

ДОДАТОК 2.3.А (обов'язковий). Параметри рентгенівського дифрактометра для кількісного аналізування азбесту.

А.1 Загальні положення

Цей додаток визначає умови експлуатації рентгенівського дифрактометра та параметри вимірювань для кількісного аналізування азбесту.

А.2 Умови вимірювань для кількісного аналізування

Для кількісного аналізування потрібно використовувати умови, наведені в таблиці А.1. Під час кількісного визначення зразка за допомогою обертового столика потрібно виміряти дифракційну інтенсивність (інтегральну інтенсивність) азбесту. Результат вимірювання повинен становити не менше ніж 2 000 відліків після віднімання фону.

Таблиця А.1 – Умови роботи рентгенівського дифрактометра для кількісного аналізування

Параметри налаштування		Умова вимірювання
Катод рентгенівської трубки		Мідь (Cu, K α)
Напруга трубки (кВ)		Від 40 до 45
Струм трубки (мА)		Від 30 до 45
Монохроматизація (усунення випромінювання к β)		Ni-фільтр або графітовий монохроматор
Детектор		SC ^a -лічильник або SCA ^b -детектор
Вимірювання інтенсивності (відліки)		Для вимірювання дифракційної інтенсивності площу піку (інтегральну інтенсивність) вимірюють після віднімання фону. Необхідно отримати достатню кількість відліків для кількісного визначення низьких рівнів азбесту, наприклад 2 000 відліків чи більше
Часова константа (с)		1
Швидкість сканування (°/хв)	Безперервне сканування (°/хв)	Від 1/8 до 1/16
	Покрокове сканування	Від 0,02° × 10 с до 0,02° × 20 с
Щілина розбіжності (°)		1
Щілина розсіювання (°)		1
Приймальна щілина (мм)		0,3
Діапазон сканування (°, 2 θ)		Діапазон охоплює приблизно від 2° до 3° (2 θ) між нижнім і верхнім кутом кількісного дифракційного піку
^a Сцинтиляційний лічильник.		
^b Напівпровідникова матриця.		

А.3 Підготування робочих калібрувальних кривих та нижньої межі кількісного визначення

Стандартні мінерали азбесту відомої маси диспергували у воді та відфільтровували на скловолоконних фільтрах, які після висушування використовували як стандартні азбестові фільтри для побудови робочих калібрувальних кривих. Інтенсивності дифракції азбесту на цих фільтрах вимірювали за умов, наведених в А.2, і наносили на графік залежно від маси азбесту для побудови робочих калібрувальних кривих. Приклади робочих калібрувальних кривих для хризотилу та амозиту наведено відповідно на рисунках А.1, А.2, А.5 та рисунках А.3, А.4 та А.6.

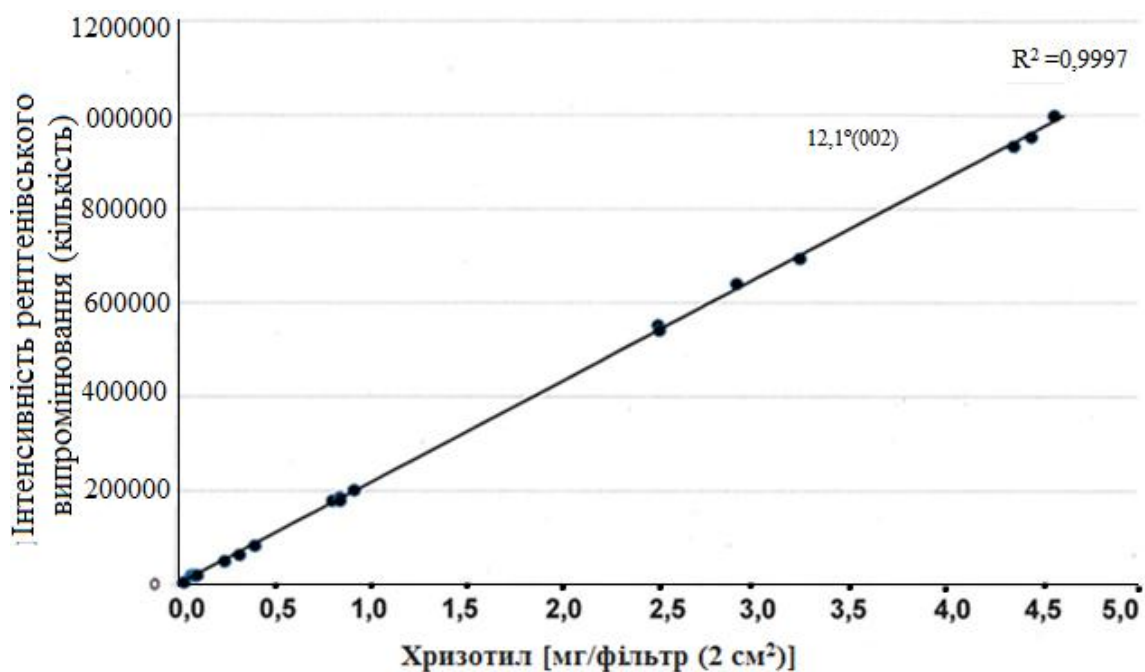


Рисунок А.1 – Приклад робочої калібрувальної кривої І для хризотилу

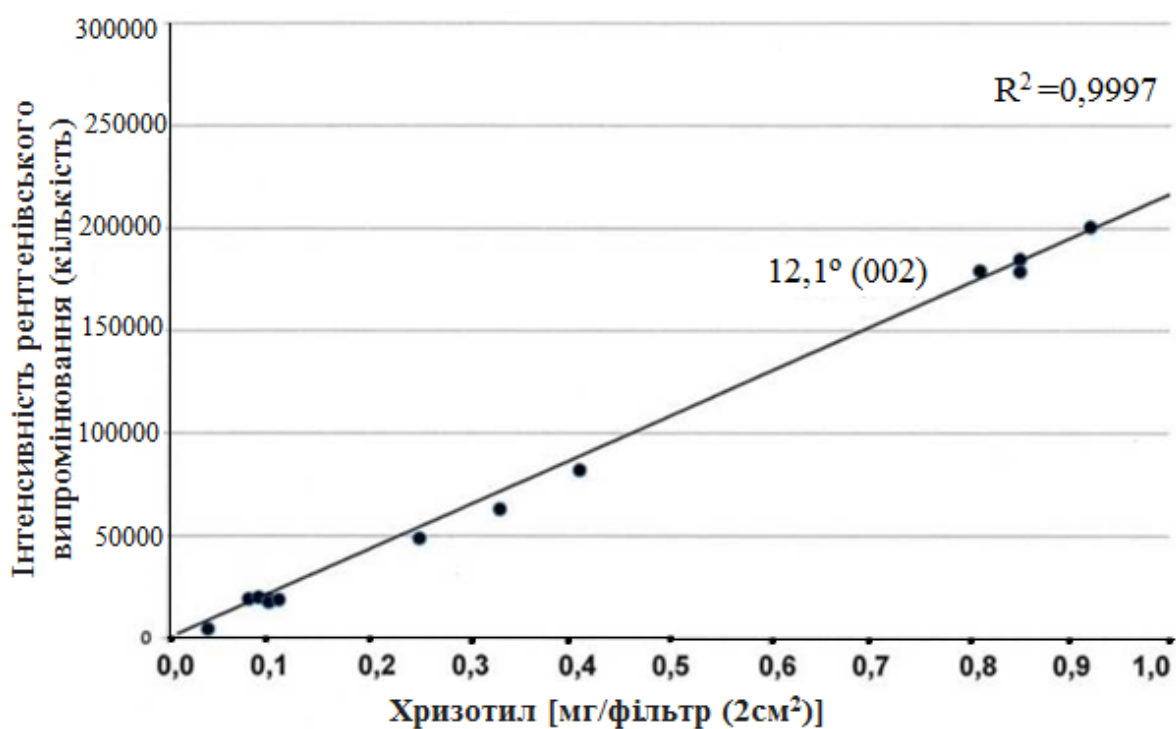


Рисунок А.2 – Приклад робочої калібрувальної кривої І для хризотилу

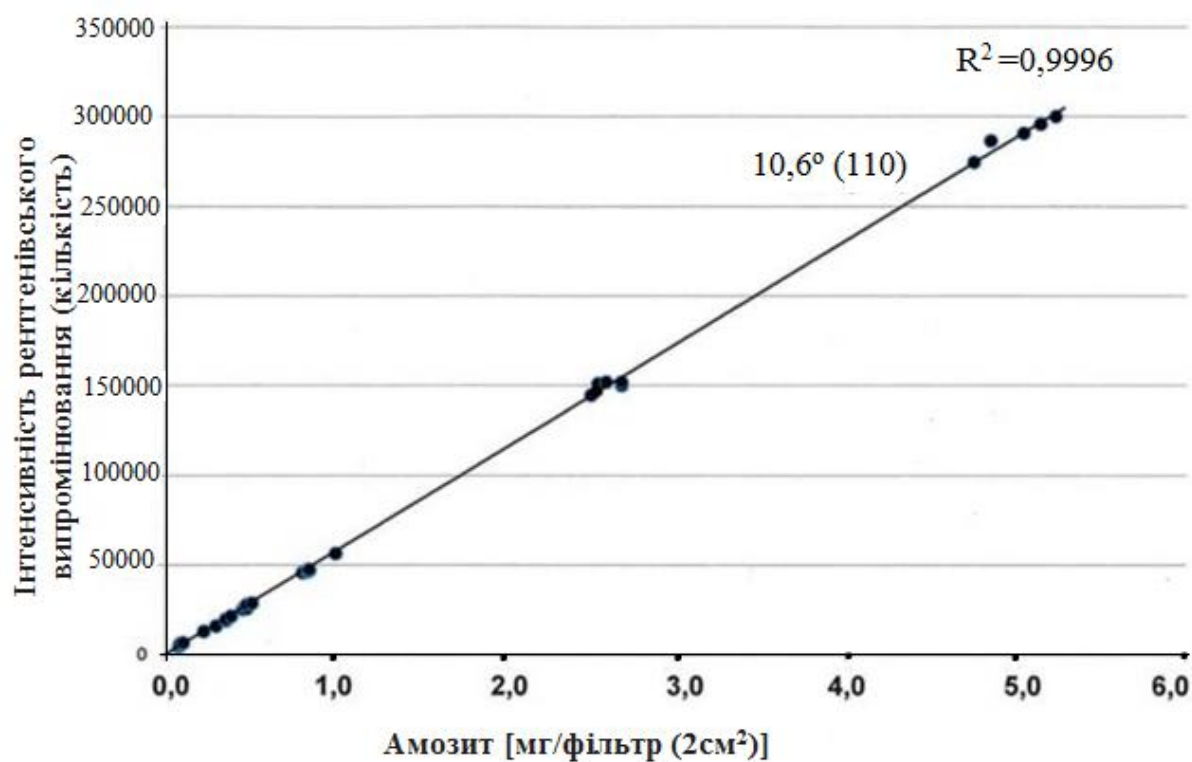


Рисунок А.3 – Приклад робочої калібрувальної кривої І для амозиту

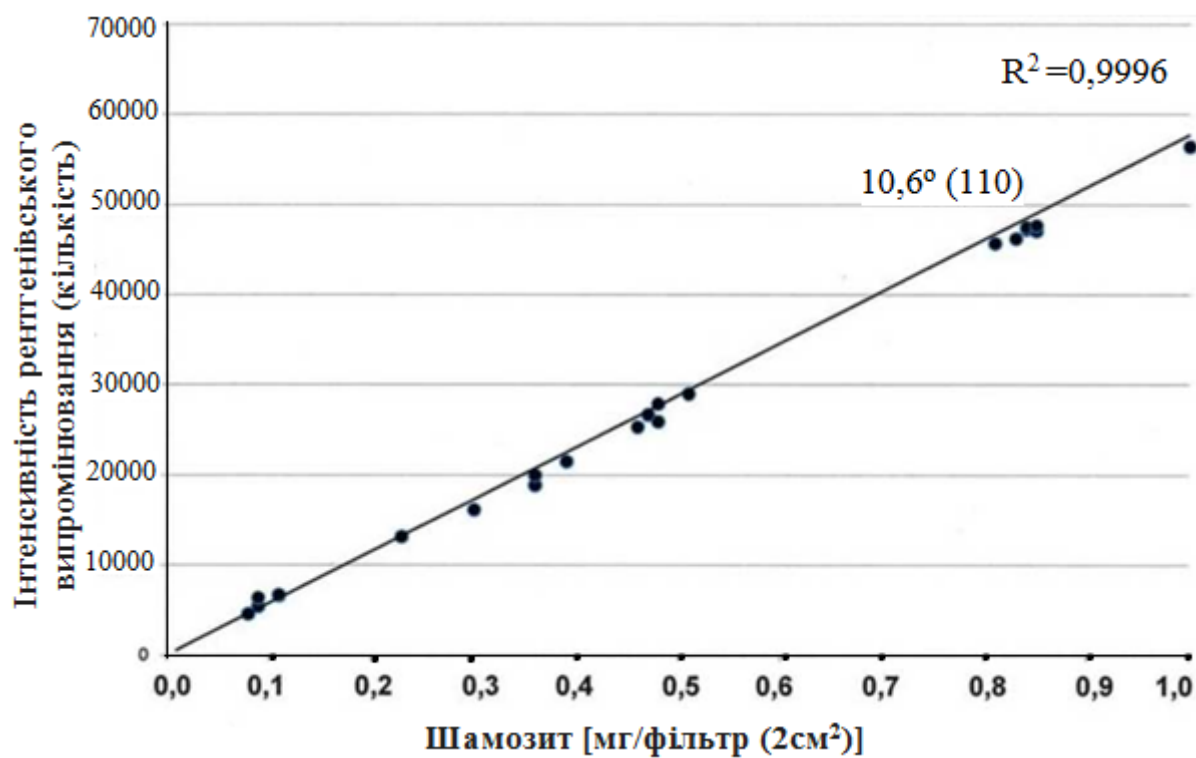


Рисунок А.4 – Приклад робочої калібрувальної кривої І для амозиту

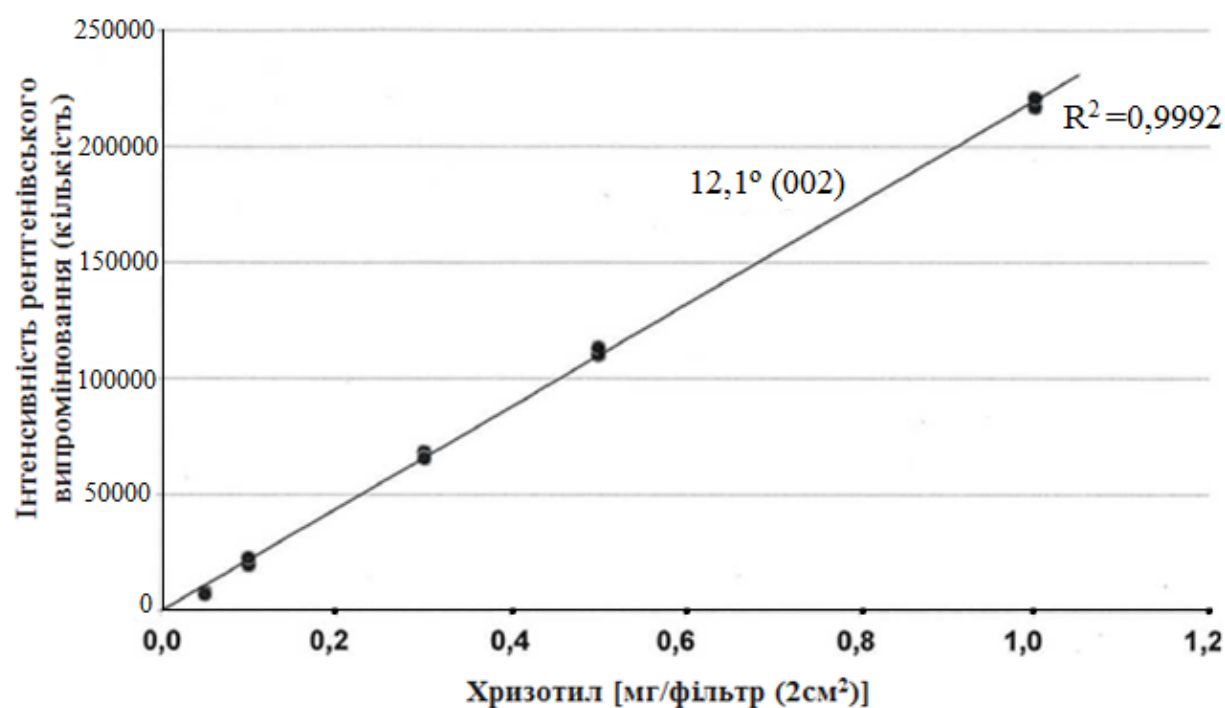


Рисунок А.5 – Приклад робочої калібрувальної кривої II для хризотилу

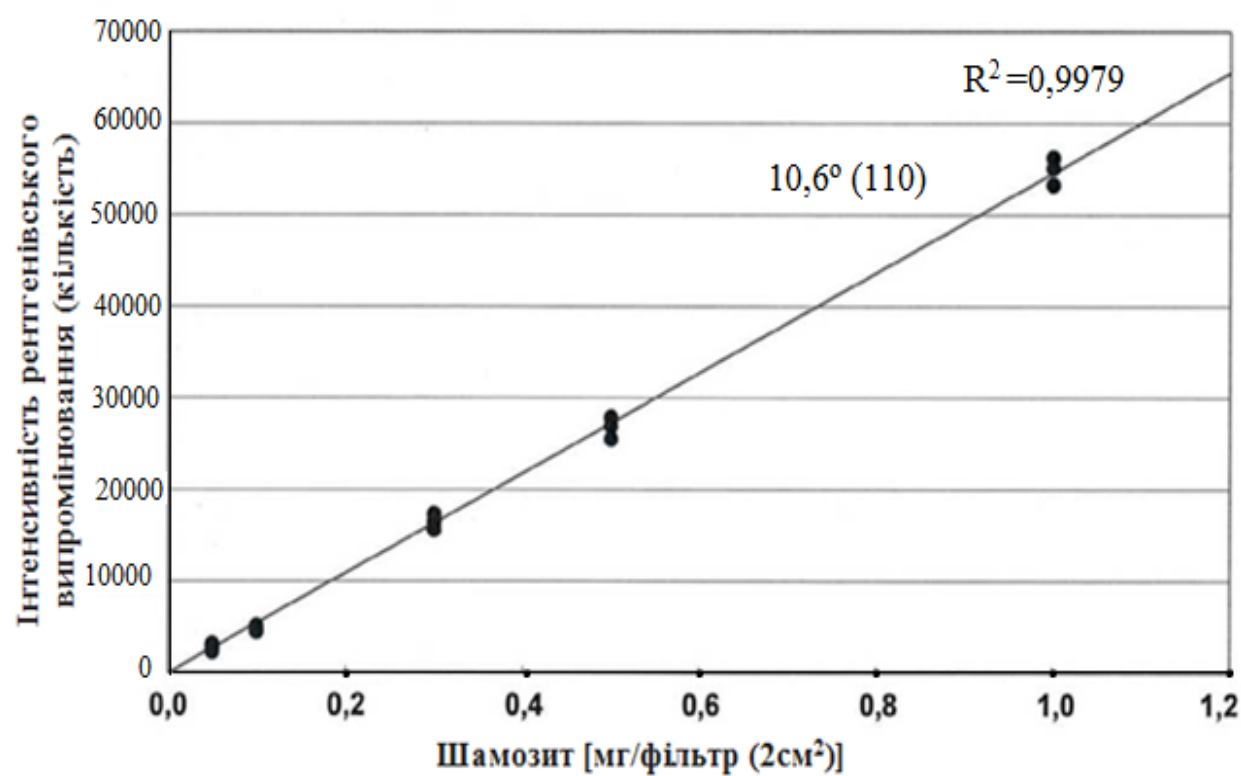


Рисунок А.6 – Приклад робочої калібрувальної кривої II для амоситу