

水泥鉴定

Juliette Muller和Ravi Yellepeddi
赛默飞世尔科技，瑞士，
Ecublens

水泥微观结构的研究对于在此领域工作的专家而言是个永恒的挑战，这主要是由于其复杂和多物相的矿物学。水泥包括许多不同物相，由此获得特殊的性质，例如活性，凝结时间，颜色等等。

硅酸盐水泥，广泛使用于建筑业，主要基于石灰-二氧化硅矿物相。在铝酸钙水泥中，主要活性相为石灰-氧化铝复合物。在典型水泥组成中，活性主要取决于 C_3S/C_2S （见如下注释）比例， C_3A 影响凝结时间，而 C_4AF 使水泥呈灰色。铝酸钙水泥是从抗硫酸盐水泥的开发中演变而来；生产商悉心控制 CA ， CA_2 和 $C_{12}A_7$ 的量，以便控制水化过程。因此，准确可重复的物相分析必须使用XRD完成。它不仅可以在铝酸钙水泥快速水化的过程中进行物相变化的鉴定，并且可以进行硅酸盐水泥物相的定量。

仪器使用

Thermo Scientific ARL X'TRA衍射仪可用于获得水泥样品的高质量衍射图案，并可利用基于Rietveld法的程序来识别不同物

相以及确定物相的含量。

所有样品均以theta进行分析：theta几何（图1），配备Cu陶瓷X射线管，以及密封Peltier冷却固态探测器。

由于Peltier冷却Si(Li)探测器的高能量分辨率，再也无需K-beta滤光片和衍射光束单色器增加强度。这种高灵敏度和很低的背景噪音联合可更快速的收集XRD数据。强度的进一步增加可通过调整光学来获得，并使得全谱XRD只需数分钟获取数据。的确，与过去采用传统探测器系统，并需要30-40分钟扫描时间相比，这样快速的获取时间更加适应水泥工业的要求。ARL X'TRA因此能够进行物相的常规定量以及原位测量。

鉴定与定量

利用XRD对水泥以及相关材料进行物相

鉴定和定量的准确性与可靠性，主要取决于多晶共存，谱线重叠程度，结晶度百分比，晶粒尺寸和晶面择优取向的出现。表1特地给出了这些材料中潜在的多晶结构列表。



使用高性能X射线衍射系统进行水泥以及相关物相的鉴定和定量分析

其他物相或者作为工艺本身（游离氧化钙，羟钙石，方镁石等）的一部分，或者由于其他产品（石膏，石灰石，飞灰等）的外加剂而出现。石膏本身就能以烧石膏，硬石膏和半水化物相的形式出现。

物相鉴定

水泥粉末与水混合。这种糊剂首先置于顶部装载杯中，并以Kapton聚酰亚胺箔

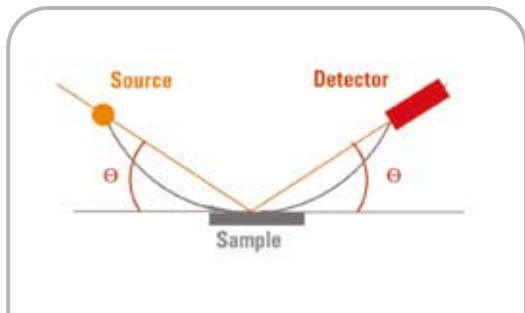


图1：显示了如何以ARL X'TRA进行样品测量。这幅原理图描述了系统几何结构。θ:θ表示样品位于水平位置，X射线管和探测器同时在θ角度范围内移动。这种几何结构的优点是：由于样品固定，它不会从样品台上掉落而造成粉末。

表1：晶系列表（非穷尽的）

C_3S

单斜
三斜
六方

C_2S

α, β, γ

C_3A

立方
单斜
正交

表2: 水化过程中铝酸钙水泥的物相鉴定

相	粉末	水化	水合
C ₃ S	有	有	有
C ₂ S	有	有	有
C ₁₂ A ₇	有	有	有
硬石膏	有	有	-
C ₃ A	有	有	有
CaO, MgO	有	-	-
钙矾石	-	有	有
羟钙石	-	20分钟后	有

表3: 采用Rietveld算法, NIST 8488中的物相含量

Phases	NIST 8488			
	SIROQUANT		NIST Certificate	
C ₂ S	18.4	0.73	18.51	0.58
C ₃ S	64.9	0.9	64.97	0.56
C ₃ A	5.1	0.52	4.34	1.35
C ₄ AF	11.6	0.57	12.12	1.5
Lime	0	0	0	0
MgO	0.1	0.52	0.05	0.09

图2: 水化过程中铝酸钙水泥的两分钟扫描

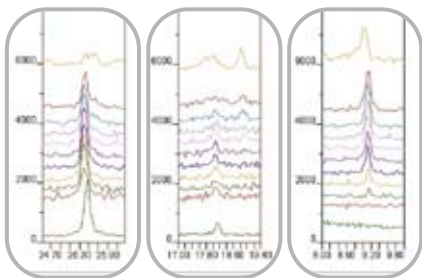
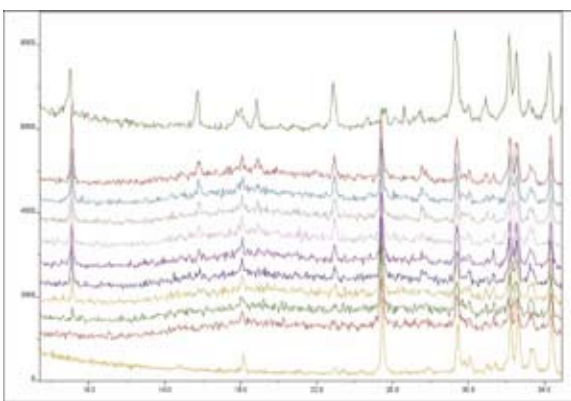


图3: 水合过程中的峰强变化

覆盖。

物相鉴别是在水化过程(图2)中每隔两分钟进行。图2显示了从最初水泥粉末到最终形式的相演变。每次扫描之间表示水泥糊剂经历两分钟的间隔,从粉末与水混合之时起计时。

表2总结了已识别物相,图3是图2的局部放大,强调了钙矾石,钙铝石和硬石膏最重要的峰强变化。

物相定量

NIST 8488粉末样品使用粗糙的载玻片放置于顶部装载杯中,便于获得平面。

Rietveld程序更多的用于熟料和相关物相的定量。这些程序均以全谱XRD为基础,帮助识别特殊问题,例如择优取向,多晶相及其相对重要性。另外,人们可以

产品以及衍生产品中感兴趣的不同物相和矿物进行定性和定量分析。

注释:水泥应用部分的缩写使用非常普遍,因为物相名称通常会比较复杂。文章中使用的缩写:

C=CaO, S=SiO₂, A=Al₂O₃, F=FeO

因此, C₃S=Ca₃SiO₅或者(3.CaO,1.SiO₂), C₃A=Ca₃Al₂O₆, C₁₂A₇=钙铝石, Ca₆Al₂(SO₄)₃(OH)1226H₂O=钙矾石, Ca(OH)₂=羟钙石, CaSO₄=硬石膏

研究相关性质,例如结晶度百分比和结构精修等。每个物相参数(相尺度,择优取向,UVW谱线宽度,晶胞尺寸等)均使用NIST 8488进行扫描,并采用最小二乘法进行精选,其结果总结于表3中。

结论

由于ARL X'TRA优秀的分辨率和高灵敏度,可快速获得高质量的衍射图案。XRD仪器最近的发展,与其X射线光学的灵活性和探测器技术有关,使得粉末衍射仪,例如ARL X'TRA,成为一个多方面的工具,对水泥和相关材料进行更深入的特征测量。在中心和研究性实验室中,这台仪器能处理疑难样品,并对从原料到最终

