



中华人民共和国国家标准

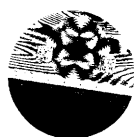
GB/T 6609.32—2009

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Part 32: Determination of α -alumina content by X-ray diffraction

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法
第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定
X-射线衍射法
GB/T 6609.32—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号：155066·1-37804 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

前 言

GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 37 部分：

- 第 1 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素含量；
- 第 2 部分：300 °C 和 1 000 °C 质量损失的测定；
- 第 3 部分：钼蓝光度法测定二氧化硅含量；
- 第 4 部分：邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量；
- 第 5 部分：氧化钠含量的测定；
- 第 6 部分：火焰光度法测定氧化钾含量；
- 第 7 部分：二安替吡啉甲烷光度法测定二氧化钛含量；
- 第 8 部分：二苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬含量；
- 第 9 部分：新亚铜灵光度法测定氧化铜含量；
- 第 10 部分：苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量；
- 第 11 部分：火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锌含量；
- 第 13 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 14 部分：镧-茜素络合酮分光光度法测定氟含量；
- 第 15 部分：硫氰酸铁光度法测定氯含量；
- 第 16 部分：姜黄素分光光度法测定三氧化二硼含量；
- 第 17 部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 18 部分：N,N - 二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量；
- 第 19 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量；
- 第 20 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量；
- 第 21 部分：丁基罗丹明 B 分光光度法测定三氧化二镓含量；
- 第 22 部分：取样；
- 第 23 部分：试样的制备和贮存；
- 第 24 部分：安息角的测定；
- 第 25 部分：松装密度的测定；
- 第 26 部分：有效密度的测定 比重瓶法；
- 第 27 部分：粒度分析 筛分法；
- 第 28 部分：小于 60 μm 的细粉末粒度分布的测定 湿筛法；
- 第 29 部分：吸附指数的测定；
- 第 30 部分：X 射线荧光光谱法测定微量元素含量；
- 第 31 部分：流动角的测定；
- 第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；
- 第 33 部分：磨损指数的测定；
- 第 34 部分：三氧化二铝含量的计算方法；
- 第 35 部分：比表面积测定 氮吸附法；
- 第 36 部分：流动时间的测定；
- 第 37 部分：粒度小于 20 μm 颗粒含量的测定。

本部分为 GB/T 6609 的第 32 部分。

本部分修改采用 AS 2879.3—1991《氧化铝 第 3 部分 X-射线衍射法测定 α - Al_2O_3 含量》。

本部分修改采用 AS 2879.3—1991 时,删除了其前言、目录、引用文件以及表 1 的首列。

为方便对照,在附录 A 中列出了本部分的章条和对应的 AS 2879.3—1991 章条的对照表。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人:郭永恒、李波、褚丙武、赵广开。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定

X-射线衍射法

1 范围

GB/T 6609 的本部分规定了用 X-射线衍射法测定氧化铝中 α - Al_2O_3 含量。
本部分适用于氧化铝中 α - Al_2O_3 含量的测定。测定范围： $\leq 50\%$ 。

2 方法原理

分别测定试样和含量为 100% 的 α - Al_2O_3 标准样品的 (012) (d 值为 3.48\AA) 晶面的衍射峰的面积。计算试样及标准样品的 (012) 晶面的衍射峰的净面积之比,从而得到试样中 α - Al_2O_3 的含量。

注: (012) 晶面不与其他相态氧化铝的衍射峰重叠。

3 试剂

3.1 在测定过程中,如无特殊要求,只使用分析纯试剂和蒸馏水。

3.2 氧化铝:冶金级。

注:用于制备 α - Al_2O_3 含量为 100% 标准样品的氧化铝,该氧化铝的类型可能影响测量衍射峰的强度。不同级别的冶金级氧化铝的衍射峰强度也可能不同。

3.3 盐酸($\rho_{20\text{℃}} = 1.16\text{ g/mL} \sim 1.18\text{ g/mL}$)。

3.4 盐酸(10%):将 312 mL 的盐酸(3.3)注入 1 L 的烧瓶中,加水至 1 L,混匀。

3.5 α - Al_2O_3 含量为 100% 的标准样品制备如下:

3.5.1 称取约 100 g 氧化铝(3.2),放入 600 mL 的烧杯中,加 250 mL 的盐酸(3.4)。用电磁搅拌器在常温下搅拌 3 h,用滤纸过滤,用水洗涤滤纸和残余物,完全除去盐酸。

注:冲洗除去氧化钠和其他杂质。这些杂质在煅烧过程中会减弱 α 相,可能生成 β - Al_2O_3 。

3.5.2 将洗好的氧化铝在烘箱中于 $105\text{℃} \pm 5\text{℃}$ 干燥 2 h。将烘干后的氧化铝置于铂金皿中,在高温炉中升温至 1300℃ ,在 1300℃ 下灼烧至少 24 h。取出,放置在干燥器中,冷却至室温。

4 仪器

4.1 X-射线衍射仪。

4.2 高温炉:可以控制在 $1300\text{℃} \pm 50\text{℃}$ 。

5 试样的制备

用采集槽或旋转缩分器取 50 g 测试样品,仔细清扫,防止细颗粒的样品损失。测试样品前要混和均匀。

6 步骤

6.1 测定次数

对同一试样应独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 试样制备

取部分试样进行研磨,试样和标准样品粒度要研磨至小于 $45\text{ }\mu\text{m}$ 。试样和标准样品都要有平行样,

以备重新取样。

注：研磨测试样品和标准样品的工具要相同，避免由于粒度的影响导致的强度的变化。

6.3 测定

选择 X-射线衍射仪合适的测试条件，测定试样(012)晶面衍射峰的面积和本底面积。对于 CuK α 线，(012)晶面的 2θ 角为 25.58° 。每个样品记录一张衍射图。测定顺序表述如下：

6.3.1 有一个试样测定顺序为：标样(1)，T1(1)，T1(2)，标样(2)。

这里：

T n (1)——第 n 个试样的第一次测定， $n=1, 2, 3, \dots$

T n (2)——第 n 个试样的第二次测定， $n=1, 2, 3, \dots$

6.3.2 有两个试样测定顺序为：标样(1)，T1(1)，T2(1)，标样(2)，T1(2)，T2(2)，标样(3)。

6.3.3 有三个试样测定顺序为：标样(1)，T1(1)，T2(1)，T3(1)，标样(2)，T1(2)，T2(2)，T3(2)，标样(3)。

6.3.4 有四、五个试样时，平行样不能连续测定，中间必须测定标准样品，并且间隔不能超过 4 个试样。

7 测定结果的计算

按式(1)计算衍射峰的净积分强度：

$$I_{\text{net}} = I_t - I_b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

I_t ——衍射峰的面积；

I_b ——衍射峰本底面积。

按式(2)计算衍射峰的平均积分强度：

$$I_{\text{net,av}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{net}}}{n} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

n ——试样测试的次数。

按式(3)计算衍射峰的各测试部分的面积比值：

$$I_r = \frac{I_{\text{net}}(\text{试样})}{I_{\text{net,av}}(\text{标准样品})} \quad \dots\dots\dots(3)$$

按式(4)计算每一测试部分 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的百分含量($w \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)：

$$w(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)(\%) = I_r \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

用平均值表示测定结果，结果用整数表示。

8 精密度

每个测试人员完成了 7 个测试样品中的 4 个样品。从测试结果计算出 95% 的置信度(见表 1)。

表 1

| $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的平均含量/% | 重现性 r | 再现性 R |
|--|---------|---------|
| 4 | 0.5 | 0.6 |
| 5 | 0.5 | 0.6 |
| 7 | 0.3 | 0.7 |
| 15 | 0.6 | 1.1 |
| 17 | 1.3 | 1.5 |
| 27 | 1.6 | 2.4 |
| 42 | 2.9 | 3.5 |

根据这些数据,表 2 给出了预期的精度。

表 2

| $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 含量的平均值/% | r | R |
|---|-------|--------|
| ≤ 10 | 0.7 | 1.0 |
| > 10 | 8%平均值 | 10%平均值 |

9 检验报告

检验报告包括下面的内容:

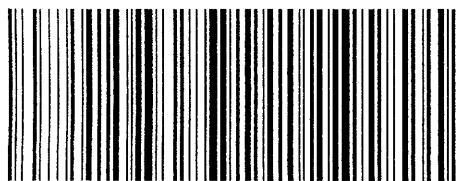
- a) 样品名称;
- b) 取样日期;
- c) 检测完成的日期;
- d) 测试样品 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的含量,用%表示;
- e) 如果用了标准样品,标出其名称;
- f) 从已计算的平均数得到可以接受的结果的个数;
- g) 测试过程中发现的可能影响结果的异常现象;
- h) 本部分编号。

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 AS 2879.3—1991 章条编号对照表

表 A.1

| 本部分章条编号 | 对应的标准章条编号 |
|---------|-----------|
| 1 | 1 |
| 2 | 3 |
| 3 | 4 |
| 4 | 5 |
| 5 | 6 |
| 6 | 7 |
| 7 | 8 |
| 8 | 9 |
| 9 | 10 |
| 附录 A | — |



GB/T 6609.32-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37804

定价: 14.00 元

打印日期: 2010年2月26日