ICS 81.080

Q 40

|  |
| --- |
|       |

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 172—XXXX

|  |
| --- |
| 代替 YB/T 172-2000 |

硅砖定量相分析 X射线衍射法

Phase quantitative analysis of silica bricks--X-ray diffraction method

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
| （本稿完成日期：2019.9.26） |

    -XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

        发布

前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替YB/T 172-2000《硅砖定量相分析 X射线衍射法》。本标准是在YB/T 172-2000的基础上进行修订的。与YB/T 172-2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——删除原理中的计算公式；

——增加了每个试样测试的试样片的数量要求；

——增加了标准曲线的建立；

——增加了结果与计算。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会（SAC/TC 193）提出并归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——YB/T 172-2000。

硅砖定量相分析 X射线衍射法

1. 范围

本标准规定了硅砖中α-石英相定量分析X射线衍射法的术语和定义、原理、设备、标样、试样制备、标准曲线的建立、试验步骤、结果与计算和试验报告。

本标准适用于硅砖中α-石英的定量分析，硅砖中鳞石英及方石英的定量分析也可参考本标准。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

JJG 629多晶X射线衍射仪检定规程

1. 术语和定义

X射线强度 X-ray intensity

指X射线衍射分析中特征峰扣除背景后衍射峰的大小，可用衍射峰的高度或面积来表示。

分析线 analysis lines

需要对其强度进行测量并据此判定被分析物相含量的特征谱线。

同素异形体 polymorph

化学组成相同而结构不同的矿物，如鳞石英、方石英、α-石英的组成均为SiO2，但结构各不相同。

择优取向 preferred orientation

非金属材料由于试样粒度粗或压制试样时用力过大等因素使某一衍射面的衍射强度异常增大。

1. 原理

对多相混合试样进行X射线衍射测量时，待测相的X射线衍射强度与该相在试样中的含量成正比，与多相混合试样的质量吸收系数成反比。硅砖中鳞石英、方石英及α-石英均为二氧化硅的同素异形体，采用外标法进行定量相分析。

1. 设备

多晶X射线衍射仪，仪器综合稳定度应满足JJG 629的A级要求，其他指标需满足C级要求。

研磨仪，研磨体为玛瑙或碳化钨材质，能将试样研磨至粒度不大于0.030 mm。

分析天平，感量0.1 mg。

干燥箱，110±5 ℃。

干燥器。

试样压片装置。

1. 标样
	1. α-石英标样

已知α-石英含量且其质量分数不小于95%，经X射线衍射及偏光显微镜鉴定除α-石英外未发现其他物相，X射线衍射谱线明锐，无宽化现象。

* 1. 鳞石英标样

鳞石英有多种，必须选用高温窑炉中经长期使用后的硅砖，切下工作带经X射线衍射及偏光显微镜鉴定为鳞石英，如果有少量玻璃相或方石英，定量计算时，必须乘以校正系数。

* 1. 方石英标样

以SiO2含量大于99%的熔融石英粉，磨细至小于0.088 mm细粉，压制成块状，经1 500 ℃煅烧，保温4 h，X射线衍射及偏光显微镜鉴定完全是方石英，无玻璃相，油浸法测出折射率为1.486 6±0.002 4。

1. 试样制备

将试样除去表皮破碎，通过四分法缩分，并磨细至不大于0.030 mm粉末试样15 g。

通常采用背装法或侧装法。试样片的测试面应平整，装样密度均匀，厚度一致，移动试样片，中间粉末不会洒落或裂开。每个试样应制取5个试样片。

标样的制备要求与试样相同，包括样品架尺寸、数量及颗粒度大小。

1. 标准曲线的建立

α-石英标样和鳞石英标样置入干燥箱110±5 ℃干燥至恒量，再移至干燥器内冷却至室温。

用分析天平分别称取适量的α-石英标样和鳞石英标样，用鳞石英标样稀释α-石英标样，分别配置成α-石英相含量为0.5%、1.0%、2.0%、3.0%、4.0%、5.0%的混合物。充分混合，直到均匀一致。

按照7.2制成标准样片，按照第9章进行分别测试α-石英相含量为0.5%、1.0%、2.0%、3.0%、4.0%、5.0%混合物的α-石英相衍射强度，按衍射峰的面积(A)或高度(h)表示。若配制的标准混合物数量有限，可测试完重新装样再重复测试，一共测试5次，取其平均值。

根据含有0.5%、1.0%、2.0%、3.0%、4.0%、5.0%α-石英相的混合样衍射峰的面积(A)或高度(h)建立工作曲线，α-石英相含量为横坐标，其对应的衍射峰的面积(A)或高度(h)为纵坐标。

1. 遇到特征峰特别宽的时候，采用高度测量精度应比面积测量更好。
2. 由于测量精度、粉末的填充和随机误差等因素衍射谱线强度可能不稳定。因此，测试前要求利用已知石英含量的标准样品检查衍射仪。
3. 试验步骤
	1. 试验条件
		1. 靶材

CuKα或CoKα。

* + 1. 扫描速度

2θ角的扫描速度应不大于l °/min。

* + 1. 狭缝系统

发散狭缝选用1 °。

接受狭缝选用0.3 mm或0.6 mm。

* 1. 分析线的选择

α-石英用（101）面：CoKα:30.5 °〜31.5 °；CuKα:26 °〜27 °。

鳞石英用（1010）面：CoKα:23 °〜24.5 °；CuKα:20 °〜21 °。

方石英用（101）面：CoKα:24.5 °〜26 °；CuKα:21.5 °〜22.5 °。

如果方石英（101）面与鳞石英（0002）面有重叠，可按图1作峰形分解后再计算方石英的衍射强度。



1. 方石英（101）面与鳞石英（0002）面有重叠
	1. 衍射强度的测量

对试样选定的分析线进行扫描。如有择优取向则需重新制样和加用旋转样品台。每个样品至少测试5次，记录每次衍射峰的面积(A)或高度(h)，并计算其平均值。如样品数量有限，可以拆除样品重新装样测试。

测试时如出现择优取向可重新制样或加用旋转样品台。

1. 结果与计算

根据建立的标准曲线，采用插值法计算试样的α-石英相含量平均值，结果精确至小数点后1位。

1. 试验报告

试验报告应包含以下内容：

1. 试验材料的描述，包括制造商、型号、批号等；
2. 所执行的标准
3. 试验机构名称；
4. 试验结果平均值；
5. 试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_