

МАТЕРИАЛЫ ШЛИФОВАЛЬНЫЕ

ИЗ ЭЛЕКТРОКОРУНДА

ГОСТ 28654—90

МАТЕРИАЛЫ ШЛИФОВАЛЬНЫЕ
ИЗ ЭЛЕКТРОКОРУНДА

Методы определения химического состава
Abrasive grains from aluminium oxide.
Test methods of chemical composition

ГОСТ
28654—90

ОКСТУ й909

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт распространяется на шлифовальные материалы из нормального и белого электрокорунда.

1. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД

1.1. Нормы точности измерений

Пределы допускаемых значений погрешности измерения A_g массовых долей оксидов при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовые доли, % | | | |
|--------------------|--------------------------------|--------------------|------------|
| Вид электрокорунда | Определяемый компонент | Диапазон измерений | Δg |
| Нормальный | TiO ₂ | До 1,5 | ±0,1 |
| | | От 1,5 до 3,5 | ±0,2 |
| | Fe ₂ O ₃ | До 0,5 | ±0,08 |
| | | От 0,5 до 1,5 | ±0,15 |
| Белый | CaO | До 0,5 | ±0,06 |
| | | От 0,5 до 1,5 | ±0,1 |
| | Fe ₂ O ₃ | До 0,1 | ±0,008 |
| | » 0,6 | ±0,05 | |
| | SiO ₂ | | ±0,080* |
| | Na ₂ O | » 0,6 | ±0,06 |

* Для микрошлифпорошков зернистостью М5.

1.2. Метод измерений

Метод количественного спектрального анализа основан на определении массовой доли компонентов в анализируемых пробах по почернению спектральных линий элементов с использованием фотографической регистрации спектров и градуировочных графиков.

Спектральный анализ проводят по методу «постоянного градуировочного графика с контрольным эталоном».

1.3. Средства измерений, аппаратура, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, аппаратура, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- спектрограф кварцевый средней дисперсии с трехлинзовой системой освещения ИСП-30;
- спектропроектор СПП-2;
- микрофотометр фотоэлектрический нерегистрирующий типов ИФО-460, МФ-2 или микроденситометр МД-100 фирмы Карл Цейс;
- генератор дуги переменного тока типа ИВС-28 или ДГ-2;
- весы лабораторные 4-го класса — по ГОСТ 24104 типа ВЛК-500 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Примечание. Допускается применение приборов аналогичного типа; стандартные образцы состава для каждого вида и марок шлифматериалов электрокорунда (комплекты), используемые для построения градуировочных графиков при проведении измерений — по приложению 1;

- штатив, с помощью которого обеспечивается прямолинейное равномерное движение нижнего электрода в плоскости каретки;
- электроды (стержня и пластины) из электролитической меди марок М-0 или М-1 — по приложению 2;
- фотопластинки спектрографические типов ЭС, I и И;
- покачизагель кювет механический;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный группы Э со шкалой от 0 до 55°С с ценой деления 0,5°С — по ГОСТ 28498;
- секундомер типа СОП — по ГОСТ 5072;
- проявитель в фиксаж составов по приложению 3;
- спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300;
- льняная отбеленная или марля;
- медные или стеклянные пластины.

1.4. Требования безопасности, к квалификации оператора, условия выполнения измерений

1.4.1. При выполнении измерений должны быть соблюдены требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004; общих санитарно-гигиенических требований — по ГОСТ 12.1.005; безопасности труда — по ГОСТ 112.1.007; электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019.

1.4.2. К выполнению измерений могут быть допущены лица, ознакомленные с правилами техники безопасности, прошедшие необходимое практическое обучение.

1.4.3. Измерения должны производиться при соблюдении следующих условий:

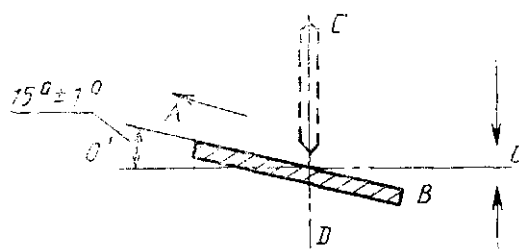
| | |
|---|----------------------------|
| температуре воздуха в помещении | $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ |
| относительной влажности | 60—80% |
| атмосферном давлении | 920—1040 гПа |

Для контроля условий выполнения измерений применяют:
 термометр ртутный стеклянный лабораторный — по ГОСТ 28498 группы Э со шкалой от $\langle \rangle$ до 55°C с ценой деления $0,5^\circ\text{C}$;
 психрометр универсальный ПБУ-1 м;
 барометр любого типа со шкалой 90—1080 гПа и ценой деления не ниже 2 гПа.

1.5. Подготовка к выполнению измерения

Для выполнения измерений должны быть проведены работы по подготовке аппаратуры и средств измерений, построению постоянных градуировочных графиков, отбору и подготовке пробы.

Взаимное расположение электродов



$O'O''$ — оптическая ось спектрографа;
 АВ — плоскость каретки с нижним электродом;
 CD — ось верхнего электрода

Черт. 1

1.5.1. Подготовка к работе аппаратуры, средств измерений проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на них.

1.5.2. Перед анализом рабочие поверхности электродов протирают спиртом. Норматив расхода спирта — $0,001 \text{ дм}^3$ на один полученный спектр.

1.5.3. Проверку правильности взаимного расположения электродов проводят в соответствии с черт. 1.

1.5.4. Постоянные градуировочные графики строят в координатах (S или ΔS ; $\lg C$), где S — абсолютное почернение спект-

С. 4 ГОСТ 28654—90

ральной линии, AS — разность почернений аналитической линии и линии сравнения, C — массовая доля определяемого компонента.

1.5.5. Постоянные градуировочные графики для каждого вида электрокорунда строят с использованием комплекта стандартных образцов.

1.5.6. Для построения постоянных градуировочных графиков спектры всех стандартных образцов фотографируют не менее чем на пяти фотопластинках с одним номером эмульсии, причем на каждой фотопластинке фотографируют не менее трех спектров каждого образца.

1.5.7. При переходе на фотопластинки с другим номером эмульсии строят новые постоянные градуировочные графики для всех определяемых компонентов.

1.5.8. Постоянные градуировочные графики для всех определяемых компонентов строят заново не реже одного раза в год.

1.5.9. Отбор и сокращение средней пробы для проведения измерения производят по ГОСТ 3647.

1.5.10. Масса средней пробы для испытаний должна быть не менее 20 г.

1.5.11. От полученной по пп. 1.5.9 и 1.5.10 пробы методом квартования отбирают навеску материала массой 7—10 г (для механического измельчения) и 1—3 г (для измельчения вручную).

Остаток пробы сохраняют для зачистки термостойких стаканов или ступки и на случай необходимости повторного анализа.

1.5.12. Измельчение навески производят любым способом, указанным в приложении 4.

Навески микрошлифпорошков зернистостями М40—М1 не измельчают. Навески микрошлифпорошков зернистостями М63, М50 просеивают на контрольном сите с сеткой № 005 — по ГОСТ 6613. При массовой доле зерен, задерживающихся на сите с сеткой в количестве менее 5%, микрошлифпорошки зернистостями М63, М50 также не измельчают. В противном случае производят доизмельчение материала, задержавшегося на сите.

1.6. Выполнение измерений

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие режимы и проделаны следующие операции по пп. 1.6.1—1.6.10:

| | |
|--|-----------------|
| межэлектродный промежуток | 2,0—2,5 мм |
| номинальное значение силы тока дуги для всех материалов | 3,0 А |
| скорость перемещения электрода с навеской для всех материалов, | 1,7—1,9 мм/с |
| продолжительность предварительного обжига верхнего электрода | от 3 до 5 с |
| ширина щели спектрографа, | от 10 до 13 ыкм |

1.6.1. Навеску материала укладывают тонким равномерным слоем на нижний электрод. Разравнивание слоя материала осуществляют закругленным краем медной или стеклянной пластинки.

1.6.2. Нижний электрод с уложенным материалом помещают на каретку штатива под закрепленным верхним электродом и устанавливают требуемый межэлектродный промежуток.

1.6.3. Перед началом каждой экспозиции производят предварительный обжиг верхнего электрода в разряде при неподвижном или движущемся нижнем электроде с пробой и устанавливают силу тока.

1.6.4. Экспозицию спектров осуществляют при поступательном равномерном введении тонкого слоя анализируемого материала в зону электрического разряда на прямолинейно движущемся нижнем электроде.

1.6.5. Для каждой навески материала на одной фотопластинке получают по две серии спектров или на двух фотопластинках по одной серии спектров.

Каждая серия спектров состоит из трех спектров испытуемого материала и трех спектров стандартного образца.

Для микрошлифпорошков зернистостью М40 и мельче каждая серия состоит из трех спектров анализируемого материала и трех спектров стандартного образца той же зернистости, что и анализируемый микрошлифпорошок.

Для получения каждого спектра используют новый верхний электрод.

1.6.6. Спектры анализируемого материала фотографируют на фотопластинках той же чувствительности и с тем же номером эмульсии, что и спектры стандартных образцов для построения постоянных градуировочных графиков.

1.6.7. Фотопластинки с экспонированными спектрами проявляют при температуре $(21 \pm 1)^\circ\text{C}$, смывают проявитель в проточной воде, фиксируют не менее 3 мин, тщательно промывают в проточной воде и сушат.

1.6.8. Аналитические линии и линии сравнения, рекомендуемые для выполнения измерений шлифматериалов из нормального электрокорунда приведены в табл. 2, из белого электрокорунда — в табл. 3.

1.6.9. Почернение спектральных линий элементов компонентов и линий сравнения измеряют на микрофотометре при ширине щели 0,2 мм.

1.6.10. Из указанных в табл. 2 и 3 аналитических линий и линий сравнения для определения массовых долей компонентов используют только те линии, почернение которых находится в диапазоне, соответствующем прямолинейному участку характери-

ческой кривой почернений данной фотоэмульсии используемых фотопластинок для данной области спектра.

Таблица 2

| Определяемый компонент | Диапазон измерений массовых долей, % | Используемые спектральные линии, нм | | Координаты градуировочных графиков | |
|--------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|-----------|--|----------|
| | | аналитические | сравнения | ордината | абсцисса |
| Fe ₂ O ₃ | 0,1—0,5 | Fe 302,0 | Al 308,2 | $\Delta S \frac{Fe\ 302,0}{Al\ 308,2}$ | lg C |
| | 0,5—1,5 | Fe 304,7 | | $\Delta S \frac{Fe\ 304,7}{Al\ 308,2}$ | |
| TiO ₂ | 0,5—1,0 | Ti 307,8 | Al 308,2 | $\Delta S \frac{Ti\ 307,8}{Al\ 308,2}$ | lg C |
| | 1,0—3,0 | Ti 307,3 | | $\Delta S \frac{Ti\ 307,3}{Al\ 308,2}$ | |
| CaO | 0,05—0,50 | Ca 393,3 | Al 308,2 | $\Delta S \frac{Ca\ 393,3}{Al\ 308,2}$ | lg C |
| | 0,5—1,5 | Ca 422,6 | | $\Delta S \frac{Ca\ 422,6}{Al\ 308,2}$ | |

Примечания:

1. S — абсолютное почернение спектральной линии;
 ΔS — разность почернений аналитической линии и линии сравнения; C — массовая доля определяемого компонента.

2. Экспозиция при возбуждении спектров, чувствительность и тип фотопластинок должны обеспечить для линии сравнения Al 308,2 нм почернение в пределах 1,4—1,8.

Таблица 3

| Оксид | Диапазон измерений массовых долей, % | Используемые спектральные линии, нм | | Координаты градуировочных графиков | |
|--------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|-----------|--|----------|
| | | аналитические | сравнения | ордината | абсцисса |
| Fe ₂ O ₃ | 0,01—0,10 | Fe 302,0 | Al 265,2 | $\Delta S \frac{Fe\ 302,0}{Al\ 265,2}$ | lg C |
| SiO ₂ | 0,02—0,10 | Si 251,6 | — | 251,6 | lg C |
| | 0,10—0,40 Св. 0,40 | Si 251,4 Si 243,5 | | 251,4 243,5 | |
| Na ₂ O | 0,10—0,60 | Na 330,2 | — | 330,2 | lg C |

Примечание. В качестве линии сравнения допускается использовать линию Al 257,5 нм.

для навески анализируемого материала:

$$\bar{S}_k' = \frac{\sum_{i=1}^3 S'_{ik}}{3} \quad (\text{первая серия спектров});$$

$$\bar{S}_k'' = \frac{\sum_{i=1}^3 S''_{ik}}{3} \quad (\text{вторая серия спектров}).$$

Аналогичным образом вычисляют $\Delta\bar{S}$.

1.7. Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений выполняют по следующей схеме:

1.7.1. Вычисляют средние значения абсолютных (\bar{S}) или относительных ($\Delta\bar{S}$) почернений соответствующих спектральных линий в спектрах стандартного образца и навески анализируемого материала по формулам:

для стандартного образца на одной фотопластинке

$$S_{co} = \frac{\sum_{i=1}^3 S_{ico}}{3} \quad (\text{одна серия спектров})$$

$$S_{co} = \frac{\sum_{i=1}^6 S_{ico}}{6} \quad (\text{две серии спектров}),$$

где S_i — абсолютное почернение спектральной линии в каждом спектре.

1.7.2. Для каждой фотопластинки через точку, соответствующую координатам стандартного образца (\bar{S}_{co} , $\Delta\bar{S}_{co}$; $\lg C_{co}$), проводят прямую, параллельную постоянному градуировочному графику — рабочий график. Для каждого определяемого компонента проводят свой рабочий график.

1.7.3. Массовую долю (C_k) каждого компонента определяют по соответствующему рабочему графику следующим образом:

по \bar{S}'_k (или $\Delta\bar{S}'_k$) находят C'_k ,

по \bar{S}''_k (или $\Delta\bar{S}''_k$) находят C''_k ,

если $|C'_k - C''_k| \leq d_g$,

где d_g — размах результатов параллельных определений.

$$\text{то } C_k = \frac{C'_k + C''_k}{2}.$$

1.7.4. Если $|C'_k - C''_k| > d_g$, то оба определения считаются промахом и отбрасываются. Измерения повторяют.

1.8. Контроль точности измерений

Размах результатов параллельных определений (d_g) не должен превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовые доли, % | | | |
|--------------------|--------------------------------|-------------------------|----------------|
| Вид электрокорунда | Определяемый компонент | Диапазон измерений | d_g |
| Нормальный | TiO ₂ | До 1,5 От 1,5 до 3,5 | 0,05 0,1 |
| | Fe ₂ O ₃ | До 0,5 От 0,5 до 1,5 | 0,05 0,10 |
| | CaO | До 0,5 От 0,5 до 1,5 | 0,03 0,06 |
| Белый | Fe ₂ O ₃ | До 0,1 | 0,006 |
| | SiO ₂ | До 0,6 | 0,025 0,06* |
| | Na ₂ O | До 0,6 | 0,04 |

* Для микрошлифпорошков зернистостью М5.

2. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

2.1. Нормы точности измерений

Пределы ($\pm \Delta g$) допускаемых значений погрешности измерений массовых долей оксидов при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

| Массовые доли, % | | | |
|--------------------------------|---|--------------------|------------|
| Определяемый компонент | Метод определения | Диапазон измерений | d_g |
| SiO ₂ | Фотоколориметрический молибдатный | До 0,25 | $\pm 0,05$ |
| | | Св. 0,25 до 0,60 | $\pm 0,08$ |
| Fe ₂ O ₃ | Фотоколориметрический <i>o</i> -фенантролиновый | До 0,05 | $\pm 0,01$ |
| | | Св. 0,05 до 0,24 | $\pm 0,03$ |
| | | > 0,24 > 0,60 | $\pm 0,04$ |
| | | > 0,60 > 1,5 | $\pm 0,05$ |

Продолжение табл. 5

| Определяемый компонент | Метод определения | Диапазон измерений | d_g |
|--------------------------------|--|--------------------|-------|
| Fe ₂ O ₃ | Фотоколориметрический сульфосалицилатный | Св. 0,20 до 1,25 | ±0,05 |
| | | » 1,25 | ±0,08 |
| TiO ₂ | Фотоколориметрический пероксидный | До 1,00 | ±0,05 |
| | | Св. 1,00 до 3,5 | ±0,09 |
| CaO | Объемный комплексометрический | Св. 0,10 до 1,5 | ±0,04 |
| Na ₂ O | Пламенно-фотометрический | До 0,60 | ±0,02 |
| | Объемный алкалиметрический | Св. 0,20 | ±0,04 |

2.2. Общие требования к методам

2.2.1. Химический анализ шлифматериалов из электрокорунда проводят на средних пробах, отобранных и подготовленных в соответствии с пп. 1.5.9—11.5.12 стандарта и приложением 4. Масса измельченной средней пробы должна быть не менее 3—5 г.

Все определения производят из навесок, высушенных до постоянной массы при температуре 105—110 °С.

2.2.2. Взвешивание навесок анализируемых проб, остатков после высушивания и прокаливания, а также материалов, используемых для приготовления стандартных растворов, производят на лабораторных весах 2-го класса — по ГОСТ 24104 типа ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Навеску для приготовления смесей сплавления и их растворов взвешивают на лабораторных весах 3-го класса по ГОСТ 24104 типа ВЛР-1 кг с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Взвешивание производят при температуре окружающего воздуха (20±2) °С и относительной влажности 60—80%. Перепад температур в помещении не должен превышать 2—3 °С за сутки.

2.2.3. При выполнении анализов должны применяться:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа (для фотоколориметрических методов анализа);

лабораторная стеклянная посуда (стаканы, колбы, воронки и т. п.) — по ГОСТ 23932;

лабораторная измерительная посуда 2-го класса (пипетки, бюретки, мерные колбы) — по ГОСТ 1770 и ГОСТ 20292;

платиновая посуда (тигли, чашки) — по ГОСТ 6563;

беззольные фильтры;

С. 10 ГОСТ 28654—90

сушильный шкаф, электроплитки — по ГОСТ 14919;
электропечи сопротивления, обеспечивающие температуру нагрева до 1000—1200 °С;

часы любого типа с ценой деления, равной одной минуте (для контроля продолжительности операций по ходу анализа);

реактивы квалификации не ниже ч. д. а.;

дистиллированная вода — по ГОСТ 6709;

водные растворы реактивов, предварительно отфильтрованные через фильтры «красная» или «белая лента».

2.2.4. Требования безопасности, к квалификации исполнителей, условия выполнения анализов — по п. 1.4.

2.2.5. Разбавление кислот обозначают отношением 1:1; 1:2 и т. д., первые цифры которого обозначают объемные части концентрированной кислоты, а вторые — объемные части воды.

2.2.6. Выражение «горячая вода» (или раствор) означает, что жидкость имеет температуру 70—80 °С, а «теплая вода» (или раствор) — 40—50 °С. В других случаях температура воды (раствора) должна быть указана в разделах стандарта на соответствующие методы анализа.

2.2.7. Смеси для сплавления растирают в фарфоровой ступке с неповрежденной поверхностью и хранят в плотно закрывающейся полиэтиленовой посуде.

2.2.8. Массовую долю каждого компонента в пробе определяют анализом двух навесок с проведением не менее двух контрольных опытов со всеми применяемыми по ходу анализа реактивами для внесения в результаты измерения соответствующей поправки.

За результат химического анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений с учетом среднего результата контрольных опытов.

2.2.9. Концентрацию растворов выражают:

массовой долей, % (масса вещества в 100 г раствора);

массовой концентрацией вещества, г/см³ (титр раствора);

молярной концентрацией, моль/см³.

2.2.10. Титр растворов должен устанавливаться по среднему результату не менее чем трех определений, выполненных по отдельным навескам исходного вещества высокой чистоты, с двумя контрольными опытами.

Расчет титров производят до четвертой значащей цифры.

2.2.11. При использовании фотоколориметрических методов анализа, основанных на измерении оптической плотности окрашенных растворов, аликвотную часть раствора и размер кюветы выбирают таким образом, чтобы измерения проводились в оптимальной области оптических плотностей для соответствующего окрашенного соединения и данного прибора.

Градуировочный график, с помощью которого находят массовую долю определяемых компонентов, строят по точкам, каждая

из которых должна быть средним арифметическим результатом трех параллельных определений оптической плотности разбавленного до определенной концентрации стандартного раствора.

Градуировочный график строят в прямоугольных координатах, причем по оси абсцисс откладывают массы определяемого компонента в фотометрируемом объеме в граммах, а по оси ординат — соответствующие показания прибора. При постоянных условиях анализа (постоянная масса навески, одинаковые общие объемы анализируемого раствора и объемы его аликвотной части, взятые для фотометрирования, одна и та же концентрация стандартного раствора) на ось абсцисс могут быть нанесены непосредственно массовые доли определяемого компонента.

Проверку градуировочных графиков проводят по стандартным растворам с установленными массовыми долями определяемого компонента периодически (не реже одного раза в квартал), а также при смене осветителя или светофильтров фотоэлектрориметра.

2.3. Фотоколориметрический молибдатный метод определения массовой доли диоксида кремния

2.3.1. Метод измерений

Метод основан на образовании ионами кремния при рН 0,70—1,20 с молибденовокислым аммонием желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты, которую затем восстанавливают до кремнемолибденовой сини. В качестве восстановителя применяют смесь лимонной и аскорбиновой кислот.

2.3.2. Средства измерений, аппаратура, вспомогательные устройства, реактивы, растворы и материалы

При выполнении измерений должны быть применены средства измерений, аппаратура, вспомогательные устройства, реактивы, растворы и материалы по п. 2.2.3, п. 1.2 приложения 5.

Раствор тройной смеси в соляной кислоте: 10 г тройной смеси (смесь равных по массе частей безводных углекислых калия и натрия с безводным тетраборнокислым натрием) сплавляют в платиновом тигле до получения жидкого сплава; сплав растворяют в воде, добавив в нее 46 см³ соляной кислоты (пл. 1,19). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки и перемешивают. Раствор используют при проведении анализов растворов А.

Кислота соляная (пл. 1,19) — по ГОСТ 3118.

Кислота серная (пл. 1,84) — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:3, и раствор 4 моль/дм³ (111 см³ серной кислоты растворить в 300 см³ воды, охладить и разбавить в мерной колбе до 500 см³).

Раствор тройной смеси в серной кислоте: 8 г тройной смеси растворяют в растворе, содержащем 80 см³ воды и 44 см³ серной кислоты (1:3), переводят в мерную колбу вместимостью