

HS

中华人民共和国海关行业标准

HS/T 15—2006

微化锆英砂的鉴定方法

Identification of mic-zirconium silicate

2007-03-28发布

2007-04-01实施

中华人民共和国海关总署 发布

前　　言

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国海关总署关税征管司提出。

本标准由中华人民共和国海关总署政策法规司归口。

本标准的起草单位：中华人民共和国上海海关。

本标准主要起草人：孔洲、黄芳华、杜劲梅、刘敏、耿俊、龚颖。

微化锆英砂的鉴定方法

1 范围

本标准规定了微化锆英砂的鉴定方法的技术要求。

本标准适用于微化锆英砂和锆英砂区分的鉴定。

本标准不适用于其他锆的化合物的鉴定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 19077.1-2003 粒度分析-激光散射法

JY/T 009-1996 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

JY/T 016-1996 波长色散型 X 射线荧光光谱方法通则

3 总则

使用 X 射线衍射法测定样品晶型；使用 X 荧光光谱法测定样品中氧化物的组成；使用激光衍射法粒度分析法测定样品粒度分布。

4 技术要求

本标准测定的微化锆英粉样品的技术要求应符合下列表 1 要求：

表 1 微化锆英粉样品的技术要求

微化锆英砂的总量	> 90%
X 衍射测定出的物相谱图	与硅酸锆的 X 衍射标准谱图的峰位和峰强比例相匹配
粒度分布体积累积不大于 10 μm 的含量	> 90% (D _n 50 ≤ 10 μm)

5 仪器设备

本标准使用下列仪器设备：

- a) X 射线衍射仪；
- b) X 射线荧光光谱仪；
- c) 激光衍射法粒度分析仪。

6 检验步骤

6.1 X 射线衍射仪对其晶型进行测定

6.1.1 仪器分析条件

本标准推荐的分析条件如下：

步长 [°2Th.]：0.02

开始角度 [°2Th.]：15.00

结束角度 [°2Th.]：80

能量设置：40 kV, 40 mA

步进时间 [s]：5.000 0

靶材：Cu

6.1.2 试样的测定

按 JY/T 009—1996 的制样和测定步骤，取少量样品放置于样品架上，用载玻片压平，测定出硅酸锆的特定晶型（晶型数据参见附录 A）

6.2 X 荧光光谱仪对其组分进行半定量分析

6.2.1 仪器分析条件

本标准推荐的 X 荧光光谱仪分析条件应满足下表的要求：

表 2 X 荧光光谱仪分析条件

$k\alpha$	X-晶体	收集器	检测器	起始角度 Th.	结束角度 Th.
Xe-Ce	LiF 220	150 μm	闪烁	14.0	18.6
Tc-Sn	LiF 200	150 μm	闪烁	12.0	21.0
Br-Mo	LiF 220	150 μm	闪烁	26.6	45.0
Zn-Br	LiF 220	150 μm	闪烁	42.0	62.0
V-Cu	LiF 220	150 μm	流量	61.0	126.0
F-V	LiF 200	150 μm	流量	76.0	142.0
P-Cl	Ge 111	700 μm	流量	91.0	146.0
Si-Si	PE 002	700 μm	流量	100.0	115.0
Al-Al	PE 002	700 μm	流量	130.0	147.0
O-Na	PX 1	700 μm	流量	20.0	60.0

6.2.2 试样的测定

按 JY/T 016—1996 的制样和测定步骤，取适量样品装入样品皿，样品量以不超过皿口高度为宜，用每平方厘米 300 千克的压力在压片机上制片，测定样品中氧化锆的含量，并同时检测其他氧化物的含量。

6.3 激光衍射法粒度分析仪对其粒度分布进行分析

6.3.1 仪器分析条件

本标准推荐的分析条件如下：

分散介质：蒸馏水（如果有明显团聚现象，可改用 0.2% 六偏磷酸钠水溶液）；

超声波振荡器振荡约 10 min；

样品量约 0.3 g ~ 0.5 g（或以仪器自检程序建议的最佳用量）；

分散介质折射率：1.333。

6.3.2 试样的测定

按 GB/T 19077.1—2003 的制样和测定步骤，测定样品粒度分布，计算出体积累积不大于 10 μm 含量。

7 分析结果的表述

7.1 X 射线衍射仪结果

样品衍射数据，以及硅酸锆、氧化锆和氧化硅的衍射数据对比。

7.2 X 射线荧光光谱仪结果

报告微化硅酸锆中主要氧化物含量。

7.3 粒度分布

报告样品体积累积粒度分布及不大于 10 μm 粒度分布的含量。

8 仪器的校准

本标准所采用仪器应进行以下校准：

- a) X 射线衍射仪预先用硅晶体校正峰位；
- b) X 荧光光谱仪预先用所带标样校正；
- c) 激光衍射粒度分析仪应定期用标准颗粒校验。

附录 A
(资料性附录)
晶型分析图

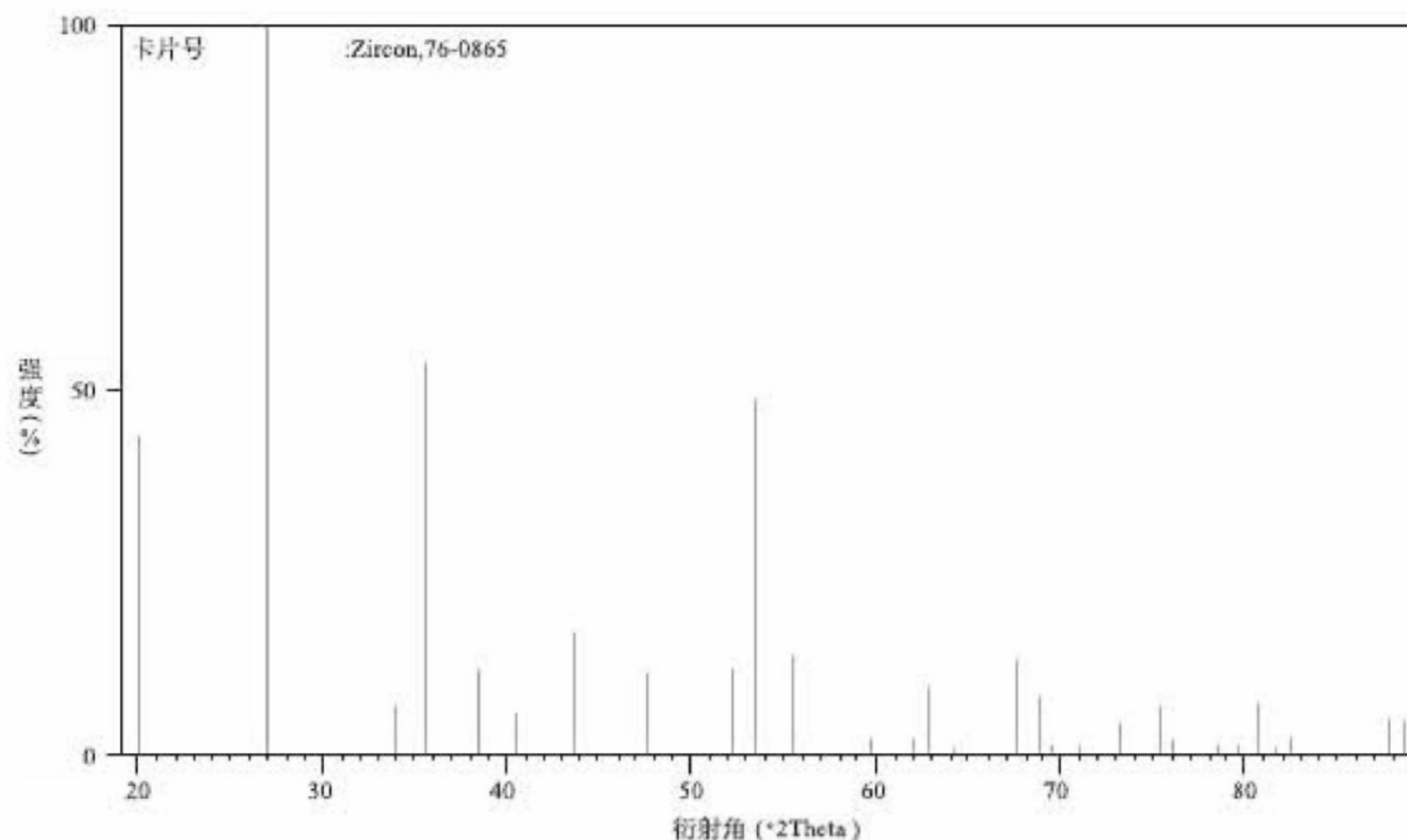


图 A. 硅酸锆标准 XRD 图谱

附录 B
(资料性附录)
粒度分析图

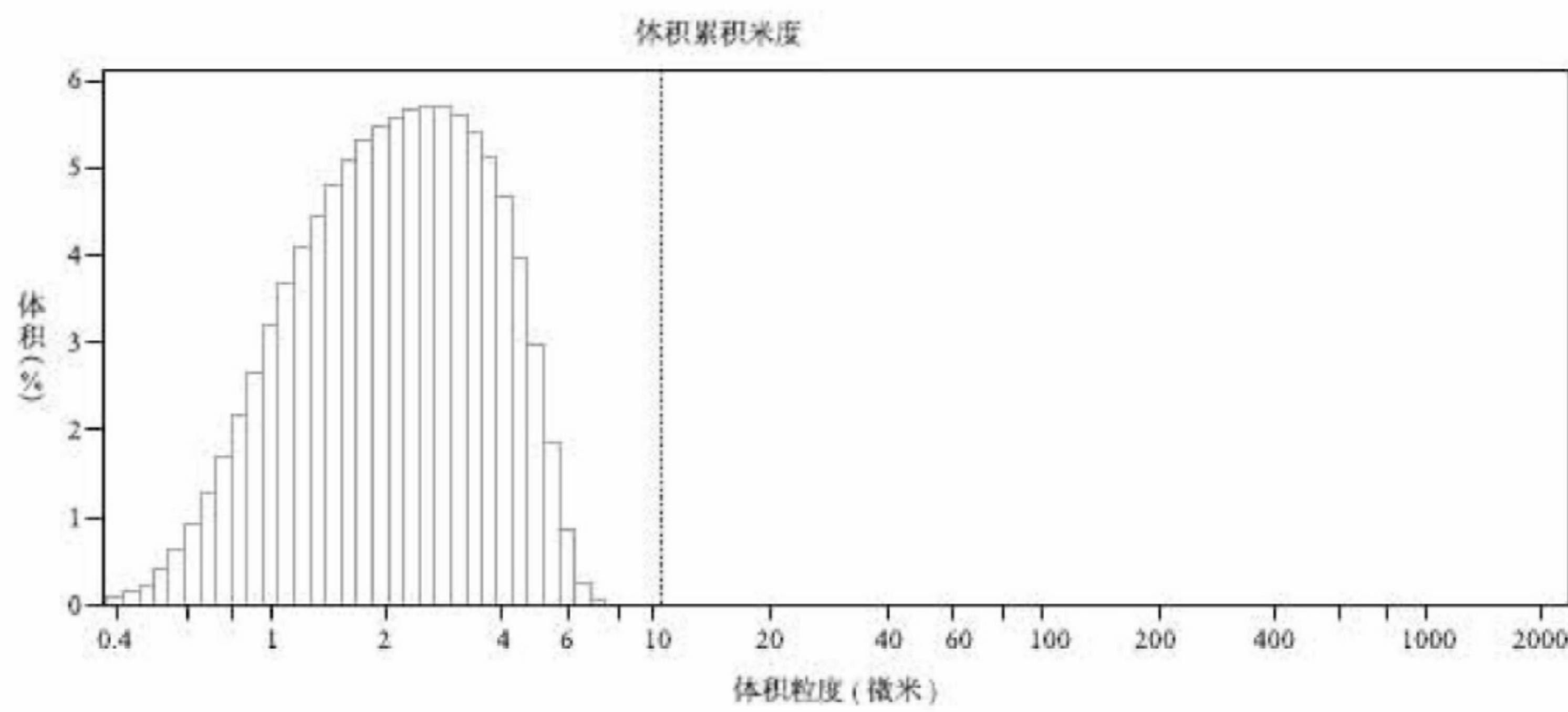


图 B. 微化硅酸锆样品粒度分布图谱