

高强度悬式瓷绝缘子原材料中几种粘土矿物的 K 值测定

龚国洪¹, 龚翼², 王志宏³

(1 中国科学院 地球化学研究所 矿床地球化学国家重点实验室, 贵州 贵阳 550002)

(2 贵州省经济贸易委员会 电子政务中心, 贵州 贵阳 550001)

(3 贵州省冶金化工研究所, 贵州 贵阳 550002)

采用 X 射线衍射 K 值法测定高强度悬式瓷绝缘子原材料中几种粘土矿物的 K 值, 其目的是能较准确定量原材料中粘土矿物如蒙脱石、绿泥石、伊利石和高岭石等。标样选用原中科院地球化学所《矿物 X 射线粉晶鉴定手册》编著组收集的纯蒙脱石、绿泥石、伊利石、高岭石, 参比物质采用石英。通过对配比的组合样进行 K 值测定, 测得蒙脱石的 K 值为 3.00, 绿泥石的 K 值为 4.55, 伊利石的 K 值为 5.56 和高岭石的 K 值为 2.35。

在选用高强度瓷绝缘子原材料时, 通常对某些原材料中的粘土矿物的含量有严格的控制, 而粘土原料一般是由多种矿物组成。如高岭石型粘土、石英型粘土、伊利石加高岭石型粘土^[1]等粘土原料中蒙脱石、绿泥石、伊利石和高岭石等矿物各占的含量对烧结成瓷的绝缘子产品的电气性能影响极为重要。高岭石是由花岗岩、长石经自然风化而形成的土状, 故亦称为高岭土。高岭土类实际上包括高岭石、地开石、埃洛石和珍珠陶土等。山西左云高岭土被行业推荐为电瓷用标准原料, X 射线衍射 (XRD) 谱图表面以高岭石为主, 其次含有石英、伊利石和蒙脱石等, 高岭石含量约占整个粘土类矿物的 80%^[1]。这类粘土是超高强瓷绝缘子必用原料。其次是石英型粘土, 石英型粘土主要以石英为主, 含有少量的蒙脱石、高岭石、伊利石和绿泥石等。石英型粘土也是电瓷坯料必备原料^[1], 这两类原料因地质成因不同致使蒙脱石、绿泥石、伊利石和高岭石等含量差异较大。因此准确测定粘土矿物的含量是高强度悬式瓷绝缘子原材料选用的主要环节, 是直接关系到

瓷绝缘子产品质量的重要指标。

1 K 值法原理

K 值法是一种内标法^[2], 该方法的优点是标样用量少, 对选定的标样纯度要求不是非常严格, 同时无需考虑标样中不同结晶水系列化合物, 只要选定被鉴定矿物的 2θ 范围或特征鉴定峰, 消除其它矿物的衍射峰进入该 2θ 范围, 即可较为准确计算被测样品的含量。

K 值法的基本公式:

$$\frac{I_j}{I_s} = K_s \frac{X_j}{X_s}$$

上式可写成:

$$X_j = \frac{I_j}{I_s} \cdot \frac{X_s}{K_s} \quad (1)$$

$$\text{当 } X_j = X_s = 0.5 \text{ 时, } K_s = I_j / I_s \quad (2)$$

式中: I_j 为待检测相的特征峰衍射强度; I_s 为参比物质相 S 的特征衍射峰强度; X_j 为待检测相 j 在被测物质中的百分含量; X_s 为参比物质相 S 的添加量对被测物质的百分比; K_s^j 为待测相 j 对参比物质相 S 参比强度, 或称 K 值。

2 K 值测定

2.1 仪器与实验条件

XRD: D/Max-2200 型 X 射线衍射仪, Cu K α 辐射, 石墨单色器滤波, 管电压 40 kV, 管电流 30 mA, 狭缝: DS/SS1 $^\circ$, RS/RSM 0.3 mm, 扫描速度 3($^\circ$)/min。

2.2 试样配比

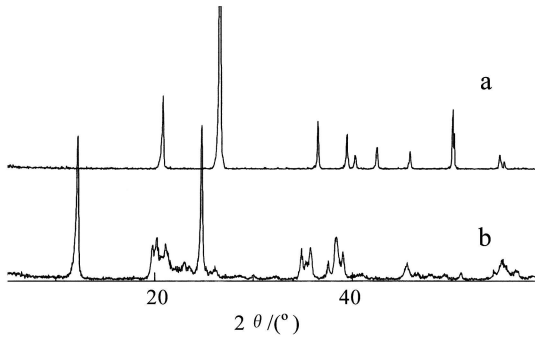
按 1:1 重量比称取标样和参比物质, 200 mg

基金项目: 矿床地球化学国家重点实验室自主研究课题 (09); 中国科学院科技支撑工程项目: 院地字 [2009] 12 号

配比成组合样,用超声波振荡器进行振荡混合,振荡 10~20分钟,使之充分混合均匀,同时将样品磨碎至小于 200目。

2.3 K值测定

按照 K值法基本公式的相关内容,依次测定标样和参比物质特征衍射峰的衍射强度(图 1),并对每一衍射峰重复测定 5次,取其有效值或平均值,将有效值或代入上(2)式,即可测得高岭石的 K值。



a 参比物质石英; b 高岭石标样

图 1 高岭石标样与参比物质石英的 XRD谱图

本文拟定配制三组测定高岭石 K值的组合样,确定高岭石(001)为特征衍射峰,按上述条件每组测 5次,测得三组高岭石(001)晶面对于石英(100)晶面参比强度的 K值,取其平均值进行计算,得高岭石的 K值为 2.35。

用上述方法测定的 K值,对含高岭石混合样品中高岭石的质量分数进行了实测验证,其误差在 $\pm 4\%$ 。但高强度瓷绝缘子原材料通常都含有不等量的非晶质,如果在较能准确的测定非晶质含量的同时,用该方法测定高强度瓷绝缘子原材料中粘土矿物的含量误差较小。

试验同时对蒙脱石、绿泥石和伊利石等矿物的 K值进行了测定和计算,结果蒙脱石的 K值为 3.00,绿泥石的 K值为 4.55和伊利石的 K值为 5.56。

参 考 文 献:

- [1] 龚国洪,伍正平,龚翼,王志宏,尹祚莹. 超高强瓷绝缘子的矿物学组成. 矿物岩石地球化学通报, 2008, 27(Supp): 422-423.
- [2] 潘世伟,周诗瑶,王庭南,潘慕兰. X射线衍射 K值法测定硫酸亚铁中一水硫酸亚铁含量. 理学 X射线衍射仪用户协会论文集, 1997.