

文章编号: 0254-5357(2015)05-0565-05

DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.2015.05.011

X射线衍射K值法测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 的含量

唐梦奇, 黎香荣, 刘国文, 刘顺琼

(防城港出入境检验检疫局, 广西 防城港 538001)

摘要: 目前通常采用焦磷酸法和X射线衍射法测定游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 的含量, 其中焦磷酸法不能消除氧化铁皮中 FeO 、 Fe_3O_4 和 Fe_2O_3 等焦磷酸难溶物质的影响, 不适合用于测定氧化铁皮中的游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 。本文建立了采用X射线衍射K值法测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的方法。以 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 作为参考物质, 以 $\alpha-\text{SiO}_2$ (101)衍射峰和 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (012)衍射峰作为测量谱峰, 将 $\alpha-\text{SiO}_2$ 和 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (质量比1:1)混合均匀制备成测量K值的试样, 获得K值为7.86, 应用此值分析已知游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的氧化铁皮样品, 游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的测定值与实际值相符。该方法的测定范围为游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量 $\geq 0.50\%$, 测量范围宽, 且方便快速, 能够满足进口氧化铁皮检验监管的工作需求。

关键词: 氧化铁皮; 游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量; X射线衍射法; K值法

中图分类号: O613.72; P575.5 **文献标识码:** A

氧化铁皮是在钢材锻造和热轧热加工过程中, 由于钢材表面受到氧化而形成氧化铁层, 剥落下来的鱼鳞状物。由于氧化铁皮中的铁含量高, 已被广泛地用于钢铁冶炼, 近几年来进口量剧增, 在一定程度上弥补了我国铁矿石资源不足的现状。我国已将氧化铁皮纳入限制进口类可用作原料的固体废物进行管理, 并规定铁含量大于68%、 CaO 和 SiO_2 总量小于3%的氧化铁皮才允许进口, 这种限量要求是为了防止钢铁冶炼炉渣等禁止进口固体废物恶意掺入氧化铁皮向我国输入。钢铁冶炼炉渣主要是硅酸盐, 掺入氧化铁皮会使 CaO 和 SiO_2 总量增大。实际工作中发现部分进口氧化铁皮中存在游离 $\alpha-\text{SiO}_2$, 这部分游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 是由氧化铁皮在堆置和运输过程中混入的沙土带入的游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 和氧化铁皮内在的游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 组成, 不属于炉渣部分。化学法测定的 SiO_2 含量应减去其中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量, 再与 CaO 计算含量, 判断 CaO 和 SiO_2 总量是否小于3%。这就要求有一种准确测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的检测方法, 而目前这种检测方法未见报道, 因此有必要研究建立氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的测定方法, 以满足进口氧化铁皮检验监管的工作需求。

目前通常采用焦磷酸法和X射线衍射法测定游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量。焦磷酸法由于所需仪器设备简单, 被广泛用于测定游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 的含量, 并被作为测定石灰岩中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的标准方法(GB/T 14840—2010), 但该方法无法消除样品中焦磷酸难溶物质对测量结果的影响^[1-3]。氧化铁皮含有的物质主要是 FeO 、 Fe_3O_4 和 Fe_2O_3 , 均为焦磷酸难溶物质, 因此焦磷酸法不适合测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量。已有文献采用X射线衍射法测定了呼吸性粉尘、膨润土、碳酸盐岩石、煤炭及云母矿粉中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量, 采用的物相定量分析方法有: 外标法^[4-6]、内标法^[7]、K值法^[6,8-9]及Rietveld全谱图拟合法^[10-12]。外标法和内标法需要利用一系列具有含量梯度的标准物质建立含量与衍射强度的定量工作曲线, 工作量大, 不适合没有标准物质的氧化铁皮样品的物相定量测定。Rietveld全谱图拟合法虽然不需要配制一系列标准物质和绘制工作曲线, 但需要知道样品中所有物相的结构数据, 利用专业软件经过复杂的数学计算进行全谱图拟合得出定量结果, 此方法专业性强, 必须配置晶体结构数据库和拟合软件, 不适合在普通实验室推广应用。X射线衍射K值法也称基体清洗法, 只需选用合适的参

收稿日期: 2015-03-20; 修回日期: 2015-08-20; 接受日期: 2015-09-05

基金项目: 国家质检总局科技计划项目(2014IK268)

作者简介: 唐梦奇, 工程师, 主要从事X射线荧光光谱和X射线衍射分析工作。E-mail: tangmeng773@163.com。

考物质并求出 K 值就能进行物相定量分析,无需绘制标曲线,能消除样品基体吸收效应,提高了分析精度,实验过程简便,因而被广泛应用,如被用于测定碳酸盐岩石和膨润土中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量^[6,8],并被冶金部列为金属材料 X 射线衍射相定量分析的标准方法(YB/T 5320—2006)。因此,本文选择 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 作为参考物质,通过实验测量了 K 值,建立了测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的 X 射线衍射 K 值法。

1 实验部分

1.1 K 值法实验思路

设氧化铁皮样品中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 相的质量分数为 w_j ,在加有参考物质 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 的混合试样中,其变为 w_{j1} , w_{j1} 与衍射峰积分强度存在如下定量关系^[13]:

$$w_{j1} = \frac{I_j w_s}{I_s K} \quad (1)$$

式中: I_j 为 $\alpha-\text{SiO}_2$ (101) 衍射峰积分强度; I_s 为 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (012) 衍射峰积分强度; w_s 为 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 在混合试样中的质量分数。 K 是一个常数,与加入的参考物质多少无关,其求法是:取纯 $\alpha-\text{SiO}_2$ 和 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 按质量比 1:1 混合制成测量 K 值的试样,由式(1)可知 $K = \frac{I_j}{I_s}$,测出积分强度比即为 K 值。

用 X 射线衍射 K 值法测定氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的步骤是:第一步求出 K ;第二步求出混合试样中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 相质量分数 w_{j1} ;第三步即从 w_{j1} 值计算出氧化铁皮样品中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 相质量分数 w_j ,即 $w_j = \frac{w_{j1}}{1 - w_s}$ 。

1.2 K 值法测量仪器及实验方法

1.2.1 测量仪器

D8 ADVANCE X 射线衍射仪(德国布鲁克 AXS 有限公司),ZHM-1A 振动磨样机(北京众合创业科技发展有限责任公司)。

1.2.2 实验方法

称取 2 g 氧化铁皮样品和适量 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 样品[称取量要求能使混合试样中 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (012) 衍射峰与 $\alpha-\text{SiO}_2$ (101) 衍射峰的积分强度相当],置于玛瑙研钵中研磨至少 30 min,充分混匀并使粒度小于 45 μm ,然后将混合试样均匀地装入样品框中,用玻璃片把粉末压紧、压平直至与样品框表面成一个平面,再将样品框放入 X 射线衍射仪样品台进行测

量。仪器测量条件为:铜靶 $\text{K}\alpha$ 辐射,管电压 40 kV,管电流 40 mA,发散狭缝 DS 为 0.6 mm,防散射狭缝 SS 为 8 mm,LynxEye 阵列探测器,扫描类型为连续扫描,扫描范围 $24.5^\circ \sim 27.5^\circ$,扫描步长 0.01° ,每步停留时间 3 s。收集的衍射图谱采用 EVA2.0 软件进行分析,对衍射图谱依次进行平滑、扣背底及去除 $\text{K}\alpha_2$ 峰处理后计算 $\alpha-\text{SiO}_2$ (101) 衍射峰($2\theta = 26.6^\circ$)和 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (012) 衍射峰($2\theta = 25.6^\circ$)^[14] 的积分强度。

1.3 样品及制样方法

进口氧化铁皮样品(编号为 1#):在振动磨样机中研磨 30 s 制成粒度为 75 μm 的粉末,取出粉末放入 105℃ 烘箱内烘 2 h 后置于干燥器中冷却至室温,备用。其衍射图谱如图 1 所示,物相组成为 FeO 、 Fe_3O_4 和 Fe_2O_3 ,不含有游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 。

石英砂(分析纯,国药集团化学试剂有限公司):在振动磨样机中研磨 30 s 制成粒度为 75 μm 粉末,取出粉末放入 105℃ 烘箱内烘 2 h 后置于干燥器中冷却至室温,备用。其衍射图谱如图 1 所示,物相为 $\alpha-\text{SiO}_2$,不含其他相。

$\text{Al}(\text{OH})_3$ 粉末(分析纯,上海美兴化工股份有限公司):在 1150℃ 马弗炉中恒温烧制 10 h,完全转变为 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$,然后置于干燥器中冷却至室温,备用。其 X 射线衍射图谱如图 1 所示,物相为 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$,不含其他相。

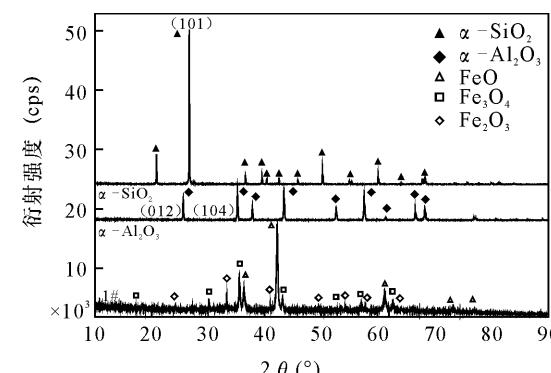


图 1 进口氧化铁皮、 $\alpha-\text{SiO}_2$ 和 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 的 X 射线衍射图谱

Fig. 1 X-ray diffraction patterns of import mill scale, $\alpha-\text{SiO}_2$ and $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$

2 结果与讨论

2.1 参考物质及测量谱线的选择

冶金行业标准 YB/T 5320—2006 关于参考物质

的选择原则是:用于测量的衍射线强度要强,其峰位与待测相的测量衍射线接近而又互不重叠,也不受其他衍射线干扰;参考物质的吸收系数与待测相尽量接近。 α -SiO₂质量吸收系数为34.96 cm²/g^[5], α -Al₂O₃的质量吸收系数为38.50 cm²/g^[5],故选用 α -Al₂O₃为参考物质。因选用 α -SiO₂的最强衍射线(101)为测量谱线,由图1可知 α -Al₂O₃强衍射线(012)和(104)的峰位与 α -SiO₂衍射线(101)的峰位接近而又互不重叠,但 α -Al₂O₃强衍射线(104)与氧化铁皮中Fe₃O₄相的衍射线重叠,故选择 α -Al₂O₃强衍射线(012)为测量谱线。

2.2 实验方法引起待测晶面择优取向程度

按1:1的质量比配制 α -SiO₂和 α -Al₂O₃的混合试样A,在1#氧化铁皮样品中加入一定量的 α -SiO₂和适量的 α -Al₂O₃配制成混合试样B,然后按照1.2.2节的实验方法研磨试样A和B,测量试样A和B中的 α -SiO₂(101)衍射峰和 α -Al₂O₃(012)衍射峰的积分强度,相同样品框旋转90°后再测量一次。测量结果见表1,两次所测同一样品中同一衍射峰积分强度几乎一样,相对平均偏差均小于0.7%,表明实验方法不会引起待测晶面择优取向^[15],同时说明本文设计的实验方法是正确的。

表1 衍射峰积分强度测量结果

Table 1 Measurement results of diffraction intensity

| 样品 编号 | α -SiO ₂ (101)衍射峰积分强度 | | | α -Al ₂ O ₃ (012)衍射峰积分强度 | | |
|----------|---|---------------------|-------------------|---|---------------------|-------------------|
| | 第1次 测量值 (cps) | 第2次 测量值 (cps) | 相对平均 偏差 (%) | 第1次 测量值 (cps) | 第2次 测量值 (cps) | 相对平均 偏差 (%) |
| A | 68.97 | 69.00 | 0.022 | 8.782 | 8.781 | 0.0057 |
| B | 0.7033 | 0.6949 | 0.60 | 0.7335 | 0.7324 | 0.075 |

2.3 K值的测量结果及准确度

按1:1质量比分别称取 α -SiO₂和 α -Al₂O₃各0.4 g,置于玛瑙研钵中,按照1.2.2节的实验方法制取测量K值的试样,然后测量 α -SiO₂(101)衍射峰和 α -Al₂O₃(012)衍射峰的积分强度。重复制样三次,每次制成的试样测量三次衍射峰积分强度,把每次衍射峰积分强度代入公式 $K = \frac{I_j}{I_s}$ 求出每次的K值,取其平均值作为最终的K值。实验数据及K值结果见表2,测量的K值为7.86。 α -SiO₂(101)衍射峰积分强度的相对标准偏差为0.76%, α -Al₂O₃(012)衍射峰积分强度的相对标准偏差为

0.44%,符合YB/T 5320—2006的要求(相对标准偏差小于1%),说明本文测量的K值是准确的。

表2 K值测试结果

Table 2 Measurement results of K value

| 制样 序次 | 测量 序次 | 衍射峰积分强度(cps) | | 单次测量的 K值 | K的 平均值 |
|----------|----------|-------------------------------------|---|-------------|-----------|
| | | α -SiO ₂ (101) | α -Al ₂ O ₃ (012) | | |
| 1 | 1 | 68.97 | 8.782 | 7.85 | 7.86 |
| | 2 | 69.00 | 8.781 | 7.86 | |
| | 3 | 68.95 | 8.811 | 7.83 | |
| 2 | 1 | 70.29 | 8.882 | 7.91 | 7.86 |
| | 2 | 69.99 | 8.847 | 7.91 | |
| | 3 | 70.01 | 8.874 | 7.89 | |
| 3 | 1 | 69.11 | 8.795 | 7.86 | 7.81 |
| | 2 | 69.14 | 8.855 | 7.81 | |
| | 3 | 69.26 | 8.841 | 7.83 | |

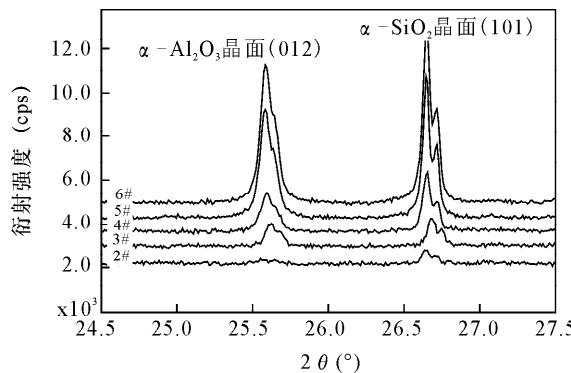
2.4 方法准确度及测量范围

在1#氧化铁皮样品中加入不同含量的石英砂,配制成游离 α -SiO₂含量为0.10%、0.50%、1.00%、2.44%、3.38%的氧化铁皮样品5个,编号为2#、3#、4#、5#、6#,具体配比见表3。YB/T 5320—2006中规定待测样品中加入参考物质的量应使加入参考物质后的混合试样中待测相与参考物质所选用的衍射线积分强度相当。为此按 α -SiO₂与 α -Al₂O₃质量比为1:8的比例称取适量的 α -Al₂O₃加入2#、3#、4#、5#、6#样品中,然后按照1.2.2节实验方法制取均匀混合试样,测量混合试样中 α -SiO₂(101)衍射峰和 α -Al₂O₃(012)衍射峰的积分强度(衍射图谱见图2),代入公式(1)求出 w_{j1} ,再按照公式 $w_j = \frac{w_{j1}}{1 - w_{j1}}$ 求出氧化铁皮样品中的游离 α -SiO₂含量,计算结果见表3。各样品中游离 α -SiO₂含量的测量值与实际值一致,相对偏差均小于5%,满足YB/T 5320—2006对测定结果的要求(相对偏差≤5%)。表明本方法测定结果准确,也证明测量的K值是准确的。

由图2的X射线衍射峰可知:2#样品中 α -SiO₂(101)衍射峰和 α -Al₂O₃(012)衍射峰的峰形弥散,峰高小于背底波动幅度的4倍,不满足YB/T 5320—2006的要求(峰高应大于背底波动幅度的4倍),不能用于定量分析;3#、4#、5#及6#样品中 α -SiO₂(101)衍射峰和 α -Al₂O₃(012)衍射峰的峰形尖锐,峰高大于背底波动幅度的4倍,满足YB/T 5320—2006的要求,可用于定量分析。因此本方法的测量范围为:游离 α -SiO₂含量≥0.50%。

表3 样品配比及游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量测定结果Table 3 Proportioning of samples and determination results of free $\alpha-\text{SiO}_2$ content

| 样品 编号 | 样品配比 | | $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 加入量(g) | 衍射峰积分强度(cps) | | $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量(%) | | 相对偏差 (%) |
|----------|-------------|----------|--|-----------------------------|--------------------------------------|-----------------------------|------|-------------|
| | 1#氧化铁皮质量(g) | 石英砂质量(g) | | $\alpha-\text{SiO}_2$ (101) | $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ (012) | 测定值 | 实际值 | |
| 2# | 2 | 0.002 | 0.016 | - | - | - | 0.10 | - |
| 3# | 2 | 0.01 | 0.08 | 0.1685 | 0.1631 | 0.52 | 0.50 | 4.00 |
| 4# | 2 | 0.02 | 0.16 | 0.3099 | 0.3001 | 1.05 | 1.00 | 5.00 |
| 5# | 2 | 0.05 | 0.4 | 0.7033 | 0.7335 | 2.38 | 2.44 | 2.46 |
| 6# | 2 | 0.07 | 0.56 | 0.9614 | 0.9713 | 3.40 | 3.38 | 0.59 |

图2 样品中 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶面(012)和 $\alpha-\text{SiO}_2$ 晶面(101)的衍射峰Fig. 2 Diffraction peaks of crystal face (012) for $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ and crystal face (101) for $\alpha-\text{SiO}_2$ in samples

3 结论

本文选用 $\alpha-\text{Al}_2\text{O}_3$ 作为参考物质,在规定的实验条件下测量了K值为7.86,建立了测量氧化铁皮中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量的X射线衍射K值法。在实际检测工作中,只需一次制样、一次测量就能准确计算出样品中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ 含量。本方法无需任何样品前处理、方便快速、测定结果准确、测量范围宽,能满足进口氧化铁皮检验监管的工作需求。

本方法暂没应用到实际进口氧化铁皮检验监管中。由于实验条件的限制,本方法只能采用的铜靶 $K\alpha$ 辐射,该辐射会激发氧化铁皮样品中铁元素的荧光X射线,氧化铁皮中铁含量很高,产生的大量铁荧光X射线将叠加在衍射图的背底上,造成很高的背底强度,使方法的测定下限(0.5%)较高。建议有条件的实验室采用钴靶 $K\alpha$ 辐射,避免激发氧化铁皮样品中铁元素的荧光X射线,能极大地降低背底强度,可将本方法的测定下限降低到0.5%以下。

4 参考文献

[1] 韩小红. 粉尘中游离二氧化硅含量测定过程的质量控制[J]. 山西化工, 2011, 31(6): 43-44.

Han X H. Quality Control in the Determination of Content of Free Silica in Dust [J]. Shanxi Chemical Industry, 2011, 31(6): 43-44.

- [2] 徐彦,于会明,于冬雪,等. 工作场所粉尘中游离二氧化硅含量焦磷酸测定法的影响因素[J]. 工业卫生与职业病, 2012, 38(5): 262-265.
- Xu Y, Yu H M, Yu D X, et al. Interferences in Determination of Free Silica in Dust of Workplaces with Pyrophosphoric Acid Method [J]. Industrial Health and Occupational Diseases, 2012, 38(5): 262-265.
- [3] 李小萍,麦志丹,梁革新,等. X射线衍射里特沃尔德全谱图拟合法与焦磷酸法测定锡冶炼粉尘中游离二氧化硅水平比较[J]. 中国职业医学, 2013, 40(1): 45-46.
- Li X P, Mai Z D, Liang D X, et al. Comparison between X-ray Diffraction Rietveld Full Spectrum Diagram and Pyrophosphate Methods in Determination of Free Silica Content in Tin Smelting Dust [J]. China Occupational Medicine, 2013, 40(1): 45-46.
- [4] 赵明琦,方政,杨仁江. 用X射线衍射测定呼吸性粉尘中游离 $\alpha-\text{SiO}_2$ [J]. 理化检验(物理分册), 2003, 39(12): 631-635.
- Zhao M Q, Fang Z, Yang R J. The Determination of α -quartz in Respirable Dust by X-ray Diffraction [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part A: Physical Testing), 2003, 39(12): 631-635.
- [5] 吴建鹏,曹丽云,张国运,等. XRD物相定量分析外标法标准曲线库的建立[J]. 分析测试学报, 2006, 25(4): 95-97.
- Wu J P, Cao L Y, Zhang G Y, et al. Establishment of the Standard Curve Database for XRD Analysis Based on the External Standard Method [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2006, 25(4): 95-97.
- [6] 袁珂,廖立兵,万红波,等. 膨润土中方石英和 α -石英的定量相分析——X射线衍射外标法和K值法的对比[J]. 硅酸盐学报, 2011, 39(2): 377-382.
- Yuan K, Liao L B, Wan H B, et al. Quantitative Analysis of Cristobalite and α -quartz in Bentonite by X-ray Powder

- Diffraction—Comparison between External Standard and K-value Method [J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2011, 39(2): 377–382.
- [7] 吴建鹏, 黄剑锋, 贺海燕, 等. X射线衍射物相定量分析内标法标准曲线库的建立[J]. 岩矿测试, 2006, 25(3): 215–218.
- Wu J P, Huang J F, He H Y, et al. Development and Application of a Standard Curve Database in Quantitative Phase Analysis by XRD Based on the Internal Standard Method [J]. Rock and Mineral Analysis, 2006, 25(3): 215–218.
- [8] Al-Jaroudi S S, Ul-Hamid A, Mohammed A I, et al. Use of X-ray Powder Diffraction for Quantitative Analysis of Carbonate Rock Reservoir Samples [J]. Powder Technology, 2007, 175: 115–121.
- [9] 房俊卓, 张霞, 徐崇福. 实验条件对X射线衍射物相定量分析结果的影响[J]. 岩矿测试, 2008, 27(1): 60–62.
- Fang J Z, Zhang X, Xu C F. Effect of Experimental Conditions on X-ray Diffractometric Quantitative Phase Analysis [J]. Rock and Mineral Analysis, 2008, 27(1): 60–62.
- [10] Ural S. Quantification of Crystalline (Mineral) Matter in Some Turkish Coals Using Interactive Rietveld-based X-ray Diffractometry [J]. International Journal of Coal Geology, 2007, 71: 176–184.
- [11] 曾令民, 杨喜英, 王力珩, 等. X射线衍射里特沃尔德全谱图拟合法测定粉尘中游离的SiO₂ [J]. 分析化学, 2008, 36(5): 599–603.
- Zeng L M, Yang X Y, Wang L H, et al. Determination of Weight Concentration of Free Silicon Dioxide for Dust Using X-ray Diffraction Technique and Rietveld Refinement Method [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2008, 36(5): 599–603.
- [12] 李昆, 王文宝. 云母矿粉中游离二氧化硅含量的快速测定[J]. 分析仪器, 2014(2): 43–46.
- Li K, Wang W B. Quick Determination of Free Silica in Mica Powder [J]. Analytical Instrumentation, 2014(2): 43–46.
- [13] 晋勇, 孙小松, 薛屹编著. X射线衍射分析技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2008.
- Jin Y, Sun X S, Xue Q. X-ray Diffraction Analysis Technique [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2008.
- [14] 于吉顺, 雷新荣, 张锦化等编著. 矿物X射线粉晶鉴定手册 [M]. 武汉: 华中科技大学出版社, 2011.
- Yu J S, Lei X R, Zhang J H, et al. X-ray Powder Mineral Identification Manual [M]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology Press, 2011.
- [15] 迟广成, 张泉, 赵爱林, 等. X射线粉晶衍射仪定量测量海泡石矿样的实验条件 [J]. 岩矿测试, 2012, 31(2): 282–286.
- Chi G C, Zhang Q, Zhao A L, et al. Experimental Conditions of X-ray Powder Diffraction for Sepiolite Measurement [J]. Rock and Mineral Analysis, 2012, 31(2): 282–286.

Determination of Free α -SiO₂ Content in Mill Scale by X-ray Diffraction K Value Method

TANG Meng-qi, LI Xiang-rong, LIU Guo-wen, LIU Shun-qiong

(Fangchenggang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Fangchenggang 538001, China)

Abstract: At present, free α -SiO₂ content is often determined by the pyrophosphate method and X-ray Diffraction (XRD) method. However, insoluble materials including FeO, Fe₃O₄ and Fe₂O₃ in mill scale cannot be decomposed by pyrophosphate, and thus the pyrophosphate method is not suitable for the determination of free α -SiO₂ content in mill scale. A method for detecting free α -SiO₂ content in mill scale through X-ray diffraction K value method has been developed. α -Al₂O₃ was used as the reference material. Diffraction peaks of crystal face (101) for α -SiO₂ and crystal face (012) for α -Al₂O₃ were used for measured diffraction peaks. Samples for detecting K value were prepared by mixing α -SiO₂ with α -Al₂O₃ at a mass ratio of 1:1. The acquired K value is 7.86. The measured K value has been applied to the determination of mill scale samples with known free α -SiO₂ content, and the analytical results of free α -SiO₂ content are in good agreement with practical values. Detection range of this method is that free α -SiO₂ are equal or greater than 0.5%. This method is convenient and rapid, and has a wide detection range and can meet the need of imported mill scale inspection and supervision work.

Key words: mill scale; free α -SiO₂ content; X-ray Diffraction; K value method