



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4008—2013

滑石粉快速定性筛选 粉末 X 射线衍射法

Rapid qualitative screening of talc powder—
Powder X-ray diffraction method

2013-11-06 发布

2014-06-01 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：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵景红、陈新、刘名扬、任玉伟、盛向军、谢琰、卢琪、富瑶。

滑石粉快速定性筛选 粉末 X 射线衍射法

1 范围

本标准规定了滑石粉的 X 射线衍射仪快速定性筛选方法。

本标准适用于滑石含量在 70% 以上的滑石粉体产品—滑石粉的快速定性筛选。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

滑石 talc; talcum

一种硅酸盐类矿物,主含水合硅酸镁,理论化学式为 $\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ 或 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

2.2

滑石粉 talc powder

滑石经精选净制、粉碎、干燥制成的白色或类白色、微细、无砂性的粉末,手摸有滑腻感。常因滑石矿与石英、绿泥石、方解石、菱镁矿等伴生而混入其他矿物粉末。本标准所称的滑石粉是指滑石含量在 70% 以上的滑石粉体产品。

3 方法原理

滑石具有特定的晶体结构,在 X 射线衍射测定中,给定波长的条件下,呈现出该物质特有的衍射谱线。将待测物质分析试样的衍射数据与标准滑石的衍射数据对比,即可判断试样中是否含有滑石,实现对滑石粉的快速定性筛选。

4 仪器与设备

4.1 X 射线粉末衍射仪,技术规格见附录 A。

4.2 玛瑙研钵。

4.3 标准筛,孔径 45 μm 。

4.4 分析天平,感量 0.1 g。

5 试样

样品经充分混合均匀,取约 20 g 作为分析试样,置于洁净的容器中密闭保存。

6 分析步骤

6.1 待测试样制备

称取约 2 g 分析试样,在玛瑙研钵(4.2)中磨碎至全部通过孔径 45 μm 标准筛(4.3),混匀待用。

6.2 测定

将待测试样(6.1)均匀地填充在 X 射线衍射分析仪(4.1)试样架上。

打开设备的冷却系统,开启 X 射线衍射仪(4.1),预热 30 min。启动 X 射线衍射仪测控系统,对衍射仪进行基准校正。在 $\text{CuK}\alpha$ 辐射下,对试样在 2θ 角为 $5^\circ\sim 60^\circ$ 的范围内进行扫描测量。附录 A 为 X 射线衍射定性分析条件。

6.3 定性分析

使用数据处理程序,得出待测样品的 X 射线衍射谱图及衍射数据—晶面间距(d 值)和相对衍射强度(I 值)。将得到的 d 值与附录 B 中表 B.1 中的 d 值对比,凡符合表 B.1 中数据的即为滑石粉的衍射线,否则即为其他杂相。由于滑石具有层状结构,样品制备时常会发生晶面的择优取向,因此试验测定的相对衍射强度(I 值)会发生变化,有些弱线可能不显示,通常由二条主强线的 d 值即可确定有无滑石粉的存在,完成对滑石粉的定性筛选,滑石粉的衍射谱图参见附录 C。

如果所用 X 射线衍射仪配有计算机自动物相定性分析软件,则可以直接给出定性相分析结果。

7 结果判定

7.1 采用 Hanawalt 定性相分析法,其判定程序可参见附录 D 中的图 D.1;采用计算机检索定性相分析法,其判定程序可参见附录 D 中的图 D.2。

7.2 在 X 射线衍射测定结果中,未出现滑石矿物特征衍射线,则判定该试样不是滑石粉。

7.3 在 X 射线衍射测定结果中,最强衍射线为滑石矿物的最强线,且除滑石矿物的所有衍射线外,其他杂相所有衍射线的相对衍射强度均小于 10% (非常弱),则判定该试样是滑石粉。

7.4 在 X 射线衍射测定结果中,最强衍射线为滑石矿物的最强线,除 7.3 所述情况外,还存在一种相对衍射强度大于 10% 的杂相,且该杂相最强衍射线的相对衍射强度不超过表 1 给定的限值,则判定该试样为滑石含量在 70% 以上的滑石粉。

7.5 在 X 射线衍射测定结果中,最强衍射线为滑石矿物的最强线,除 7.3 所述情况外,还存在两种或两种以上相对衍射强度大于 10% 的其他杂相,且所有杂相最强衍射线的相对衍射强度均不超过表 1 给定的限值,则初步判定该试样为滑石粉,但此类试样应采用其他定量标准方法确定滑石含量。

8 安全注意事项

8.1 X 射线是一种高能辐射,会危害人体健康,仪器应有良好的防护装置。实验时应满足有关环境与个人安全防护规则。

8.2 X 射线发生器使用高压,应有接地良好的专用地线。

注:本标准未提出使用此标准过程中会碰到的所有安全问题,使用人有责任在使用本标准前,做好一切必要的安全准备。

表 1 滑石粉中常见矿物杂相最强线相对强度限定值($\text{CuK}\alpha=0.154\ 18\ \text{nm}$)

编号	杂相	分子式	$I/I_1/\%$
1	菱镁矿	MgCO_3	69.4
2	水镁石	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	57.5
3	石英	SiO_2	38.9
4	白云石	$\text{CaMg}[\text{CO}_3]_2$	27.4
5	绿泥石	$(\text{Fe}^{3+}, \text{Mg}, \text{Mn})_2 \text{Al}_2 \text{Si}_2 \text{O}_{10} (\text{OH})_4$	20.7
6	方解石	CaCO_3	18.1
7	透闪石	$\text{Ca}(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5 \text{Si}_8 \text{O}_{22} (\text{OH})_2$	13.6
8	蛇纹石	$\text{Mg}_3 [\text{Si}_2 \text{O}_5] (\text{OH})_4$	46.6
9	萤石	CaF_2	14.1
10	金红石	TiO_2	10.7
11	刚玉	$\alpha\text{-Al}_2 \text{O}_3$	43.3
12	石膏	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	21.4

SN/T 4008—2013

附 录 A
(规范性附录)
X 射线衍射定性分析条件

A.1 X 射线衍射仪技术要求

- A.1.1 检定方法按 JJG 629 进行。
- A.1.2 测角仪测角准确度优于 $0.02^{\circ}(2\theta)$ 。
- A.1.3 仪器分辨率优于 60%。
- A.1.4 综合稳定率优于 $\pm 1\%$ 。

A.2 X 射线衍射仪测定滑石粉的技术条件

表 A.1 X 射线衍射仪测定滑石矿物的技术条件 (CuK α , 固体探测器)

工作电压/kV	30~45	接收狭缝 RS/mm	0.15
工作电流/mA	30~60	扫描速度(2 θ)	4°/min~10°/min
发散狭缝 DD/(°)	1	采样间隔(2 θ)	0.02°
防散射狭缝 SS/(°)	1	扫描范围(2 θ)	5°~60°

附 录 B
(资料性附录)
滑石矿物的标准 X 射线衍射数据

表 B.1 滑石矿物的标准 X 射线衍射数据(CuK α = 0.154 18 nm)

编号	d/nm	$I/I_1/\%$
1	0.934 0	100.0(强)
2	0.466 0	90.0(强)
3	0.455 0	30.0(中)
4	0.351 0	4.0(非常弱)
5	0.343 0	1.0(非常弱)
6	0.311 6	100.0(强)
7	0.289 2	1.0(非常弱)
8	0.262 9	12.0(弱)
9	0.259 5	30.0(中)
10	0.247 6	65.0(中)
11	0.233 5	16.0(弱)
12	0.221 2	20.0(弱)
13	0.219 6	10.0(弱)
14	0.212 2	8.0(非常弱)
15	0.210 3	20.0(弱)
16	0.193 0	6.0(非常弱)
17	0.187 0	40.0(中)
18	0.172 5	2.0(非常弱)
19	0.168 2	20.0(弱)
20	0.155 7	20.0(弱)

注： d 为晶面间距， I 为衍射线相对强度。强(80%~100%的相对强度)；中(30%~80%的相对强度)；弱(10%~30%的相对强度)；非常弱(低于 10%的相对强度)。所提供的数据来源于标准数据卡片 PDF # 00-013-0558。

SN/T 4008—2013

附 录 C
(资料性附录)
滑石粉的衍射谱图

滑石粉的 X 射线衍射谱图见图 C.1。

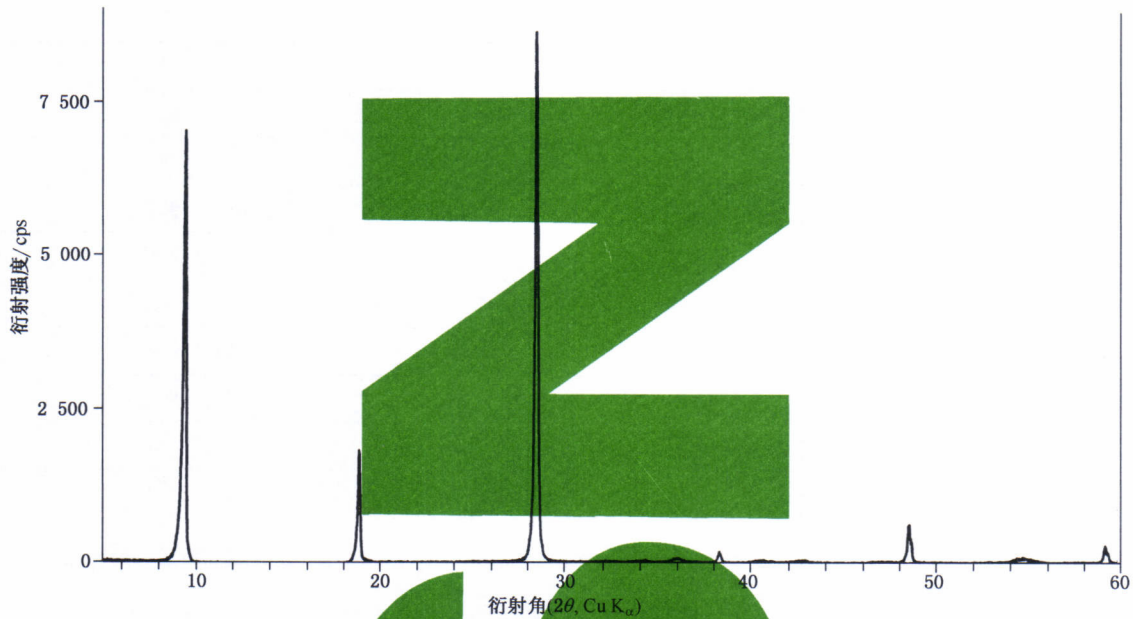


图 C.1 滑石粉的 X 射线衍射谱图

附 录 D
(资料性附录)
X 射线衍射定性相分析法

D.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 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 D.1。



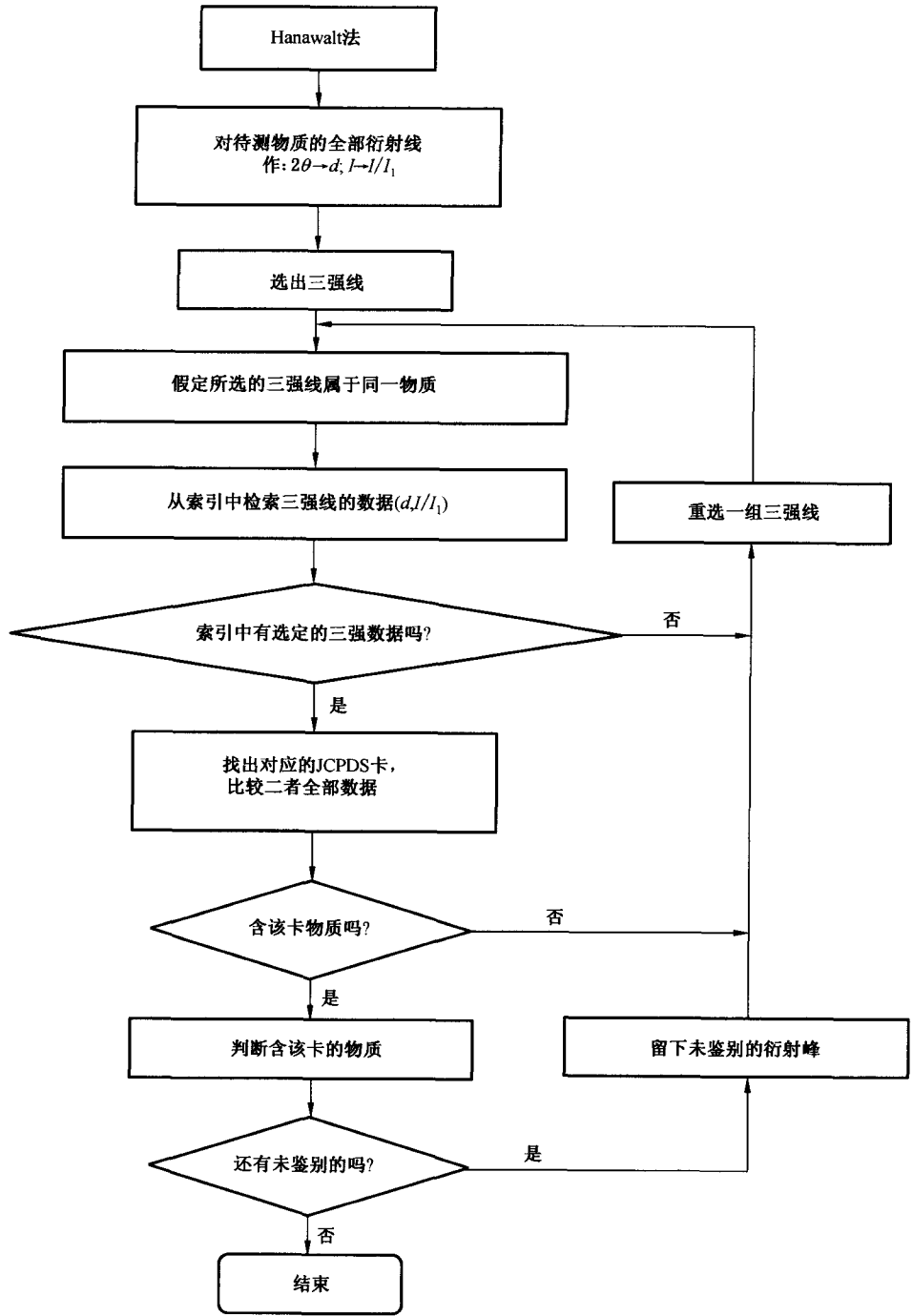


图 D.1 Hanawalt 法定性相分析步骤

D.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 D.2 是计算

机检索所需要的测定条件和检索条件(例如所含的元素种类以及预设的测定误差),然后自动测定和检索。

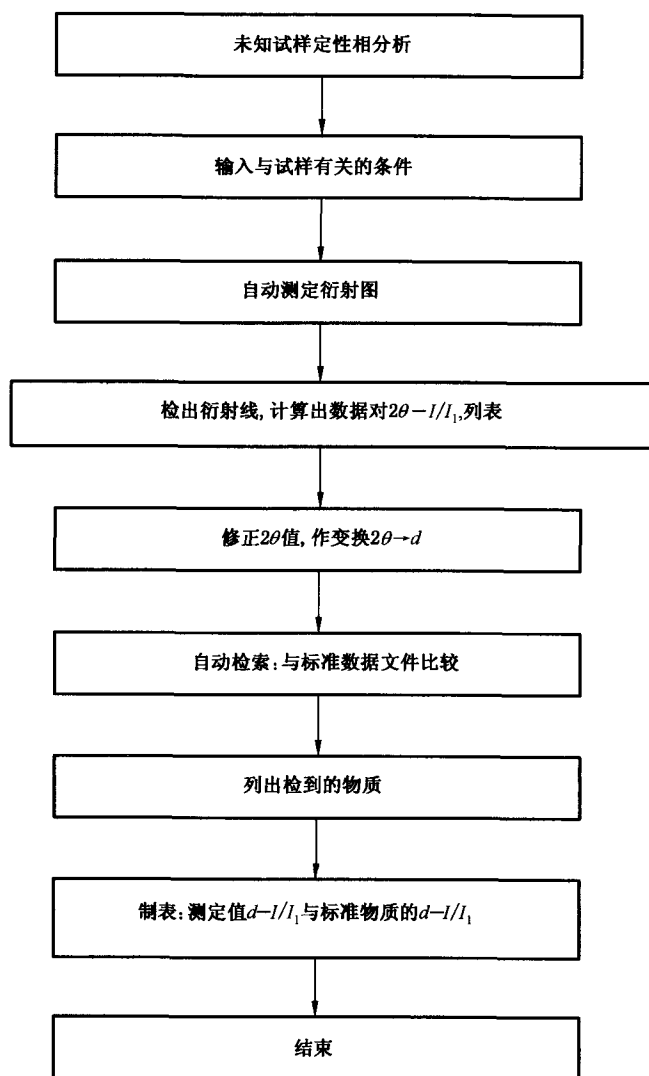


图 D.2 计算机定性相分析的步骤