

微量粉晶衍射及轻质页岩载片用于 膨胀层粘土矿物的研究

任磊夫 赵杏媛 陈洪起
(北京大学)

一、微量粉晶衍射法

自从应用图谱化X-射线衍射仪,大大便利了矿物学的研究工作,特别是粘土矿物的低角度衍射多落于德拜图的盲区,而衍射仪就更显出他的优越性。但是衍射仪也有另外一个问题,就是用样量过大,一般要500mg,才能装满一个样品架。这样对于一些难于分离的样品单矿物的研究就受到很大限制。

最近我们为了要研究蠕虫状高岭石单个纯的晶体。在双目镜下花了很大力气才挑选出30mg样品来。这在常规的样品架上是无法完成的,因此我们设计了一种微量样品架。

这种样品架是基于这样一个原理设计的,首先是X光由试样平滑表面上发生衍射,样品的厚度并没有太大关系,因而我们无需把样品架作成一个大孔框,只要有一个很浅的小槽就可以了。这样我们在有机玻璃上刻一个深度为0.1mm宽为13mm,长为15mm的一个槽(图1)将试样放入小槽中,用玻璃片压平即可。

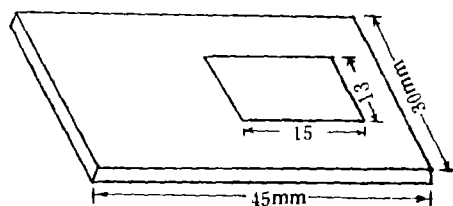


图1 载片形状示意图

Fig. 1 The shape of light shale carrier

这里需要注意的是,因试样面积狭小,所以要把发散狭缝变小($1/6^\circ$ — $1/2^\circ$)而相应量程要加大。这个小而浅的样槽的宽度也可以参照下列公式计算:

$$L = \frac{r}{573} \cdot \frac{R}{\sin\theta}$$

L = 试样表面宽度 (cm)
r = 发散狭缝开口度 (度)
R = 测角仪半径 (cm)

我们用这种方法对蠕虫状晶体高岭石,无序的高岭石及混有石英的高岭石,用30mg试样都得到满意的结果,现将原谱附上以供参考(图2)。

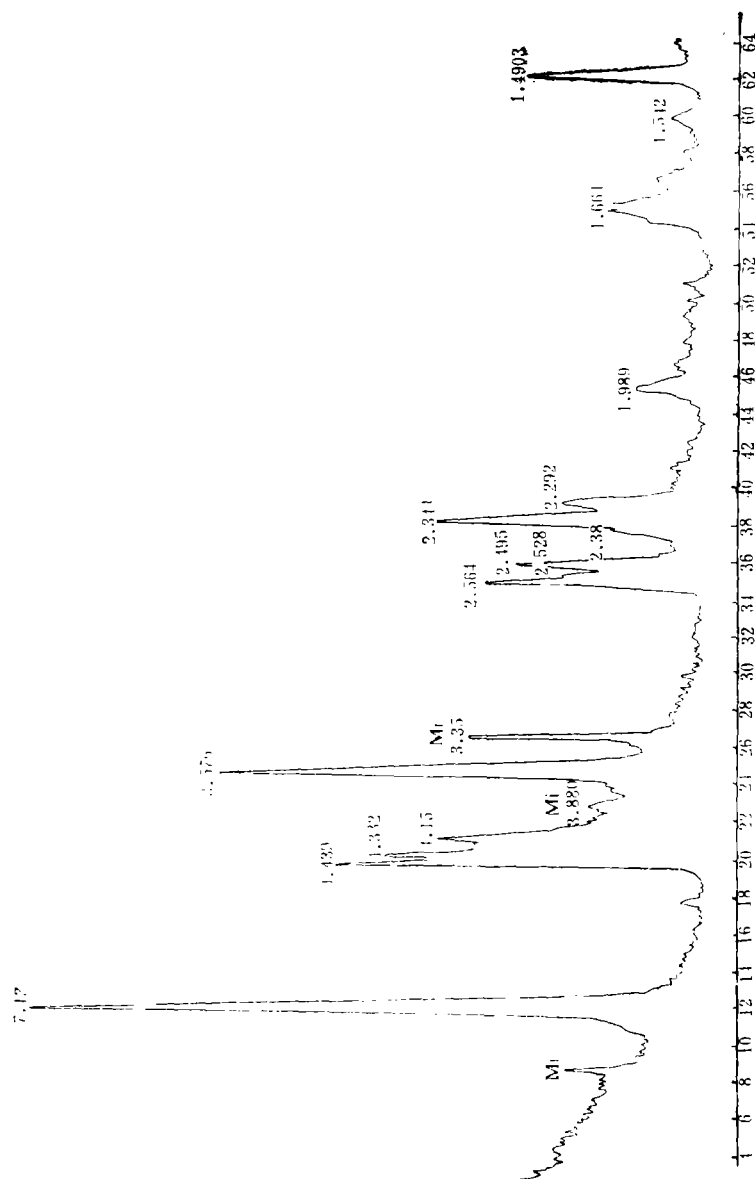


图 2 景德镇高岭土 (30mg) 衍射谱

Fig. 2 The X-ray diffractogram of Kaolinite, Jingdezhen

二、用轻质页岩载片研究含膨胀层矿物的实验

对含膨胀层的粘土矿物的研究,常常需要经过醇化测定其膨胀度,但其醇化过程与操作过程往往很复杂,有时因操作原因而未能达到饱和膨胀程度,而造成同一样品,不同操作者得出不同结果。

我们采用轻质页岩制成的载片,利用这种页岩吸液性强而快的特性,就大大简化了饱含醇化后的制片手续,并提高了膨胀饱和度的可靠性。

现将该方法简要介绍如下:

1.将轻质页岩在磨片机上磨制成长45mm,宽25mm,厚1.5mm的载片。

2.将粘土试样30mg加0.5ml的纯甘油或乙二醇,放在尖底试管中调匀,并用超声波振荡10分钟,使其充分混匀分散后,放置32—48小时(对古老的岩层中粘土可把时间延长一周)使甘油分子充分进入层间。

3.取甘油浸泡过的样品0.1—0.2ml滴在轻质页岩载片的一端,面积约为 $24 \times 20\text{mm}$ (如图3)放置15—30分钟,待多余的甘油被吸进轻质页岩中去,样品很快就干了,这时便可放在X-射线衍射仪上分析,下图是我们分析的一个实例(图4)。可以看出,原样(N)为 14.989 \AA 经饱含甘油处理(GI)膨胀到 18.034 \AA ,并明确分出 10 \AA 峰。

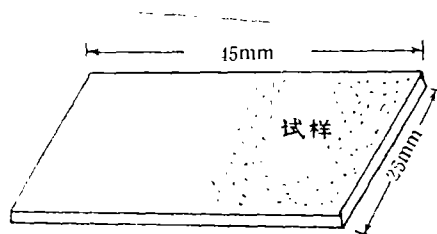


图3 页岩载片示意图

Fig. 3 Diagram of light shale carrier

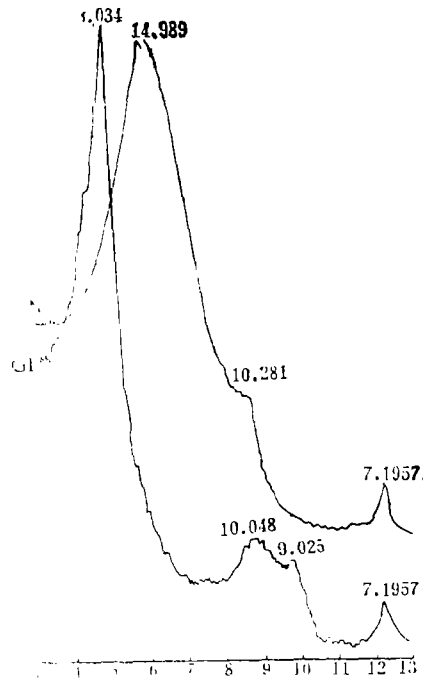
现在需要讨论一下:

1.甘油或乙二醇在轻质页岩上所以能迅速干了,是由于这种载片能把液体吸入载片中,但它吸入量达到饱和后,就不能再吸入了,因而制样时浓度要大,液体量要少,所用的甘油一定要纯的(100%的)而不要象一般醇化法加水稀释。

2.同样道理,样品面积不要放的过大,最好不要超过 $24 \times 20\text{mm}$,否则不易干,样品如不平可用小刀片刮平。

3.同一载片第二次使用,必须加热 $400—500^\circ\text{C}$ 使载片内吸收醇类物质燃烧排除,否则第二次使用吸液性就减弱了。

4.载片本身的衍射峰会不会干扰,实践证明所用的样品全部可以掩盖住载片,使其不能产生衍射,但样品太薄在 $20.19—24^\circ$ 之间会有一点影响(虽然很小)所以在制片时不要太薄。



N为原样 GI为甘油处理

图4 用轻质页岩载片测定膨胀层, X-光衍射谱

Fig. 4 The X-ray diffractogram, use the light shale carrier to determined
N natural sample GI treatment by glycerine

(收稿日期: 1982年11月12日)

AN INTRODUCTION TO THE METHOD OF X-RAY MICRO-POWER DIFFRACTION AND MAKING LIGHT SHALE CARRIER WITH EXPANSIBLE GLAY MINERALS

Ren Leifu Zhao Xingyuan Chen Hongqi

(Peking University)

Abstract

1. The principle of the X-ray micro-Power diffraction method is that the X-ray is irradiated on the smooth surface of the sample to cause diffraction, and it has no obvious relation to the thickness of the sample. So the conventional sample framework can be replaced by a smooth shallow small trough. A small trough of 13mm 15mm 0.1mm and a sample amount of 30 milligrams are used in our experiments.

2. The carrier is made with a domestic light shale with strong absorption of fluid. Then it is coated with the clay sample immersed in ethylene glycol. The

remaining ethylene glycol which has not got into the expansible layers can be absorbed by the carrier. Therefore, an oriented clay film for the analysis of Xray diffraction rapidly forms on the carrier.

The advantages of this method are: the method of immersion is simple and can make the expansible layers be saturated to the last degree. Because of its strong absorption of fluid, an oriented clay film can form rapidly. It is obvious that it is a fast and reliable method, and treatment of the ethylene glycol is greatly simplified.