

X 射线粉晶衍射基体清洗法在矿物定量分析中的应用

伍 月¹, 刘 欣¹, 张 波², 刘 琦¹

1. 中国地质调查局 沈阳地质调查中心(沈阳地质矿产研究所), 辽宁 沈阳 110034;

2. 中煤地质工程总公司, 北京 100073

摘 要: 为了消除层状硅酸盐矿物择优取向对检测结果的影响, 本次 X 射线粉晶衍射定量分析采用基体清洗法, 引入刚玉作为清洗剂, 用滑石和绿泥石纯样品分别与刚玉以 1:1 的比例配制成参比样, 测试参比样中刚玉、滑石、绿泥石的主衍射峰强度值, 根据参比强度公式计算出滑石、绿泥石的参比强度。再把刚玉与定值样(滑石和绿泥石混合样)按 1:1 的比例配制成待测样, 测试待测样中刚玉、滑石、绿泥石的主衍射峰强度值, 把所得数据代入基体清洗法计算公式, 剔除离散数据, 计算出定值样中滑石的含量为 81.5%, 绿泥石的含量为 14.6%; 用 EVA 全谱拟合矿物半定量分析方法测试定值样中滑石的含量为 92.9%, 绿泥石的含量为 5.8%。通过定值样中全岩化学分析铝元素含量换算, 定值样中绿泥石的含量应在 13% 左右, 接近基体清洗法的绿泥石矿物定值, 与 EVA 全谱拟合矿物半定量分析方法绿泥石矿物定值相差较大。实验结果表明: 利用基体冲洗分析混合物相中层状硅酸盐矿物含量是比较准确的。

关键词: X 射线衍射; 定量分析; 基体清洗法; 实验条件

THE APPLICATION AND RESEARCH OF X-RAY POWDER DIFFRACTION MATRIX FLUSHING METHOD IN QUANTITATIVE ANALYSIS

WU Yue¹, LIU Xin¹, ZHANG Bo², LIU Qi¹

1. *Shenyang Institute of Geology and Mineral Resources, CGS, Shenyang 110034, China;*

2. *China Coal Geology Engineering Corporation, Beijing 100073, China*

Abstract: In order to eliminate the influence of preferential orientation of layered silicate minerals on the detection results, matrix flushing method is adopted in X-ray powder diffraction quantitative analysis. Corundum is added as a flushing agent. Pure samples of talc and chlorite are used as references, with a ratio of 1:1 to the corundum. The reference diffraction intensities of corundum, talc and chlorite are measured to calculate the reference strength of talc and chlorite by the reference strength formula. Then the corundum and the definite sample (talc and chlorite mixture) are prepared in the ratio of 1:1 to test the main diffraction peak intensity values of corundum, talc and chlorite. Discarding discrete data, the contents of talc and chlorite are 81.5% and 14.6%, respectively. By EVA semi-quantitative analysis, the contents of talc and chlorite are 92.9% and 5.8%, respectively. The content of chlorite in the definite sample is about 13%, which is close to the definite value of chlorite by the matrix flushing method, but with great difference to that by semi-quantitative analysis. The results show that the analysis of matrix silicate mineral content in the mixture phase by matrix washing is accurate.

Key words: X-ray powder diffraction; quantitative analysis; matrix flushing method; experimental condition

收稿日期: 2016-09-01; 修回日期: 2017-01-14. 编辑: 张哲.

基金项目: 国土资源部“变质岩岩石矿物鉴定检测技术方法研究”项目(201011029-3).

作者简介: 伍月(1985—), 女, 硕士, 工程师, 主要从事岩矿测试研究, 通信地址 辽宁省沈阳市皇姑区北陵大街 26 甲 3 号, E-mail/wuyuemay85@163.com

半个多世纪以来, X 射线定量分析从直接分析法→内标准法→稀释法→基体清洗法, 到自清洗法有了明显改进, 特别是 Rietveld 法的运用促使矿物半定量分析技术有了突破性进展^[1-2]. 混合相的 X 射线定量分析, 就是用 X 射线衍射方法来测定混合物中各种物相的含量^[1]. 这种分析方法的依据在于, 一种物相所产生的衍射强度, 与其在混合物样品中的含量成正比. 近年来, 主要有外标法对烧结莫来石进行定量分析, 内标法测定碳酸盐岩中白云石、方解石和石英的含量, 全谱拟合(EVA)半定量相分析沉积岩中矿物组分含量和全岩矿物组合含量. 我们发现日常工作中所使用的 EVA 解析方法, 解析出的绿泥石和滑石的成分有时不太准确, 这可能是由于样品纯度、结晶程度、样品的吸收、衍射仪的分辨能力、择优取向、样品的最低可见度、衍射背景和存在杂线等问题所致^[2-3]. 因此, 本文利用基体清洗法来测定混合样品中的各物相含量, 与 EVA 方法分析结果进行比对, 以完善矿物 X 射线粉晶衍射定量分析方法.

本文对 X 射线粉晶衍射定量分析方法中的基体清洗法进行实验研究, 旨在建立一种准确的矿物定量测试方法. 实验选择刚玉($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)作为标准, 使任意一种纯物相与刚玉以 1:1 的比例混合, 再通过基体清洗法公式进行计算, 便可计算出纯样在混合样中的质量分数.

1 实验条件及方法

1.1 实验条件

实验使用的仪器是德国布鲁克公司生产的 Bruker-D8 X 射线粉晶衍射仪. 测试条件: 铜靶 X 射线管, 管压 40 kV, 管流 40 mA. 扫描范围: 2θ 角为 $4\sim 60^\circ$, 闪烁计数器, 发散狭缝 DS 和防散射狭缝均为 1.0 mm, 接收狭缝 RS 为 0.1 mm, 步长为 $0.02^\circ/\text{步}$, 扫描速度 $0.4 \text{ s}/\text{步}$ ^[4]. 样品测试时要求仪器室和制样室的温度和湿度要相对恒定^[5], 室温保持在 $(20\pm 2)^\circ\text{C}$, 湿度 $10\%\pm 2\%$. 样品所产生的 X 射线衍射峰强度采用计数强度(cps)表示.

1.2 基体清洗法

基体清洗法是利用某种清洗剂来清除基体效应的影响, 引入参比强度, 只要测定两种物相特定衍射线的强度比, 即可根据理论公式计算出相应物相在混合物

中的百分含量. 这样就大大提高了 X 射线粉晶衍射定量分析的精确度和效率.

基体清洗法实际上是内标准法的延伸^[6], 它引入了一个新的参数 K , 即参比强度. 选择刚玉作为标准, 使任意一种物相与刚玉以各占 50% 的等量混合, 按美国国家标准局提出的制样方法制成 X 射线粉晶衍射样品, 测定这两者最强线的强度 I_i 与 I_{cor} , 它们的比值即定义为 i 相的参比强度 K_i :

$$K_i = \frac{I_i}{I_{\text{cor}}} \quad (1)$$

PDF 卡片中的 I/I_{cor} 即是该物相的参比强度值.

在基体清洗法中, 需要在原始样品中加入它所没有的某种纯物质作为清洗剂, 以“清洗”掉基体效应的影响. 清洗剂实际上也就是内标准物质. 原始样品所没有的任何纯物质, 从原则上讲均可用作清洗剂. 但在实际工作中, 由于人造刚玉粉易于从市场上买到, 它纯度高, 化学稳定性好, 制样时不会产生择优取向^[7-8], 故实验选用刚玉作清洗剂, 因此 $K_i = K_{\text{cor}} = 1$, 可使公式简化成:

$$x_i = \frac{x_{\text{cor}}}{K_i} \cdot \frac{I_i}{I_{\text{cor}}} \quad (2)$$

基体清洗法适用于任何一种多相混合物的物相定量分析, 计算公式中的因子与样品中是否含有其他物相(包括非晶质相)无关, 因此应用基体清洗法可以检测出样品中存在的非晶质, 并能测出非晶质的含量^[9]. 该方法不需配制标准样品, 也不必绘制标准曲线, 更加简单方便.

2 样品配制及样品测试

2.1 样品的配制

滑石和绿泥石的混合样 W、绿泥石纯样、滑石纯样的参比物质, 采用万分之一分析天平进行称量, 每种样品质量 $0.32\pm 0.001 \text{ g}$, 每种各 4 份, 每种样品质量体积大致相同, 减少因样品体积不同而形成的择优取向误差^[10]. 刚玉纯样质量 $0.32\pm 0.001 \text{ g}$, 12 份, 将混合样 W、绿泥石纯样、滑石纯样分别与刚玉纯样的样品按 1:1 的比例混合, 从而配制成实验所需样品. 具体的样品配制方法详见表 1.

2.2 样品的磨制

刚玉、含滑石和绿泥石的混合样 W、滑石、绿泥石在配比前粒度要在 $45 \mu\text{m}$ 以下, 按比例配制成样品

表1 滑石、绿泥石与刚玉混合样品表

Table 1 The mixed samples of talc, chlorite with corundum

样品编号	混合样质量/g	混合样中各物相的质量/g				混合样中各物相的质量分数/%			
		刚玉	W	滑石	绿泥石	刚玉	W	滑石	绿泥石
1	0.6407	0.3203	0.3204	—	—	50	50	—	—
2	0.6404	0.3201	0.3203	—	—	50	50	—	—
3	0.6410	0.3206	0.3204	—	—	50	50	—	—
4	0.6409	0.3206	0.3203	—	—	50	50	—	—
5	0.6410	0.3208	—	0.3202	—	50	—	50	—
6	0.6410	0.3207	—	0.3203	—	50	—	50	—
7	0.6407	0.3206	—	0.3201	—	50	—	50	—
8	0.6405	0.3201	—	0.3204	—	50	—	50	—
9	0.6407	0.3203	—	—	0.3204	50	—	—	50
10	0.6406	0.3205	—	—	0.3201	50	—	—	50
11	0.6406	0.3202	—	—	0.3204	50	—	—	50
12	0.6409	0.3205	—	—	0.3204	50	—	—	50

1、2、3、4为含滑石和绿泥石的W与刚玉的混合样;5、6、7、8为滑石与刚玉的混合样;9、10、11、12为绿泥石与刚玉的混合样。

后,在玛瑙研钵中磨制到粒度在 $15\ \mu\text{m}$ 以下,磨制时间在 $30\ \text{min}$ 左右,使得两种样品能够均匀地混合^[11-13]。

2.3 样品的测试

在给定的测试条件下,利用X射线粉晶衍射仪对样品进行测试,从矿物X射线粉晶衍射花样图谱中获取刚玉的主要衍射峰 $2.55\ \text{\AA}$ 峰和 $2.08\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.55}$ 和 $I_{2.08}$ 值,滑石的主要衍射峰 $9.3\ \text{\AA}$ 峰和 $3.1\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{9.3}$ 和 $I_{3.1}$ 值,绿泥石的主要衍射峰 $14\ \text{\AA}$ 峰和 $7\ \text{\AA}$ 峰的强度 I_{14} 和 I_7 值。

2.4 测试图谱解译

1) 滑石与刚玉混合样的测试结果

滑石样中,刚玉的主要衍射峰 $2.55\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.55}$ 在 $1112\sim 1234\ \text{cps}$ 之间, $2.08\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.08}$ 在 $935\sim 1039\ \text{cps}$ 之间。滑石的主要衍射峰 $9.3\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{9.3}$ 在 $10802\sim 13349\ \text{cps}$ 之间, $3.1\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{3.1}$ 在 $6373\sim 8751\ \text{cps}$ 之间。

2) 绿泥石与刚玉混合样的测试结果

绿泥石样中,刚玉的主要衍射峰 $2.55\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.55}$ 在 $1227\sim 1327\ \text{cps}$ 之间, $2.08\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.08}$ 在 $1122\sim 1195\ \text{cps}$ 之间。绿泥石的主要衍射峰 $14\ \text{\AA}$ 峰的强度 I_{14} 在 $2630\sim 3114\ \text{cps}$ 之间, $7\ \text{\AA}$ 峰的强度 I_7 在 $4294\sim 4668\ \text{cps}$ 之间。

3) 含滑石和绿泥石定值样W与刚玉混合样的测

试结果

混合样W中,刚玉的主要衍射峰 $2.55\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.55}$ 在 $1065\sim 1225\ \text{cps}$ 之间, $2.08\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{2.08}$ 在 $1006\sim 1062\ \text{cps}$ 之间。滑石的主要衍射峰 $9.3\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{9.3}$ 在 $7611\sim 11361\ \text{cps}$ 之间, $3.1\ \text{\AA}$ 峰的强度 $I_{3.1}$ 在 $4792\sim 7124\ \text{cps}$ 之间。绿泥石的主要衍射峰 $14\ \text{\AA}$ 峰的强度 I_{14} 在 $365\sim 416\ \text{cps}$ 之间, $7\ \text{\AA}$ 峰的强度 I_7 在 $472\sim 695\ \text{cps}$ 之间。

3 结果与讨论

3.1 滑石参比强度

利用X射线粉晶衍射仪对样品5、6、7、8进行测试,得到滑石的主要衍射峰值,通过参比强度的计算公式(1),计算出滑石的参比强度值在 $5.405\sim 14.277$ 之间。结果显示滑石的参比强度最低值和最高值相差很大。

X射线衍射定量分析方法对于混合物相的测试前提条件是准确物相定性分析。由于所测物相同质多象的替代普遍,实验所获得的参比强度值不一定代表待测物相的参比强度,从而导致实验误差。同一物相因结晶度和有序度的差异参比强度值各不相同,有时会差异很大, $9.3\ \text{\AA}$ 峰的最高峰值达到 $13500\ \text{cps}$,而最低峰值为 $10800\ \text{cps}$,相差 $2700\ \text{cps}$ 。

3.2 绿泥石参比强度

利用 X 射线粉晶衍射仪对样品 9、10、11、12 进行测试,得到绿泥石的主要衍射峰值,再通过参比强度的计算公式(1),计算出绿泥石的参比强度值在 2.025~4.143 之间. 样品 9、10、11、12 中 4 个绿泥石 14 Å 峰叠加在一起,最高峰值达到 3100 cps,而最低峰值为 2650 cps,相差 550 cps,误差主要是由片状绿泥石择优取向造成的.

3.3 质量分数的计算

通过刚玉、绿泥石纯样、定值样与刚玉纯样 1:1 配制样品 X 射线粉晶衍射测试,得到不同样品中的滑石、刚玉、绿泥石主衍射峰计数强度(见表 2).

表 2 刚玉、滑石、绿泥石物相的峰值

Table 2 The peak value of corundum, talc and chlorite

样品编号	I_{14}	I_7	$I_{9.3}$	$I_{3.1}$	$I_{2.55}$	$I_{2.08}$
1	416	472	7611	4792	1225	1006
2	365	527	9223	5864	1065	1050
3	387	572	10660	5432	1197	1061
4	372	695	11361	7124	1132	1062
5	—	—	11019	6373	1112	1020
6	—	—	13349	8751	1122	935
7	—	—	10802	6670	1234	990
8	—	—	11558	6932	1166	1039
9	2728	4566	—	—	1227	1122
10	2777	4665	—	—	1327	1126
11	3114	4529	—	—	1304	1195
12	2630	4294	—	—	1299	1142

1、2、3、4 为含滑石和绿泥石的 W 与刚玉的混合样;5、6、7、8 为滑石与刚玉的混合样;9、10、11、12 为绿泥石与刚玉的混合样. 单位: cps.

根据参比强度公式(1)分别计算刚玉、滑石、绿泥石的参比强度,计算结果见表 3. 其中,样品 5、6、7、8 计算出的滑石的参比强度值在 5.405~14.277 之间. 样品 9、10、11、12 计算出的绿泥石的参比强度值在 2.025~4.143 之间.

根据混合相质量分数的计算公式(2),分别计算出绿泥石和滑石纯样在配制的混合样品中的质量分数,滑石和绿泥石的质量分数计算结果见表 4、5、6、7. 滑石的质量分数在 25.45%~58.21%之间,绿泥石的质量分数在 5.48%~9.29%之间.

表 3 刚玉、滑石、绿泥石的参比强度

Table 3 The reference intensity of corundum, talc and chlorite

样品编号	$I_{14}/I_{2.55}$	$I_{14}/I_{2.08}$	$I_7/I_{2.55}$	$I_7/I_{2.08}$	$I_{9.3}/I_{2.55}$	$I_{9.3}/I_{2.08}$	$I_{3.1}/I_{2.55}$	$I_{3.1}/I_{2.08}$
1	0.340	0.414	0.385	0.469	6.213	7.566	3.912	4.763
2	0.343	0.348	0.495	0.502	8.660	8.784	5.506	5.585
3	0.323	0.365	0.478	0.539	8.906	10.047	4.538	5.120
4	0.329	0.350	0.614	0.654	10.036	10.698	6.293	6.708
5	—	—	—	—	9.909	10.803	5.731	6.248
6	—	—	—	—	11.898	14.277	7.799	9.359
7	—	—	—	—	8.754	10.911	5.405	6.737
8	—	—	—	—	9.913	11.124	5.945	6.672
9	2.223	2.431	3.721	4.070	—	—	—	—
10	2.093	2.466	3.515	4.143	—	—	—	—
11	2.388	2.606	3.473	3.790	—	—	—	—
12	2.025	2.303	3.306	3.760	—	—	—	—

1、2、3、4 为含滑石和绿泥石的 W 与刚玉的混合样;5、6、7、8 为滑石与刚玉的混合样;9、10、11、12 为绿泥石与刚玉的混合样.

表 4 滑石的质量分数

Table 4 The mass fraction of talc

滑石	I	II	III	IV
5a	31.35	35.02	34.13	38.12
6a	26.11	26.50	25.08	25.45
7a	35.49	34.67	39.19	35.35
8a	31.34	34.01	32.90	35.69
5b	43.70	40.66	48.04	44.69
6b	36.39	30.76	35.30	29.84
7b	49.46	40.25	50.93	41.45
8b	43.68	39.48	46.31	41.85
5c	44.94	46.50	39.59	40.97
6c	37.43	35.19	29.09	27.35
7c	50.87	46.04	41.98	38.00
8c	44.92	45.16	38.17	38.37
5d	50.64	49.51	54.90	53.68
6d	42.18	37.47	40.34	35.84
7d	57.32	49.02	58.21	49.78
8d	50.62	48.09	52.90	50.27

5、6、7、8 为滑石纯样与刚玉纯样的混合样的 4 个不同参比强度,作为标准 K_i ; a、b、c、d 为 W 与刚玉的混合样的 4 个不同峰值比; I 是计算时使用 $I_{9.3}/I_{2.55}$ 的参比强度, II 是计算时使用 $I_{9.3}/I_{2.08}$ 的参比强度, III 是计算时使用 $I_{3.1}/I_{2.55}$ 的参比强度, IV 是计算时使用 $I_{3.1}/I_{2.08}$ 的参比强度. 质量分数单位: %.

表 5 绿泥石的质量分数
Table 5 The mass fraction of chlorite

绿泥石	V	VI	VII	VIII
9a	7.65	8.52	5.17	5.76
10a	8.12	8.39	5.48	5.66
11a	7.12	7.94	5.54	6.19
12a	8.40	8.99	5.82	6.24
9b	7.71	7.16	6.65	6.17
10b	8.19	7.06	7.04	6.06
11b	7.18	6.68	7.13	6.62
12b	8.47	7.56	7.49	6.68
9c	7.26	7.51	6.42	6.62
10c	7.72	7.40	6.80	6.50
11c	6.76	7.00	6.88	7.11
12c	7.98	7.92	7.23	7.17
9d	7.40	7.20	8.25	8.03
10d	7.86	7.10	8.73	7.89
11d	6.89	6.72	8.84	8.63
12d	8.12	7.60	9.29	8.70

9、10、11、12 为绿泥石纯样与刚玉纯样的混合样的 4 个不同参比强度, 作为标准 K_i ; a、b、c、d 为 W 与刚玉的混合样的 4 个不同峰值比; V 是计算时使用 I_{14}/I_{255} 的参比强度, VI 是计算时使用 I_{14}/I_{208} 的参比强度, VII 是计算时使用 I_7/I_{255} 的参比强度, VIII 是计算时使用 I_7/I_{208} 的参比强度. 质量分数单位: %.

表 6 滑石在原始样品 W 中的含量

Table 6 The content of talc in the original sample W

滑石	I	II	III	IV
5a	0.627	0.7004	0.6826	0.7624
6a	0.5222	0.53	0.5016	0.509
7a	0.7098	0.6934	0.7838	0.707
8a	0.6268	0.6802	0.658	0.7138
5b	0.874	0.8132	0.9608	0.8938
6b	0.7278	0.6152	0.706	0.5968
7b	0.9892	0.805	1.0186	0.829
8b	0.8736	0.7896	0.9262	0.837
5c	0.8988	0.93	0.7918	0.8194
6c	0.7486	0.7038	0.5818	0.547
7c	1.0174	0.9208	0.8396	0.76
8c	0.8984	0.9032	0.7634	0.7674
5d	1.0128	0.9902	1.098	1.0736
6d	0.8436	0.7494	0.8068	0.7168
7d	1.1464	0.9804	1.1642	0.9956
8d	1.0124	0.9618	1.058	1.0054
平均值	0.84555	0.7979125	0.833825	0.783375

5、6、7、8 为滑石纯样与刚玉纯样的混合样的 4 个不同参比强度, 作为标准 K_i ; a、b、c、d 为 W 与刚玉的混合样的 4 个不同峰值比; I 是计算时使用 I_{93}/I_{255} 的参比强度, II 是计算时使用 I_{93}/I_{208} 的参比强度, III 是计算时使用 I_{31}/I_{255} 的参比强度, IV 是计算时使用 I_{31}/I_{208} 的参比强度. 含量单位: %.

表 7 绿泥石在原始样品 W 中的含量

Table 7 The content of chlorite in the original sample W

绿泥石	V	VI	VII	VIII
9a	0.153	0.1704	0.1034	0.1152
10a	0.1624	0.1678	0.1096	0.1132
11a	0.1424	0.1588	0.1108	0.1238
12a	0.168	0.1798	0.1164	0.1248
9b	0.1542	0.1432	0.133	0.1234
10b	0.1638	0.1412	0.1408	0.1212
11b	0.1436	0.1336	0.1426	0.1324
12b	0.1694	0.1512	0.1498	0.1336
9c	0.1452	0.1502	0.1284	0.1324
10c	0.1544	0.148	0.136	0.13
11c	0.1352	0.14	0.1376	0.1422
12c	0.1596	0.1584	0.1446	0.1434
9d	0.148	0.144	0.165	0.1606
10d	0.1572	0.142	0.1746	0.1578
11d	0.1378	0.1344	0.1768	0.1726
12d	0.1624	0.152	0.1858	0.174
平均值	0.153538	0.150938	0.14095	0.137538

9、10、11、12 为绿泥石纯样与刚玉纯样的混合样的 4 个不同参比强度, 作为标准 K_i ; a、b、c、d 为 W 与刚玉的混合样的 4 个不同峰值比; V 是计算时使用 I_{14}/I_{255} 的参比强度, VI 是计算时使用 I_{14}/I_{208} 的参比强度, VII 是计算时使用 I_7/I_{255} 的参比强度, VIII 是计算时使用 I_7/I_{208} 的参比强度. 含量单位: %.

3.4 滑石和绿泥石在混合物 W 原始样品中的含量

利用 X 射线粉晶衍射仪对样品进行测试, 并根据参比强度公式、混合相中物相质量分数计算公式、原始样品中物相的计算公式, 计算出的混合样 W 中滑石和绿泥石的含量. 其中, 滑石的含量平均为 81.5%, 绿泥石的含量平均为 14.6%. 同一种物相测得的含量差值很大, 特别是滑石的差值高达 66.26, 最高值超过 100%, 这些差别是受到诸多因素影响, 可能由于结晶程度、结晶形态、样品的吸收、衍射仪的分辨能力、择优取向等因素所致; 也可能是混合样在制备过程中, 混合不均匀, 从而造成衍射数据偏离, 引起误差^[16].

将 X 射线衍射图谱通过 EVA 解译, 得到滑石的含量为 92.9%, 绿泥石的含量为 5.8%, 石英含量 0.3%, 白云石含量 0.6%, 方解石含量 0.2%, 菱镁矿 0.2%. 滑石和绿泥石的含量与基体清洗法计算出来的含量有所差异. 通过定值样中全岩化学分析铝元素含量换算, 定值样中绿泥石的含量应在 13% 左右, 接近基体清洗法的绿泥石矿物定值, 与 EVA 全谱拟合矿物半定量分析方法绿泥石矿物定值相差较大.

4 结论

在地质科研工作中,许多研究都需要知道混合相中各物相的含量,建立相关的定量方法是 X 射线粉晶衍射定量分析工作中急需解决的问题.本次 X 射线粉晶衍射定量分析方法的研究,采用基体清洗法,测试配制样品时引入刚玉作为清洗剂,测试得到滑石、绿泥石以及含滑石和绿泥石的混合物 W 的主要衍射峰值,根据参比强度公式可求得刚玉、滑石、绿泥石的参比强度值.再通过计算公式得到滑石和绿泥石在混合样中的质量分数,根据质量分数的公式,计算出滑石和绿泥石在混合物 W 原始样品中的含量,滑石的含量为 78.3%~84.6%,平均为 81.5%,绿泥石的含量为 13.8%~15.4%,平均为 14.6%.由于所测物相同质多象影响和择优取向无法彻底消除,实验所测得的每种物相的含量相差很大.通过剔除离散数据,基体清洗法 X 射线粉晶衍射矿物定量分析误差在 $\pm 2\%$ 左右,结果是可用的.

参考文献:

- [1]廖立兵,李国武. X 射线衍射方法与应用[M].北京:地质出版社,2007:63-81.
- [2]刘粤惠,刘平安. X 射线衍射分析原理与应用[M].北京:化学工业出版社,2003:72-77.
- [3]李树堂. X 射线衍射实验方法[M].北京:冶金工业出版社,1993:50-128.
- [4]迟广成,张泉,赵爱林,等. X 射线粉晶衍射仪定量测量海泡石矿样的实验条件[J].岩矿测试,2012,31(2):282-286.
- [5]马礼敦.近代 X 射线多晶衍射仪实验技术与数据分析[M].北京:化学工业出版社,2004:31-52.
- [6]南京大学地质系矿物岩石学教研室.粉晶 X 射线物相分析[M].北京:地质出版社,1980:147-173.
- [7]迟广成,王娜,吴桐. X 射线粉晶衍射仪鉴别鸡血石[J].岩矿测试,2010,29(1):71-73.
- [8]迟广成,宋丽华,王娜,等. X 射线粉晶衍射仪在山东蒙阴金伯利岩蚀变矿物鉴定中的应用[J].岩矿测试,2010,29(4):475-477.
- [9]房俊卓,张霞,徐崇福.实验条件对 X 射线衍射物相定量分析结果的影响[J].岩矿测试,2008,27(1):60-62.
- [10]马喆生,施悦承. X 射线晶体学晶体结构分析基本理论与实验技术[M].武汉:中国地质大学出版社,1995:11-47.
- [11]马礼敦. X 射线粉晶衍射新起点——Rietveld 全谱拟合[J].物理学进展,1996,16(2):251-265.
- [12]马礼敦. X 射线粉晶衍射仪[J].上海计量测试,2003,30(5):41-46.
- [13]杨波.中国科学院盐湖研究所标准——多晶矿物及化合物的 X 射线衍射定性分析方法[J].盐湖研究,1999,7(3):66-70.