

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 587.13—2007

炭阳极用煅后石油焦检测方法 第 13 部分： L_c （微晶尺寸）值的测定

Calcined coke for prebaked blocks—Testing methods—
Part 13: Determination of crystallite size(L_c)

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》共有 13 部分：

- 第 1 部分：灰分含量的测定；
- 第 2 部分：水分含量的测定；
- 第 3 部分：挥发分含量的测定；
- 第 4 部分：硫含量的测定；
- 第 5 部分：微量元素的测定；
- 第 6 部分：粉末电阻率的测定；
- 第 7 部分：CO₂ 反应性的测定；
- 第 8 部分：空气反应性的测定；
- 第 9 部分：真密度的测定；
- 第 10 部分：体积密度的测定；
- 第 11 部分：颗粒稳定性的测定；
- 第 12 部分：粒度分布的测定；
- 第 13 部分： L_c 值(微晶尺寸)的测定。

本部分为第 13 部分。

本部分参考 ISO 20203-2006《铝生产用炭素材料 煅后石油焦 L_c 值的测定 X 射线衍射法》起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分主要起草人：郭永恒、褚丙武、李波、常先恩。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第 13 部分： L_c (微晶尺寸) 值的测定

1 范围

本部分规定了炭阳极用煅后石油焦 L_c (微晶尺寸) 值的测定方法。

本部分适用于炭阳极用煅后石油焦 L_c (微晶尺寸) 值的测定。

2 方法原理

炭阳极用煅后石油焦里包括不同厚度的微晶, 本部分通过对煅后石油焦试样 X 射线衍射图进行分析处理, 测定试样中所有微晶的平均厚度, 即 L_c 值。

3 仪器

3.1 X 射线粉末衍射仪: 能以每分钟一度的速度或者以每步 0.2 度的速度进行步进扫描。

3.2 样品架: 能够装入研磨好的样品。

3.3 硅或石英样品。

4 试样

将约 10 g 试样用研钵研磨直至全部通过 0.075 mm 的筛子, 将研好的样品放入烘干箱中在 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h, 贮存在干燥器中备用。

5 测定步骤

将试样(4)用合适的方法装到试样窗中, 保证试样有足够的厚度, 有水平、光滑的表面。把试样窗放到样品架上, 打开 X 射线源, 在 2θ 为 $14^{\circ} \sim 34^{\circ}$ 的范围内以每分钟一度的速度进行扫描, 或者以每步 0.2 度的速度进行步进扫描得到衍射图样。计算衍射图纯衍射峰的线宽 β 和峰顶角度 θ 。

6 测定结果的计算

按公式(1)计算微晶尺寸(L_c)值, 计算结果修约到小数点后一位:

$$L_c = \frac{K\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

K ——不定常数, 但对于 L_c , 其值为 0.89;

λ ——X 光的波长, 单位为埃(\AA);

β ——纯衍射峰的线宽, 单位为弧度;

θ ——峰的顶点对应的角度, 单位为度。

7 精密度

7.1 重复性

重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的差值不大于两次平均值的 3%。

7.2 再现性

再现性条件下, 获得的两次独立测试结果的差值不大于两次平均值的 10%。