



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4760—2017

进口锌精矿鉴别 X 射线衍射法

Identification of import zinc concentrates—X-ray diffraction method

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国防城港出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：唐梦奇、余淑媛、冯均利、宋义、武素茹、罗明贵、刘志红。

进口锌精矿鉴别 X 射线衍射法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用 X 射线衍射法鉴别硫化锌矿石经浮选而制得的锌精矿。

本标准适用于硫化锌矿石经浮选而制得的锌精矿的鉴别。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14261 散装浮选锌精矿取样、制样方法

JJG 629 多晶 X 射线衍射仪

3 方法提要

用 X 射线衍射仪对样品进行扫描,确定样品的物相组成,以此鉴别样品是否属于锌精矿。

4 仪器和设备

4.1 X 射线衍射仪:符合 JJG 629 的规定。

4.2 鼓风干燥箱:温度可达 105 °C,控温精度±2 °C。

5 取样及制样

按照 GB/T 14261 进行取样和制样,试样粒度应小于 100 μm,并在 105 °C±2 °C 下至少干燥 2 h 后置于干燥器中备用。

6 样品测试

6.1 测量样片制备

取适量试样(5)均匀地装入样品框中,压紧、压平至与样品框表面成一个平面。

6.2 测定

将测量样片(6.1)放入 X 射线衍射仪样品台上,采用合适的测量条件,采集试样 X 射线衍射图谱。X 射线衍射仪测量条件参见附录 A。

7 数据分析

7.1 数据处理

使用数据处理程序,对 6.2 所得 X 射线衍射图谱进行分析,得出试样晶面间距(d 值)和相对衍射线强度(I/I_0 值)。 d 值测量相对偏差应小于 1 %。闪锌矿的标准 X 射线衍射数据参见附录 B。

7.2 物相分析

采用 Hanawalt 定性相分析法或者计算机检索定性相分析法确定样品的物相组成。Hanawalt 定性相分析法的判定程序参见附录 C 中的图 C.1,计算机检索定性相分析法的判定程序参见图 C.2。

注:物相分析一般需要事先确定样品的元素组成信息,确定元素组成的技术手段包括 X 射线荧光光谱法、电感耦合等离子发射光谱法等。

8 结果判定

8.1 如果样品的主物相为闪锌矿(即样品的衍射图谱中最强衍射峰为闪锌矿的最强衍射线),并含有其他金属矿物(黄铁矿、方铅矿、铅矾、黄铜矿等中的一种或几种),则判定该样品是锌精矿。

8.2 如果样品的主物相为闪锌矿(即样品的衍射图谱中最强衍射峰为闪锌矿的最强衍射线),样品的衍射图谱中未出现其他金属矿物的衍射线,但样品中存在铁、铅、铜等中的一种或几种元素,则判定该样品是锌精矿。

8.3 如果样品的物相组成中存在闪锌矿,但是样品的主物相不是闪锌矿(即样品的衍射图谱中最强衍射峰不是闪锌矿的最强衍射线),则判定该样品不是锌精矿。

8.4 如果样品的物相组成中不存在闪锌矿,则判定该样品不是锌精矿。

附 录 A
(资料性附录)
X 射线衍射仪的测量条件

使用的仪器不同,最佳分析条件也可能不同,因此不可能给出 X 射线衍射仪的通用参数。设定的参数应保证样品 X 射线衍射图谱的有效采集。表 A.1 给出的参数被证明是可行的。

表 A.1 X 射线衍射仪的一般分析条件

项 目	检 测 条 件
X 射线对阴极	铜
管电压/kV	40
管电流/mA	40
发散狭缝(DS)/mm	0.6
防散射狭缝(SS)/mm	8
单色器(滤除 K β 线)	Ni 过滤器
扫描步长/(°/步)	0.01
扫描速度(s/步)	0.3
扫描范围(2 θ)/(°)	10~90
探测器	固体探测器

附 录 B

(资料性附录)

闪锌矿的标准 X 射线衍射数据

闪锌矿的标准 X 射线衍射数据和图谱如表 B.1 和图 B.1 所示。

表 B.1 闪锌矿标准 X 射线衍射数据(CuK $\alpha=0.154\ 18\ \text{nm}$)

编号	$2\theta/(^{\circ})$	d/nm	$I/I_0/\%$	h	k	l
1	28.559	0.312 3	100	1	1	1
2	33.090	0.270 5	10	2	0	0
3	47.516	0.191 2	51	2	2	0
4	56.291	0.163 3	30	3	1	1
5	59.137	0.156 1	2	2	2	2
6	69.524	0.135 1	6	4	0	0
7	76.809	0.124	9	3	3	1
8	79.157	0.120 9	2	4	2	0
9	88.552	0.110 34	9	4	2	2
10	95.541	0.104 03	5	5	1	1
11	107.415	0.095 57	3	4	4	0
12	114.909	0.091 38	5	5	3	1
13	128.618	0.085 48	3	6	2	0
14	138.255	0.082 44	2	5	3	3

注：闪锌矿的标准 X 射线衍射数据和图谱来源于 PDF 卡片号 00-005-0566, 2θ 为衍射角, d 为晶面间距, I/I_0 为相对衍射强度, h 、 k 、 l 为晶面指数。

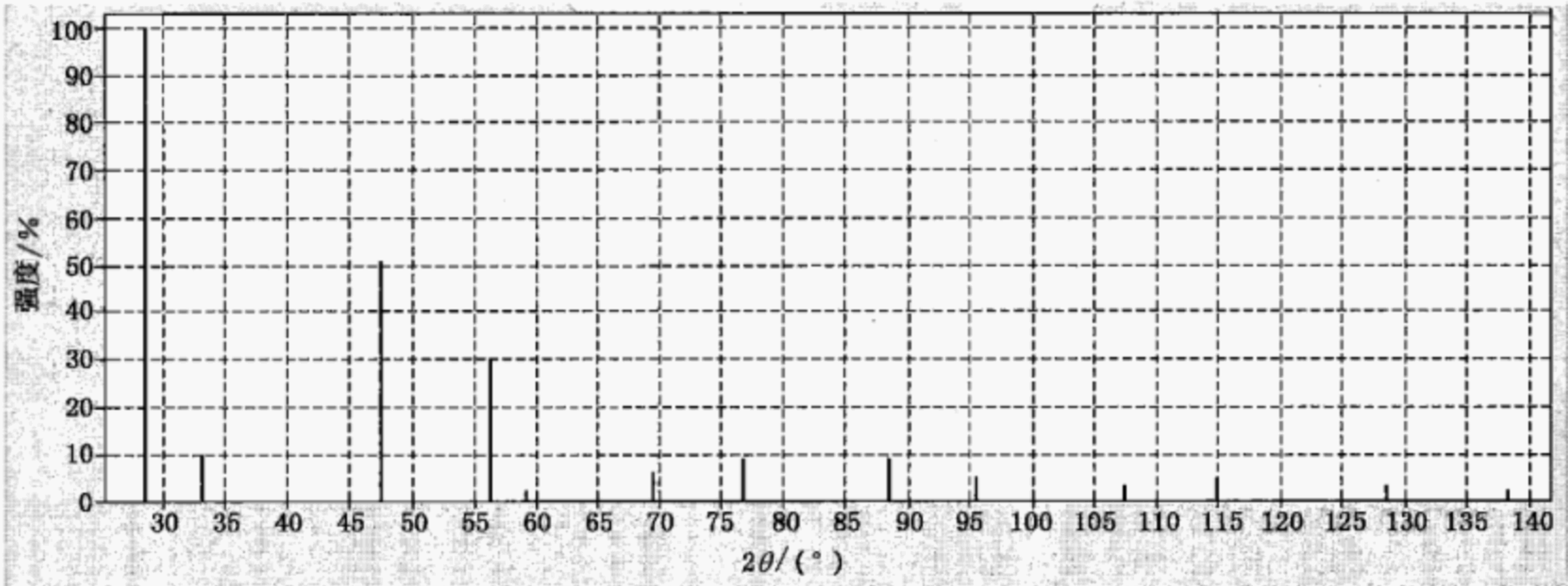


图 B.1 闪锌矿标准 X 射线衍射图谱(CuK $\alpha=0.154\ 18\ \text{nm}$)

附录 C
(资料性附录)
X 射线衍射定性相分析法

C.1 Hanawalt 法

相分析最经典的方法是 Hanawalt 法,其原理是由物质的衍射线中选出三根强度最高的衍射线(以强度递减的次序排列)和其对应的晶面间距,在索引书中找到对应的一组数据,然后获得 JCPDS(粉末衍射标准联合委员会)卡的号码,找出 JCPDS 卡,仔细对照、比较,判断是否含有该物质。其定性相分析步骤见图 C.1。

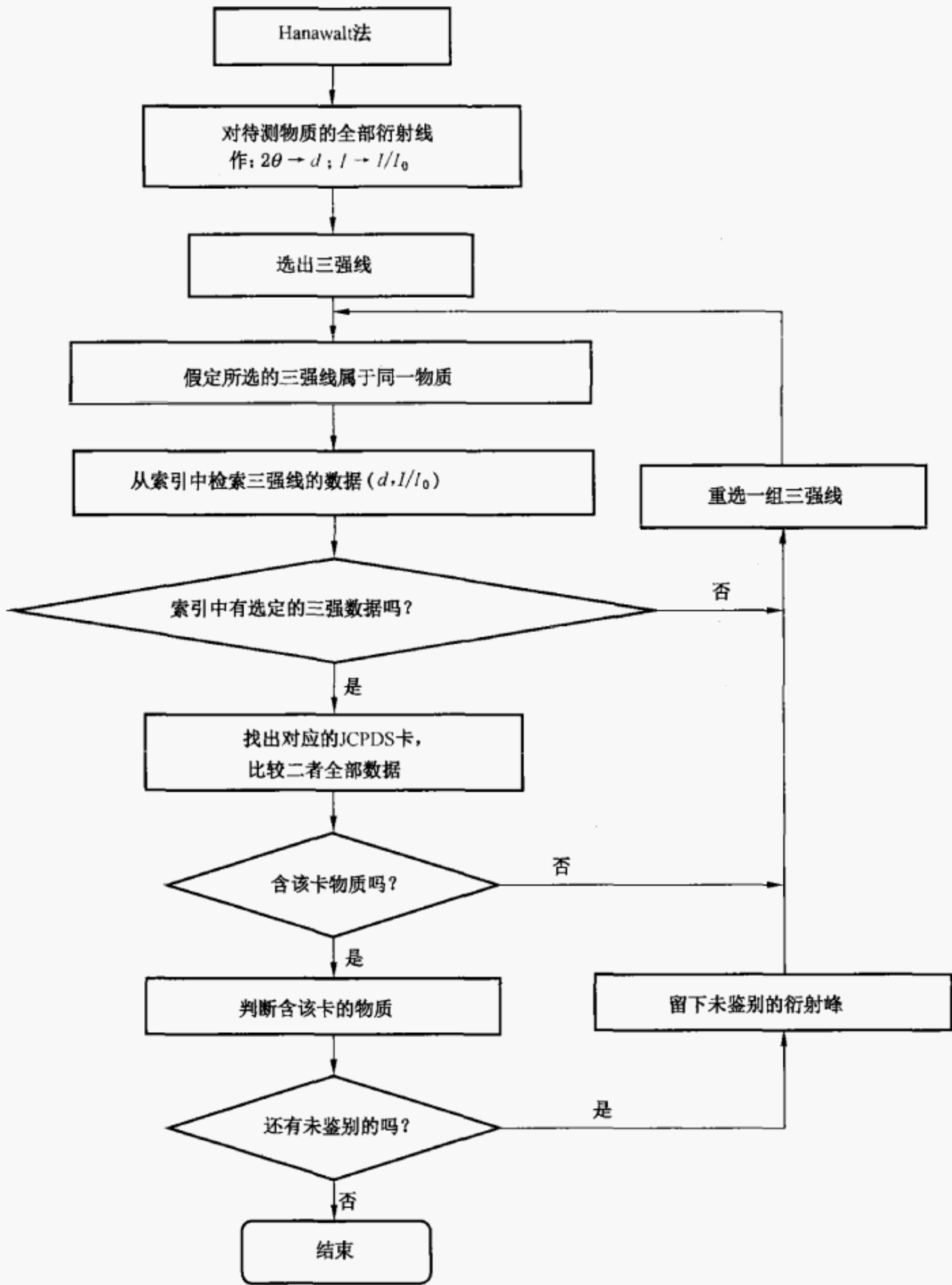


图 C.1 Hanawalt 法定性相分析步骤

C.2 计算机检索定性相分析

JCPDS 卡片日益增多, Hanawalt 检索法鉴定需要花费很长时间, 目前几乎所有的 X 射线衍射仪都与计算机联机, 能够实现计算机自动测定和自动检索, 但最终还需要人为判断检索结果。图 C.2 给出了计算机检索定性相分析的步骤。

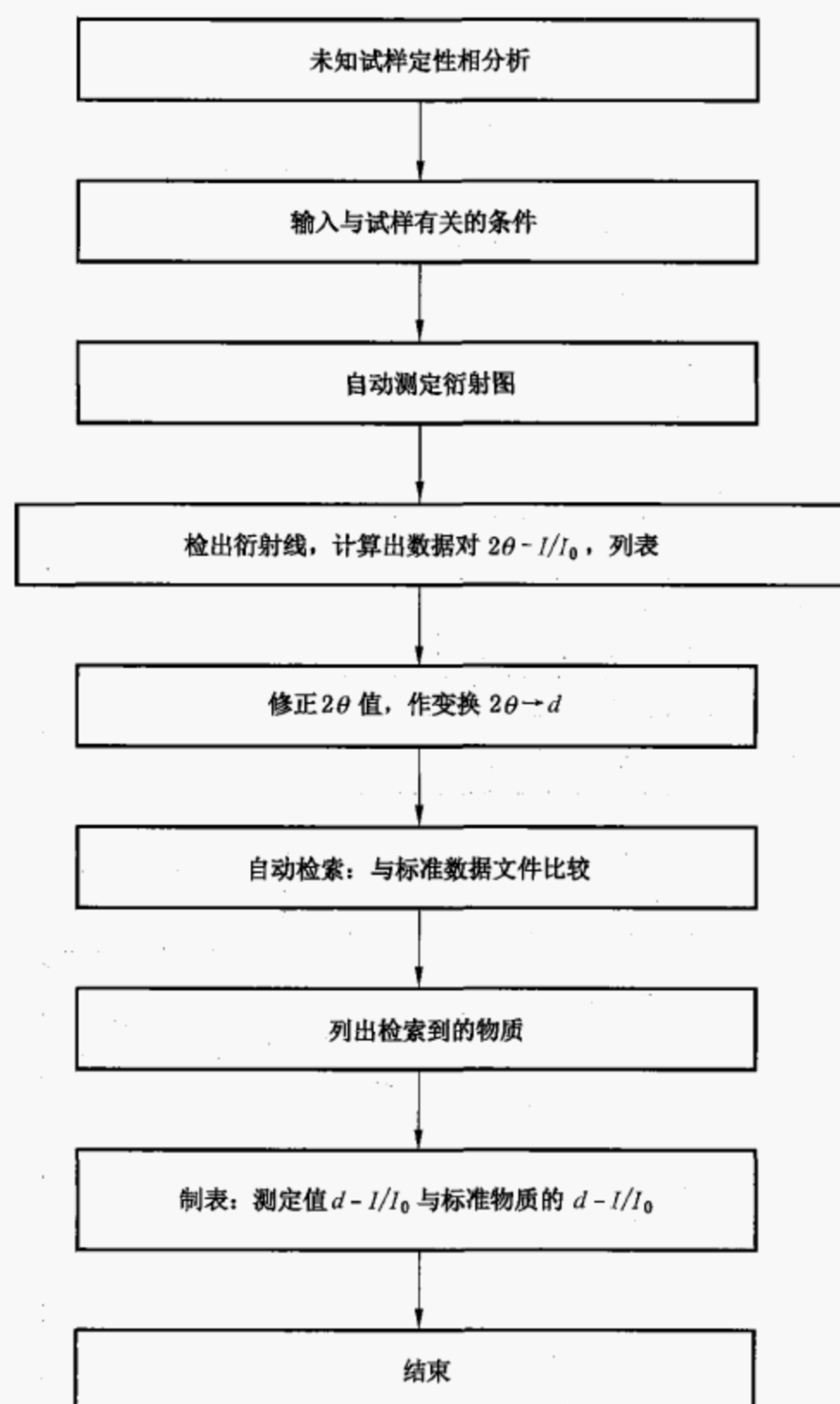


图 C.2 计算机检索定性相分析步骤

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进口锌精矿鉴别 X射线衍射法
SN/T 4760—2017

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

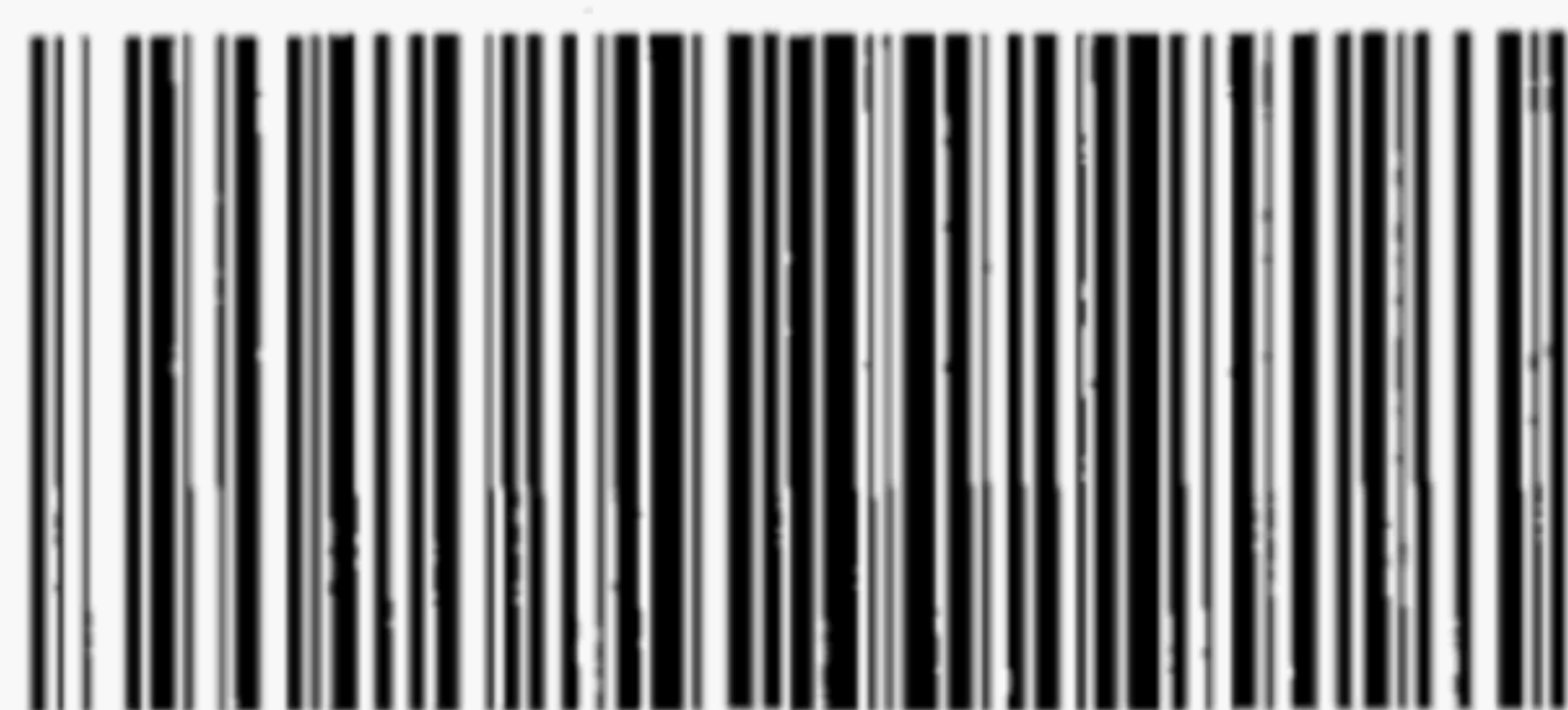
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2018年6月第一版 2018年6月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-33372 定价 16.00 元



SN/T 4760-2017