

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3975—2014

### 矾土矿的鉴别方法 X 射线衍射法

Identification method of bauxite—X ray diffractometry

2014-07-14 发布

2015-03-01 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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、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：张庆建、管嵩、蒋玉婷、丁仕兵、郭兵、岳春雷、王谦、宋义。

# 矾土矿的鉴别方法 X 射线衍射法

警告: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 X 射线衍射法鉴别矾土矿的方法。  
本标准适用于矾土矿的定性鉴别。

## 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 2009 散装矾土取样、制样方法

JJD 1014 多晶 X-射线衍射仪

SN/T 0481.10 出口矾土检验方法 第 10 部分:二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、氧化钾、五氧化二磷和二氧化钛的测定 X 射线荧光光谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**矾土矿 bauxite**

铝含量较高( $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量 40%以上),  $\text{Al}/\text{Si} \geq 2.5$  的矿石,小于此数值者则称为粘土矿或铝质岩或铝土页岩。

## 4 方法原理

试样经破碎、筛分,制备成分析样品,采用 X 射线衍射法对样品进行物相结构分析,不同组分有各自的特征衍射峰,根据谱图中三强峰与标准图谱的对照来判断试样中含有的水合氧化铝的类型,结合试样物理形态、氧化铝含量及铝硅比,确定试样类型。

## 5 试剂和材料

5.1 矾土矿标准物质:国家有证标准物质。

5.2 载玻片。

5.3 样品盒。

5.4 标准氧化铝片:零点校正用。

## 6 仪器和设备

- 6.1 X 射线衍射仪:符合 JJG 1014 的规定。
- 6.2 标准筛:100 目、200 目。
- 6.3 研磨机。
- 6.4 玛瑙研钵。
- 6.5 鼓风干燥箱:温度可达 105 °C,控温精度 $\pm 2$  °C。

## 7 样品的采取与制备

按照 GB/T 2009 的规定取样和制备,试样应全部通过 100 目筛,并在 105 °C $\pm 2$  °C 下至少干燥 2 h 后置于干燥器中备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 试样制备

用玛瑙研钵将试样研磨至全部通过 200 目标准筛,取适量分析试样均匀地填充在样品盒中,压平压实,制成平滑的样片用于测定。

### 8.2 测量条件

优化 X 射线衍射分析条件,X 射线衍射仪的参考定性分析条件参见附录 A。

### 8.3 测定

将 8.1 中平滑样品置于样品台,进行 X 射线衍射分析,采集 X 射线衍射图谱。

### 8.4 数据处理

使用仪器中的处理程序,对 8.3 中所得图谱进行分析,得出试样晶面间距( $d$  值)和相对衍射强度( $I/I_0$  值), $d$  值测量相对误差应在 $\pm 1\%$ 以内。矾土矿标准衍射数据参见附录 B。

### 8.5 铝、硅含量分析

按照 SN/T 0481.10 分析样品铝、硅含量,用于结果判定。

## 9 结果判定

9.1 采用 Hanawalt 定性相分析法,其判定程序参见图 C.1;采用计算机检索定性相分析法,其判定程序参见图 C.2。矾土矿标准衍射图谱参见附录 D。

9.2 如果在 X 射线衍射测定结果中,出现了矾土矿物特征衍射线, $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量大于 40%, $\text{Al}/\text{Si} \geq 2.5$ ,且杂相主要为赤铁矿、针铁矿、高岭土、锐钛矿、金红石、石英、伊利石、叶腊石、绿泥石等中的一种或多种,则判定该试样是矾土矿。

9.3 如果在 X 射线衍射测定结果中,出现了矾土矿物特征衍射线,但  $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量小于 40%,或  $\text{Al}/\text{Si} \leq$



2.5,判定该试样不属于矾土矿。

9.4 如果在 X 射线衍射测定结果中,未出现矾土矿特征衍射线,则判定该试样不是矾土矿。

结果判定程序参见附录 E。

9.5 矾土矿判定流程图参见附录 E。

附录 A  
(资料性附录)

## X 射线衍射仪的参考定性分析条件

X 射线衍射仪的参考定性分析条件见表 A.1。

表 A.1 一般分析条件

项 目	检 测 条 件
X 射线靶材	铜
管电压/kV	40
管电流/mA	40
单色器(去除 $K\beta$ )线	Ni 过滤器
发散狭缝/mm	0.2
防散射狭缝/mm	3
探测器	固体检测器
扫描范围( $2\theta$ )/( $^{\circ}$ )	5~90
步长/[ $^{\circ}$ ]/step]	0.02
扫描速度/(s/step)	0.5

附 录 B  
(资料性附录)  
矾土矿的 X 射线衍射数据

矾土矿的 X 射线衍射数据(Cu K $\alpha$ =0.15 418 nm)见表 B.1。

表 B.1 矾土矿的 X 射线衍射数据

序号	一水硬铝石		三水硬铝石		一水软铝石	
	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$
1	3.987 48	100	4.852 73	100	6.107 00	100
2	2.077 29	60.8	4.380 04	36.6	3.160 50	51.7
3	2.316 06	50.9	4.328 38	14.1	2.344 60	83.8
4	2.131 07	46.8	3.365 19	12	1.979 48	19.8
5	1.632 77	41.6	3.318 23	9.9	1.859 64	17.7
6	2.557 00	33.6	3.188 57	17.2	1.846 80	29.2
7	1.479 93	20.5	3.112 31	1.9	1.767 74	1.1
8	1.479 45	18.2	3.110 18	1	1.660 99	24.4
9	1.375 20	16.3	2.470 52	19	1.526 75	1.4
10	1.608 20	12.5	2.456 34	20.5	1.450 79	58.8
11	1.711 63	12.1	2.426 36	26.9	1.433 95	10.5
12	1.422 60	11.9	2.389 46	25.1	1.395 98	15.3
13	4.712 65	11.6	2.380 97	9	1.382 32	35.5
14	2.356 32	10.8	2.293 93	6	1.310 40	14.7
15	3.216 40	7.4	2.249 68	9.4	1.305 83	4.6
16	2.389 32	6.2	2.243 46	8.9	1.206 92	13.8
17	1.431 55	5.7	2.241 63	6.6	1.176 71	14.8
18	1.339 88	5.3	2.168 55	14.1	1.159 94	7
19	1.400 62	5.2	2.164 19	9.8	1.159 64	5.5
20	1.329 16	5.1	2.052 11	16.1	1.132 62	0
21	1.400 03	5	2.048 47	9.5	1.113 63	1.1
22	1.287 55	4.8	1.997 33	10.9		
23	1.814 77	4.5	1.990 92	5.9		
24	1.522 53	4	1.967 38	2.8		
25	1.303 81	3.3	1.966 84	3.2		
26	1.173 74	3.3	1.920 79	11.3		
27	1.243 15	3	1.919 60	9.8		
28	1.204 24	2.4	1.807 38	13.1		

SN/T 3975—2014

表 B.1 (续)

序号	一水硬铝石		三水硬铝石		一水软铝石	
	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$	$d/\text{\AA}$	$I/I_0/\%$
29	2.435 71	2.2	1.806 64	12.5		
30	1.173 03	2.2	1.801 56	5.8		
31	1.301 02	2	1.754 17	12.2		
32	1.140 82	1.9	1.753 52	11.9		
33	1.677 72	1.8	1.748 88	2		
注： $d$ 为晶面间距， $I/I_0$ 为衍射线相对强度。所提供的数据来源于标准数据卡片(国际标准衍射数据中心)，卡片 PDF # 01-070-2038 的数据作为三水铝石参考数据，卡片 PDF # 01-083-2384 的数据作为一水软铝石的参考数据，卡片 PDF # 01-084-0175 的数据作为一水硬铝石的参考数据。						



附 录 C  
(资料性附录)  
X 射线衍射定性相分析法

C.1 Hanawalt 法

图 C.1 是 Hanawalt 法的一般步骤。

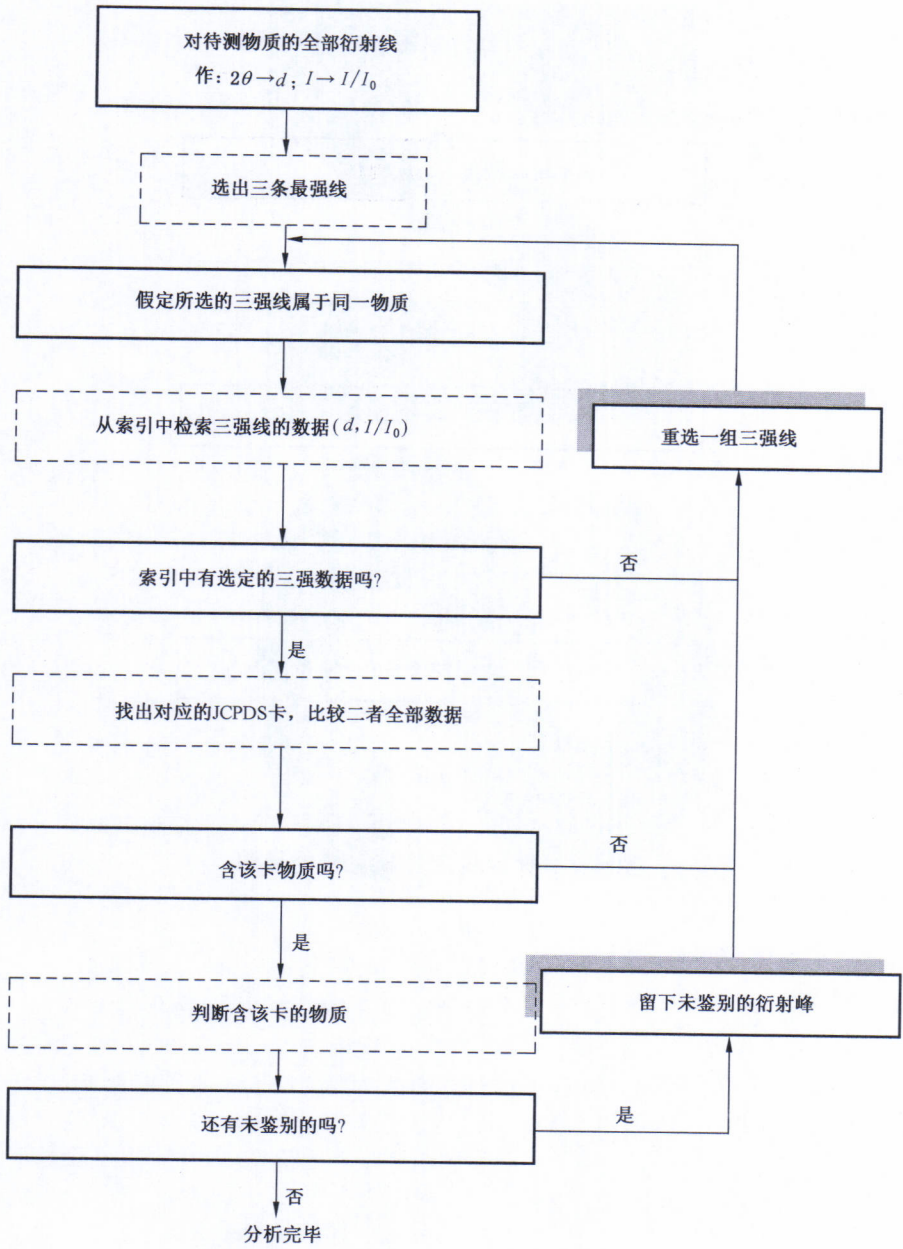


图 C.1 Hanawalt 法分析步骤

## C.2 计算机检索定性相分析

图 C.2 是计算机检索的一般步骤。

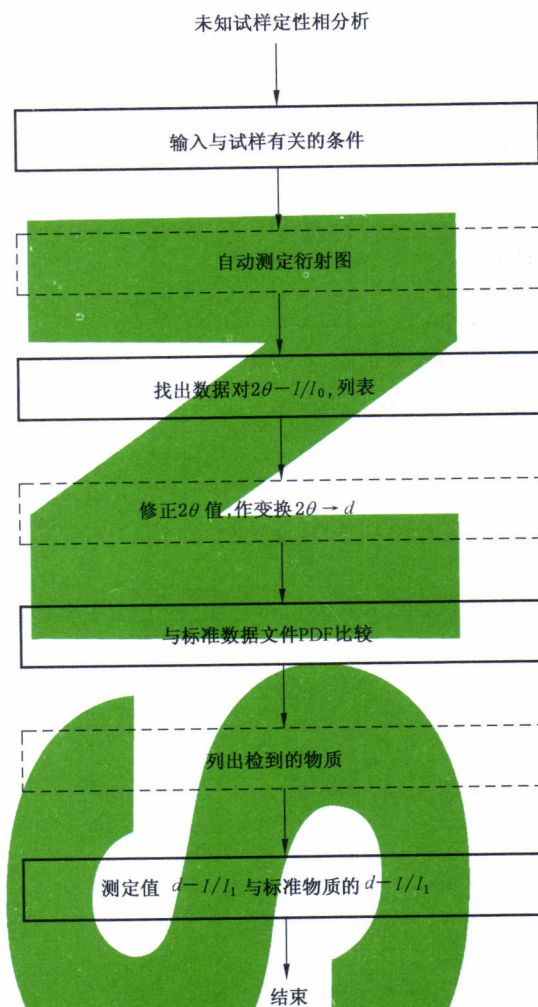


图 C.2 计算机定性相分析的步骤

附录 D  
(资料性附录)  
矾土矿标准衍射图谱

矾土矿标准衍射图谱见图 D.1、图 D.2、图 D.3。

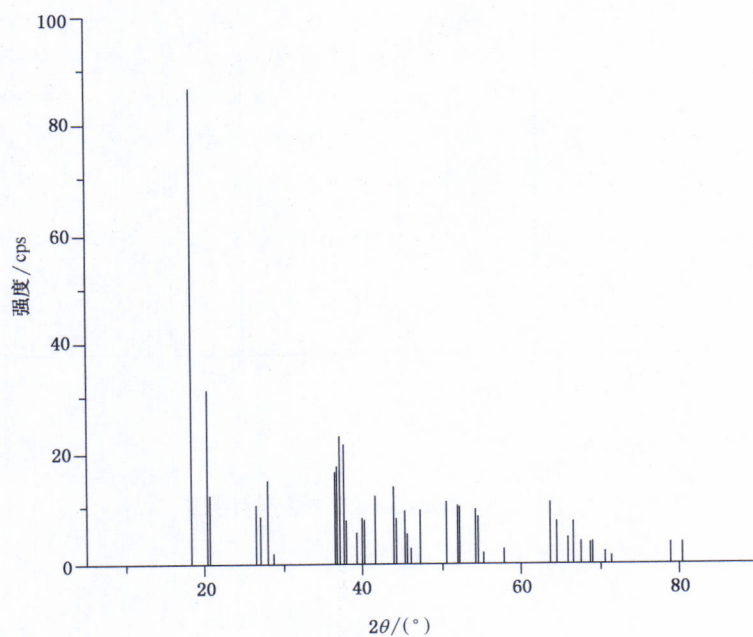


图 D.1 Gibbsite 标准衍射图谱

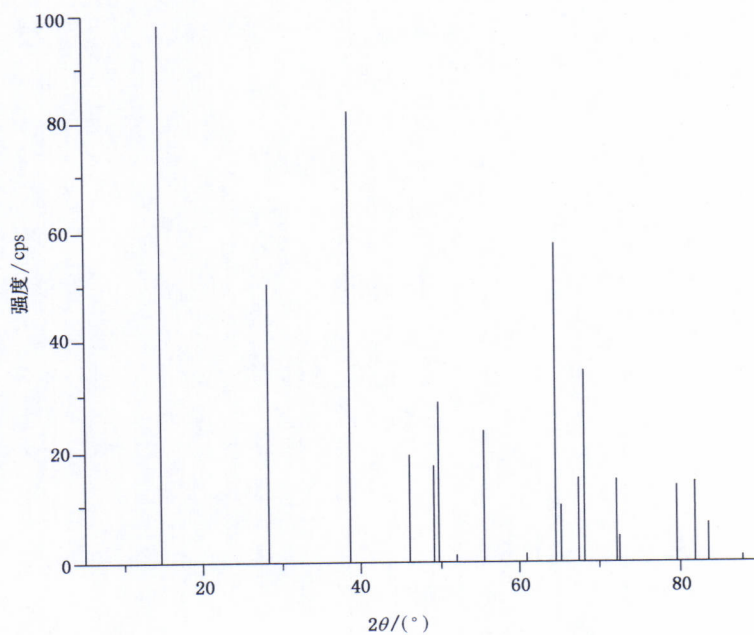


图 D.2 Beohmite 标准衍射图谱

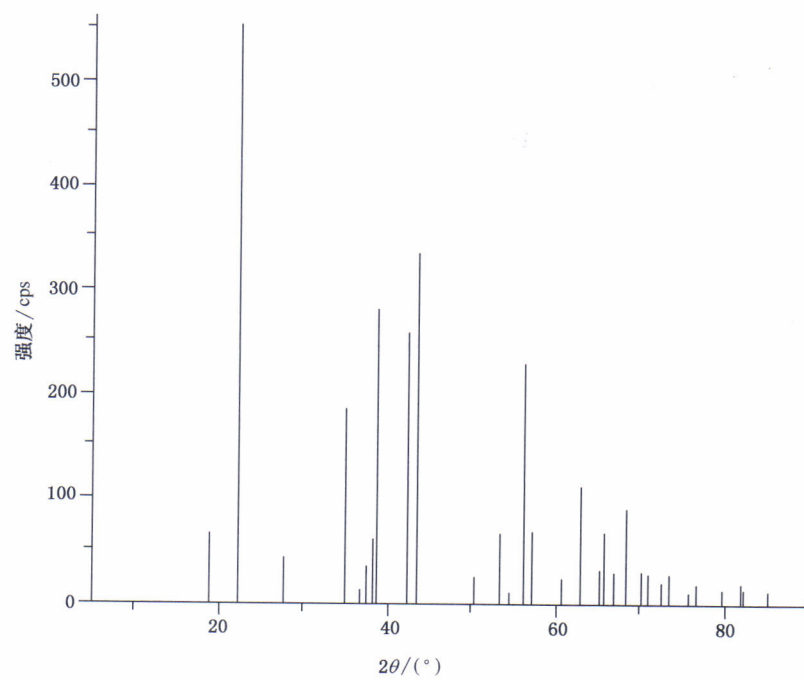


图 D.3 Diaspore 标准衍射图谱



附录 E  
(资料性附录)  
矾土矿判定流程图

矾土矿判定流程见图 E.1。

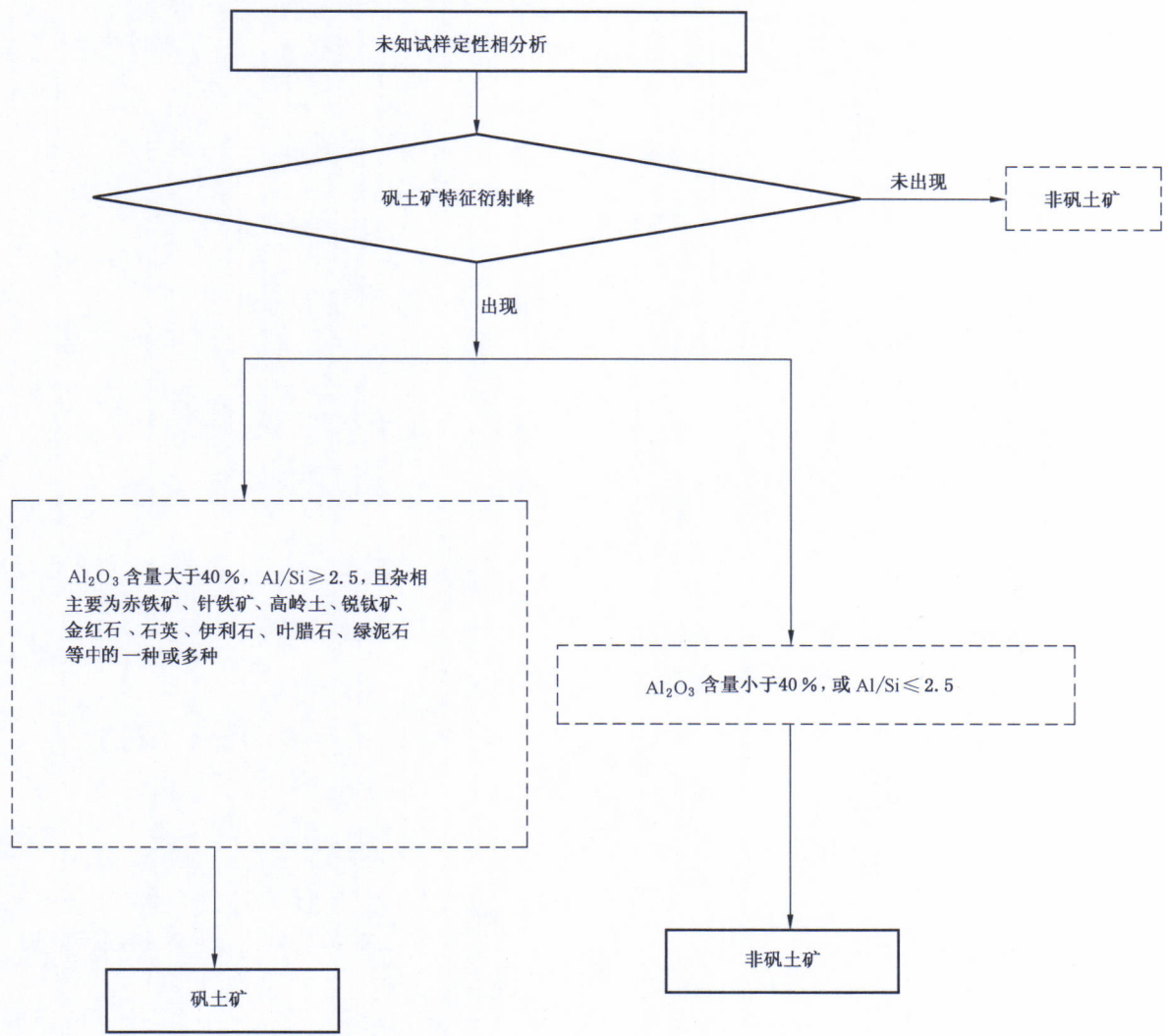


图 E.1 矾土矿判定流程