

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.18-202x

## 冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 18 部分 物相定性分析 X-射线衍射法

Chemical analysis methods and determination

of physical performance of synthetic cryolite

Part 18: x-ray diffraction method for Phase identification

(预审稿)

202x-xx-xx 发布

202x-xx-xx 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》的第18部分，YS/T 273已经发布了以下部分：

- 第1部分 湿存水含量的测定 重量法；
- 第2部分 灼烧减量的测定；
- 第3部分 氟含量的测定；
- 第4部分 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第5部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量；
- 第6部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量；
- 第7部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量；
- 第8部分 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；
- 第9部分 五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第10部分 重量法测定游离氧化铝含量；
- 第11部分 元素含量的测定 X 射线荧光光谱法；
- 第12部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第13部分 试样的制备和贮存；
- 第16部分 锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第17部分 元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第18部分 物相定性分析 X-射线衍射法

本文件首次起草。

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。

本文件附录 A 为资料性附录。

本文件附录 B 为资料性附录。

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：

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

## 引言

冰晶石是电解铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法系列标准是非常重要的部分，在保证冰晶石质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于冰晶石生产、贸易结算、分析比对、电解铝等领域，为我国冰晶石工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准包含了湿存水、灼烧减量、氟、铝、钠、锂、游离氧化铝、硫酸根、二氧化硅、三氧化二铁、试样的制备和贮存、物相定性分析等指标的测定。

YS/T 273.18 规定了物相定性分析的测定方法。物相定性分析可以鉴定出冰晶石的物相组成，可以有效的发现冰晶石贸易、使用中存在的将从电解槽打捞的铝电解质、炭渣处理后得到的铝电解质冒充冰晶石的问题。维护正常的市场秩序，保证贸易规范化。

# 冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

## 第 18 部分 物相定性分析 X-射线衍射法

### 1 范围

本文件规定了 X-射线衍射法定性分析冰晶石的物相组成。  
本文件适用于冰晶石的物相定性分析，也适用于铝电解质的物相定性分析。

### 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。

YS/T 273.13 冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 试样的制备和贮存

### 3 术语和定义

下列术语适用于本标准。

#### 3.1

**晶面间距 (d)** Interplanar spacing

空间点阵可认为是由许多相同的具有一定周期构造的平面点阵平行等距排列而成的平面点阵族构成的。两个相邻平面点阵间的距离就叫面间距。

#### 3.2

**晶面指数 (hkl)** indices of crystallographic plane

用来代表一个平面点阵族的，用圆括号括起来的三个互质整数。

#### 3.3

**X 射线衍射** X-ray diffraction

X 射线照射在晶体上，前进方向发生变化的现象即为 X 射线衍射。此种衍射的图形和数字记录即为衍射谱。每个衍射线(衍射峰)可以理解为某个平面点阵族上的反射。

#### 3.4

**衍射谱** pattern

表现测试角度与衍射强度间关系的图谱。

#### 3.5

**物相** phase

物相是具有相同成分及相同物理化学性质的，即有相同晶体结构的物质均匀部分。

### 3.6

**扫描** scanning

样品与探测器围绕测角器轴转动以记录衍射谱的过程。

### 3.7

**步进扫描** step scanning

在扫描过程中，样品与探测器逐步前进，每走一步停留若干秒时间，以记录衍射强度的过程。

### 3.8

**连续扫描** continue scanning

在扫描过程中，样品与探测器是不停地转动的，在转动中记录衍射强度的过程。

### 3.9

**X射线衍射法** X-ray diffraction method

利用晶体对 X-射线的衍射效应，根据 X-射线穿过物质的晶格所产生的衍射特征，鉴定晶体的内部结构的方法

## 4 原理

当 X-射线穿过晶体时会发生衍射现象，晶体对 X-射线的衍射现象与晶体的有序结构有关，即衍射花样规律反映了晶体结构的规律性。由此可用特征 X-射线照射到多晶粉末（或块状样品）上获得衍射谱图或数据，从而确定晶体结构。对于 X-射线衍射仪来说，最常用的衍射公式是布拉格方程，如下式（1）所示：

$$2 \times d_{(hkl)} \cdot \sin \theta_n = n \cdot \lambda \cdots \cdots (1)$$

式中：

$d_{(hkl)}$ ——反射晶面（hkl）的面间距；

$\theta_n$ ——为相应某个 n 值的衍射角；

n——反射级数（n=1.2.3……）；

$\lambda$ ——X 光的波长，单位为埃（Å）。

## 5 试剂

### 5.1 无水乙醇

## 6 仪器设备

### 6.1 X-射线衍射仪

### 6.2 研钵

## 7 实验条件

### 7.1 电压和电流

使用的电压和电流不应超过所使用的 X 射线管所规定的最大电压和电流（功率也不应超过设备的最大功率）。可参照附录 A 推荐的参数。

## 7.2 狭缝宽度

衍射仪中，狭缝宽度影响衍射强度、峰位及峰形。在分析测试过程中应根据实际情况，两者兼顾，选用合适的狭缝宽度。可参照附录 A 推荐的参数。

## 7.3 扫描范围

采用 Cu 靶，扫描角度  $2\theta$ ：5~75°；采用 Co 靶，扫描角度  $2\theta$ ：6~90°。其它靶材根据需要确定， $2\theta$  最大值处，晶面间距  $d$  不大于 0.126 nm。可参照附录 A 推荐的参数。

## 7.4 扫描方式和扫描速度

常用的扫描方式有连续扫描和步进扫描。连续扫描耗时短，效率高；步进扫描耗时长，效率低。建议采用连续扫描。

## 8 测量步骤

8.1 用沾有无水乙醇（5.1）的棉球将研钵（6.2）、样品板（玻璃）擦试干净，吹干备用。

8.2 取按照 YS/T 273.13 制备的试样 2 g，在研钵（6.2）内研磨至小于 10  $\mu\text{m}$ 。

8.3 将研磨好的粉末试样加入试样板的矩形孔中，用一小块平板玻璃在上面轻压，要求测量面平整光滑。

8.4 将制好的样品板放入衍射仪（6.1）的样品架上，按照设定好的参数进行扫描，获得试样的衍射谱图。

## 9 衍射图谱分析

### 9.1 物相检索

#### 9.1.1 检索法

9.1.1.1 给出检索条件：包括检索子库、样品中可能存在的元素等；

9.1.1.2 检索软件按照给定的检索条件进行检索，将最可能存在的物相列出一个表；

9.1.1.3 从列表中检出存在的物相。一般来说，判断一个相是否存在有三个条件：

- a) 标准卡片中的峰位与测量峰的峰位是否匹配；
- b) 标准卡片的峰强比与样品峰的峰强比要大致相同；
- c) 检索出来的物相包含的元素在样品中必须存在。

#### 9.1.2 特征峰法：

对于冰晶石样品，附录 B 给出了其中典型物相的衍射谱图。将附录 B 中典型物相的衍射谱图与测试的谱图进行比对，特征峰存在，即可判断该物相存在。

### 9.2 冰晶石中几种典型物相的衍射谱图

冰晶石中几种典型物相的衍射谱图见附录 B，供分析测试时参考。

## 10 衍射仪的安全

10.1 X 射线衍射仪为使用电离辐射的仪器，使用者应注意防辐射的个人保护。

10.2 为保护 X 射线管，一般每半年更换一次循环水。

10.3 高压发生器和 X 光管工作时都处于高电压状态，室内相对湿度应保持在 70%以下（或按仪器说明书的相关规定），如相对湿度超过 70%应首先采取除湿措施，待湿度下降后方可开机。

## 11 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 样品名称及编号；
- c) 检测结果；
- d) 检测人员；
- e) 测试过程中发现的异常情况；
- f) 检测日期。

附录 A

衍射仪参考测量参数

衍射仪测量参数的选择应综合考虑多方面因素，根据实际情况确定。表 A.1 给出的仪器测量参数仅供参考。

表 A.1 衍射仪参考测量参数

| 靶材           | Cu   | Co   |
|--------------|------|------|
| 电压 kV        | 45   | 40   |
| 电流 mA        | 40   | 40   |
| 扫描范围/°       | 5~75 | 6~90 |
| 扫描速度/°/min   | 5~20 | 5~20 |
| 发散狭缝（DS）/°   | 1    | 1    |
| 索拉狭缝（SS）/rad | 0.04 | 0.04 |
| 防散射狭缝/mm     | 5.5  | 5.5  |

## 附录 B

### 冰晶石中几种典型物相的衍射谱图

#### B.1 $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ 的衍射谱图 (图 B.1)

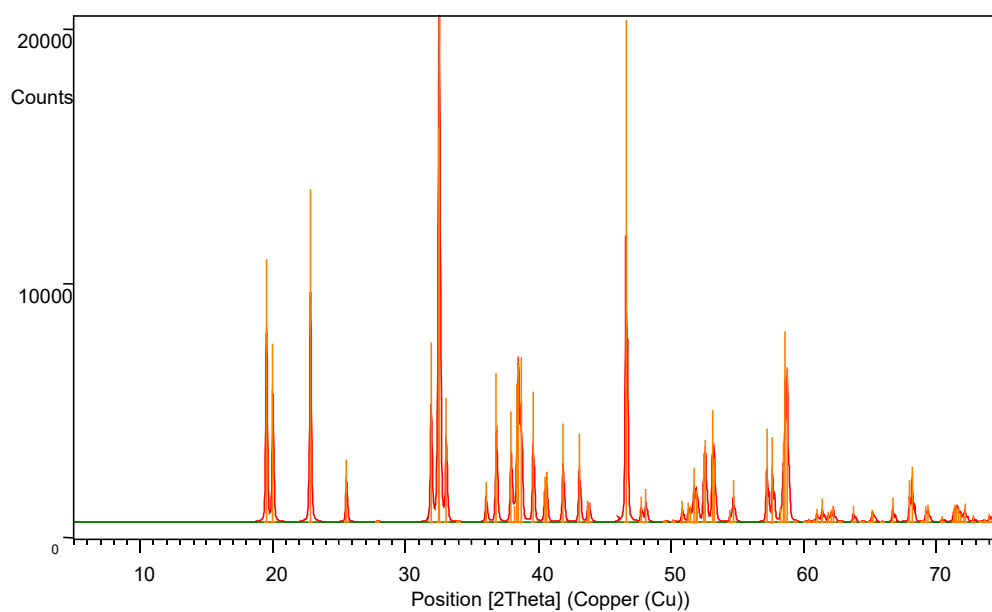


图 B. 1  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  的衍射谱图

#### B.2 $\text{Na}_5\text{Al}_3\text{F}_{14}$ 的衍射谱图 (图 B. 2)

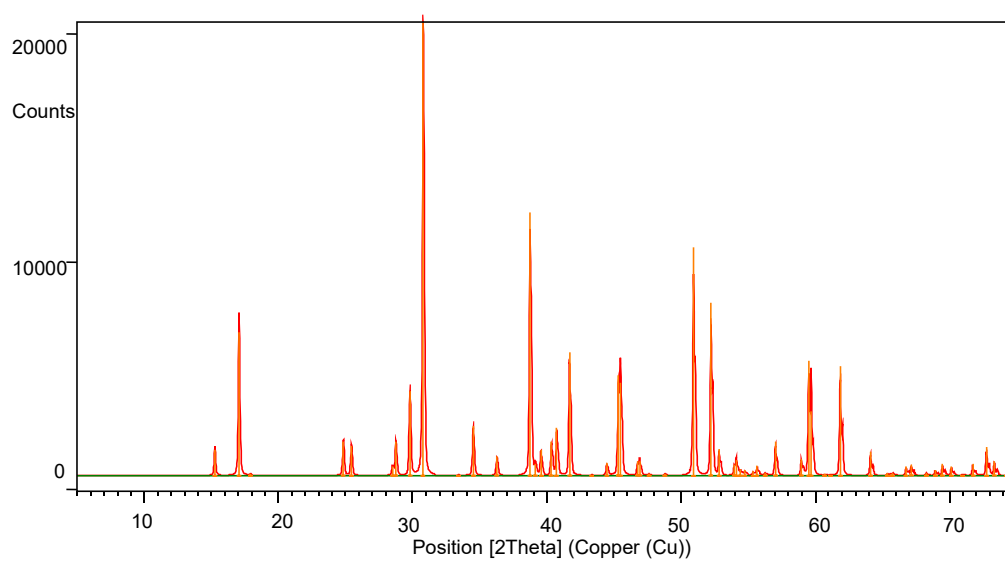


图 B. 2  $\text{Na}_5\text{Al}_3\text{F}_{14}$  的衍射谱图

## B.3 NaF 的衍射谱图 (图 B.3)

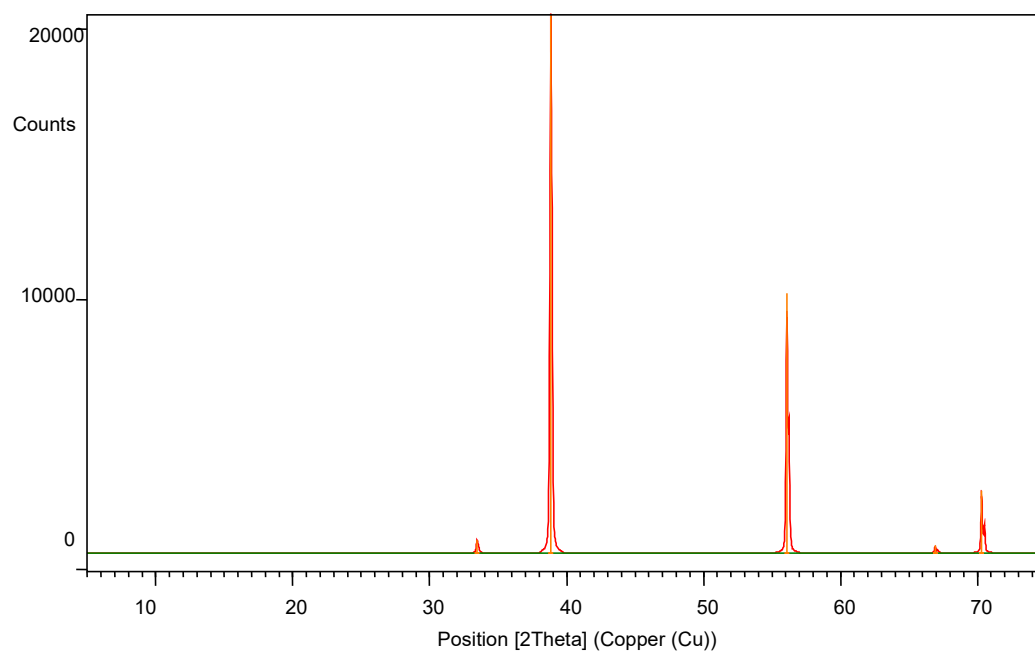
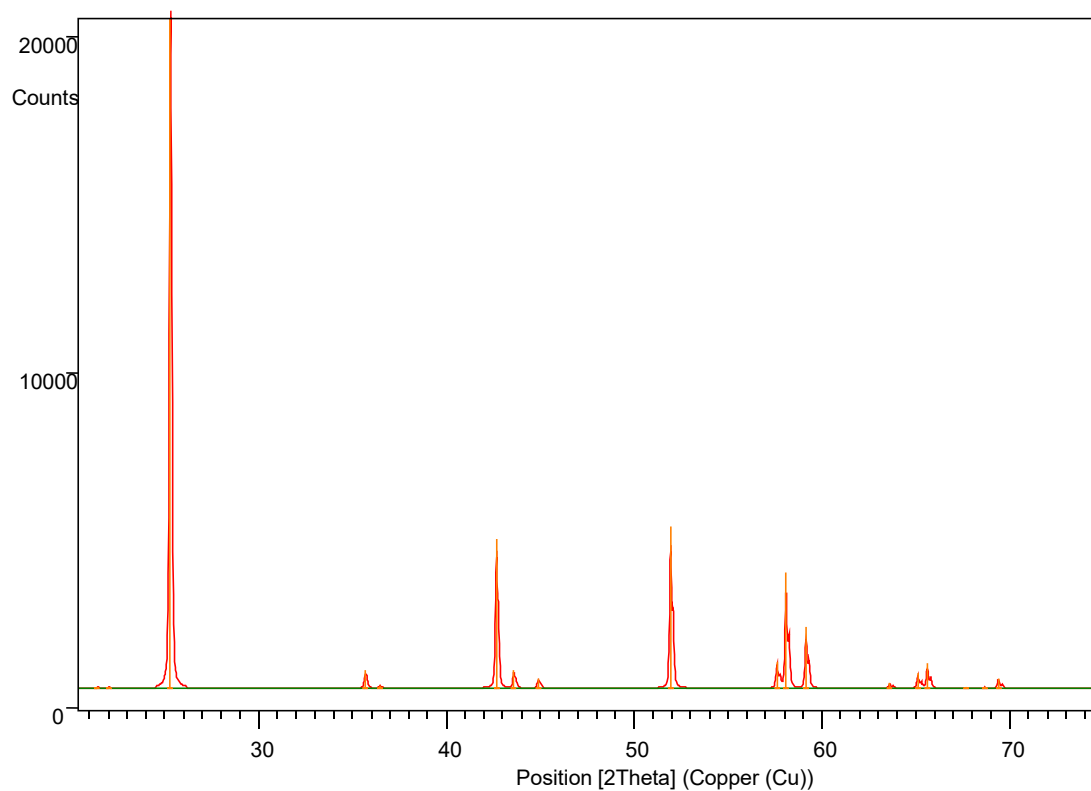


图 B. 3 NaF 的衍射谱图

B.4 AlF<sub>3</sub> 的衍射谱图 (图 B.4)图 B. 4 AlF<sub>3</sub> 的衍射谱图

B.5  $\text{Al}[\text{F}_{0.5}(\text{OH})_{0.5}]_3 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$  的衍射谱图 (图 B.5)

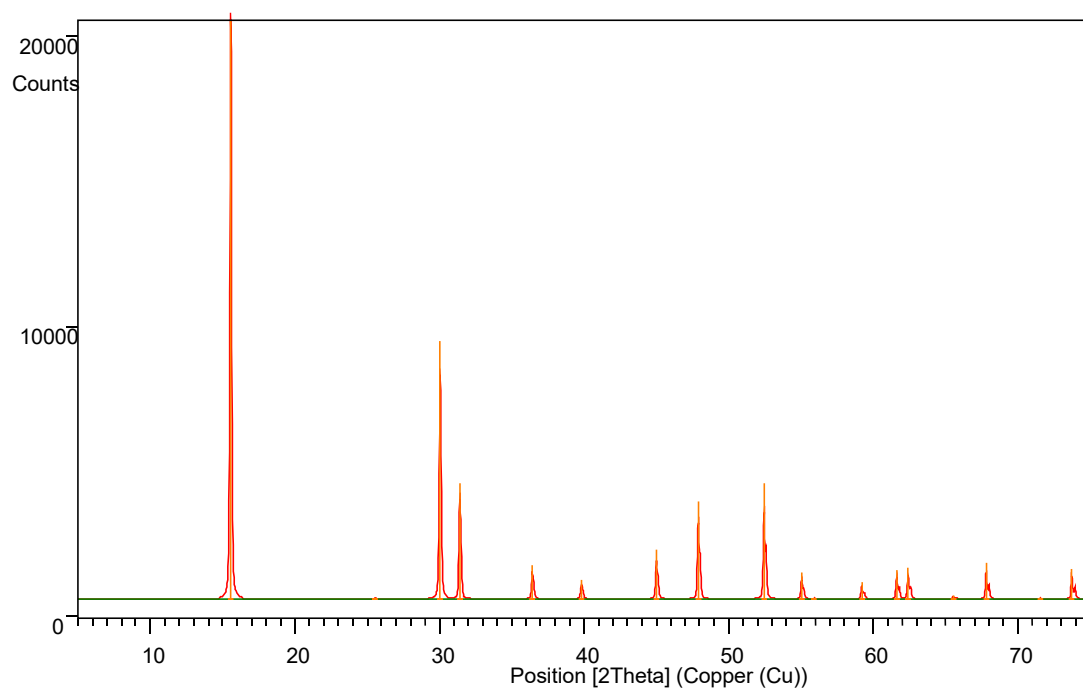


图 B. 5  $\text{Al}[\text{F}_{0.5}(\text{OH})_{0.5}]_3 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$  的衍射谱图

B.6  $\text{CaF}_2$  的衍射谱图 (图 B.6)

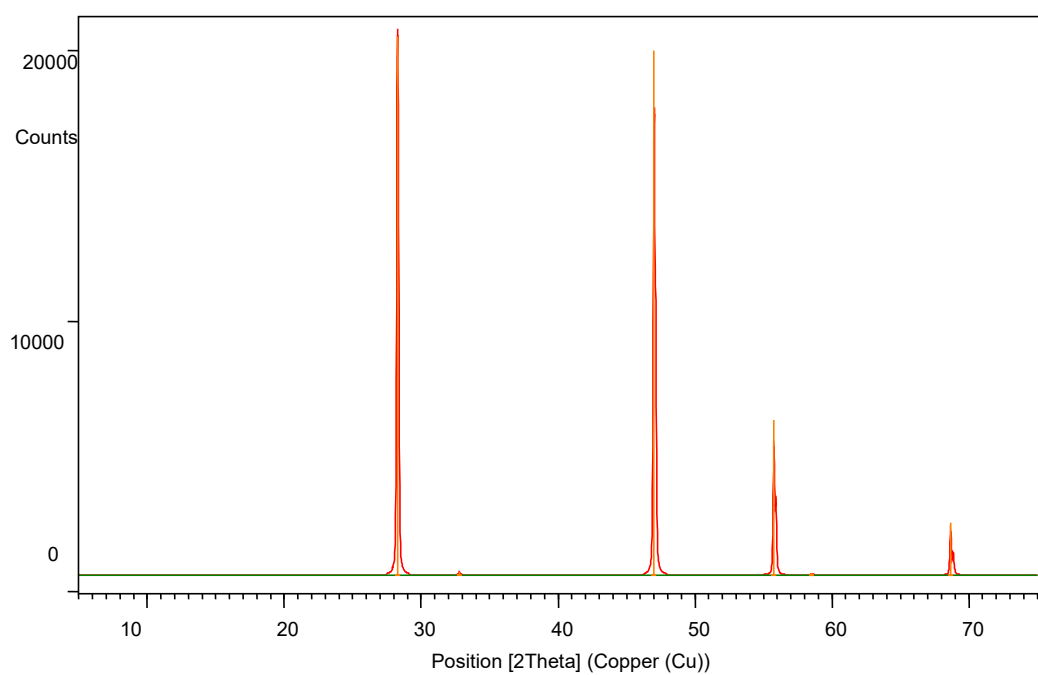
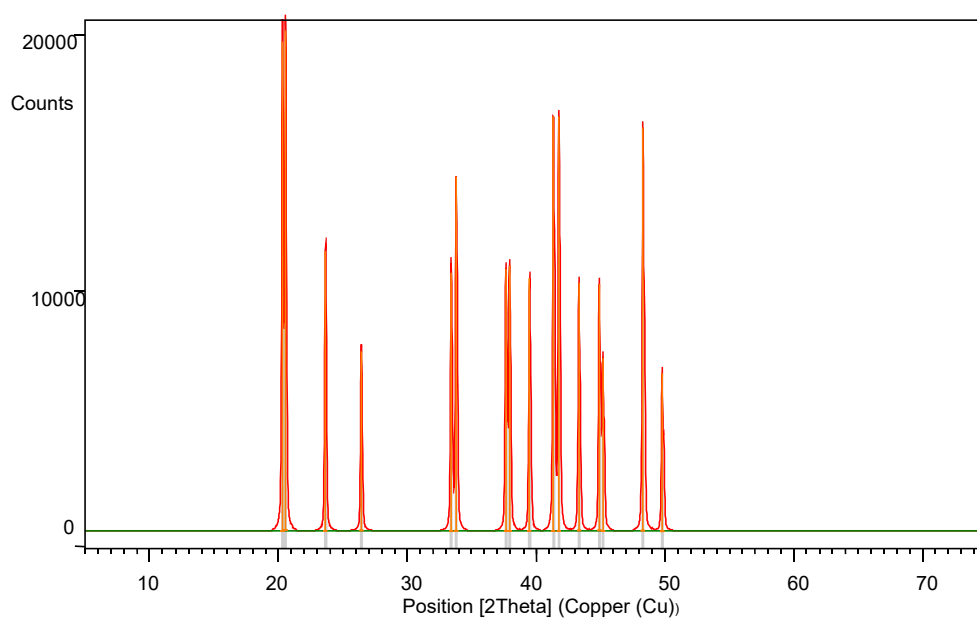
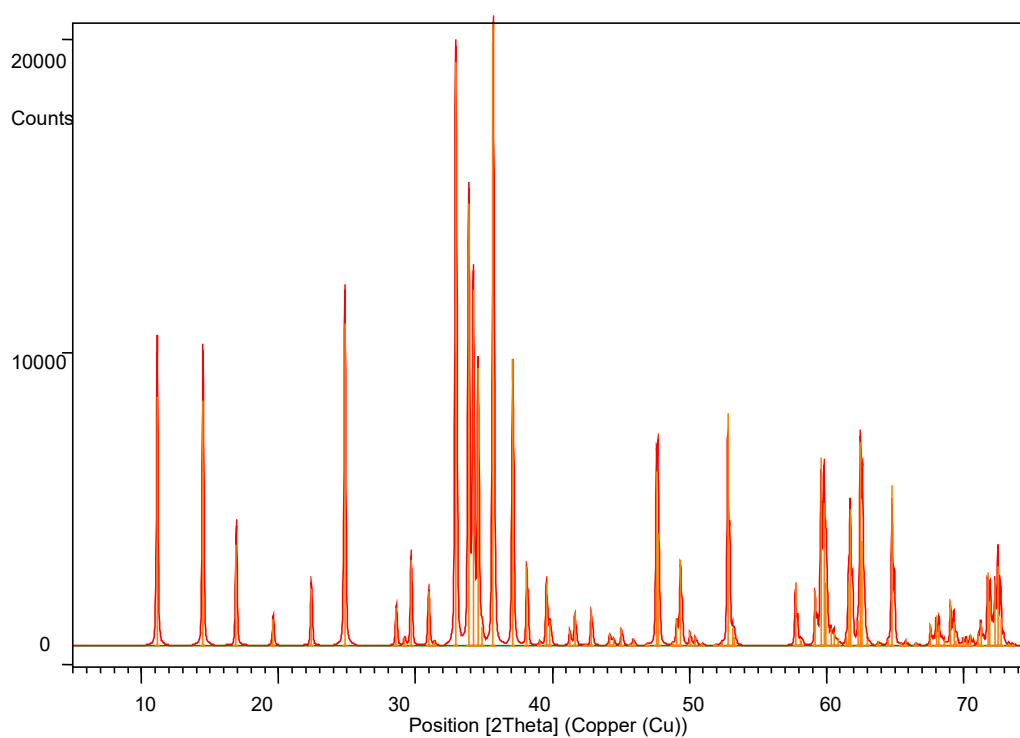


图 B. 6  $\text{CaF}_2$  的衍射谱图

B.7  $\text{LiNa}_2\text{AlF}_6$  的衍射谱图 (图 B.7)图 B. 7  $\text{LiNa}_2\text{AlF}_6$  的衍射谱图B.7  $\text{K}_2\text{NaAlF}_6$  的衍射谱图 (图 B.7)图 B. 7  $\text{K}_2\text{NaAlF}_6$  的衍射谱图

B.9 LiF 的衍射谱图 (图 B.9)

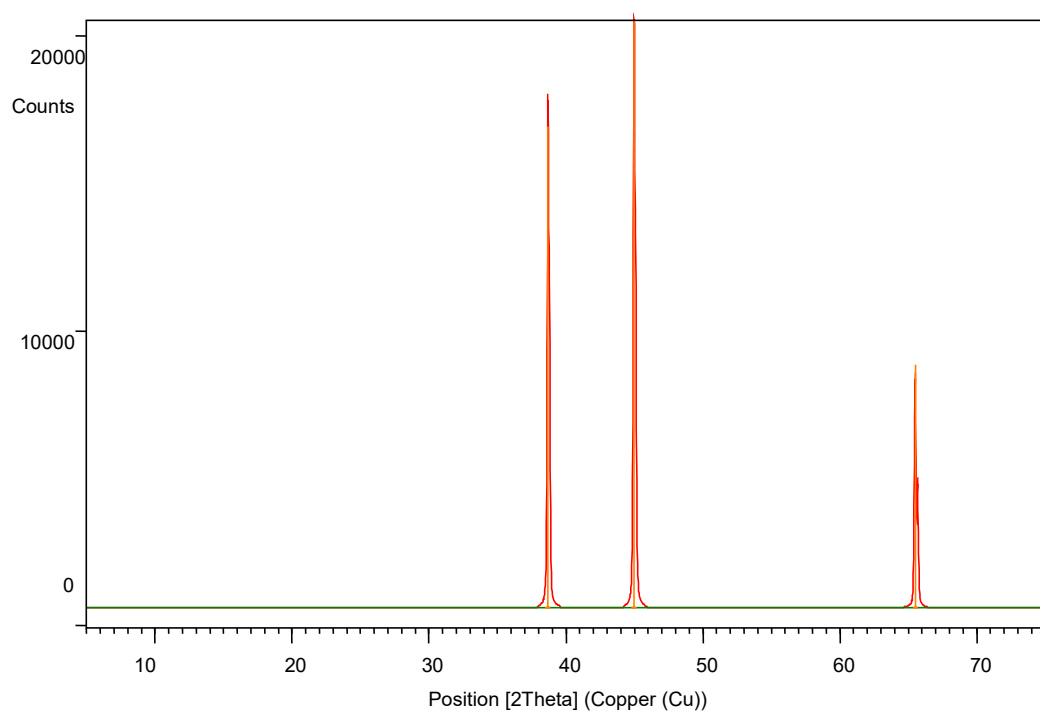


图 B.9 LiF 的衍射谱图

B.10  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的衍射谱图 (图 B.10)

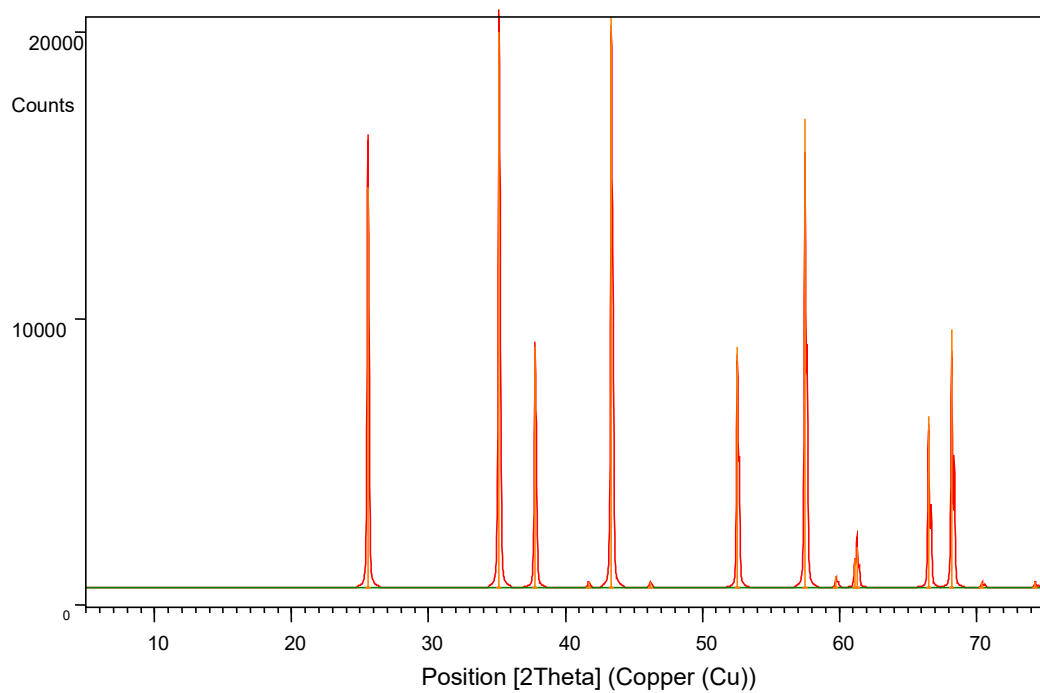
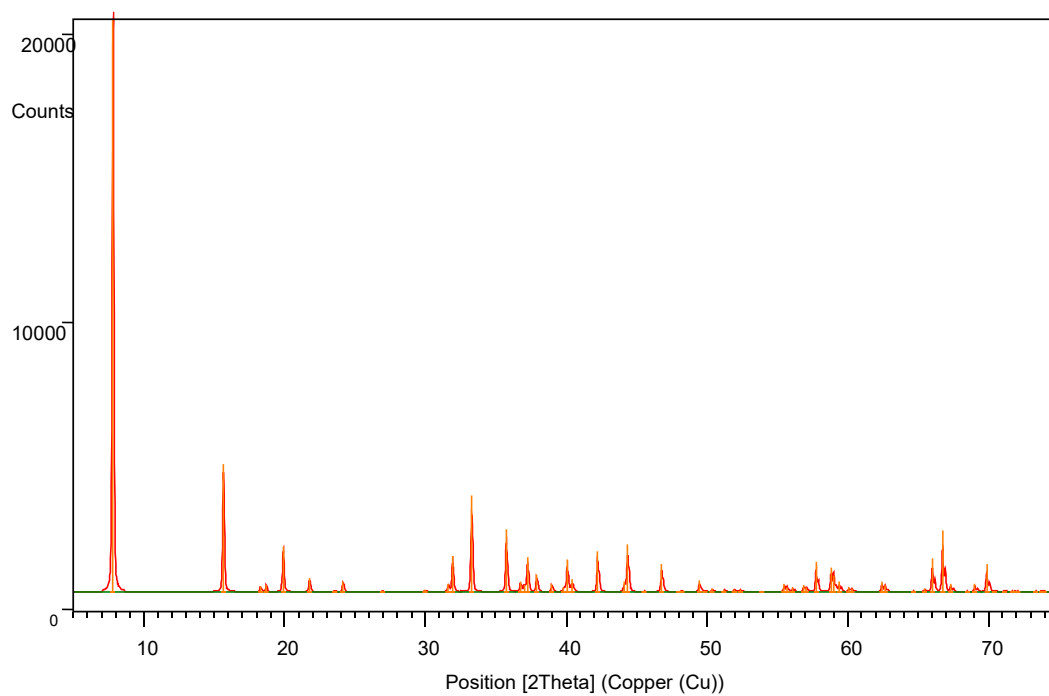


图 B.10  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的衍射谱图

B.11  $\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  的衍射谱图 (图 B.11)图 B. 11  $\beta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  的衍射谱图