ICS 71.100.10

CCS Q 50

YS

中国人民共和国工业与信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

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（Lc）

（送审稿）

YS/T 587.13-xxxx

代替YS/T 587.13-2007

中华人民共和国有色金属行业标准

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》的第13部分。YS/T 587已经发布了以下部分：

——YS/T 587.1：第1部分 灰分含量的测定；

——YS/T 587.2：第2部分 水分含量的测定；

——YS/T 587.3：第3部分 挥发分含量的测定；

——YS/T 587.4：第4部分 硫含量的测定；

——YS/T 587.5：第5部分 微量元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——YS/T 587.6：第6部分 粉末电阻率的测定；

——YS/T 587.7：第7部分 CO2反应性的测定；

——YS/T 587.8：第8部分 空气反应性的测定；

——YS/T 587.9：第9部分 真密度的测定；

——YS/T 587.10：第10部分 振实密度的测定；

——YS/T 587.11：第11部分 颗粒稳定性的测定；

——YS/T 587.12：第12部分 粒度分布的测定；

——YS/T 587.13：第13部分 *L*c值（微晶尺寸）的测定；

——YS/T 587.14：第14部分 哈氏可磨性指数（HGI）的测定;

——YS/T 587.15：第15部分 总碳 氢 氮含量的测定。

1. 本文件代替YS/T 587.13-2007《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》。与YS/T 587.13-2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了规范性引用文件（见2）；

——增加了术语和定义（见3）；

——编辑了方法原理（见4，2007年版的2）；

——增加了干燥箱（见5.4）；

——更改了样品制取要求（见6，2007年版的4）；

——更改了测试步骤（见7，2007年版的5）；

1. ——更改了测定结果的计算公式（见8，2007年版的6）；
2. ——更改了精密度（见9，2007年版的7）。
3. 请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。
4. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、包头铝业有限公司、济南澳海炭素有限公司参加标准复验工作。

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——2007年首次发布YS/T 587.13-2007。

——本次为第一次修订。

引言

炭阳极用煅后石油焦是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，炭阳极用煅后石油焦检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证炭阳极用煅后石油焦质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于炭阳极用煅后石油焦生产、贸易结算、分析比对、炭阳极等领域，为我国炭阳极用煅后石油焦工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》系列标准包含了水分、灰分、挥发分、硫含量、微量元素、粉末电阻率、空气反应性、CO2反应性、密度、Lc值（微晶尺寸）等指标的测定。

YS/T 587.13规定了炭阳极用煅后石油焦Lc值（微晶尺寸）的测定方法，该方法基于Scherrer公式。Scherrer公式是由[荷兰](https://wapbaike.baidu.com/item/%E8%8D%B7%E5%85%B0/190469)著名化学家Debye和他的研究生Scherrer首先提出的，是X-射线衍射分析晶粒尺寸的著名公式。可以表征石油焦的煅烧程度。

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定

1 范围

本文件规定了炭阳极用煅后石油焦Lc（微晶尺寸）值的测定方法。

本文件适用于炭阳极用煅后石油焦、预焙阳极Lc（微晶尺寸）值的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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。

GB/T 26297.6 铝用炭素材料取样方法 第6部分 煅后石油焦

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 晶面指数hkl (002)

石墨（002）晶面米勒指数，对应晶格间距(d)为0.335 nm。

3.2 微晶尺寸（Crystallite size）

相互平行的石墨碳片堆的尺寸。

3.3 Lc

样品在C轴方向上的平均厚度，它表示为线性尺寸，以nm为单位。

3.4 衍射角（θ）

平行的x射线照射晶体晶格时产生的入射角，由x射线测角仪测量。

注：一般用°2θ表示。

4 方法原理

将研磨成粉末的样品制成测试片，置于单色x射线束中，并旋转至特定位置产生衍射谱图。通过人工解析或计算机模拟hkl(002)（d=0.335 nm）所在衍射峰的位置和形状，计算Lc值。

5 仪器

5.1 X射线粉末衍射仪：能以1°/min的速度进行连续扫描或每步0.2°的速度进行步进扫描。设备半高宽在本文件规定的程序下应小于0.15°。

5.2 样品架：能够装入研磨好的样品。

5.3 校准样品：硅、石英、刚玉等。

5.4 干燥箱：具有自动调温装置，能保持温度在105℃~115℃。

6 样品

按照GB/T 26297.6的规定取样、制样，按四分法缩分得到约10g试样，将研磨至小于10μm的10g样品放入干燥箱中在110℃±5℃烘干2h，贮存在干燥器中备用。

7 测定步骤

7.1 将样品（6）、校准样品（5.3）用适当的方法装到样品架中，保证样品（6）、校准样品（5.3）有足够的厚度，光滑的表面。

7.2 把制好的测试样放到测试台上，打开X射线源，在设定好的扫描程序（扫描范围：Cu靶，2θ为14°～34°；Co靶2θ为16°～40°，若用其它靶材，需要调整2θ测试范围。Soller slit:0.04rad；divergence slit:0.5°；anti-scatter slit:1°），以每分钟1度的速度进行连续扫描，或者以每步0.2度的速度进行步进扫描，得到衍射图。

7.3 分别计算样品（6）、校准样品（5.3）衍射图衍射峰的半高宽β、βB，以及样品（6）衍射峰顶角度θ。



图1 样品衍射图

8 结果计算

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，以nm表示。

 ···················（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nm；

*β* — 试样衍射峰的半高宽，以弧度表示；

*βB* —校准样品衍射峰的半高宽，以弧度表示；

*θ* — 试样衍射峰的顶点对应的角度，单位为度。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的2.0%，以大于2.0%的情况不超过5%为前提。

9.2 允许差

在再现性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的4.0%，以大于4.0%的情况不超过5%为前提。

10 检测报告

检测报告应包括下列内容：

a) 样品标识；

b) 本文件编号；

c) 检验结果；

d) 检验过程中观察到的异常现象；

e) 本文件没有涉及的操作或者是可以选择的操作；

f) 检测日期。