлениями светового эффекта:

если показатели преломления зерна и жидкости равны, зерно в жидкости становится практически невидимым;

если показатели преломления зерна и жидкости не равны, световая полоска перемещается всегда на среду с более высоким показателем;

световая полоска перемещается с жидкости на зерно, если показатель преломления его выше, чем у жидкости (зерно имеет положительный рельеф);

световая полоска перемещается с зерна на жидкость, если показатель преломления его ниже, чем у жидкости (зерно имеет отрицательный рельеф).

4.3. Мономинеральный агрегат или монокристалл α-Al_2O_3 в иммерсионной жидкости с показателем преломления 1,740 (йодистый метилен) имеют слабоположительный рельеф и голубоватый оттенок.

При диагностике полифазных агрегатов, состоящих из α-Al_2O_3 (положительный рельеф) и

более низкотемпературных модификаций, содержащих фазы переходного состояния (отрицательный рельеф), обнаруживается более сложный световой эффект, когда в пределах одного агрегата наблюдают несколько световых полосок, перемещающихся на среду с более высоким показателем преломления. При этом обращают внимание на вспомогательные признаки: рельеф и окраску различных фаз в пределах анализируемого агрегата, принимая во внимание следующее:

агрегаты (или монокристаллы), представленные низкотемпературными фазами, в той же жидкости характеризуются отрицательным (обратным) рельефом и рыжевато-розовым оттенком; показатель преломления их ниже 1,740.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4. Перед анализом на шкале счетной машинки выбирают две клавиши и помечают их: первую — для подсчета α-Al_2O_3 (фаза I), вторую — для подсчета слабопрокаленных продуктов, состоящих из низкотемпературных модификаций Al_2O_3 (фаза II). Проверяют счетчик и начинают отсчет четким нажатием по клавишам машинки.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Все агрегаты с показателем преломления равным или превышающим показатель преломления йодистого метилена 1,740 относят к α-Al_2O_3.

5.2. Агрегаты с показателем преломления меньше 1,740 относят к низкотемпературным переходным фазам.

5.3. Подсчет зерен (агрегатов или монокристаллов) начинают с любого угла препарата. Выбор поля зрения и точки отсчета — произвольный.

Подсчитывают все зерна, расположенные в первом поле зрения по горизонтальной нити перекрестья, затем перемещают препарат по горизонтали на произвольное расстояние и таким же образом подсчитывают все зерна, расположенные в новом поле зрения. Дойдя по этой горизонтали до края препарата, перемещают препарат вертикально на новую горизонталь и проводят подсчет количества зерен в обратном направлении. Указанным способом подсчитывают количество зерен во всем препарате. Число просчитанных горизонталей должно быть не менее 6—8.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.4. Для получения достоверных результатов в глиноземе с неоднородным гранулометрическим составом визуально определяют размер среднего зерна и пропорционально ему крупные зерна (агрегаты) делят на части, а мелкие — объединяют до размера среднего зерна.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.5. Количество просчитанных точек, приходящихся на фазы I и II, а также их сумму, фиксируют на шкале счетной машинки.

5.6. В агрегатах с неоднородным фазовым составом необходимо учитывать соотношение фаз I и II в пределах каждого агрегата. Для этого агрегат, находящийся в перекрестье окуляра, мысленно делят на четыре сектора и оценивают, какой фазовой модификацией представлен каждый сектор. Следует учитывать $^1/_4$; $^1/_2$; $^3/_4$ (25,50 и 75 % соответственно) включений. В зависимости от соотношения фаз I и II в агрегате все возможные варианты приведены в таблице.

Если одна из фаз в агрегате составляет менее 25 %, необходимо суммировать ее содержание по нескольким агрегатам до 25 %, ориентируясь на размеры среднего зерна.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.7. В каждом препарате необходимо просчитывать не менее 1000 точек.

Соотношение фаз в агрегате, доли		Отсчет счетной машинки на клавишах	
Фаза I	Фаза II	I	II
$^4/_4$	—	4	—
$^3/_4$	$^1/_4$	3	1
$^2/_4$	$^2/_4$	2	2
$^1/_4$	$^3/_4$	1	3
—	$^4/_4$	—	4

5.8. Учитывая пропорциональность объемов агрегатов с приведением размеров всех зерен к среднему и близость плотности переходных фаз: γ^-, Θ^-, κ^-, σ^-, α-Al_2O_3, содержание α-Al_2O_3 (X) в глиноземе в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{n \cdot 100}{N},$$

где n — количество точек (фаза I);

N — общее количество точек отсчета.

5.9. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 3 % для глинозема металлургических марок и 2 % для глубокопрокаленного глинозема с содержанием α-Al_2O_3 более 90 %. При более значительных расхождениях необходимо получить третий результат и вывести среднее значение.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ М.В. Цветкова, Л.А. Попкова, О.И. Аракелян

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 апреля 1983 г. № 1883

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12.04.96)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6912—74 в части приложения 3

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 6613—86	1.2
ГОСТ 6672—75	2.1
ГОСТ 9284—75	2.1
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 27798—93	1.1
ГОСТ 30558—98	Вводная часть
ГОСТ 30559—98	Вводная часть

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г. и июле 1996 г. (ИУС 10—88, 10—96)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 07.05.2007. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 49 экз. Зак. 427. С 4037.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru fo@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru