

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA					BN-75	
	Alundum					0812-01	
						Zamiast BN-66/0812-01	
	Wymagania i metody badań					Grupa katalogowa III 56	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest uszlachetniony tlenek glinu, zwany alundem.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Alundum jest stosowany do produkcji zawieszin alundowych używanych do pokrywania grzejników lamp elektronowych, przy produkcji rezystorów objętościowych dużej mocy, naczyń laboratoryjnych i ceramiki elektronicznej.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Rozróżnia się następujące gatunki alundum: Ald-U, Ald-S, Ald-O, Ald-1.

2.2. Przykład oznaczenia alundum gatunku Ald-U:

ALUNDUM Ald-U BN-75/0812-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd. Tlenek glinu - alundum powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku barwy białej.

3.2. Skład chemiczny i wymagania fizyczne - wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Alundum w ilości 40 ÷ 50 kg pakuje się do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06, które umieszcza się w bębnach metalowych wg BN-69/5046-02. Po uzgodnieniu pomiędzy zamawiającym i wytwórcą dopuszcza się mniejszą masę jednostkowego opakowania alundum.

Na każdym opakowaniu należy umieścić przywieszkę zawierającą następujące dane:

- znak wytwórcy,
- oznaczenie materiału,
- numer partii,
- masę netto,
- datę produkcji

oraz nakleić napis: "Ostrożnie nie rzucać".

4.2. Przechowywanie i transport. Alundum, opakowane wg 4.1 należy przechowywać w czystych pomieszczeniach chronić przed wilgocią i aktywnymi chemikaliami oraz przewozić w czystych i krytych środkach transportowych z zachowaniem obowiązujących przepisów w transporcie kolejowym i samochodowym.

Tablica 1

Gatunek	Skład chemiczny, %						Własności fizyczne		
	zawartość Al ₂ O ₃ min	dopuszczalna zawartość zanieczyszczeń					gęstość g/cm ³	zawartość odmiany α %	skład granulometryczny %
		SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	TiO ₂			
Ald-U	99,8	0,08	0,05	0,05	0,01	0,008	3,95	>95	poniżej 10 μm min 95
Ald-S	99,8	0,20	0,05	0,05	0,01	0,008	3,95	>95	poniżej 6 μm min 76 poniżej 4 μm min 40
Ald-O ¹⁾	99,6	0,15	0,05	0,05	0,01	-	3,85	min 90	poniżej 10 μm min 85
Ald-1	99,5	0,2	0,1	0,1	-	-	do 3,95	min 90	poniżej 8 μm min 75 poniżej 6 μm min 70 poniżej 4 μm min 55

Dopuszcza się po uzgodnieniu pomiędzy zamawiającym i wytwórcą dostawę alundum o innych parametrach fizykochemicznych.

Wyniki analizy chemicznej w zestawieniu z wartościami podanymi w tablicy należy zaokrąglić wg PN-70/N-02120, metoda Z.

¹⁾ Nie dopuszcza się ani jednego ziarna powyżej 20 μm w polu widzenia mikroskopu.

Zgłoszona przez Walcownie Metali DZIEDZICE

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE dnia 3 grudnia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 7/1976 poz. 23)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzenie zawartości SiO_2 , Fe_2O_3 , Na_2O , TiO_2 , CaO ,

b) sprawdzenie gęstości,

c) sprawdzenie zawartości odmiany α - Al_2O_3 i γ - Al_2O_3 ,

d) sprawdzenie składu granulometrycznego.

5.2. Partia. Partię stanowi alundum pochodzące z jednego cyklu produkcyjnego o masie min 550 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Z przedstawionej do badania partii wybrać losowo 3 worki i z każdego z nich pobrać próbkę pierwotną o masie 500 g. Próbki pierwotne wymieszać na czystym arkuszu papieru lub na podgumowanym płótnie, a następnie metodą porcji pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie około 300 g, którą należy umieścić w torebce polietylenowej.

Na zewnątrz i wewnątrz torebki należy umieścić napis zawierający następujące dane:

- nazwę wyrobu,
- określenie gatunku,
- numer partii,
- datę pobrania próbki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie zawartości SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 ,

CaO , Na_2O

5.4.1.1. Zasada metody. Prażenie próbki tlenku glinu w temperaturze 1000°C w celu przeprowadzenia w odmianę α , dodanie mieszaniny grafitowej, poddanie analizie spektralnej z krateru elektrody grafitowej. Poddanie próbek wzorcowych i próbek badanych wzbudzeniu w łuku prądu przemiennego i rejestracja widm na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków na podstawie pomiarów fotometrycznych zaczerwień linii pierwiastków w próbkach wzorcowych. Odczytanie z krzywych analitycznych wykreślonych w układzie W-lgc (dla Fe_2O_3 , SiO_2 , Na_2O , TiO_2) i Δ W-lgc (dla CaO) zawartości oznaczanych zanieczyszczeń w próbkach na podstawie pomiarów zaczerwień linii wykonanych w warunkach dla próbek wzorcowych.

Dopuszcza się inne metody oznaczania zanieczyszczeń, ale jako rozjemczą metodę należy stosować metodę spektrograficzną.

5.4.1.2. Aparatura i urządzenia - wg tabl. 2.

Tablica 2

Nazwa	Opis
1	2
Generator łuku prądu przemiennego	np. ABR-3
Aparatura spektralna	spektrograf siatkowy średniej dyspersji, np. PGS-2
Piec muflowy	elektryczny
Moździerz	teflonowy
Spektroprojektor	np. SP-2
Mikrofotometr	np. MF-2
Tygle	platynowe

5.4.1.3. Materiały pomocnicze i odczynniki - wg tabl. 3.

Tablica 3

Nazwa	Opis
1	2
Tlenek glinowy	sp.cz.
Dwutlenek krzemu	sp.cz.
Tlenek żelazowy	sp.cz.
Dwutlenek tytanu	sp.cz.
Azotan sodowy	sp.cz.
Węglan wapniowy	sp.cz.
Chlorek potasowy	sp.cz.
Tlenek niklawy	sp.cz.
Alkohol etylowy	sp.cz.
Woda	podwójnie destylowana
Wywoływacz:	
Roztwór A:	4 g metolu, 40 g bezwodnego siarczynu sodowego, 12 g hydrochinonu, 9 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3
Roztwór B:	50 g węglanu sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3
Utrwalacz:	400 g tiosiarczanu sodowego, 26 g piosiarczynu potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3
Przerywacz:	16 cm^3 kwasu octowego zmieszać z 600 cm^3 wody destylowanej
Elektrody	grafitowe np. SU-305 - dolna długości 30 mm, głębokość krateru 4,5 mm, średnica krateru 4,5 mm, średnica elektrody 6 mm np. SU-202 - górna długość 30 mm zaokrąglona stożkowo na długości 12 mm, średnica elektrody 6 mm
Proszek grafitowy:	np. SU-601
Odczynniki zaleca się sprawdzić przed użyciem.	

5.4.1.4. Przygotowanie próbek wzorcowych. Próbkę podstawową A - zawierającą po 3% dwutlenku krzemu, tlenku żelazowego, tlenku sodowego i po 1% tlenku wapniowego i dwutlenku tytanu, przygotować w następujący sposób: odważyć na wadze analitycznej po 0,0900 g SiO_2 i Fe_2O_3 ; 0,2468 g NaNO_3 ; 0,0535 g CaCO_3 ; 0,0300 g TiO_2 oraz 2,4897 g Al_2O_3 jako osnowy. Całość dokładnie wymieszać przez 30 min po uprzednim dodaniu niewielkiej ilości alkoholu etylowego.

Mieszanina grafitowa. Z proszku grafitowego np. Su-601, chlorku potasowego i tlenku niklawego sporządzić mieszaninę o następującym składzie: 94 g proszku grafitowego, 2,6 g tlenku niklawego i 4 g chlorku potasowego.

Mieszaninę dokładnie ujednorodnić poprzez wymieszanie. Serię pięciu próbek wzorcowych otrzymuje się wg tabl. 4.

Tablica 4

Numer próbki wzorcowej	Numer i liczba próbek wzorcowych rozcieńczonych mg	Ilość osnowy mg	Stężenie, %	
			Fe ₂ O ₃ , SiO ₂ , Na ₂ O	TiO ₂ , CaO
1	(A) 100	900	0,3	0,1
2	(1) 300	700	0,09	0,03
3	(1) 100	900	0,03	0,01
4	(2) 100	900	0,009	0,003
5	(3) 100	900	0,003	0,001

Każdą z próbek wzorcowych dokładnie wymieszać w moździerzu teflonowym a następnie prażyć w platynie w piecu laboratoryjnym w temperaturze 1000°C przez 30 min w celu przeprowadzenia tlenku glinu w odmianę α . Następnie do każdej próbki wzorcowej w ilości 500 mg dodać 500 mg mieszaniny proszku grafitowego i ujednorodnić przez dokładne mieszanie w moździerzu.

5.4.1.5. Przygotowanie aparatury spektralnej.

Aparaturę przygotować wg tabl. 5.

Tablica 5

Warunki analityczne dla spektrografu PGS-2	
aparatura i czynności	określenie warunków
1	2
Zakres widma	220 ÷ 460 nm
Oświetlenie szczeliny	trójsozawkowe
Pośrednia diafragma	5
Szerokość szczeliny spektrografu	0,012 mm
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	2 mm
Płyty fotograficzne	WU 1, ORWO
Wzbudzenie widma	łuk prądu przemiennego o natężeniu $i = 9$ A
Czas naświetlania	40 s
Mikrofotometr	np. MF-2
Szerokość szczeliny	0,040 mm
Wysokość szczeliny	10 mm
Skala odczytów wychyleń galwanometru	W

5.4.1.6. Wykonanie oznaczania. Próbkę tlenku glinu umieścić w tyglu platynowym i prażyć w temperaturze 1000°C w piecu muflowym przez 30 min. Następnie do ostudzonej próbki dodać mieszaniny grafitowej w stosunku 1:1 i dokładnie utrzyć w moździerzu teflonowym. Do elektrod naważyć trzy razy po 20 mg próbki i wzorców. Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl. 5 założyć płytę fotograficzną do kasety spektrograficznej. Zamocować w statywie spektrografu elektrody i nastawić za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego między-

elektrodową przerwę analityczną na 2 mm. Po ustawieniu układu elektrod na osi optycznej spektrografu wzbudzić próbkę do świecenia załączając poprzez wyłącznik zegarowy generator łuku na 40 s. Na płytę fotograficzną naświetlić na przemian kolejno trzykrotnie widmo każdego wzorca oraz analizowanej próbki. Po wykonaniu spektrogramów poddać płytę procesowi obróbki fotograficznej. Roztwory A i B wywoływacza przygotowane wg 5.4.1.3 zmieszać z wodą w stosunku 1:1:2, przy czym temperatura kąpieli fotograficznej powinna wynosić $19 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Zanurzona do wywoływacza płyta powinna być jednocześnie pokryta roztworem na całej powierzchni. Dla równomiernego mieszania roztworu wywoływacza należy kuwetę jednostajnie kołysać. Czas wywoływania powinien wynosić 45 s, płukanie w przerywaczu 30 s i utrwalanie 10 min. Płytę należy następnie płukać 30 min w bieżącej wodzie i wysuszyć. Podczas suszenia płyty, zwracać baczną uwagę na to, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu. Następnie fotometrować za pomocą mikrofotometru zaczerwienia linii spektralnych podanych w tabl. 6.

Tablica 6

Symbol pierwiastka	Długość linii nm
Si	215,6
Fe	248,3
Ca	317,9
Na	330,2
Ni standard wewnętrzny	336,7
Ti	337,2

Przed przystąpieniem do fotometrowania ustawić mikrofotometr zgodnie z danymi wg tabl. 5.

5.4.1.7. Odczytanie wyników pomiarów. Dla każdego zarejestrowanego widma odczytuje się zaczerwienie linii oznaczanych pierwiastków na skali W.

Następnie sporządza się wykres na papierze jednostronnie logarytmicznym w układzie współrzędnych W-lgc dla SiO₂, Fe₂O₃, Na₂O, TiO₂ i Δ W-lgc dla CaO, przy czym

$$\Delta W = W_1 - W_2$$

gdzie:

W_1 - zaczerwienie linii pierwiastka analizowanego,

W_2 - zaczerwienie linii wzorca wewnętrznego.

Wykresy analityczne sporządzone dla wzorców stanowią podstawę do odczytania procentowej zawartości oznaczanych pierwiastków w próbce.

5.4.1.8. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać $\pm 1\%$.

5.4.1.9. Precyzja metody - wg tabl. 7.

Tablica 7

Tlenek	Zawartość średnia \bar{F} %	Odchylenie standardowe pojedynczego wyniku S	Względne odchylenie standardowe V	Liczba oznaczeń n
Fe ₂ O ₃	0,0107	0,00102	9,5	10
SiO ₂	0,0317	0,00437	13,8	10
Na ₂ O	0,0118	0,00116	9,8	10
CaO	0,0058	0,00071	12,3	10
TiO ₂	0,0311	0,00318	10,2	10

5.4.2. Sprawdzenie gęstości

5.4.2.1. Zasada metody. Wyznaczenie masy i objętości badanej próbki alundum przez zważenie jej w powietrzu i w wodzie i obliczenie gęstości.

5.4.2.2. Aparatura

a) Piknometr pojemności 50 cm³ zamknięty doszlifowanym korkiem z kapilarą. Należy go używać łącznie z termostatem z automatyczną regulacją temperatury. W przypadku braku termostatu należy stosować piknometr z doszlifowanym termometrem oraz z boczną rurką zamkniętą doszlifowanym korkiem,

b) Eksykator próżniowy zaopatrzony w manometr.

c) Pompa próżniowa gwarantująca próżnię 10 ÷ 20 mm Hg.

d) Waga analityczna.

e) Moździerz agatowy.

f) Sito o długości boku oczka 0,06 mm.

5.4.2.3. Odczynniki. Woda destylowana świeżo przygotowana.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczenia. Próbkę w ilości 50 g rozetrzeć w moździerzu agatowym tak, aby całość przeszła przez sito.

Przygotowanie i cechowanie piknometru przeprowadzić następująco: piknometr przemyć gorącą mieszaniną chromową, wypłukać dokładnie wodą destylowaną, wysuszyć i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Następnie wypełnić go wodą destylowaną, zamknąć doszlifowanym korkiem i umieścić w termostacie w celu doprowadzenia temperatury do 20°C. Woda w piknometrze powinna sięgać do kreski; w razie potrzeby należy jej zawartość uzupełnić lub jej nadmiar usunąć skrawkiem bibuły. Po wyjęciu piknometru z termostatu, starannie go wytrzeć a następnie zważyć z dokładnością do 0,0002 g (m_2). Cechowanie piknometru powtarzać co 25 oznaczeń. Do wycechowanego piknometru wsypać odważoną z dokładnością 0,0002 g próbkę alundum w ilości 10 g (m_1), wlać około 20 cm³ wody destylowanej i wymieszać w celu dokładnego zwilżenia całej próbki. Dla usunięcia pęcherzyków powietrza z przestrzeni międzyziarnowych wstawić piknometr do eksykatora próżniowego i za pomocą pompy próżniowej obniżyć ciśnienie do 10 mm Hg. Odgazowanie prowadzić w ciągu 2 ÷ 3 godz sprawdzając przez lekkie wstrząsanie eksykatora, czy nie wydostają się jeszcze z piknometru pęcherzyki powietrza. W przypadku takiego stwierdzenia, wyrównać ciśnienie w eksykatorze z

ciśnieniem atmosferycznym, wyjąć piknometr i spuścić wewnątrz ścianki taką ilością wody destylowanej, aby po włożeniu do korka poziom wody dochodził do jego dolnej powierzchni. Następnie przenieść piknometr do termostatu i w temperaturze 20°C utrzymywać przez 1 ÷ 1,5 godz, dopełniając go do górnej powierzchni korka wodą destylowaną o temperaturze 20°C. Piknometr wytrzeć starannie bibułą i zważyć z dokładnością do 0,0002 g (m_3).

5.4.2.5. Obliczanie wyników. Gęstość (d) obliczyć w g/cm³ wg wzoru

$$d = \frac{m_1 \cdot 0,99823}{m_1 + m_2 - m_3}$$

w którym:

m_1 - masa próbki, g,

m_2 - masa piknometru z wodą w temperaturze 20°C, g,

m_3 - masa piknometru z wodą i alundum o temperaturze 20°C, g,

0,99823 - gęstość wody o temperaturze 20°C, g/cm³.

Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia, a za wynik ostateczny przyjąć średnią arytmetyczną wyników.

5.4.2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,05 g/cm³.

5.4.3. Sprawdzenie zawartości odmiany α -Al₂O₃ i γ -Al₂O₃ metodą rentgenometryczną

5.4.3.1. Zasada metody. Wykonanie dyfraktogramów próbki, zmierzenie wysokości linii obydwu odmian oraz wyliczenie ilorazów tych wysokości oznaczonych przez y_1, y_2 lub odwrotności tych ilorazów z_1 i z_2 . Zawartość odmiany α odczytuje się z wykresów kalibracyjnych.

5.4.2.3. Aparatura i urządzenia - wg tabl. 8.

Tablica 8

Nazwa	Opis
Dyfraktometr	np. "TuR" M-62 wraz z goniometrem HZG-3 i urządzeniem do rejestracji analogowej (samopis)
Zlewki	polietylenowe
Szpachelki	polietylenowe
Moździerz	agatowy
Kuwety	z pleksi, głębokość 1 mm
Waga	analityczna
Piec	elektryczny, mufłowy

5.4.3.3. Odczynniki

a) Al₂O₃ bez zanieczyszczeń wykrywalnych rentgenograficznie,

b) Alun amonowo-glinowy cz.d.a.

c) Alkohol etylowy cz.

5.4.3.4. Przygotowanie wzorców. Wzorzec podstawowy α -Al₂O₃ otrzymuje się przez prażenie tlen-

ku glinu w piecu muflowym. Tlenek γ - Al_2O_3 otrzymuje się przez prażenie alunu amonowo-glinowego w temperaturze 900°C . Następnie przygotowuje się po 2 g wzorców o następujących wagowych stężeniach odmiany α - Al_2O_3 : 1,00; 0,90; 0,80; 0,70; 0,60; 0,50; 0,40; 0,30; 0,20; 0,10. Stężenie 1,00 oznacza 100% odmiany α - Al_2O_3 , a więc pozostałą ilość we wzorcach stanowi odmiana γ - Al_2O_3 .

5.4.3.5. Przygotowanie aparatury do pomiaru - wg tabl. 9.

Tablica 9

Warunki analityczne dla dyfraktometru "TuR" M62	
aparatura i czynniki	opis
1	2
Lampa:	FCU 3 8 z anodą miedzianą
- promieniowanie	$\text{Cu}_{K\alpha}$
- filtr	niklowy
- napięcie anodowe	40 kV
- natężenie prądu anodowego	15 mA
- ognisko	kreskowe, szerokości 0,1 mm
Goniometr:	
- szczelina	1 mm
- szczelina licznikowa	0,2 mm
- prędkość kątowa goniometru	5"/min (dla kąta θ)
Integrator:	
- zakres	$6 \cdot 10^3$ impulsów/min
- stała czasowa	około 23 s
Szybkość przesuwu taśmy rejestratora	1 cm/min
Pomiary wykonuje się przy ciągłym obracaniu próbki.	

5.4.3.6. Wykonanie krzywych kalibracyjnych. Wzorce umieszcza się kolejno w kuetach i wykonuje dyfraktogramy w zakresie kątów θ od $32,7^\circ$ do $34,7^\circ$

w warunkach wg 5.4.3.5. Na dyfraktogramie znajdują się dwie linie odmiany α - Al_2O_3 dla kątów $33,3^\circ$ i $34,15^\circ$ oraz najsilniejsza linia odmiany γ - Al_2O_3 dla kąta $33,6^\circ$. Na wszystkich dyfraktogramach wzorców należy wykreślić liniowo tło oraz pomierzyć wysokość trzech podanych linii ponad tłem (rys. 1) i obliczyć średnie a_{1sr} ; a_{2sr} ; b_{sr} , dla dwóch równoległych dyfraktogramów każdego wzorca. Następnie dla każdego wzorca obliczyć ilorazy:

$$y_1 = a_{1sr}/b_{sr} \quad (2)$$

$$y_2 = a_{2sr}/b_{sr} \quad (3)$$

$$z_1 = b_{sr}/a_{1sr} \quad (4)$$

$$z_2 = b_{sr}/a_{2sr} \quad (5)$$

gdzie: a_{1sr} , a_{2sr} - średnia wysokość linii α - Al_2O_3
 b_{sr} - średnia wysokość linii γ - Al_2O_3

Analogicznie dla czystej odmiany γ - Al_2O_3 wyznacza się kilkakrotnie a_1 , a_2 i b (rys. 2) oblicza się ich średnie arytmetyczne i ilorazy:

$$A_1 = a_{1sr}/b_{sr}; A_2 = a_{2sr}/b_{sr}$$

Zmienne y i z są funkcjami stężenia α - Al_2O_3 oznaczanego przez x . Teoretycznie postać tych funkcji jest następująca:

$$y_i = \frac{K_1 \cdot x + A_i (1-x)}{1-x} \quad (6)$$

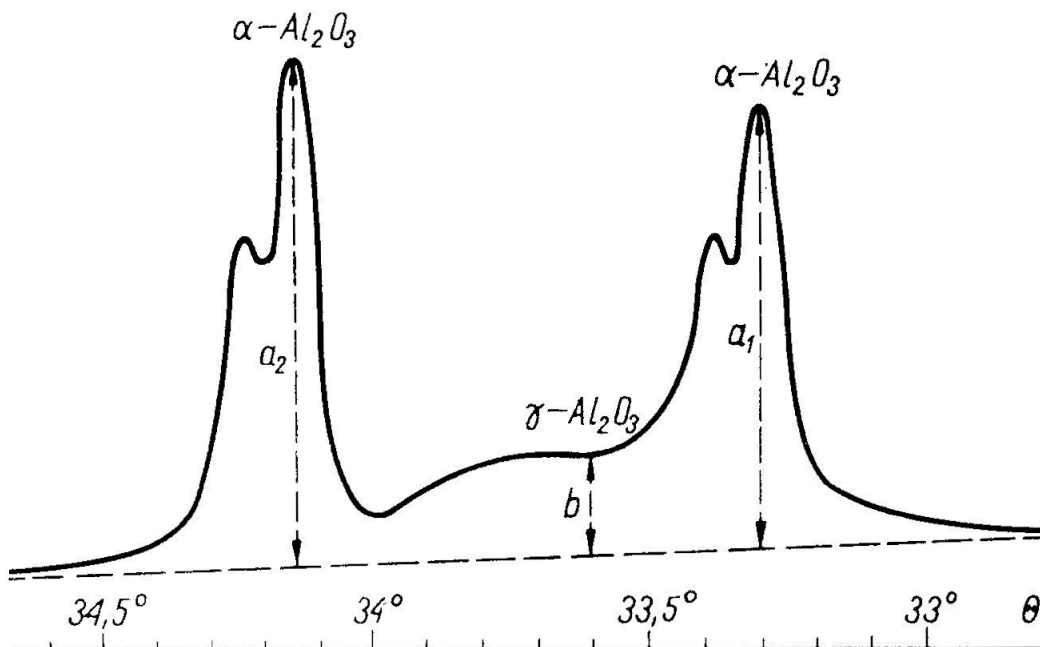
$$x_i = \frac{1-x}{K_1 \cdot x + A_i (1-x)} \quad (7)$$

gdzie: $i = 1, 2$.

Przez podstawienie $X = x/(1-x)$; $Y = y - A_1$ funkcja (wg wzoru 6) sprowadza się do postaci liniowej

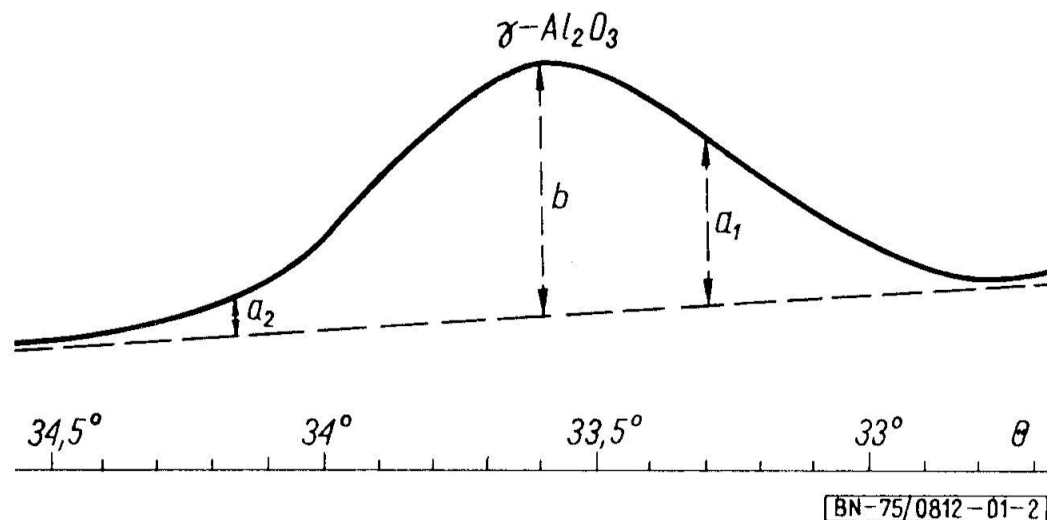
$$Y = K_1 \cdot X \quad (8)$$

Parametry K_1 wyznacza się graficznie z wykresów prostych (wg wzoru 8) jako tangens kąta ich



BN-75/0812-01-1

Rys. 1



Rys. 2

nachylenia. Następnie wykreśla się cztery krzywe wzorcowe: $y_i(x)$; $z_i(x)$. Krzywe $y_i(x)$ używa się w zakresie stężeń $x = 0 \div 0,5$ natomiast $z_i(x)$ w zakresie $x = 0,5 \div 1$.

Wzorcowanie należy powtarzać po każdej zmianie warunków pomiaru i odczytników.

5.4.3.7. Wykonanie oznaczania i obliczanie wyników. Próbkę alundum utartą w moździerzu agatowym wypełnia się dwie kuwety i wykonuje się ich dyfraktogramy z zachowaniem warunków analitycznych wg 5.4.3.5.

Następnie oblicza się wartość y_1 , y_2 lub z_1 , z_2 wg 5.4.3.6 oraz z przygotowanych wykresów kalibracyjnych odczytuje się cztery wartości stężeń x , po czym oblicza się ich średnią arytmetyczną $x_{\bar{r}}$ z dokładnością 0,01.

Dopuszczalny rozstęp wartości $x \pm 0,03$.

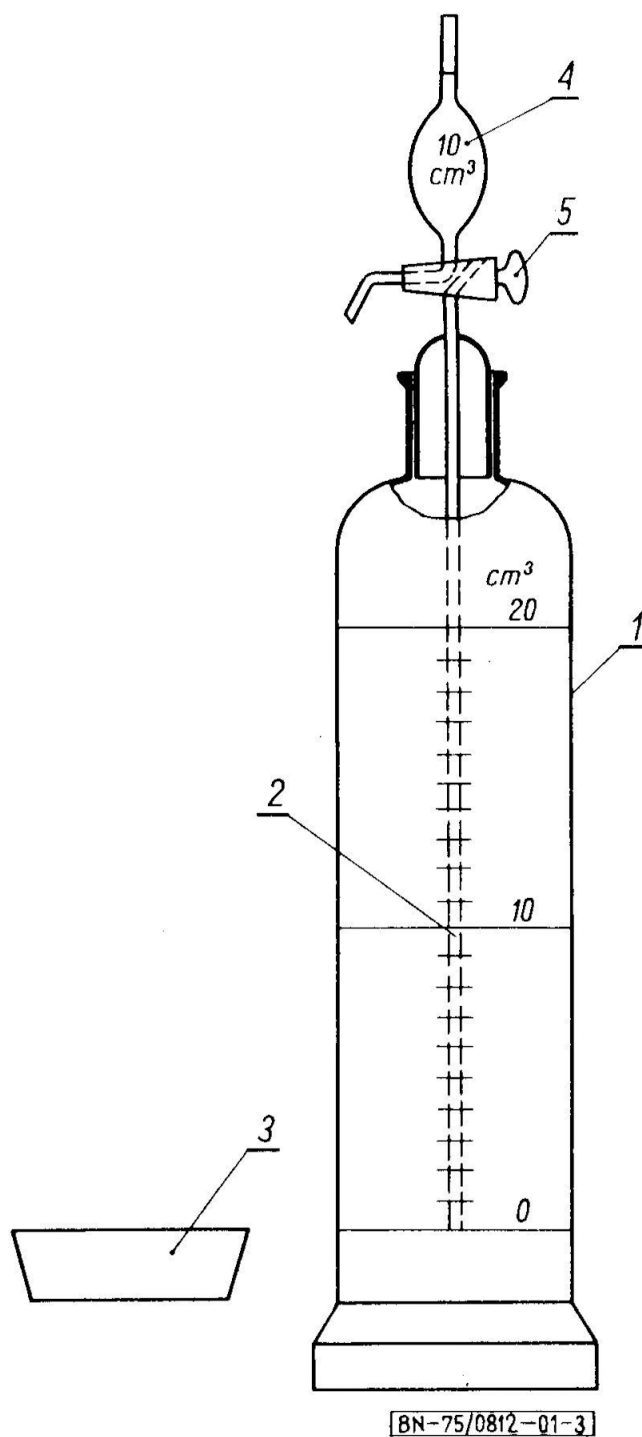
Zawartość odmiany $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ oblicza się w procentach wg wzoru

$$c = x_{\bar{r}} \cdot 100 \quad (9)$$

5.4.4. Sprawdzenie składu granulometrycznego

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie ziarnistości lub uziarnienia przeprowadza się metodą sedymentacyjną wykorzystując zjawisko opadania ziarn w zawieszynie pod wpływem siły ciężkości. Rozdzielenie ziarn zachodzi w nieruchomym płynie, tzw. cieczy sedymentacyjnej. Ta własność jest wykorzystywana przy oznaczaniu składu granulometrycznego ziarn pipetą Andreasena, którą mierzy się stężenie poszczególnych frakcji ziarn w pewnym punkcie cieczy sedymentacyjnej. Dopuszcza się inne metody oznaczania, ale jako metodę rozjemczą należy stosować metodę pipety Andreasena.

5.4.4.2. Aparatura. Pipeta Andreasena wg rys. 3 składająca się z cylindra pomiarowego 1, pipety 2 i naczynka 3. W górnej części pipety 2 znajduje się kran dwudrożny 5 oraz zbiorniczek 4 o pojemności 10 cm^3 .



Rys. 3

5.4.4.3. Odczynniki. Ciecz sedymentacyjna - roztwór pirofosforanu sodowego ($\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7$) przygotowany przez rozpuszczenie $0,5 \text{ g Na}_2\text{P}_2\text{O}_7$ w 1 dm^3 wody destylowanej.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę alundum w ilości około $10 \pm 0,01$ g wsypać do cylindra 1 dopełnić do górnej kreski cieczą sedymentacyjną i dokładnie wymieszać. Natychmiast po odstawieniu pipety rozpocząć pomiar przez zassanie 10 cm^3 zawiesiny pipetą 2 do wycechowanego zbiorniczka 4. Przez obrót dwudrożnego kranu 5 zawiesinę zlać do uprzednio zważonego naczynka kwarcowego 3. Naczynko wraz z zawartością umieścić w suszarce i po odparowaniu cieczy sedymentacyjnej określić przez zważenie masę pozostałości, oznaczając ją przez C_0 . Następnie próbki zawiesiny należy pobrać w identyczny sposób po 5, 13, 20, 34, 74 i 300 min, licząc czas od początku pomiaru t . Po każdym pobraniu próbki słup cieczy w cylindrze 1 zmniejsza się. Przy obliczaniu wyników należy uwzględnić liczbę gramów soli zawartej w cieczy sedymentacyjnej. Czas zasysania zawiesiny powinien wynosić co najmniej $30 \div 40$ s, przy większej szybkości zasysania może następować wtórne zasysanie ziarn już osadzonych.

5.4.4.5. Obliczanie wyników. Średnicę ziarn pobranych przy odpowiednim kolejnym pomiarze (Φ_n) oblicza się w mikrometrach wg wzoru opartego na prawie Stokesa

$$\Phi_n = 141 \sqrt{\frac{H \cdot \eta}{t (d_m - d_c)}} = 141 \sqrt{\frac{\eta}{d_m - d_c}} \cdot \sqrt{\frac{H}{t}} \quad (10)$$

w którym:

H - wysokość słupa cieczy, cm,

t - czas, min,

d_n - gęstość alundum, g/cm^3 ,

d_c - gęstość cieczy sedymentacyjnej, g/cm^3 ,

η - współczynnik lepkości cieczy sedymentacyjnej.

Stężenie poszczególnych frakcji (C) oblicza się w procentach wg wzoru

$$C = \frac{C_n}{C_0} \cdot 100 \quad (11)$$

w którym:

C_0 - stężenie początkowe,

C_n - kolejne stężenie.

Zależność średnicy ziarn od czasu pobrania próbki - wg tabl. 10.

Tablica 10

t min	0	5	13	20	34	74	300
$\Phi, \mu\text{m}$	-	16,5	10	8	6	4	2

Na podstawie tych zależności można sporządzić wykres rozkładu ziarnistości w ten sposób, że na osi odciętych odkłada się średnicę ziarna w mikrometrach, a na osi rzędnych wartości C w procentach.

5.5. Ocena wyników badań. Jeżeli alundum nie spełnia chociażby jednego z wymagań wg 3.1 i 3.2, partię należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

5.6. Atest. Do każdej partii alundum należy dołączyć atest wg BN-74/0809-01 p. 2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Walcownie Metali DZIEDZICE.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/0812-01

a) wprowadzono nowe gatunki alundum: Ald-U i Ald-S,

b) wprowadzono spektrograficzną metodę oznaczania zanieczyszczeń chemicznych zamiast metody fotometrycznej i płomieniowo-fotometrycznej,

c) wprowadzono rengenograficzną metodę oznaczania odmian krystalograficznych $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ i $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

3. Normy związane

BN-74/0809-01 Metale nieżelazne. Zaświadczenie jakości i atest

BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie bez fałd bocznych zgrzewane

4. Autorzy projektu normy - mgr Zofia Sokołowska i Genowefa Horba - Zakład Doświadczalny przy Hucie Aluminium SKAWINA.