

附录 A
(资料性附录)
K_{Si}^α常数的测定方法

- A.1 K_{Si}^α常数的测定需配置参考试样,参考试样由内标物质 Si 和 α-Al₂O₃ 相刚玉组成,质量配比为 Si : α-Al₂O₃ 相刚玉 = 1 : 4。
- A.2 内标物质 Si 和 α-Al₂O₃ 相刚玉纯度用 X 射线衍射定性分析检查,不得出现杂质衍射线条。
- A.3 按 3.2 试样混合,3.3 制样。
- A.4 按 4.2 中的条件和 5 中的试验方法测量参考试样中 Si 和 α-Al₂O₃ 相衍射线累积强度,强度的相对标准偏差要与衍射仪综合稳定度相当。
- A.5 将每次衍射线累积强度代入下式中计算每次的 K_{Si}^α值,取其平均的 K_{Si}^α值为最终测定值。

$$K_{Si}^{\alpha} = \frac{I_{\alpha}^r}{I_{Si}^r} \times \frac{W_{Si}^r}{W_{\alpha}^r} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- I_α^r——为参考试样中 α 相(113)面累积强度;
- I_{Si}^r——为参考试样中 Si(111)面累积强度;
- W_{Si}^r——为参考试样中内标物质 Si 质量;
- W_α^r——为参考试样中 α 相刚玉质量。

GB/T 14321—2008



中华人民共和国国家标准

GB/T 14321—2008
代替 GB/T 14321—1993

刚玉磨料中 α-Al₂O₃ 相 X 射线 定量测定方法

Testing method for quantities of α-Al₂O₃ phase in alumina
with an X-ray diffractometer



GB/T 14321—2008

版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-32867
定价: 10.00 元

2008-06-03 发布

2009-01-01 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

$I_{\alpha(n)}$ 和 $I_{Si(n)}$ ——分别为第 n 次测量 α 相(113)面和 Si(111)面累积强度；

X_{Si} ——加入的内标物质 Si 质量和待测刚玉磨料质量比；

K_{Si}^a —— K 常数。对 CuK_{α} 辐射,该常数与待测 α 相与内标物质 Si 有关。其值为:0.218 9(参见附录 A)。

6.2 将 5.4 中各值代入公式(1)计算 $X_{\alpha(n)}$,填入表 2。

表 2 刚玉磨料中 α - Al_2O_3 相定量测定数据表

试样配比	硅:刚玉磨料=1:4 $K_{Si}^a=0.218\ 9$ $X_{Si}=0.25$				
	衍射强度		α - Al_2O_3 含量 $X_{\alpha(n)}$	α - Al_2O_3 平均含量 \bar{X}_{α}	绝对偏差
制样次数 (n)	$I_{\alpha(n)}$	$I_{Si(n)}$			
1					
2					
3					
4					
5					

6.3 如果 $X_{\alpha(n)}$ 和 \bar{X}_{α} 值绝对偏差 $>2.0\%$,则将第 n 次测试值删去,重新按 3.3、5、6 规定补做一次,求出新的 $X_{\alpha(n)}$ 和 \bar{X}_{α} 值,直到绝对偏差 $\leq 2.0\%$ 。最终结果以平均值的形式报出,并保留一位小数(百分数)。

中华人民共和国
国家标准
刚玉磨料中 α - Al_2O_3 相 X 射线
定量测定方法

GB/T 14321—2008

*

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 8 千字

2008 年 9 月第一版 2008 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32867 定价 10.00 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

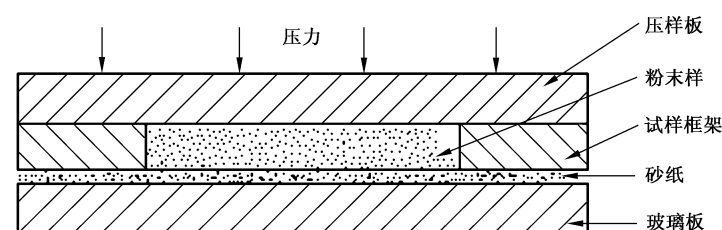


图 1

4 试验仪器和试验条件

4.1 衍射仪

衍射仪综合稳定度优于 1%。

4.2 试验条件

4.2.1 采用 CuK_α 辐射, Ni 滤波片。

4.2.2 扫描速度

0.5 °/min。

4.2.3 时间常数

选用 2 s 时间常数。

4.2.4 扫描范围

Si: 27.5°~29.5°(2θ);

α-Al₂O₃ 相: 42.5°~44.5°(2θ)。

4.3 调整 X 射线衍射仪, 使内标物质 Si 的(111)晶面和 α-Al₂O₃ 相的(113)晶面衍射峰呈正态分布, 且峰背比最大。

5 测定方法

5.1 待测试样晶面衍射线规定按表 1。

表 1 物相晶面衍射指数

物相名称	最强的衍射晶面	晶面间距(Å)
Si	(111)	d _{Si(111)} = 3.14
α-Al ₂ O ₃	(113)	d _{α(113)} = 2.09

5.2 将 3.3 中的粉末衍射试样按 4.2 中的条件, 分别摄取表 1 中 Si 和 α-Al₂O₃ 相最强晶面衍射图谱, 并记录最强衍射线累积强度。

5.3 衍射线累积强度值用扣除背景后的衍射峰面积大小来表示, 由计算机精确测定。

5.4 每个试样重复制样 5 次, 每次制成的试样测量 3 次衍射线累积强度, 记为 I_{Si(1)} …… I_{Si(5)} 和 I_{α(1)} …… I_{α(5)}。

5.5 所有待测试样试验条件及试验方法完全相同。

6 α-Al₂O₃ 相含量计算

6.1 用 K 值法计算 α-Al₂O₃ 相含量有公式(1)的关系:

$$X_{\alpha(n)} = \frac{I_{\alpha(n)}}{I_{Si(n)}} \times \frac{X_{Si}}{K_{Si}^{\alpha}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_{α(n)}——第 n 次测量 α-Al₂O₃ 相在刚玉磨料中的质量百分数;

前 言

本标准是对 GB/T 14321—1993《刚玉磨料中 α-Al₂O₃ 相 X 射线定量测定方法》的修订。

本标准与 GB/T 14321—1993 相比, 主要变化如下:

——衍射线累积强度由计算机精确测定;

——确定了新的 K 常数值。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国磨料磨具标准化技术委员会(SAC/TC 139)归口。

本标准起草单位: 郑州磨料磨具磨削研究所。

本标准主要起草人: 周万里、张仪、包华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14321—1993。