

ИЗМЕНЕНИЕ № 1 ГОСТ 6912—87 Глинозем. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.12.1987 г. № 4374

Дата введения 01.05.88

Пункт 2.1.12. Второй абзац. Заменить слова «должно быть» на «принимается равной».

Пункт 4.2. Второй абзац. Заменить слова «при определении» на «в оценке»; дополнить абзацем: «Определение массовой доли оксида магния (II) — по методике, приведенной в приложении I».

Пункт 4.3 дополнить словами: «или по методике, приведенной в приложении 2. В случае возникновения разногласий в оценке качества содержание альфа-оксида алюминия определяют по ГОСТ 25733—83».

Пункт 4.5 изложить в новой редакции: «4.5. Определение фракционного состава глинозема — по методике, приведенной в приложениях 3—5, размера и содержания монозерен — по ГОСТ 25734—83».

Раздел 4 дополнить пунктом 4.7: «4.7. Округление числовых значений — по правилам, приведенным в приложении 6».

Стандарт дополнить обязательными приложениями 1, 2, 3, 4, 5, 6:

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Обязательное

**СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА МАГНИЯ
В ГЛИНОЗЕМЕ**

Метод распространяется на глинозем с содержанием альфа-оксида алюминия более 70 %.

Метод основан на фотографической регистрации аналитических линий магния, возбуждающихся при испарении смеси глинозема с угольным порошком в разряде дуги постоянного тока.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор и подготовка проб по СТ СЭВ 898—78, ГОСТ 25389—82, ГОСТ 23201.0-78 — ГОСТ 23201.2-78.

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Для проведения анализа применяют:
спектрограф средней дисперсии с кварцевой оптикой типа ИСП-30;
генератор дуги переменного или постоянного тока любого типа;
выпрямитель дуги переменного тока любого типа (при работе с генератором переменного тока);

С. 2 ИЗМЕНЕНИЕ № 1 ГОСТ 6912—87

микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или МФ-4;
спектропроектор любой марки;
истиратель вибрационный типа 75Т-ДРМ со стаканами, футерованными тер-
мокорундом (спеченным оксидом алюминия);
спектральные угольные электроды марок С-2 или С-3 диаметром 6 мм;
станок для заточки угольных электродов;
шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру наг-
рева 100—120 °С;
фотопластинки спектральные, обеспечивающие нормальное почернение ана-
литических линий магния и линий сравнения по ГОСТ 10691.0-84 — ГОСТ
10691.4-84;
стандартные образцы предприятия (СОП), подготовленные по ГОСТ
23201.1—78 и оформленные по ГОСТ 8.315—78.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

3.1. Пробу глинозема смешивают с дробленным спектральночистым углем в
объемном соотношении 1:2 и измельчают в вибрационном истирателе. Дробление
угля и подготовка смеси по ГОСТ 23201.1—78.

Для выполнения измерений из одной пробы глинозема подготавливают не
менее двух навесок.

3.2. Воспроизводят аттестованное значение массовой доли оксида магния в
одном или нескольких СОП. Воспроизведенное значение массовой доли оксида
магния должно отличаться от аттестованного значения не более, чем на 0,7 от
допустимого расхождения между результатами параллельных измерений.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Приготовленные смеси набивают или подсыпают в каналы электродов
цилиндрической формы. Диаметр канала — 3 мм, глубина — 3—4 мм. Пробу
помещают в нижний электрод (анод). В качестве противозэлектрода исполь-
зуют угольный электрод, заточенный на конус или полусферу с радиусом закруг-
ления 2 мм.

4.2. Сила тока дуги 5—7 А, расстояние между электродами 2 мм, ширина
щели спектрографа 0,03 мм. В случае подсыпки пробу добавляют через каждые
4—5 с. Общая экспозиция должна составлять не менее 20 с.

4.3. Для освещения щели спектрографа используют трехконденсорную сис-
тему.

4.4. Спектры стандартных образцов и проб фотографируют дважды на двух
разных фотопластинках.

4.5. Для определения массовой доли оксида магния используют аналитичес-
кие линии магния 277,67 и 277,98 нм и линии сравнения алюминия 266,92 и
237,84 нм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Фотопластинки обрабатывают по ГОСТ 3221—85.

5.2. Измеряют плотности почернения выбранных аналитических линий и
линий сравнения для СОП и двух навесок пробы глинозема на микрофотометре.
Рассчитывают разность почернений аналитических линий и линий сравнения
(ΔS) для СОП и анализируемого глинозема. Строят график зависимости ΔS —
 $\lg C$, где C — массовая доля оксида магния в СОП. По графику определяют
массовую долю оксида магния в навесках глинозема.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1 ГОСТ 6912—87 С. 3

5.3. За единичный результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух спектров одной из навесок, сфотографированных на одной фотопластинке (X_1 или X_2).

5.4. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов измерений массовой доли оксида магния (X) в двух навесках глинозема

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

где X_1 — результат измерения массовой доли оксида магния в одной навеске глинозема, две спектрограммы которой сфотографированы на одной фотопластинке, %;

X_2 — результат измерения массовой доли оксида магния во второй навеске глинозема, две спектрограммы которой сфотографированы на другой фотопластинке, %.

5.5. Допустимое расхождение между результатами параллельных измерений X_1 и X_2 не должно превышать 0,08 % абс. для диапазона массовой доли оксида магния 0,15—0,40 %.

Если расхождение между результатами параллельных измерений превышает приведенную величину, определение повторяют.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

РЕНТГЕНДИФРАКЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЬФА-ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ГЛИНОЗЕМЕ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 10 до 40 %

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 СТ СЭВ 898—78 и ГОСТ 25389—82.

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Для проведения анализа применяют:

дифрактометр по ГОСТ 2474Е—85. Допускается применение других приборов, не уступающих стандартным по метрологическим характеристикам;

истиратель вибрационный типа 75Т-ДРМ или другой, обеспечивающий необходимую степень измельчения, изготовленный или футерованный термостойким (спеченным оксидом алюминия);

стандартные образцы предприятия (СОП) или отраслевые стандартные образцы (ОСО) по ГОСТ 8.315—73;

пластина из стекла с ровными краями, толщиной 3—5 мм; вазелин.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

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

3.2. В образцах сравнения (СОП или ОСО) воспроизводят содержание альфа-оксида алюминия и сравнивают полученные значения с аттестованными значениями. Расхождение не должно превышать 2% абс.

3.3. Пробу глинозема истирают. Время истирания контролируют по интенсивности реперной линии. Максимальная интенсивность соответствует оптимальному времени истирания.

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

3.5. Глинозем после истирания 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.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Кювету с образцом сравнения, подготовленную по п. 3.5, устанавливают в держателе дифрактометра и производят измерения интенсивности 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

$$b_c \geq 2\omega_0,$$

где ω_0 — ширина реперной линии на полувысоте, ° рад.

Диапазон углов θ при регистрации линии 0,174 нм составляет 25—28° для SiK_α излучения и 29—33° для CoK_α ; для линии 0,160 нм соответственно — 28—30° для SiK_α и 33—35° для CoK_α излучения. Скорость движения счетчика не должна превышать 1°/мин.

4.2.2. Регистрацию интенсивности методом неподвижного счетчика осуществляют путем установки счетчика в положение, соответствующее максимальной интенсивности реперной линии. При этом режим работы трубки и время счета выбирают такими, чтобы число зарегистрированных импульсов было не менее нескольких тысяч. Интенсивность фона измеряют в двух точках A и B по обе стороны линии 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 щели (b_c), которая не должна превышать 0,5 мм, определяют путем подбора переменных в соотношении

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

где n — число шагов сканирования;

δ — шаг сканирования, °;

ω_0 — ширина линии на полувысоте, °.

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 в минуту вычисляют по формуле

$$I = \frac{N_n - \frac{1}{2}(N_A^\Phi + N_B^\Phi)}{\tau},$$

где N_n — число импульсов, сосчитанных в максимуме реперной линии;
 N_A^Φ и N_B^Φ — число импульсов, сосчитанных на фоне соответственно в точках A и B ;

τ — время счета, мин.

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

$$I = \sum_{k=1}^n I_k - n\bar{I}_\Phi,$$

где I_k — интенсивность в точке измерения на профиле линии;
 \bar{I}_Φ — средняя интенсивность фона в области реперной линии;
 n — число шагов сканирования.

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

$$C_\alpha^{\text{пр}} = C_\alpha^{\text{обр. ср}} \frac{I_\alpha^{\text{пр}}}{I_\alpha^{\text{обр. ср}}},$$

где $C_\alpha^{\text{обр. ср}}$ — содержание альфа-оксида алюминия в образце сравнения, %;
 $I_\alpha^{\text{пр}}$ — интенсивность реперной линии альфа-оксида алюминия в анализируемой пробе;

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

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

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1 ГОСТ 6912—87 С. 7

наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие, обеспечивающие аналогичные технические и метрологические характеристики;

сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 3584—73;

шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры в интервале 105—115 °С;

термометр ртутный стеклянный лабораторный с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 215—73 или другой аналогичного класса точности, обеспечивающий измерение температуры в интервале 0—100 °С;

секундомер по ГОСТ 5072—79 или другой аналогичного класса точности;

натрий пиррофосфорнокислый по ГОСТ 342—77 или натрий фосфорнокислый трехзамещенный по ГОСТ 9337—79;

вода дистиллированная.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

3.1. Приготовление пробы

От пробы глинозема, подготовленной по ГОСТ 25389—82 методом квартования, выделяют пробу массой 20 г. Просеивают через сито с сеткой № 0063 вручную до постоянной массы остатка на сите. Потери массы глинозема во время рассава не должны превышать 2 % от массы навески. Остаток на сите взвешивают и определяют массовую долю фракции +63 мкм, выраженную в процентах. Проход усредняют методом наката. Для этого пробу помещают на лист чистой гладкой бумаги размером 10×10 см. Один край листа плавно поднимают вертикально до тех пор, пока материал, перемещаясь, не достигнет противоположного края бумаги. Точно так же производят перемещение материала в противоположном направлении, затем в двух других, перпендикулярных первым направлениях. Операцию перемещения материала повторяют не менее 8 раз.

Из разных мест по длине образовавшегося валика отбирают три навески глинозема массой 0,08—0,12 г каждая.

Уменьшение массы пробы за счет отбора излишков материала не допускается.

3.2. Приготовление дисперсионной среды

Дисперсионная среда готовится растворением 1,9 г натрия пиррофосфорнокислого или фосфорнокислого трехзамещенного в 1 дм³ дистиллированной воды.

3.3. Определение плотности глинозема

Плотность глинозема определяется по ГОСТ 2211—65 или по графику зависимости плотности глинозема от содержания в нем альфа-оксида алюминия (черт. 2).

Содержание альфа-оксида алюминия определяется по ГОСТ 25733—83.

3.4. Расчет времени осаждения частиц глинозема

Время осаждения частиц глинозема (τ) в секундах в выбранном интервале крупности вычисляют по формуле Стокса

$$\tau = \frac{18\mu \cdot 10^{12}}{g(\rho_r - \rho_{ж})d_b^2},$$

где h — глубина осаждения, равная 0,1 м;

μ — вязкость дисперсионной среды, Па·с;

g — ускорение силы тяжести, равное 9,81 м/с²;

ρ_r — плотность глинозема, кг/м³;

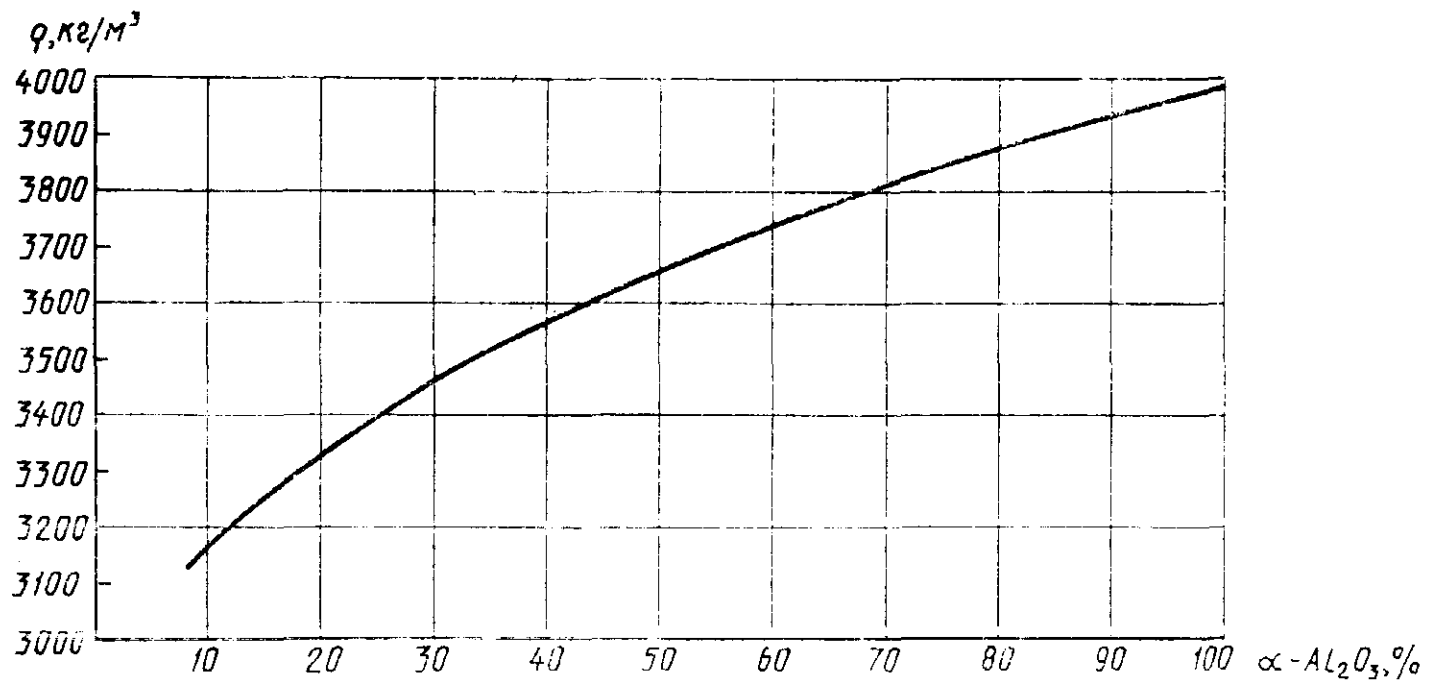
$\rho_{ж}$ — плотность дисперсионной среды, кг/м³;

d_b — диаметр частиц нижнего предела фракции, мкм.

Например, для фракции 63—20 мкм $d_b = 20$ мкм.

За плотность и вязкость дисперсионной среды принимают справочные данные по плотности и вязкости воды при температуре суспензии, замеренной перед началом анализа.

3.5. Фотоэлектродколориметр подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по обслуживанию прибора.



Черт. 2

4. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Кювету заполняют дисперсионной средой до метки, соответствующей высоте 100 мм от зеркала жидкости до горизонтальной оси светового пучка и устанавливают в правую часть кюветного отделения, предварительно удалив кюветодержатель. Значение светопропускания измеряют по шкале левого барабана.

Левую часть кюветного отделения прикрывают черной бумагой и измеряют величину светопропускания дисперсионной среды (A_0). В кювету вносят навеску глинозема, отобранную по п. 5.1 и перемешивают в течение 1—2 мин с вертикальными перемещениями мешалки. Не вынимая мешалку из жидкости, определяют ориентировочно значение светопропускания (A). Затем повторно перемешивают суспензию, быстро вынимают мешалку, включают секундомер и в течение не более 5—6 с производят точное измерение величины A , соответствующей моменту начала оседания частиц.

Последующие измерения значений светопропускания ($A_{1,2,...n}$) производят через рассчитанные по 3.4 промежутки времени, измеряемые секундомером.

4.2. Измерения производят для трех навесок одной и той же пробы, выделенных по п. 3.1 (три параллельных определения).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Определение относительного значения объема частиц глинозема (m), адсорбирующих световой поток, в выбранном интервале крупности вычисляют по формуле

$$m = \frac{d_a + d_b}{2} (\lg A_b - \lg A_a),$$

где d_a — диаметр частиц верхнего предела фракции, мкм;

d_b — диаметр частиц нижнего предела фракции, мкм;

A_a и A_b — светопропускание суспензии с частицами диаметром соответственно d_a и d_b .

Для фракций, диаметр частиц нижнего предела которых равен «0», в формуле (1) d_b исключают, $\lg A_b$ заменяют на $\lg A_0$.

Массовую долю фракции (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_i (100 - C)}{\sum_1^n m_i},$$

где m_i — относительная величина объема частиц в выбранном интервале крупности (мкм³);

$\sum_1^n m_i$ — сумма относительных величин объема частиц глинозема для всего измеряемого диапазона 63—0 мкм (мкм³);

C — массовая доля остатка на сите № 0063, %.

5.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 10 % относительных. Если расхождение превышает приведенную величину, определение повторяют.

Результат вычисляют до четырех значащих цифр, округляют и записывают тремя значащими цифрами.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений должны быть оформлены записью в журнале по форме, приведенной в приложении 2.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

1. Наименование глинозема
2. Плотность глинозема
3. Температура суспензии
4. Плотность дисперсионной среды
5. Вязкость дисперсионной среды

Номер навески	Массовая доля навески	Измеряемый интервал крупности, мкм	Время осадения, с	A , %	$\lg A_i$	Разность логарифмов, $\lg A_i - \lg A_{i-1}$	$d_{\text{ср}}$, мкм	m , мкм ³	Массовая доля фракции, %	Погрешность определения

Примечание: A — величина светопропускания, отн. %;
 $d_{\text{ср}}$ — средний диаметр частиц в выбранном диапазоне крупности, мкм;
 m — относительная величина объема частиц глинозема, адсорбирующих световой поток, в выбранном интервале крупности, мкм³.

ПРИМЕР ВЫЧИСЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

1. Определение массовых долей нескольких фракций

Например, необходимо рассчитать массовые доли следующих фракций глинозема (63—20) мкм, (20—10) мкм и (10—0) мкм. Для этого находят логарифмы измеренных значений светопропускания для каждой из трех выбранных фракций.

Допустим, что светопропускание будет соответствовать следующим значениям:

для фракции 63—0 мкм	$A = 36$;
63—20	$A_1 = 60$;
20—10	$A_2 = 64$;
10—0	$A_0 = 72$.

Логарифмы этих величин равны соответственно 1,556; 1,778; 1,805; 1,858.

Рассчитывают разность логарифмов светопропускания для диаметров частиц верхнего и нижнего пределов фракции в выбранном интервале крупности. В данном случае это:

для фракции 63—20 мкм	$\lg A_1 - \lg A = 1,778 - 1,556 = 0,222$;
20—10 мкм	$\lg A_2 - \lg A_1 = 1,805 - 1,778 = 0,027$;
10—0 мкм	$\lg A_0 - \lg A_2 = 1,858 - 1,805 = 0,053$.

Рассчитывают средний диаметр ($d_{\text{ср}}$) для каждой из выбранных фракций: для фракции (63—20) мкм

$$d_{\text{ср}} = \frac{63+20}{2} = 41,5 \text{ мкм}$$

для (10—0) мкм

$$d_{\text{ср}} = \frac{10+0}{2} = 5 \text{ мкм и т. п.}$$

Умножив значение $d_{\text{ср}}$ на соответствующую разность логарифмов, находят относительную массу каждой фракции:

$$m_{63-20} = 41,5 \cdot 0,222 = 9,21; \quad m_{20-10} = 15 \cdot 0,027 = 0,4;$$

$$m_{10-0} = 0,053 \cdot 5 = 0,26.$$

Значение относительных масс суммируют и определяют массовую долю каждой фракции с учетом массовой доли отсева (C).

При $C = 5\%$ массовая доля в процентах для фракции 63—20 мкм составит (формула 3, п. 5.1)

$$X = \frac{9,21(100-5)}{0,4+0,26+9,21} = \frac{9,21 \cdot 95}{9,87} = 88,7\%.$$

Для других фракций производят аналогичный расчет.

2. Определение массовой доли одной фракции

При определении массовой доли одной фракции обязательным является определение показателя светопропускания для глинозема крупностью от 63 мкм до верхнего предела у крупности выбранной фракции. Например, при определении массовой доли фракции (20—0) мкм необходимо измерить значения светопропускания для (63—0) мкм — A , (63—20) мкм — A_1 и (20—0) мкм — A_0 .

Дальнейший расчет производят так, как указано в п. 1.

ПРАВИЛА ОКРУГЛЕНИЯ ЧИСЛОВЫХ ЗНАЧЕНИЙ
(по СТ СЭВ 543—77)

1. Округление числа представляет собой отбрасывание значащих цифр справа до определенного разряда с возможным изменением цифры этого разряда.

Пример. Округление числа 132,48 до четырех значащих цифр будет 132,5.

2. В случае, если первая из отбрасываемых цифр (считая слева направо) меньше 5, то последняя сохраняемая цифра не меняется.

Пример. Округление числа 12,23 до трех значащих цифр дает 12,2.

3. В случае, если первая из отбрасываемых цифр (считая слева направо) равна 5, то последняя сохраняемая цифра увеличивается на единицу.

Пример. Округление числа 0,145 до двух значащих цифр дает 0,15.

Примечание. В тех случаях, когда следует учитывать результаты предыдущих округлений, следует поступать следующим образом:

1) если отбрасываемая цифра получилась в результате предыдущего округления в большую сторону, то последняя сохраняемая цифра сохраняется

Пример. Округление до одной значащей цифры числа 0,15 (полученного после округления числа 0,149) дает 0,1;

2) если отбрасываемая цифра получилась в результате предыдущего округления в меньшую сторону, то последняя оставшаяся цифра увеличивается на единицу (с переходом при необходимости в следующие разряды).

Пример. Округление числа 0,25 (полученного в результате предыдущего округления числа 0,252) дает 0,3.

4. В случае, если первая из отбрасываемых цифр (считая слева направо) больше 5, то последняя сохраняемая цифра увеличивается на единицу.

Пример. Округление числа 0,156 до двух значащих цифр дает 0,16.

5. Округление следует выполнять сразу до желаемого количества значащих цифр, а не по этапам.

Пример. Округление числа 565,46 до трех значащих цифр производится непосредственно на 565.

Округление по этапам привело бы к:

565,46 в I этапе — к 565,5,

а во II этапе — 566 (ошибочно).

6. Целые числа округляют по тем же правилам, как и дробные.

Пример. Округление числа 12 456 до двух значащих цифр дает 12·10³.

(ИУС 2—88)