



中华人民共和国国家标准

GB/T 45335—2025

凹凸棒石相含量的测定 X 射线衍射-标准曲线法

Determination of the content of attapulgite phase—
X-ray diffraction standard curve method

2025-02-28 发布

2025-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

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。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本文件起草单位：江苏省盱眙凹凸棒石粘土行业协会、中国科学院兰州化学物理研究所、明光市铭垚凹凸棒产业科技有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、集宁师范学院、苏州中材非金属矿工业设计研究院有限公司、四川省第八地质大队、盱眙县中材凹凸棒石粘土有限公司、中国建筑材料工业地质勘查中心。

本文件主要起草人：王爱勤、臧垚、徐帆、邬喜春、安军伟、张红林、赖玮、卢智、郑茂松、康玉茹、周伟、颜顺、陈玉婷、孟祥锋、于阳辉、鲁光辉。

凹凸棒石相含量的测定 X 射线衍射-标准曲线法

1 范围

本文件描述了 X 射线衍射-标准曲线法测定凹凸棒石相含量的方法原理,试剂、仪器设备与材料,环境要求及试验条件,试验步骤,结果计算和允许差。

本文件适用于凹凸棒石相含量的测定。

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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JY/T 0587 多晶体 X 射线衍射方法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

不同矿物晶体会产生不同的特征 X 射线衍射峰,且这些特征峰强度与样品中矿物含量正相关。制备一系列已知凹凸棒石相含量的标准样品与等量内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 混合均匀,可测得一组凹凸棒石相和内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 相特征峰强度数据,绘制标准工作曲线。将测得的待测样特征峰强度数据代入标准工作曲线,可得出待测样中凹凸棒石相含量。

凹凸棒石黏土的 X 射线衍射图谱见图 1。

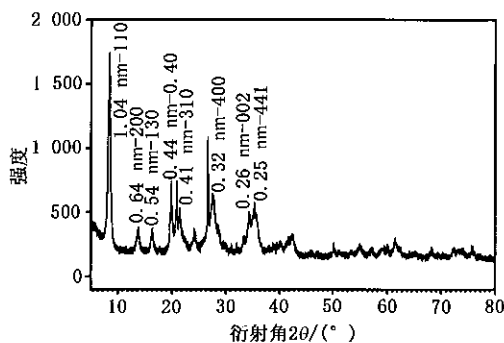


图 1 凹凸棒石黏土的 X 射线衍射图谱

5 试剂、仪器设备与材料

5.1 试剂

- 5.1.1 内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: 纯度大于 99%。
- 5.1.2 无定形 SiO_2 : 纯度大于 99%。
- 5.1.3 凹凸棒石标准物质[GBW(E)070055]: 凹凸棒石相含量标准值 85%。

5.2 仪器设备与材料

- 5.2.1 X 射线衍射仪: 光源功率不小于 1 600 W, 2θ 角准确度小于 0.02° 。
- 5.2.2 分析天平: 精度不低于 0.001 g。
- 5.2.3 电热干燥箱: 调温范围为室温至 150°C , 控温精度为 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。
- 5.2.4 干燥器。
- 5.2.5 试验筛: 孔径为 0.075 mm, 符合 GB/T 6003.1 的要求。
- 5.2.6 玛瑙研钵。
- 5.2.7 称量纸。
- 5.2.8 小抹刀或玻璃片。

6 环境要求及试验条件

6.1 环境要求

温度 $22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 相对湿度不大于 70%。

6.2 试验条件

试验条件见表 1。

表 1 试验条件

项目	X 射线光管	单色化 (K_β 线的去除)	管电压 kV	管电流 mA	扫描范围(2θ) ($^\circ$)	扫描速度 ($^\circ$)/min	步长 ($^\circ$)
要求	铜(Cu)	Ni 过滤片	40	40	3~50	2	0.01

7 试验步骤

7.1 物相鉴别

对于未知样品, 在进行凹凸棒石相含量分析前应进行物相分析, 确定样品中是否含有凹凸棒石相。物相分析按照 JY/T 0587 规定的方法进行。

7.2 凹凸棒石特征峰选择

选择[$d(110) = 1.04\text{ nm}$]作为凹凸棒石含量的特征峰。

7.3 内标物质特征峰选择

选择 $[d(113)=0.2086\text{ nm}]$ 作为内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 含量的特征峰。

7.4 标准样品制备

将适量内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、无定形 SiO_2 、凹凸棒石标准物质[GBW(E)070055]置于 $65\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 电热干燥箱中干燥 12 h,取出,放在干燥器中冷却至室温。分别称取 1.000 g、0.800 g、0.600 g、0.400 g、0.200 g、0.100 g、0.050 g 凹凸棒石标准物质[GBW(E)070055]依次与 0.000 g、0.200 g、0.400 g、0.600 g、0.800 g、0.900 g、0.950 g 的无定形 SiO_2 混合,混合后各加入 1.000 g 内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$,并分别研磨至充分混合均匀。用称量纸包好后置于干燥器内待测。

7.5 待测样品制备

将待测矿样初步粉碎至 5 mm 以下,置于 65 °C ± 3 °C 电热干燥箱中干燥 12 h,取出,放在干燥器中冷却至室温。研磨至全部通过 0.075 mm 孔径的试验筛。称取 1.000 g 过筛后样品和 1.000 g 内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 置于玛瑙研钵中,研磨至充分混合均匀。用称量纸包好后置于干燥器内待测。

7.6 标准工作曲线

采用背装法制样。将 7.4 中配制好的系列标样置于玻璃板上的制样框中,用小抹刀或玻璃片轻轻压紧、压平,放入 X 射线衍射仪样品架。依次完成系统自动校准及试验条件设定,扫描并保存图谱,获得一组标准样品凹凸棒石(110 衍射)和 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (113 衍射)特征峰峰高强度或积分强度数值。以系列标准样品的凹凸棒石相特征峰峰高强度(或积分强度)数值与内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 特征峰峰高强度(或积分强度)数值的比值为横坐标,凹凸棒石相含量为纵坐标,绘制凹凸棒石相含量测定标准工作曲线。

7.7 测试

采用背装法制样。将 7.5 中制备的待测样品置于玻璃板上的制样框中,用小抹刀或玻璃片轻轻压紧、压平,放入 X 射线衍射仪样品架。依次完成系统自动校准及试验条件,设定扫描得到待测样品图谱。

8 结果计算

样品中凹凸棒石相含量(y)按公式(1)计算:

$$y = kx + b \dots\dots\dots (1)$$

式中:

y ——样品中凹凸棒石相含量,以百分数(%)表示;

k —— 常数, 不小于 0.99;

x ——样品中凹凸棒石相特征峰峰高强度(或积分强度)数值与内标物质 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 特征峰峰高强度(或积分强度)数值的比值;

b —— 常数。

样品中的凹凸棒石相含量为两次平行测试结果的算术平均值,并按 GB/T 8170 修约至小数点后一位有效数字。

9 允许差

当两次平行测试结果平均值不大于 15% 时,绝对偏差应不大于 2%。当两次平行测试结果平均值大于 15% 时,绝对偏差应不大于 1%。否则重新测定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
凹凸棒石相含量的测定
X 射线衍射-标准曲线法
GB/T 45335—2025

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2025 年 2 月第 1 版 2025 年 2 月第 1 次印刷

*

书号: 155066 · 1-78205 定价 29.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 45335-2025

