

粘粒矿物系列鉴定方法

史 学 正

(中国科学院南京土壤研究所)

我国从50年代末以来开展了对土壤粘土矿物的研究。土壤粘土矿物在土壤发生分类学,土壤肥力等学科中都占有重要地位。过去对大量样品的分析鉴定常采用单一的鉴定方法^[1],以致有些粘土矿物还未被鉴定区分。本文介绍一种把各种鉴定方法有机地综合起来又能简单地鉴定土壤粘土矿物的方法^[2-4],这对土壤粘土矿物鉴定具有一定的意义。

一、样品来源

从预处理就除去碳酸盐、有机质、铁锰氧化物的土壤颗粒分析后的土样中,直接提取100毫升土壤粘粒供鉴定粘土矿物用,这样可减少土壤粘粒提取过程中的干燥环节。

二、样品预处理

样品先用Ca饱和,制成Ca饱和的粘粒,从中吸取5毫升,在105℃下烘干,称重算出其重量,并计算出每张薄片为20毫克土壤粘粒所需吸取Ca饱和粘粒的毫升数;从同一样品Ca饱和的粘粒中吸出一部分用K来置换Ca,制成K饱和粘粒。

三、制备薄片

薄片制备过程中,粘粒定向是粘土矿物鉴定的关键。为此,样品需要先用超声波分散3分钟,使其粘粒充分分散,然后立即吸取前面计算出的毫升数,这样所得每张薄片的粘粒含量都是20毫克,用抽气法把粘粒吸到约6×5厘米的瓷片上。每一样品制3张薄片,即用Ca饱和的,用Ca饱和加甘油的和K饱和的。然后将其在室温下风干。用Ca饱和的主要看这样品粘土矿物组成在X射线衍射图谱上的基本骨架,作为同后面2张薄片衍射图谱比较的基础,并作鉴定真、假绿泥石用;用Ca饱和加甘油的,主要鉴定蒙脱石;用K饱和的主要鉴定区别绿泥石和蛭石。

四、粘粒矿物鉴定

根据同一样品3张薄片的X射线衍射图谱来鉴定粘土矿物。

(一)根据Ca饱和粘粒X射线的衍射图谱

伊利石 X射线的衍射峰在0.99nm(已能和其他粘土矿物鉴定区分);

蒙脱石 X射线的衍射峰在1.42nm;

蛭石 X射线的衍射峰在1.42nm;

绿泥石 X射线的衍射峰在1.42nm。

(二)根据Ca饱和加甘油的粘粒X射线衍射图谱

蒙脱石 由Ca饱和粘粒X射线衍射图谱中衍射峰从1.42nm推到1.76nm(这已能和其他粘土矿物区分);

蛭石 同Ca饱和的X射线衍射图谱一样1.42nm;

绿泥石 同Ca饱和的X射线衍射图谱一样1.42nm。

(三)根据K饱和粘粒的X射线衍射图谱

蛭石 由Ca饱和粘粒X射线衍射峰中从1.42nm移到0.99nm;

绿泥石 同Ca饱和粘粒X射线衍射峰1.42nm。

(四)真假绿泥石鉴定

如确定该样品有绿泥石, 则把Ca饱和粘粒的薄片在520℃下加热2小时, 室温下冷却, 再在X射线仪上衍射, 如衍射峰从1.42nm移到1—1.42nm之间或完全消失, 则为假绿泥石, 即次生绿泥石; 如衍射峰仍然在1.42nm, 其衍射峰更强, 则为真绿泥石, 即原生绿泥石。

五、粘粒矿物含量计算

(一)传统的方法 把样品X射线的衍射图谱从2°(2θ)到13°分成7个区间, 各区间所代表粘土矿物如图1所示。根据图谱分别量出除9.4—11.8°以外所有区间衍射峰高度和衍射峰一半高度的宽度, 计算出每个区间的面积。然后把各区间面积乘以相应的系数(表1)。再把各区间面积乘以相应的系数所得的值相加作为100%, 然后计算出各粘土矿物的百分含量。

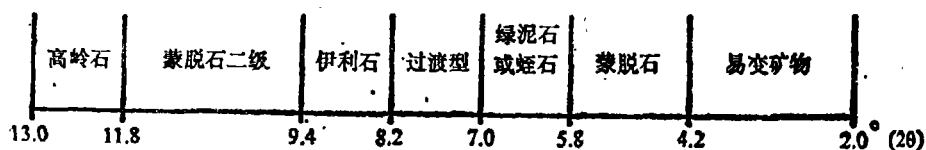


图1 从2°到13°(2θ)各区间所代表的粘土矿物

表1 粘粒矿物对X射线的敏感系数

矿物	系数	矿物	系数	矿物	系数
高岭石	0.24	过渡型粘土矿物 (1.4—1.8nm)	0.23	蛭石	0.34
过渡型粘土矿物 (1—1.4nm)	0.40	易变粘土矿物 (>2nm)	0.22	次生绿泥石	1.07
原生绿泥石	1.00	伊利石	1.00	蒙脱石	0.22

(二)近年来的方法^[5] 粘粒样品在X射线衍射仪上进行衍射时, 不用绘图仪直接把衍射线绘在专用纸上, 而是衍射仪以每40秒钟转0.02°的速度转动, 每0.02°在40秒钟内的一个平均衍射值存入计算机磁盘内, 然后在计算机上用数学方法对衍射峰进行拟合, 求出各衍射峰

(下转第323页)

为 $5 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ 的NaAc缓冲液,加入一定量的邻苯二酚,作用一定时间后过滤,滤液按上述方法测定 Mn^{2+} 。结果(表2)表明,测出的 Mn^{2+} 量重现性较好,且回收率在94%以上,所以用此方法测定土壤提取液中的微量 Mn^{2+} 是可行的。

参 考 文 献

- [1] Sipderis, C. P., Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 9: 445-446, 1937.
- [2] Goto, K., Komatsu, T. and Furuka, T., Anal. Chem. Acta, 27: 331, 1962.
- [3] 莫予彬、李伏秋, 分析化学, 5: 395-396, 1974.
- [4] 张孙玮、吴水生、刘绍璞, 有机试剂在分析化学中的应用, 207-209页, 科学出版社, 1981.

(上接第320页)

的数学函数和基线的数学函数,这样可以较精确地得出每个衍射峰与基线之间的面积,其后的计算方法同上。

六、高岭石耐火粘土和埃洛石的区分

把前述的Ca饱和粘粒样品先放置于30—40℃的烘箱里,烘至糊状,加入DMSO[(CH_3)₂SO, Dimethyloxide],加盖再在70℃的烘箱中烘2天,在此期间每天打开盖子几次,然后象上述那样每个样品制成一张薄片,在室温阴处放置1天后,在X射线衍射仪上进行衍射。余下的样品用去离子水离心洗涤8次,每个样品再制一张薄片,在室温下风干,然后在X射线衍射仪上进行衍射。根据以下方法进行鉴定。

(一)根据Ca饱和加DMSO X射线的样品衍射图谱

耐火粘土 同Ca饱和样品的X射线衍射图谱一样一级衍射峰在0.72nm。

高岭石 由Ca饱和样品的X射线衍射峰从0.72nm移到1.11nm。

埃洛石 由Ca饱和样品的X射线衍射峰从0.72nm移到1.11nm。

(二)根据Ca饱和加DMSO然后再用去离子水洗涤8次的样品X射线衍射图谱进行鉴定

高岭石 由Ca饱和加DMSO然后用去离子水洗涤8次的样品X射线衍射峰从1.11nm再回到0.72nm。

埃洛石 由Ca饱和加DMSO然后用去离子水洗涤8次的样品X射线衍射峰从1.11nm只回到1.02nm。

参 考 文 献

- [1] 唐涌六、熊毅, X射线衍射仪鉴定开展式粘土矿物的甘油处理法。土壤学报, 第12卷4期, 461页, 1964.
- [2] Institut für Bodenkunde und Bodenerhaltung der JLU Giemen, Arbeitsanleitung (unveröffentlicht).
- [3] Tributh, H., G. A. Lagaly: Aufbereitung und Identifizierung von Boden- und Lagerstättentonen I. Aufbereitung der Proben im Labor, GIT Fachzeitschrift Labor 30, 524-529, 1986.
- [4] Scheffer, F. und P. Schachtschabel: Lehrbuch der Bodenkunde. 11. Auflage, Enke-Verlag, Stuttgart. 1982.
- [5] Stanjek, H.: Kurvenfitten von Lorenz- und Polarisationskorrigierten Röntgendiagrammen. Mitteilungen der DBG. 43. 937-941. 1985.