МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Рентгенодифракционный метод определения альфа-оксида алюминия

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 6912.2—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 6912—87 в части приложения 2

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Рентгенодифракционный метод определения альфа-оксида алюминия

ГОСТ 6912.2—93

Alumina. X-rays difractial method for the determination of α-oxide-aluminium

ОКСТУ 1711

Дата введения 1995—01—01

Настоящий стандарт устанавливает рентгенодифракционный метод определения альфа-оксида алюминия в диапазоне 10—90 % в глиноземе, полученном прокаливанием гидроксида алюминия без добавления минерализаторов (металлургические марки, ГСК, ГЭБ).

Метод основан на измерении и сравнении интегральной интенсивности одних и тех же реперных линий дифракционных спектров анализируемого образца и образца сравнения.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 27798 и ГОСТ 25389.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Дифрактометр или другие приборы, аналогичные данному.

Истиратель проб вибрационный типа 75-ДРН со стаканами, изготовленными из термокорунда или футерованными термокорундом (спекшимся оксидом алюминия по ТУ 036022 1181—097), или любой другой, обеспечивающий необходимую степень измельчения.

Стандартные образцы предприятия (СОП), отраслевые стандартные образцы (ОСО) или государственные стандартные образцы (ГСО), аттестованные по ГОСТ 8.315.

Пластины из стекла с ровными краями толщиной 3—10 мм.

Вазелин.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

3.1. Дифрактометр подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по обслуживанию прибора.

3.2. Проводят контрольное определение массовой доли альфа-оксида алюминия в образцах сравнения (СОП, ОСО, ГСО) и сопоставляют полученные значения с аттестованными. Расхождение не должно превышать 3 % абс.

3.3. Пробу глинозема истирают. Время истирания на каждом предприятии выбирают в зависимости от типа размольной аппаратуры и качества глинозема. Время истирания контролируют по интенсивности реперной линии. Максимальная интенсивность соответствует оптимальному времени истирания. При изменении качества глинозема время истирания определяют заново.

3.4. Реперными линиями в дифракционном спектре глинозема считают линии, соответствующие отражению от серии атомных плоскостей в кристаллах с межплоскостными расстояниями 0,174 или 0,160 нм.

3.5. Глинозем помещают в кварцевую кювету, дно которой предварительно смазывают вазелином. Глинозем в кювете уплотняют стеклянной пластиной, излишки срезают краем этой пластины, не заглаживая поверхность препарата во избежание образования текстуры.

Издание официальное

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Кювету с образцом сравнения устанавливают в держателе дифрактометра и измеряют интенсивность реперной линии и фона при вращении кюветы.

4.2. Регистрацию интенсивности рентгеновского дифракционного отражения выполняют одним из способов, указанных в пп. 4.2.1—4.2.3.

4.2.1. Реперную линию в дифракционном спектре образца глинозема записывают на диаграммной ленте самописца, при этом ширину щели счетчика (b_c) выбирают с соблюдением условия

$$b_c \geq 2\omega_0, \tag{1}$$

где ω_0 — ширина реперной линии на полувысоте, рад.

Диапазон углов Θ при регистрации линии 0,174 нм составляет 25—28° для $C_иK_\alpha$ излучения и 29—33° для C_0K_α; для линии 0,164 нм соответственно — 27—30° для $C_иK_\alpha$ и 32—35° для C_0K_α излучения. Скорость движения счетчика не должна превышать 1°/мин.

4.2.2. Интенсивность метода неподвижного счетчика регистрируют при установке счетчика в положение, соответствующее максимальной интенсивности реперной линии. Режим работы трубки и время счета выбирают такими, чтобы число зарегистрированных импульсов было не менее нескольких тысяч. Интенсивность фона $I_ф$ для обеих линий 0,174 и 0,160 нм измеряют в одной точке 27,5° для $C_иK_\alpha$ и 32,0° для C_0K_α излучений с тем же временем счета, ширину щели у счетчика выбирают согласно п. 4.2.1.

4.2.3. Регистрацию интенсивности методом сканирования по точкам выполняют в автоматическом режиме с постоянным временем счета в интервале углов, указанных в п. 4.2.1, с выводом информации на цифропечать. Режим работы трубки и время счета выбирают согласно п. 4.2.2.

Оптимальную ширину (b_c), которая не должна превышать 0,5 мм, определяют подбором переменных в соотношении

$$b_c + (n - 1)\,\delta \geq 2\,\omega_0\,, \tag{2}$$

где n — число шагов сканирования;

δ — шаг сканирования, рад;

ω_0 — ширина линии на полувысоте, рад.

4.3. Щели у трубки при любых способах регистрации интенсивности рентгеновских лучей должны обеспечивать облучение значительной части образцов.

4.4. После записи образца сравнения в тех же условиях работы аппаратуры записывают пробы глинозема, предназначенные для анализа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Вычисляют интегральную интенсивность реперной линии образца сравнения и анализируемых проб.

5.1.1. Мерой интегральной интенсивности при записи на диаграммной ленте самописца является высота реперной линии над уровнем фона.

5.1.2. В методе неподвижного счетчика интегральную интенсивность (I) в импульсах вычисляют по формуле

$$I = \frac{N_m - N_ф}{\tau}\,, \tag{3}$$

где N_m — число импульсов, сосчитанных в максимуме реперной линии;

$N_ф$ — число импульсов, сосчитанных на фоне;

τ — время счета, с.

5.1.3. При сканировании дифракционной линии по точкам интегральную интенсивность (I) вычисляют по формуле

$$I = \sum_{k=1}^{n} I_k - nI_ф\,, \tag{4}$$

где I_k — интенсивность в точке измерения на профиле линии;

$I_ф$ — интенсивность фона, измеренная в выбранной точке;

n — число шагов сканирования.

5.2. Массовую долю альфа-оксида алюминия в глиноземе ($C_{\alpha}^{пр}$) в процентах вычисляют по формуле

$$C_{\alpha}^{пр} = C_{\alpha}^{обр.\ ср} \frac{I_{\alpha}^{пр}}{I_{\alpha}^{обр.\ ср}}, \quad (5)$$

где $C_{\alpha}^{обр.\ ср}$ — массовая доля альфа-оксида алюминия в образце сравнения, %;

$I_{\alpha}^{пр}$ — интенсивность реперной линии альфа-оксида алюминия в анализируемой пробе;

$I_{\alpha}^{обр.\ ср}$ — интенсивность той же линии в образце сравнения.

5.3. За результат анализа следует принимать среднее значение из двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 2 % абс.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенное значение, определение повторяют.

5.4. Точность измерений контролируют по результатам измерений массовой доли альфа-оксида алюминия в стандартном образце (СОП, ОСО, ГСО)

$$| C_{\alpha}^{воспр.} - C_{\alpha}^{атт.} | \leq 3\ \%, \quad (6)$$

где $C_{\alpha}^{атт.}$ — аттестованное значение массовой доли альфа-оксида алюминия в стандартном образце;

$C_{\alpha}^{воспр.}$ — воспроизведенное значение массовой доли альфа-оксида алюминия в стандартном образце.

Сходимость результатов анализа контролируют по выполнению условия

$$| C_{\alpha}^{1} - C_{\alpha}^{2} | \leq 2\ \%\ абс,$$

где $C_{\alpha}^{1} - C_{\alpha}^{2}$ — результаты двух параллельных определений массовой доли альфа-оксида алюминия в анализируемой пробе, полученных в близкие временные интервалы.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 8.315—97	2
ГОСТ 25389—93	1
ГОСТ 27798—93	1
ТУ 036022 1181—097—85	2

gost.e-ecolog.ru