
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
6912.2—
2025

ГЛИНОЗЕМ

Рентгенодифракционный метод определения альфа-оксида алюминия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия» (Алюминиевая Ассоциация)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 099 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 февраля 2025 г. № 182-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 апреля 2025 г. № 298-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 6912.2—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2025 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 6912.2—93

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ГЛИНОЗЕМ

Рентгенодифракционный метод определения альфа-оксида алюминия

Alumina. X-ray diffraction method for determination of alpha-aluminum oxide

Дата введения — 2025—09—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинозем, полученный прокаливанием гидроксида алюминия без добавления минерализаторов, и устанавливает методику измерений альфа-оксида алюминия рентгенодифракционным методом.

Диапазон измерений альфа-оксида алюминия — от 3 % до 95 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 6613 Сетки проволоочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 25389 Глинозем. Подготовка пробы к испытанию

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб

ГОСТ 34100.3 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Определение значения массовой доли альфа-оксида алюминия в глиноземе выполняют рентгенодифракционным методом, который основан на измерении и сравнении интенсивности аналитической линии дифракционных спектров анализируемой пробы и стандартных образцов.

Аналитическая линия альфа-оксида алюминия соответствует отражению от серии атомных плоскостей в кристаллах с межплоскостным расстоянием $d = 0,174$ нм.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- дифрактометр рентгеновский с трубкой с медным или кобальтовым анодом;
- истиратели любого типа, стаканы или контейнеры, пестики или шары, которые изготовлены из оксида циркония или футерованы термостойким корундом;
- пресс с усилием прессования не менее 160 кН с кольцами для прессования;
- контрольное сито с сеткой номер 02 по ГОСТ 6613;
- стандартные образцы, аттестованные по ГОСТ 8.315;
- борная кислота по ГОСТ 9656;
- кварцевые кюветы;
- стеклянные пластины.

Средства измерения должны быть поверены в установленном порядке.

Допускается применять аналогичные по назначению средства измерений и технические средства, допущенные к применению в установленном порядке, если их характеристики удовлетворяют требованиям, указанным в настоящем стандарте.

5 Подготовка к измерению

5.1 Средства измерения и технические устройства подготавливают к работе в соответствии с требованиями инструкций по их эксплуатации.

5.2 Отбор и предварительная подготовка проб проводятся согласно ГОСТ 27798 и ГОСТ 25389.

5.3 Изготовление излучателей

5.3.1 Для подготовки излучателей пробу глинозема измельчают. Время измельчения выбирают в зависимости от типа размольной аппаратуры и физических свойств глинозема. Измельченный материал должен проходить через контрольное сито с сеткой номер 02 по ГОСТ 6613. Излучатели возможно изготовить двумя способами:

- способ 1: из измельченного материала прессуют таблетку-излучатель. Для прессования таблетки-излучателя помещают в прессформу пресса стальное кольцо и насыпают слой борной кислоты толщиной 2—4 мм, тщательно разравнивают, сверху насыпают слой пробы толщиной 2—4 мм. Приготовление таблетки-излучателя проводят при усилии прессования 160 кН. Верхняя поверхность таблетки-излучателя должна быть на одном уровне с краями стального кольца для исключения искажений при съемке образца на дифрактометре;
- способ 2: измельченный материал помещают в кварцевую кювету. Глинозем в кювете уплотняют стеклянной пластиной, излишки срезают краем этой пластины, не заглаживая поверхность препарата во избежание образования текстуры.

5.3.2 Для измерения готовят два излучателя.

5.4 Расчет коэффициентов уравнения линейной регрессии при определении альфа-оксида алюминия в глиноземе

5.4.1 Для расчета коэффициентов уравнения линейной регрессии используют не менее пяти стандартных образцов глинозема с содержанием альфа-оксида алюминия в начале, середине и конце диапазона измерений. Изготовление излучателей из проб материала стандартных образцов проводят по 5.3.

5.4.2 Излучатели стандартных образцов устанавливают в дифрактометр и измеряют интенсивность аналитической линии дифракционного спектра.

Измерения при регистрации линии 0,174 нм проводят в диапазоне углов 2θ , равном 52° — $53,5^{\circ}$ для рентгеновской трубки с медным анодом, и 60° — 63° для рентгеновской трубки с кобальтовым анодом с шагом сканирования $0,01^{\circ}$; измерения при регистрации линии 0,160 нм проводят в диапазоне углов 2θ , равном 54° — 60° для рентгеновской трубки с медным анодом и 64° — 70° для рентгеновской трубки с кобальтовым анодом с шагом сканирования $0,01^{\circ}$.

Значение интенсивности аналитической линии дифракционного спектра I_x , вычисляют по формуле

$$I_x = I_{\max} - I_{\text{ф}}, \quad (1)$$

где $I_{\max}$ — максимальная интенсивность в диапазоне 52° — $53,5^\circ$ для линии 0,174 нм, 54° — 60° для линии 0,160 нм (при использовании для рентгеновской трубки с медным анодом) и 60° — 63° для линии 0,174 нм, 64° — 70° для линии 0,160 нм (при использовании для рентгеновской трубки с кобальтовым анодом);

$I_{\text{ф}}$ — интенсивность фона, измеренная в точке $52,2^\circ$ для линии 0,174 нм, в точке $57,70^\circ$ для линии 0,160 нм (при использовании для рентгеновской трубки с медным анодом) и в точке $60,2^\circ$ для линии 0,174 нм, в точке $67,8^\circ$ для линии 0,160 нм (при использовании для рентгеновской трубки с кобальтовым анодом).

Коэффициенты уравнения линейной регрессии a_0 и a_1 рассчитывают, используя измеренные значения интенсивности и аттестованные значения массовой доли альфа-оксида алюминия $C_x, \%$, в пробах стандартных образцов, по формуле

$$C_x = a_0 + a_1 \cdot I_x. \quad (2)$$

6 Проведение измерения

6.1 Излучатель с пробой анализируемого глинозема, подготовленной по 5.3 устанавливают в дифрактометр и проводят измерения в условиях повторяемости измерения интенсивности аналитической линии дифракционного спектра от пробы глинозема, которая соответствует отражению от серии атомных плоскостей в кристаллах с межплоскостным расстоянием $d = 0,174$ нм.

Измеренные интенсивности с помощью программного обеспечения дифрактометра автоматически пересчитываются по 5.4.2 в массовую долю альфа-оксида алюминия в глиноземе в процентах.

Результаты измерений отображаются на экране монитора.

6.2 Допускается применять прямой способ внешнего стандарта с использованием одного стандартного образца. В этом случае вместе с излучателем анализируемой пробы глинозема по 6.1 в дифрактометр устанавливают излучатель стандартного образца и проводят измерения в условиях повторяемости измерения интенсивностей аналитической линии дифракционного спектра от стандартного образца и анализируемой пробы. Аналитическая линия дифракционного спектра, соответствует отражению от серии атомных плоскостей в кристаллах с межплоскостным расстоянием $d = 0,174$ нм.

Массовую долю альфа-оксида алюминия в глиноземе $C_x, \%$, вычисляют по формуле

$$C_x = C_{\text{со}} \cdot \frac{I_x}{I_{\text{со}}}, \quad (3)$$

где $C_{\text{со}}$ — массовая доля альфа-оксида алюминия в стандартном образце, %;

I_x — интенсивность аналитической линии дифракционного спектра в анализируемой пробе;

$I_{\text{со}}$ — интенсивность аналитической линии дифракционного спектра в стандартном образце.

При использовании одного стандартного образца для определения массовой доли альфа-оксида алюминия в глиноземе аттестованное значение альфа-оксида алюминия в стандартном образце должно быть близко к значению массовой доли альфа-оксида алюминия в анализируемой пробе.

7 Обработка результатов

При обработке результатов измерений массовой доли альфа-оксида алюминия в глиноземе за результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, рассчитываемое по формуле

$$\bar{X} = \frac{x_1 + x_2}{2}, \quad (4)$$

для которых выполняется условие

$$|x_1 - x_2| \leq r, \quad (5)$$

где r — предел повторяемости.

При невыполнении условия согласно формуле (5), подготавливают еще две таблетки-излучателя или кварцевую кювету с пробой по 5.2 и выполняют измерения в соответствии с разделом 6.

Если

$$|x_{\max} - x_{\min}| \leq CR_{0,95}(4), \quad (6)$$

то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех измерений $\bar{X}_4$, вычисляемое по формуле

$$\bar{X}_4 = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4}{4}. \quad (7)$$

Значения r и $CR_{0,95}(4)$ приведены в таблице 1.

Если условие формулы (6) не выполняется, то в качестве окончательного результата принимают медиану результатов четырех измерений. Для этого результаты измерений упорядочивают по возрастанию $x_1^* < x_2^* < x_3^* < x_4^*$ и рассчитывают значение медианы $\bar{X}_{Med}(4)$ по формуле

$$\bar{X}_{Med(4)} = \frac{x_2^* + x_3^*}{2}. \quad (8)$$

Т а б л и ц а 1 — Значения пределов повторяемости и критических диапазонов ($P = 0,95$)

Диапазон измерений, массовая доля, %	Предел повторяемости для двух измерений r	Критический диапазон для четырех измерений $CR_{0,95}(4)$
От 3 до 50 включ.	1,4	1,8
Св. 50 до 95 включ.	2,2	2,9

Числовое значение результата измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в следующем виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta) \%, \quad (9)$$

где Δ — границы, в которых погрешность результата измерений находится при $P = 0,95$.

Значения погрешности приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Диапазон измерений, показатели точности измерений

Материал	Определяемый компонент	Диапазон измерений, массовая доля, %	Показатели прецизионности		Границы, в которых погрешность результата измерений находится при $P = 0,95, \pm \Delta^*$
			Среднее квадратическое отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, σ_r	Среднее квадратическое отклонение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности, σ_R	
Глинозем	Альфа-оксид алюминия	От 3 до 50 включ.	0,5	1,0	2,2
		Св. 50 до 95 включ.	0,8	1,6	3,5

* Соответствует расширенной неопределенности измерений U при коэффициенте охвата $k = 2$ по ГОСТ 34100.3.

УДК 622.349:006.354

МКС 71.100.10
73.060.40

Ключевые слова: глинозем, альфа-оксид алюминия, метод измерения, состав

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 16.04.2025. Подписано в печать 22.04.2025. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru