

ICS 75 - 010

E 11

备案号：29416—2010

SY

# 中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5163—2010

代替 SY/T 5163—1995, SY/T 6210—1996, SY/T 5983—1994

---

## 沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物 X 射线衍射分析方法

Analysis method for clay minerals and  
ordinary non-clay minerals in sedimentary rocks  
by the X-ray diffraction

2010-05-01 发布

2010-10-01 实施

---

国家能源局 发布

## 目 次

|   |    |
|---|----|
| 前言 .....                                    | II |
| 1 范围 .....                                  | 1  |
| 2 分析方法原理和流程 .....                           | 1  |
| 3 沉积岩中黏土矿物总量和常见非黏土矿物含量测定方法 .....            | 3  |
| 4 沉积岩黏土矿物中各黏土矿物种类的相对含量 X 射线衍射分析方法 .....     | 6  |
| 5 伊利石/蒙皂石间层矿物 X 射线衍射鉴定方法 .....              | 10 |
| 6 X 射线衍射实验室的安全防护和环保要求 .....                 | 12 |
| 附录 A (规范性附录) 参比强度 (K 值) 的测定方法 .....         | 13 |
| 附录 B (规范性附录) 黏土分离 .....                     | 14 |
| 附录 C (规范性附录) 定性分析 .....                     | 15 |
| 附录 D (规范性附录) 定量方法 .....                     | 16 |
| 附录 E (资料性附录) 常见矿物的 X 射线衍射数据和 X 射线衍射图谱 ..... | 18 |
| 附录 F (资料性附录) 常见矿物的参比强度 (K 值) .....          | 37 |
| 附录 G (资料性附录) 黏土矿物 X 射线衍射谱图 .....            | 38 |

## 前　　言

本标准代替 SY/T 5163—1995《沉积岩黏土矿物相对含量 X 射线衍射分析方法》，SY/T 6210—1996《沉积岩中黏土矿物总量和常见非黏土矿物 X 射线衍射定量分析方法》和 SY/T 5983—1994《伊利石/蒙皂石间层矿物 X 射线衍射鉴定方法》。

本标准与 SY/T 5163—1995，SY/T 6210—1996 和 SY/T 5983—1994 相比，主要变化如下：

- 对三标准内容进行了整合修订，并以《沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物 X 射线衍射分析方法》为新标准名称；
- 改变黏土矿物样品片高温处理温度；
- 增加应用计算机处理 X 射线衍射谱图的内容；
- 增加 X 射线衍射实验室安全防护和环保要求方面的内容。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录；本标准的附录 E、附录 F 和附录 G 为资料性附录。

本标准由石油地质勘探专业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油西南油气田分公司勘探开发研究院、中国石油大庆油田勘探开发研究院、中国石化胜利油田地质科学研究院、中国海油渤海油田勘探开发研究院、中国石油华北油田勘探开发研究院。

本标准主要起草人：曾理、王兰生、许怀先、焦玉国、崔松男、韩慧、张秉顺。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SY/T 5163—1987，SY/T 5163—1995；
- SY/T 5983—1994；
- SY/T 6210—1996。

# 沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物 X 射线衍射分析方法

## 1 范围

本标准规定了应用 X 射线衍射 (XRD) 技术测定沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物含量分析方法及对分析结果的质量要求。

本标准适用于沉积岩中黏土矿物及石英、方解石、白云石、铁白云石、菱铁矿、硬石膏、石膏、无水芒硝、重晶石、黄铁矿、石盐、斜长石、钾长石、钙芒硝、浊沸石、方沸石等常见非黏土矿物的定性与定量分析。

## 2 分析方法原理和流程

### 2.1 分析方法原理

根据流体静力学中的斯托克斯 (Stocks) 沉降定理, 采用水悬浮液分离方法或离心分离方法分别提取粒径小于  $10\mu\text{m}$  和小于  $2\mu\text{m}$  的黏土矿物样品。粒径小于  $10\mu\text{m}$  的黏土矿物样品用于测定黏土矿物在原岩中的总相对含量; 粒径小于  $2\mu\text{m}$  的黏土矿物样品用于测定各种黏土矿物种类的相对含量。

由于每一种矿物的晶体都具有特定的 X 射线衍射图谱, 图谱中的特征峰强度与样品中该矿物的含量正相关, 因此, 采用实验的方式可以确定某种矿物的含量与其特征衍射峰的强度之间的正相关关系—— $K$  值, 进而通过测量未知样品中该矿物的特征峰的强度而求出该矿物的含量, 这就是 X 射线衍射定量分析中的“ $K$  值法”。

沉积岩中常见非黏土矿物含量采用  $K$  值法测定。黏土矿物总量既可采用  $K$  值法测定, 也可采用水悬浮液分离方法测定。

将所要分析的各常见非黏土矿物含量与黏土矿物总量加在一起作为 100% 来计算, 可得到各矿物在沉积岩中的相对含量。

沉积岩黏土矿物中各黏土矿物种类的相对含量采用自然片、乙二醇饱和片和高温片的衍射峰面积差减法测定。

### 2.2 分析流程

推荐的分析流程见图 1。

### 2.3 设备与器材

设备与器材包括:

- a) 分析天平: 感量为  $0.1\text{mg}$ ;
- b) 电热干燥箱;
- c) 电热水浴锅;
- d) 碎样机;
- e) 研磨机;
- f) 玛瑙研钵;
- g) 瓷研钵;
- h) 铜研钵;
- i) 标准筛;
- j) 脂肪抽提器;
- k) 离心机;

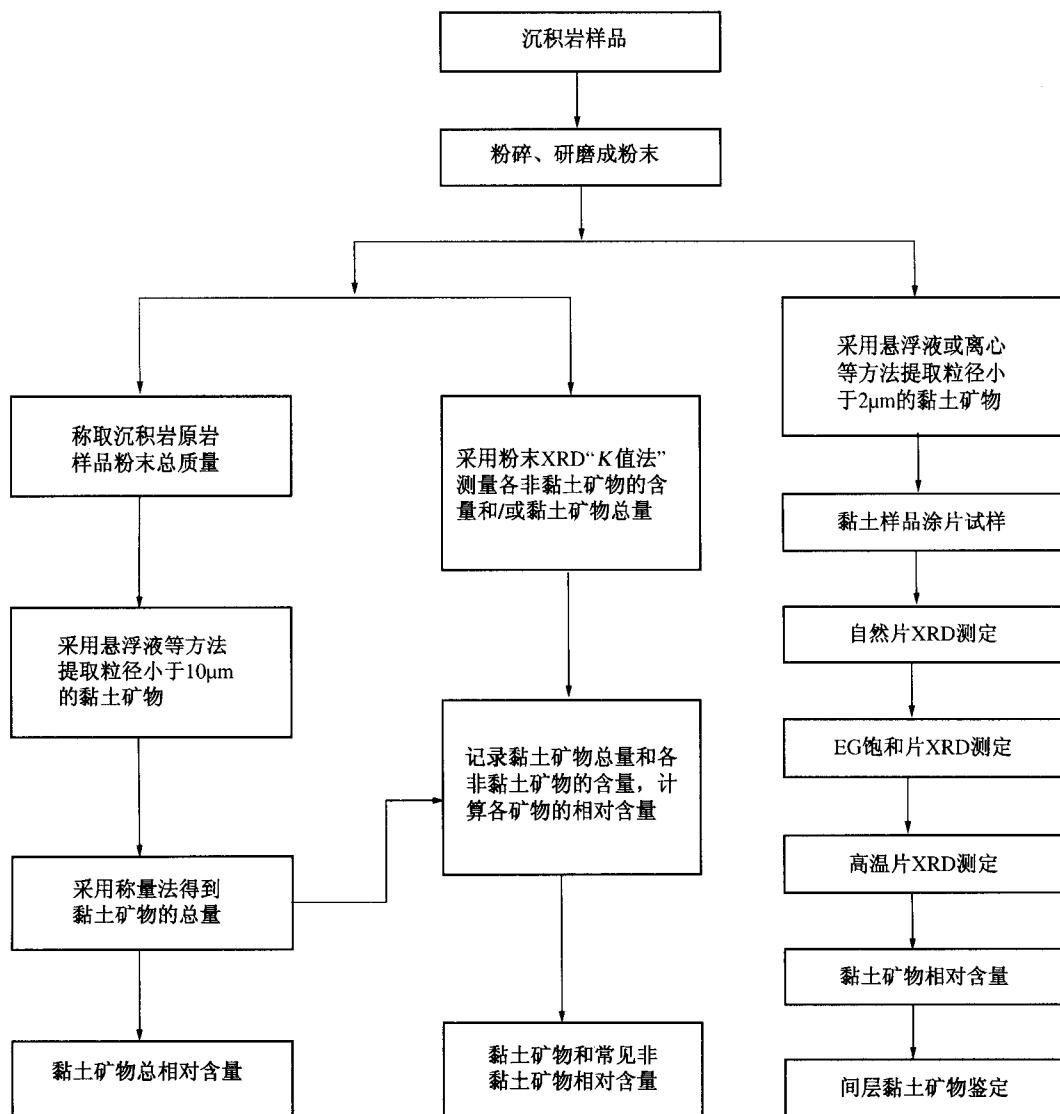


图 1 分析流程图

- l) 超声波清洗器；
- m) 高型烧杯；
- n) 低型烧杯；
- o) 虹吸管；
- p) 注射器；
- q) 载玻片。

#### 2.4 试剂

试剂包括：

- a) 盐酸：化学纯；
- b) 双氧水：化学纯；
- c) 乙醇：化学纯；
- d) 氨水：化学纯；
- e) 六偏磷酸钠：分析纯；

- f) 乙二胺四乙酸钠：分析纯；
- g) pH 试纸；
- h) 三氯甲烷：化学纯；
- i) 乙二醇：化学纯；
- j) 氯化钾：化学纯；
- k) 盐酸：化学纯；
- l) 水合联氨：化学纯。

## 2.5 仪器与测试条件

- 2.5.1 多晶 X 射线衍射仪。
- 2.5.2 测角仪测角准确度优于  $0.02^\circ$  ( $2\theta$ )。
- 2.5.3 仪器分辨率优于 60%。
- 2.5.4 综合稳定度优于  $\pm 1\%$ 。

### 2.5.5 测试条件为：

- a)  $\text{CuK}\alpha$  辐射；
- b) 发射狭缝与散射狭缝均为  $1^\circ$ ，接收狭缝为 0.3mm；
- c) 工作电压：30kV~45kV；
- d) 工作电流：20mA~100mA；
- e) 扫描速度：采用  $2^\circ$  ( $2\theta$ ) /min；
- f) 采样步宽：采用  $0.02^\circ$  ( $2\theta$ )；
- g) 扫描范围：根据待测试样中矿物的种类及选定衍射峰的位置确定，一般为  $5^\circ$ ~ $45^\circ$  ( $2\theta$ )。

## 3 沉积岩中黏土矿物总量和常见非黏土矿物含量测定方法

### 3.1 K 值法

试样和刚玉为 1:1 配比，K 值法计算公式如下：

$$X_i = \frac{1}{K_i} \times \frac{I_i}{I_{\text{cor}}} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

$X_i$ ——试样中  $i$  矿物的百分含量，用百分数表示；

$K_i$ —— $i$  矿物的参比强度；

$I_i$ —— $i$  矿物某衍射峰的强度；

$I_{\text{cor}}$ ——刚玉某衍射峰的强度。

K 值的测定方法见附录 A。

### 3.2 绝热法

绝热法计算公式如下：

$$X_i = \left[ \frac{I_i}{K_i} / \left( \sum \frac{I_i}{K_i} \right) \right] \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

### 3.3 样品处理

#### 3.3.1 洗油

含油岩石样品洗油至荧光四级以下。

#### 3.3.2 干燥

潮湿的岩石样品应放在电热干燥箱中，在低于  $60^\circ\text{C}$  的温度下烘干，冷却至室温后待用。

### 3.3.3 破碎

用碎样机或研钵将 1g~2g 岩石样品粉碎至粒径小于 1mm。

### 3.3.4 研磨

将粉碎后的岩石样品放在研磨机或玛瑙研钵中研磨至全部粒径小于 40μm。

## 3.4 测量试片的制作方法

测量试片采用背压法制作。将铝质样品框架置于平的毛玻璃板或纸面上，使其贴紧，然后用样品勺把准备好的粉末试样装入样品框内，垂直均匀压紧成型。把向下的一面作为测试面。

## 3.5 衍射峰强度的测量方法

**3.5.1** 衍射峰强度一般采用扣除背底后的积分强度。基线的选定和手绘基线的画法见图 2。

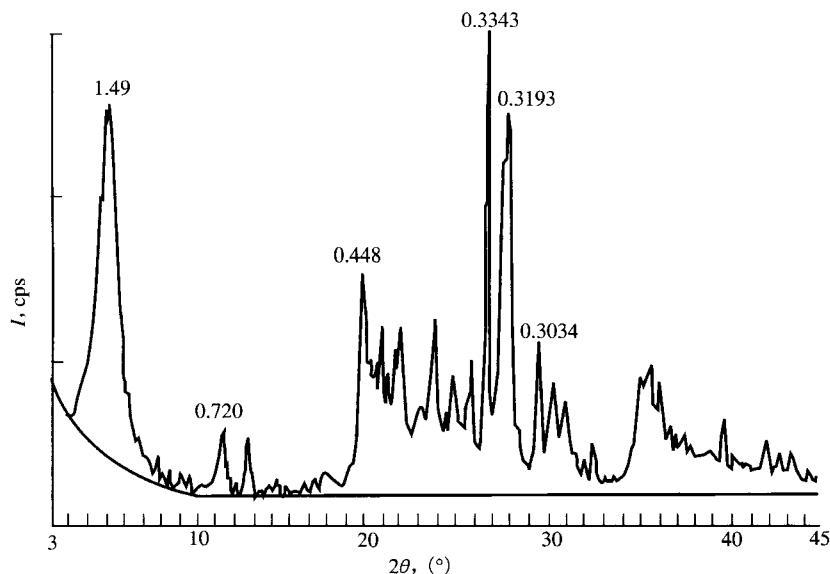


图 2 基线的画法

**3.5.2** 采用 X 射线衍射分析软件来确定基线时，应按照图 2 所示的方法确定基线选取的参数。

## 3.6 定性分析

将试样的 X 射线衍射数据与矿物的标准 X 射线衍射数据对比，进行定性分析，参见附录 E。当使用 X 射线衍射数据鉴定矿物种类有困难时，应采用其他鉴定手段，准确鉴定试样中的矿物种类。

## 3.7 定量分析

**3.7.1** 黏土矿物总量的测定方法和计算。

**3.7.1.1** 称取岩石样品至少 50g，按 3.3 的方法进行处理。

**3.7.1.2** 采用自然沉降法提取粒径小于 10μm 的全部组分。粒径小于 10μm 组分在样品中的百分含量按下式计算：

$$X_{10} = \frac{W_{10}}{W_T} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

$X_{10}$ ——粒径小于 10μm 组分在样品中的百分含量，用百分数表示；

$W_{10}$ ——粒径小于 10μm 组分的质量，g；

$W_T$ ——样品的质量，g。

**3.7.1.3** 在粒径小于 10μm 组分的试样中按 1:1 掺入刚玉，混合均匀后测量选定衍射峰的积分

强度。

**3.7.1.4** 用式(1)分别计算各种非黏土矿物的含量。 $K$ 值参见附录F。粒径小于 $10\mu\text{m}$ 组分中各种非黏土矿物含量的总和为 $\sum X_i$ 。

**3.7.1.5** 黏土矿物总量为:

$$X_{\text{TCCM}} = X_{10} \cdot (1 - \sum X_i) \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中:

$X_{\text{TCCM}}$ ——黏土矿物总的百分含量,用百分数表示。

**3.7.2** 各种非黏土矿物含量的测定方法和计算。

各种非黏土矿物含量采用绝热法直接测定。

**3.7.2.1** 取岩石样品 $1\text{g}\sim 2\text{g}$ ,按3.3的方法处理样品,按3.4的方法制作试片,然后测量各种非黏土矿物选定衍射峰的积分强度。

**3.7.2.2** 用绝热法计算各种非黏土矿物的百分含量,其计算公式如下:

$$X_i = \frac{I_i/K_i}{\sum (I_i/K_i)} \times (1 - X_{\text{TCCM}}) \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

**3.7.3** 黏土矿物总量和各种非黏土矿物含量的测定方法和计算,对于黏土矿物含量较高的岩石样品,黏土矿物总量和各种非黏土矿物含量采用绝热法直接测定。

**3.7.3.1** 取岩石样品 $1\text{g}\sim 2\text{g}$ ,按3.3的方法处理样品,按3.4的方法制作试片。

**3.7.3.2** 测量衍射图谱上黏土矿物和各种非黏土矿物选定衍射峰的积分强度。

**3.7.3.3** 当岩石样品中黏土矿物相对含量已按4.4的方法测出,二八面体黏土矿物蒙皂石、伊利石、高岭石和伊利石/蒙皂石间层总的相对含量大于50%时,黏土矿物总量和各种非黏土矿物含量用下列公式计算:

$$X_{\text{TCCM}} = \frac{(I_{0.45}/K_{0.45})/M}{N_i} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

$$X_i = \frac{I_i/K_i}{N_i} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

$$N_i = \left( \frac{I_{0.45}}{K_{0.45}} \right)/M + \sum \frac{I_i}{K_i} \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

式中:

$I_{0.45}$ ——二八面体黏土矿物 $0.45\text{nm}$ 衍射峰的强度;

$K_{0.45}$ ——二八面体黏土矿物 $0.45\text{nm}$ 衍射峰的参比强度;

$M$ ——按4.4.2方法测得的二八面体黏土矿物总的相对含量;

$X_i$ —— $i$ 矿物的百分含量,%;

$I_i$ —— $i$ 矿物选定衍射峰强度;

$K_i$ —— $i$ 矿物的参比强度;

$N_i$ ——试样中各种矿物被测衍射峰折合强度的代数和。

当未测定黏土矿物相对含量或二八面体黏土矿物总的相对含量较低时,矿物含量的计算公式如下:

$$X_{0.45} = \frac{I_{0.45}/K_{0.45}}{N_2} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

$$X_C = \frac{(I_{0.7}/K_{0.7}) \cdot R}{N_2} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (10)$$

$$X_i = \frac{I_i/K_i}{N^2} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (12)$$

$$N_2 = \frac{I_{0.45}}{K_{0.45}} + \frac{I_{0.7}}{K_{0.7}} \cdot R + \sum \frac{I_i}{K_i} \quad \dots \dots \dots \quad (13)$$

$$X_{\text{TCCM}} = X_{0.45} + X_C \quad \dots \dots \dots \quad (14)$$

式中：

$X_{0.45}$ ——二八面体黏土矿物总的百分含量，用百分数表示；

$X_c$ ——三八面体绿泥石的百分含量，用百分数表示；

$I_{0.7}$ ——高岭石和绿泥石 0.7 nm 衍射峰总的强度；

$K_{0.7}$ ——高岭石和绿泥石  $0.7\text{nm}$  衍射峰的参比强度；

$h_{25.25}$ —绿泥石在  $25.2^\circ$  ( $2\theta$ ) 外的衍射峰高度;

$b_{\text{max}}$  —— 高岭石在  $24.8^\circ$  ( $2\theta$ ) 处的衍射峰高度;

N<sub>2</sub> —

## 精度

長，要求。

| 矿物含量<br>% | 相对偏差<br>% |
|-----------|-----------|
| >40       | <10       |
| >20~40    | <20       |
| 5~20      | <30       |
| <5        | <40       |

#### 4 沉积岩黏土矿物由各黏土矿物种类的相对含量 X 射线衍射分析方法

#### 4.1 黏土的提取

#### 4.1.1 泥岩黏土分离步骤

#### 4.1.1.1 将样品粉碎至小于 1mm 粒径

4.1.1.2 把粉碎后的样品放在高型烧杯中，加蒸馏水浸泡，用超声波促进分散。

**4.1.1.3** 若黏土悬浮，吸取粒径小于 $2\mu\text{m}$ 的悬浮液。不同温度下吸取 $10\text{cm}$  悬浮液所需的时间见附录B。

4.1.1.4 若黏土不悬浮可适当处理，直到悬浮。处理方法如下：

a) 除虫碳酸盐，方法见 4.1.3.2；

- b) 用双氧水除去有机质；
- c) 湿磨；
- d) 用蒸馏水反复洗涤；
- e) 加几滴氨水或浓度为 5% 的六偏磷酸钠溶液。

4.1.1.5 将吸取的悬浮液离心，使黏粒沉降。

4.1.1.6 将离心后的样品在低于 60℃ 电热干燥箱中烘干。

4.1.1.7 将烘干后的样品用玛瑙研钵磨至手摸无粒感。用纸包好，标明样品编号。

#### 4.1.2 砂岩黏土分离步骤

4.1.2.1 粉碎样品至小于 5mm 粒径。

4.1.2.2 含油砂岩用三氯甲烷抽提至荧光四级以下。

4.1.2.3 其他步骤同 4.1.1.4~4.1.1.7。

4.1.2.4 提取粒径小于 2 $\mu\text{m}$  的黏粒。

#### 4.1.3 碳酸盐岩黏土分离步骤

4.1.3.1 粉碎样品至小于 0.2 $\mu\text{m}$  粒径。

4.1.3.2 除去碳酸盐采用两种方法。

4.1.3.2.1 稀酸法：将样品用 2%~3% 的盐酸反复处理至无反应。白云石类矿物需在温度低于 60℃ 的水浴上进行加热处理。

4.1.3.2.2 络合法 (EDTA)：将粉碎的样品用乙二胺四乙酸钠饱和溶液在低于 50℃ 水浴上或电热干燥箱中处理至无反应。

4.1.3.3 把除去碳酸盐的样品用蒸馏水反复洗涤，使黏粒悬浮。

4.1.3.4 其余步骤同 4.1.1.3, 4.1.1.5~4.1.1.7。

#### 4.1.4 沉火山碎屑岩黏土分离步骤

参照 4.1.2 和 4.1.3 进行。

### 4.2 定向片制备方法

#### 4.2.1 自然定向片 (N 片) 制备

##### 4.2.1.1 干样法

将 40mg 干样放入 10mL 试管中，加入 0.7mL 蒸馏水，搅匀，用超声波使黏粒充分分散，迅速将悬浮液倒在载玻片上，风干。

##### 4.2.1.2 悬浮液法

加适量蒸馏水于经离心沉降获得的黏土中，搅匀，吸取 0.7mL~0.8mL 的悬浮液于载玻片上，风干。

##### 4.2.1.3 抽滤法

装置如图 3 和图 4 所示。启动真空泵，将浸泡过的微孔滤膜放在漏斗上。分几次倒入悬浮液，每次倒入的悬浮液 10min 内抽完。待黏土膜达 30 $\mu\text{m}$ ~40 $\mu\text{m}$  厚时取下滤膜，将滤膜反贴在载玻片上，然后置于培养皿中干燥。

#### 4.2.2 自然定向片处理

4.2.2.1 乙二醇饱和片 (EG 片)：将自然定向片置于乙二醇蒸气气氛中进行饱和处理，乙二醇蒸气气氛应恒定在 60℃，恒温时间不少于 8h。

4.2.2.2 高温片 (450℃~550℃)：在 450℃~550℃ 条件下将乙二醇饱和片恒温不少于 2.5h，自然冷却至室温。经处理后若伊利石的 0.1nm 峰强度下降太大，则应通过实验调整加热温度与恒温时间。

#### 4.2.3 特殊片制备

4.2.3.1 盐酸片 (HCl)：加 6mol/L 的盐酸于 40mg~50mg 样品中，在 80℃~100℃ 水浴上处理 15min，冷却后离心洗涤至无氯离子。制片方法同 4.2.1。

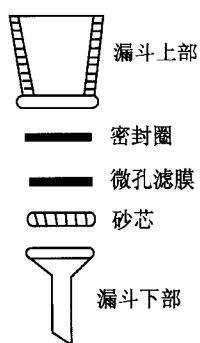


图 3 抽滤漏头

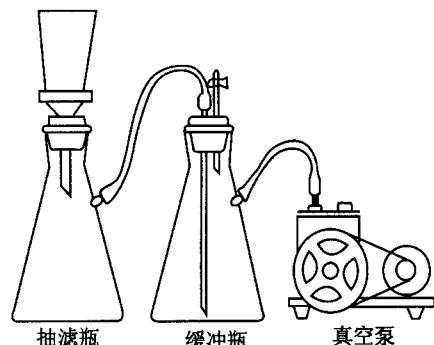


图 4 抽滤装置

**4.2.3.2 联氨片 ( $\text{NH}_2 \cdot \text{NH}_2$ )：**在装有 6mL 联氨的试管中放进一些干样，使黏土充分分散，15h 后经离心并倾出清液，将湿样均匀地涂在载玻片上，立即上机分析。

**4.2.3.3 钾离子饱和片 (KCl)：**称 40mg 样品放入试管中，加入 1mol/L 的氯化钾溶液 7mL，饱和三次后用蒸馏水洗涤至无氯离子。制片方法同 4.2.1。

#### 4.3 定性分析

常见黏土矿物 X 射线衍射鉴定特征见表 2，其典型 X 射线衍射谱图参见附录 G。谱图中，峰顶所标的数值是晶面间距，所标的矿物符号表示该峰属于这个矿物。

表 2 黏土矿物 X 射线衍射鉴定表

| 矿 物                    | 谱 图 特 性  |  |                                     |             |
|------------------------|--|--|-------------------------------------|-------------|
|                        | N 片  | EG 片   | 450°C~550°C 片                       | HCl         |
| 高岭石<br>K               | 有 0.720nm 和 0.358nm 两个衍射峰  | 0.720nm 和 0.358nm 两个衍射峰无变化                             | 晶格破坏，峰消失                            | 峰位置无变化      |
| 绿泥石<br>C               | 有 1.420nm, 0.710nm, 0.480nm 和 0.353nm 四个衍射峰，其中 0.710nm 峰最强，0.353nm 峰次之 | 1.420nm, 0.710nm, 0.480nm 和 0.353nm 四峰无变化              | 1.420nm 峰移动到 1.380nm，其余各峰强度大大减弱以至消失 | 大多数晶格破坏，峰消失 |
| 蒙皂石<br>S               | 在相对湿度为 50% 时，钙蒙皂石有 1.500nm 峰，钠蒙皂石有 1.250nm 峰                           | 有 1.700nm, 0.852nm 和 0.562nm 峰                         | 1.700nm 峰移动到 1.000nm                | —           |
| 伊利石<br>It              | 有 1.000nm, 0.500nm 和 0.333nm 峰，其中 0.500nm 峰强度约为 1.000nm 峰强度的 1/3       | 1.000nm, 0.500nm 和 0.333nm 峰无变化                        | 1.000nm 峰位不变，强度不变或略有变化              | 峰位置无变化      |
| 伊利石/蒙皂石<br>间层矿物<br>I/S | 见 5.2 和 5.3  |  |                                     | —           |
| 绿泥石/蒙皂石<br>间层矿物<br>C/S | 绿泥石/钙蒙皂石：在 1.500nm 与 1.420nm 之间有峰；绿泥石/钠蒙皂石：在 1.420nm 与 1.250nm 之间有峰    | 在 1.700nm 与 1.420nm, 0.852nm 与 0.710nm 之间分别有一衍射峰，见附录 C | 在 1.420nm 与 1.000nm 之间出现一个峰         | 大多数晶格破坏，峰消失 |

#### 4.4 各黏土矿物种类的相对含量定量方法

**4.4.1** 经定性分析，对样品中已被确定存在的各个黏土矿物种类，可利用 X 射线衍射分析专用软件进行分峰，以单独计算重叠于  $1.000\text{nm}$  的伊利石 (It) 和伊/蒙间层矿物 (I/S) 峰的面积（见图 5）；分峰也可用于单独计算蒙皂石 (S)、绿/蒙间层矿物 (C/S) 的峰面积（见图 6）。拟合线型选用“对称高斯—洛伦兹”函数。

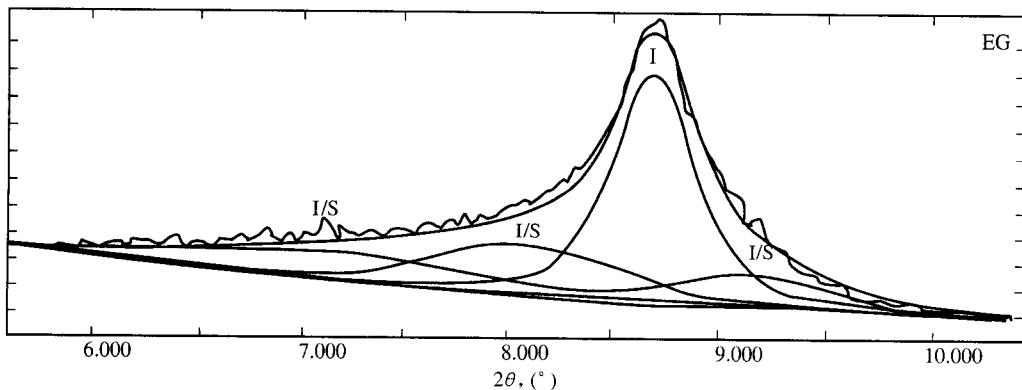


图 5 重叠于 1.000 nm 的伊利石 (I) 和伊/蒙间层矿物 (I/S) 峰的面积分峰示意图

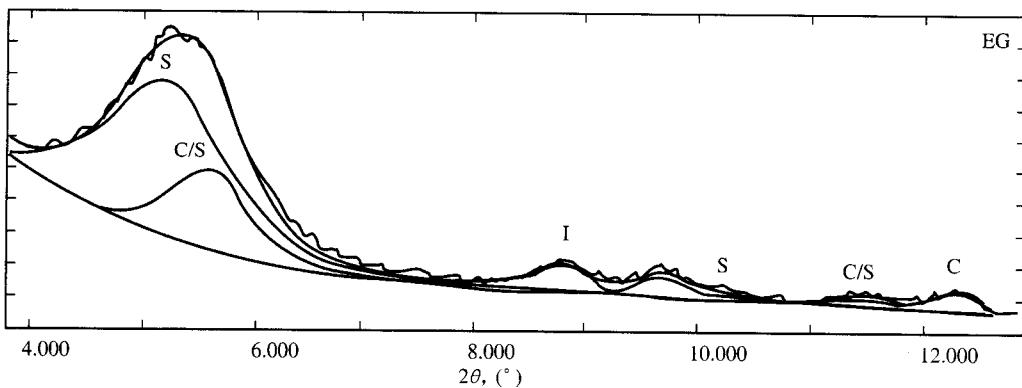


图 6 蒙皂石 (S)、绿/蒙间层矿物 (C/S) 的峰面积分峰示意图

**4.4.2** 矿物组合为 S, I/S, It, K 和 C 时的百分含量计算见式 (15) ~ 式 (20):

$$K + C = \frac{I_{0.7nm}(N)/1.5}{I_{0.7nm}(N)/1.5 + I_{1.0nm}(H)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots (15)$$

$$K = \frac{h_{0.358\text{nm}}(\text{EG})}{h_{0.358\text{nm}}(\text{EG}) + h_{0.353\text{nm}}(\text{EG})} \times (K + C) \quad \dots \quad (16)$$

$$S = \frac{I_{1.7\text{nm}}(\text{EG})/4}{I_{1.7\text{nm}}(\text{H})} \times [100\% - (K + C)] \quad \dots \dots \dots \quad (18)$$

$$It = \frac{I_{1.0\text{nm}}(\text{EG}) \cdot [h_{0.7\text{nm}}(\text{N})/h_{0.7\text{nm}}(\text{EG})]}{I_{1.0\text{nm}}(\text{H})} \times [100\% - (K + C)] \quad \dots \dots \quad (19)$$

$$I/S = 100\% - (S + It + K + C) \quad \dots \dots \dots \quad (20)$$

式中：

$I_{0.7\text{nm}} \text{ (N)}$  —— N 谱图上 0.700nm 衍射峰强度；

$I_{1.0\text{nm}}(\text{H})$  ——450°C~550°C谱图上1.000nm衍射峰强度;

$h_{0.358\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上 0.358nm 衍射峰高度;

$h_{0.353\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上 0.353nm 衍射峰高度;

$I_{1.700\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上蒙皂石 1.700nm 衍射峰强度;

$I_{1.0\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上 1.000nm 衍射峰强度；

$h_{0.700\text{nm}}$  (N) ——N 谱图上 0.700nm 衍射峰高度;

$h_{0.7\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上 0.700nm 衍射峰高度;

K——高岭石含量，用百分数表示；

C——绿泥石含量，用百分数表示；

S—蒙皂石含量，用百分数表示；

$I_t$ ——伊利石含量, 用百分数表示;

I/S——伊利石/蒙皂石间层矿物含量，用百分数表示。

$$\text{Im} \left[ \frac{\partial}{\partial \omega} \ln \langle N \rangle \right] / 1.5 \approx -0.0086 \quad (21)$$

当只有蒙皂石而无伊利石/蒙皂石间层矿物或只有伊利石/蒙皂石间层矿物而无蒙皂石时，其百分

（六）增加本办法第十七条、第十八条、第十九条和第二十条的三分之二是计算周期。（四分之一）

4.4.3 矿物组合为 S, C/S, It, K 和 C 时的百分含量计算见式 (D.1)。

### 5 伊利石/蒙脱石间层矿物 X 射线衍射鉴定方法

### 5.1 主題內容之適用範圍

本章规定了应用 X 射线衍射技术对伊利石/蒙自石间层矿物识别及其间层比的计算方法。

本章适用于混凝土中由伊利石/蒙自石间层矿物的鉴定。

### 5.3 伊利石/蒙自石互层间层矿物鉴定方法

### 5.3.1 在 X 射线衍射图上的识别标志

伊利石/蒙自石无序间层矿物有以下三个识别标志，必须同时存在

5.2.1.1 在自然片(N片) 谱图上，在 $1,000\text{nm} \leq d \leq 1,540\text{nm}$ 范围内有衍射峰。

**5.2.1.2** 在乙二醇饱和片(EG片)谱图上,5.2.1.1中所述衍射峰向低角度一侧移动至1.700nm处,但谱图中不存在与该峰成整数关系的一组系列峰。

**5.2.1.3** 在高温片 ( $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ) 谱图上, 5.2.1.2 中所述衍射峰向高角度一侧移动至  $1,000\text{nm}$  处。

### 5.2.2 间层比的计算方法

### 5.2.2.1 计算乙二醇饱和片(EG片)谱图上1.700nm峰的鞍峰比 $S_a/P$ 。

**5.2.2.1.1** 在乙二醇饱和片(EG片)谱图上按图7方法画基线, 基线与 $2\theta$ 轴平行, 并过 $2\theta = (\text{CuK}\alpha)$ 之内衍射曲线的最低点。

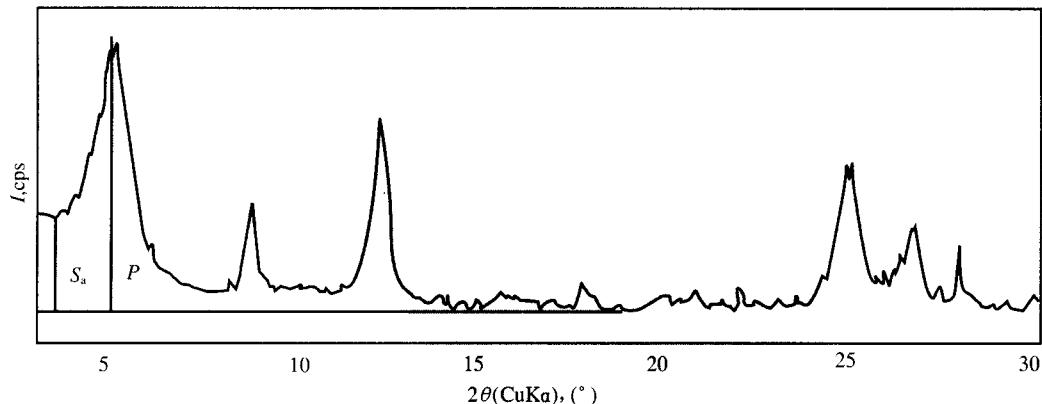


图 7 乙二醇饱和片谱图基线, 1. 700nm 峰的高度  $P$  及其低角一侧峰鞍高度  $S_1$  示意图

5.2.2.1.2 在图 7 中测量  $P$  和  $S_a$ ，并计算鞍峰比  $S_a/P$ 。

#### 5.2.2.2 计算伊利石和伊利石/蒙皂石间层矿物的含量比 $I/(I/S)$ 。

**5. 2. 2. 2. 1** 按 5. 2. 2. 3~5. 3. 2 计算伊利石和伊利石/蒙皂石间层矿物的含量比。

5.2.2.2 伊利石和伊利石/蒙皂石间层矿物的含量比也可以用峰面积直接计算, 见式(23)。

$$I/(I/S) = \frac{I_{1.0\text{nm}}(\text{EG})}{I_{1.0\text{nm}}(\text{H}) - I_{1.0\text{nm}}(\text{EG})} \quad \dots \quad (23)$$

式中：

$I/(I/S)$  ——样品中伊利石和伊利石/蒙皂石间层矿物的含量比；

$I_{1.0\text{nm}}$  (EG) —— EG 谱图上 1.000nm 衍射峰强度；

$I_{1.0\text{nm}}$  (H) ——450°C~550°C谱图上 1.000nm 衍射峰强度。

5.2.2.3 根据  $I/(I/S)$  和  $S_a/P$ , 查图 8 中相应曲线, 即得间层比。

### 5.3 伊利石/蒙皂石有序间层矿物鉴定方法

### 5.3.1 在 X 射线衍射图上的识别标志

伊利石/蒙皂石有序间层矿物有以下三个识别标志，必须同时存在。

5.3.1.1 在自然片 ( $N$  片) 谱图上，在  $1.000\text{nm} < d < 1.540\text{nm}$  范围内有衍射峰。

5.3.1.2 在乙二醇饱和片(EG片)谱图上, 5.3.1.1中所述衍射峰向低角度一侧移动, 但不到1.700nm处。

**5.3.1.3** 在高温片( $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ )谱图上, 5.3.1.2中所述衍射峰向高角度一侧移动至 $1.000\text{nm}$ 处。

### 5.3.2 间层比的计算方法

根据乙二醇饱和片(EG片)谱图上伊利石/蒙皂石间层矿物的001/001, 001/002和001/003三个峰的位置查表3确定间层比, 三个峰确定的间层比互不相同时, 可以以其中一个峰为准, 也可以取两个峰或三个峰的平均值。

#### 5.4 鉴定结果的取值和精度

#### 5.4.1 鉴定结果修约整数。

5.4.2 计算精度见3.8。

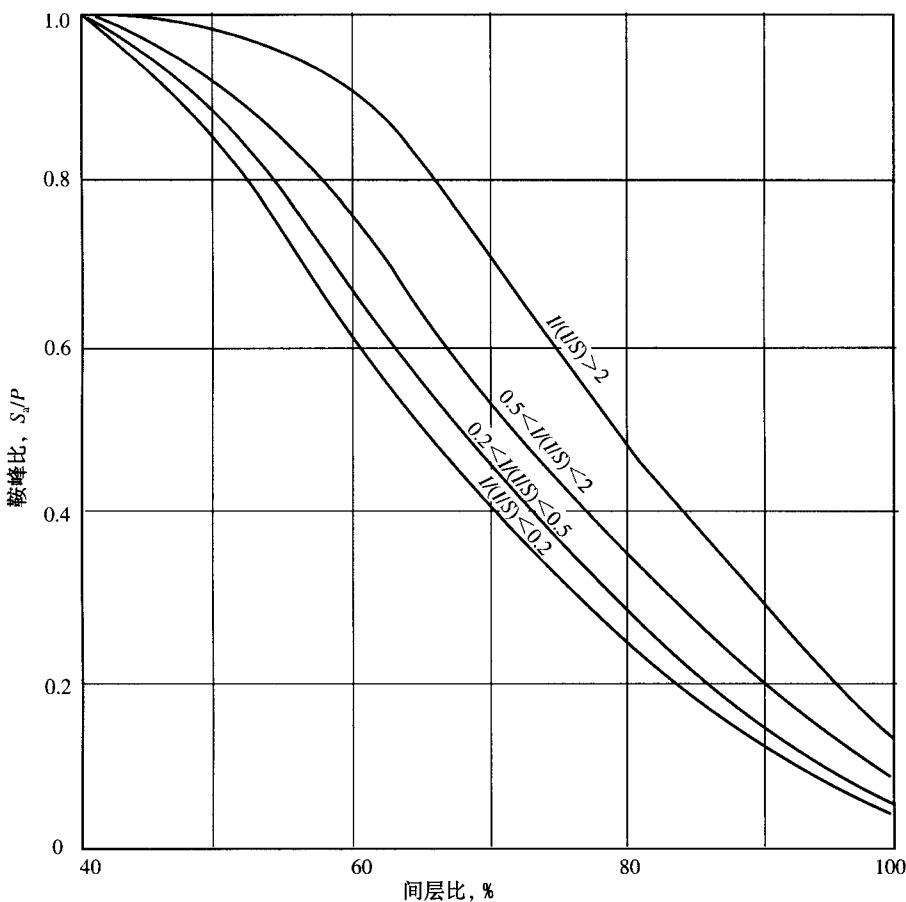


图 8 伊利石/蒙皂石无序间层矿物间层比计算曲线

表 3 伊利石/蒙皂石间层矿物间层比与其特征峰位置关系表

2θ (CuK $\alpha$ )，(°)

| 间层比 | 001/001 | 001/002 | 001/003 |
|-----|---------|---------|---------|
| 80  | —       | 10.1    | 16.0    |
| 60  | —       | 9.9     | 16.3    |
| 40  | —       | 9.6     | 16.6    |
| 30  | 6.6     | 9.4     | 16.8    |
| 20  | 7.3     | 9.1     | 17.0    |
| 10  | 8.3     | 8.9     | 17.4    |

## 6 X 射线衍射实验室的安全防护和环保要求

### 6.1 安全防护

X 射线对人体会产生电离辐射危害，应在每次实验分析之前检查仪器的防护设施，确保仪器的防护设施完好。X 射线穿越空气时会产生对人体有害的臭氧，操作应在通风良好的环境下进行。

### 6.2 环境保护

处理废弃的光管应按照国家环保部门的有关规定进行。

附录 A  
(规范性附录)  
参比强度(*K*值)的测定方法

#### A.1 参考物质选择

根据参考物质的选择原则,选用刚玉( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)作为参考物质。刚玉的纯度应优于99.9%,粒径应小于40μm。

#### A.2 矿物标样的要求

根据待测岩石样品的矿物种类选择矿物标样。矿物标样应结晶良好,在X射线衍射图谱上没有杂质衍射峰,或者已知其准确含量。粒径应研磨至小于40μm。

#### A.3 测定方法

##### A.3.1 干燥

将矿物标样和刚玉粉末置于电热干燥箱内,在30℃下恒温2h,冷却至室温后待用。

##### A.3.2 称量

在分析天平上按1:1分别称取一定质量的刚玉和矿物标样。

##### A.3.3 混合

将称量后的样品放在研磨机或玛瑙研钵中研磨,使其充分混合均匀。

##### A.3.4 试片制作

按3.4的方法制作上机测量用试片。

##### A.3.5 衍射峰强度的测量

从衍射图谱上分别测量矿物标样和刚玉选定衍射峰的积分强度。

每个样品至少重复制样5次,并测量相应的衍射峰强度。

##### A.3.6 计算*K*值

当矿物标样与刚玉按1:1配制成二相混合试样时,*i*矿物的*K*值计算公式如下:

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

式中:

*K<sub>i</sub>*——*i*矿物的参比强度;

*I<sub>i</sub>*——*i*矿物某衍射峰的强度;

*I<sub>cor</sub>*——刚玉某衍射峰的强度。

将每次测得的衍射峰强度代入式(A.1),求出*K*值,然后计算出多次测量的平均*K*值和相对标准偏差。

**附录 B**  
**(规范性附录)**  
**黏土分离**

黏粒沉降时间与温度关系见表 B. 1。

**表 B. 1 黏粒沉降时间与温度关系表**

| 温 度<br>℃ | 黏 度<br>Pa·s            | 10cm 的沉降时间<br>(<2μm) |     | 温 度<br>℃ | 黏 度<br>Pa·s            | 10cm 的沉降时间<br>(<2μm) |     |
|----------|------------------------|----------------------|-----|----------|------------------------|----------------------|-----|
|          |                        | h                    | min |          |                        | h                    | min |
| 5        | $1.519 \times 10^{-1}$ | 12                   | 2   | 20       | $1.009 \times 10^{-1}$ | 8                    | 0   |
| 6        | $1.473 \times 10^{-1}$ | 11                   | 41  | 21       | $9.840 \times 10^{-2}$ | 7                    | 48  |
| 7        | $1.429 \times 10^{-1}$ | 11                   | 20  | 22       | $9.610 \times 10^{-2}$ | 7                    | 37  |
| 8        | $1.387 \times 10^{-1}$ | 11                   | 0   | 23       | $9.380 \times 10^{-2}$ | 7                    | 26  |
| 9        | $1.348 \times 10^{-1}$ | 10                   | 41  | 24       | $9.160 \times 10^{-2}$ | 7                    | 16  |
| 10       | $1.310 \times 10^{-1}$ | 10                   | 23  | 25       | $8.950 \times 10^{-2}$ | 7                    | 6   |
| 11       | $1.273 \times 10^{-1}$ | 10                   | 6   | 26       | $8.750 \times 10^{-2}$ | 6                    | 56  |
| 12       | $1.239 \times 10^{-1}$ | 9                    | 49  | 27       | $8.550 \times 10^{-2}$ | 6                    | 47  |
| 13       | $1.206 \times 10^{-1}$ | 9                    | 34  | 28       | $8.369 \times 10^{-2}$ | 6                    | 38  |
| 14       | $1.175 \times 10^{-1}$ | 9                    | 19  | 29       | $8.180 \times 10^{-2}$ | 6                    | 29  |
| 15       | $1.145 \times 10^{-1}$ | 9                    | 5   | 30       | $8.000 \times 10^{-2}$ | 6                    | 21  |
| 16       | $1.116 \times 10^{-1}$ | 8                    | 51  | 31       | $7.830 \times 10^{-2}$ | 6                    | 12  |
| 17       | $1.087 \times 10^{-1}$ | 8                    | 37  | 32       | $7.670 \times 10^{-2}$ | 6                    | 5   |
| 18       | $1.036 \times 10^{-1}$ | 8                    | 24  | 33       | $7.510 \times 10^{-2}$ | 5                    | 57  |
| 19       | $1.034 \times 10^{-1}$ | 8                    | 12  | 34       | $7.360 \times 10^{-2}$ | 5                    | 50  |

**附录 C**  
**(规范性附录)**  
**定性分析**

C/S混层的X射线鉴定见表C.1。

**表C.1 C/S混层的X射线鉴定表**

| 混层比 S<br>% | 无序         |            | 有序         |            |
|------------|------------|------------|------------|------------|
|            | 001/001峰d值 | 002/002峰d值 | 001/001峰d值 | 002/002峰d值 |
| 100        | 1.700nm    | 0.852nm    | —          | —          |
| 90         | 1.670nm    | 0.840nm    | —          | —          |
| 80         | 1.650nm    | 0.827nm    | —          | —          |
| 70         | 1.630nm    | 0.812nm    | —          | —          |
| 60         | 1.600nm    | 0.797nm    | 1.590nm    | 0.790nm    |
| 50         | 1.575nm    | 0.780nm    | 1.550nm    | 0.783nm    |
| 40         | 1.550nm    | 0.761nm    | 1.530nm    | 0.769nm    |
| 30         | 1.520nm    | 0.740nm    | —          | —          |
| 20         | 1.500nm    | 0.725nm    | —          | —          |
| 10         | 1.460nm    | 0.718nm    | —          | —          |
| 0          | 1.420nm    | 0.714nm    | —          | —          |

附录 D  
(规范性附录)  
定量方法

#### D.1 矿物组合为 S, C/S, It, K 和 C 时的定量方法

在 EG 谱图上测得相应衍射峰强度，其百分含量按下列公式计算：

$$K + C = \frac{I_{0.700\text{nm}}/1.5}{\Delta} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 1})$$

$$K = \frac{h_{0.358\text{nm}}}{h_{0.358\text{nm}} + h_{0.353\text{nm}}} \times (K + C) \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 2})$$

$$C = \frac{h_{0.353\text{nm}}}{h_{0.358\text{nm}} + h_{0.353\text{nm}}} \times (K + C) \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 3})$$

$$S = \frac{I_{1.700\text{nm}}/4}{\Delta} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 4})$$

$$C/S = \frac{I_{\text{C/S}}/K_{\text{C/S}}}{\Delta} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 5})$$

$$It = \frac{I_{1.000\text{nm}}}{\Delta} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 6})$$

$$\Delta = I_{1.700\text{nm}}/4 + I_{\text{C/S}}/K_{\text{C/S}} + I_{1.0\text{nm}} + I_{0.700\text{nm}}/1.5 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 7})$$

$$K_{\text{C/S}} = 22.2 - 3.5 \times (2\theta) \quad \dots \dots \dots \quad (\text{D. 8})$$

式中：

$I_{0.700\text{nm}}$ ——0.700nm 衍射峰强度；

$h_{0.358\text{nm}}$ ——0.358nm 衍射峰高度；

$h_{0.353\text{nm}}$ ——0.353nm 衍射峰高度；

$I_{1.700\text{nm}}$ ——1.700nm 衍射峰强度；

$I_{1.000\text{nm}}$ ——1.000nm 衍射峰强度；

$I_{\text{C/S}}$ ——C/S 的 001/001 衍射峰强度；

C/S——绿泥石与蒙皂石混层含量，用百分数表示。

式(D.8)中的 $2\theta$ 为C/S的001/001衍射峰位置，单位为度(°)。

当只有高岭石而无绿泥石或只有绿泥石而无高岭石时，直接按式(D.1)计算。

#### D.2 矿物组合为 I/S, C/S, It, K 和 C 时的百分含量计算公式

计算公式如下：

$$K + C = \frac{I_{0.700\text{nm}}(\text{N})/1.5}{I_{\text{C/S}}(\text{EG})/K_{\text{C/S}} + I_{1.000\text{nm}}(\text{H}) + I_{0.700\text{nm}}(\text{N})/1.5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 9})$$

$$K = \frac{h_{0.358\text{nm}}(\text{EG})}{h_{0.358\text{nm}}(\text{EG}) + h_{0.353\text{nm}}(\text{EG})} \times (K + C) \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 10})$$

$$C = \frac{h_{0.353\text{nm}}(\text{EG})}{h_{0.358\text{nm}}(\text{EG}) + h_{0.353\text{nm}}(\text{EG})} \times (K + C) \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 11})$$

$$C/S = \frac{I_{\text{C/S}}(\text{EG})/K_{\text{C/S}}}{I_{\text{C/S}}(\text{EG})/K_{\text{C/S}} + I_{1.000\text{nm}}(\text{H}) + I_{0.700\text{nm}}(\text{N})/1.5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 12})$$

$$I_t = \frac{I_{1.000\text{nm}}(\text{EG}) \cdot [h_{0.700\text{nm}}(\text{N})/h_{0.700\text{nm}}(\text{EG})]}{I_{1.000\text{nm}}(\text{H})} \times [100\% - C/S - (K + C)] \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 13})$$

$$I/S = 100\% - (C/S + I_t + K + C) \quad \dots\dots\dots \quad (\text{D. 14})$$

式中符号意义见 4.4.2 与 D.1。

当只有高岭石而无绿泥石或只有绿泥石而无高岭石时，直接按式 (D.9) 计算。

附录 E  
(资料性附录)

常见矿物的 X 射线衍射数据和 X 射线衍射图谱

### E.1 常见矿物的 X 射线衍射数据

常见矿物的 X 射线衍射数据列于表 E.1~表 E.17。表中  $2\theta$  为衍射角,  $d$  为晶面间距,  $I/I_0$  为相对强度,  $hkl$  为衍射指数。

表 E.1 刚玉 (Corundum)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm                        | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|----------------------------------|---------|-------|
| 25.58                       | 0.3480                           | 66      | 012   |
| 35.16                       | 0.2550                           | 94      | 104   |
| 37.78                       | 0.2379                           | 40      | 110   |
| 43.34                       | 0.2086                           | 100     | 113   |
| 52.54                       | 0.1740                           | 42      | 024   |
| 57.48                       | 0.1602                           | 84      | 116   |
| 61.28                       | 0.1511                           | 8       | 018   |
| 化学式                         | $\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$ |         |       |
| 晶系                          | 三方                               |         |       |

表 E.2 石英 (Quartz)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm               | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-------------------------|---------|-------|
| 20.86                       | 0.4255                  | 21      | 100   |
| 26.64                       | 0.3343                  | 100     | 101   |
| 36.54                       | 0.2457                  | 9       | 110   |
| 39.46                       | 0.2282                  | 7       | 102   |
| 40.28                       | 0.2237                  | 4       | 111   |
| 42.44                       | 0.2128                  | 5       | 200   |
| 45.78                       | 0.1980                  | 4       | 201   |
| 50.14                       | 0.1818                  | 13      | 112   |
| 54.86                       | 0.1672                  | 4       | 202   |
| 55.30                       | 0.1660                  | 2       | 103   |
| 59.94                       | 0.1542                  | 9       | 211   |
| 64.02                       | 0.1453                  | 2       | 113   |
| 67.72                       | 0.1383                  | 6       | 212   |
| 68.14                       | 0.1375                  | 7       | 203   |
| 68.30                       | 0.1372                  | 7       | 301   |
| 化学式                         | $\alpha - \text{SiO}_2$ |         |       |
| 晶系                          | 三方                      |         |       |

表 E.3 方解石 (Calcite)

| $2\theta$<br>(°) | $d$<br>nm       | $I/I_0$ | $hkl$ |
|------------------|-----------------|---------|-------|
| 23.08            | 0.3851          | 8       | 102   |
| 29.42            | 0.3034          | 100     | 104   |
| 31.44            | 0.2843          | 3       | 006   |
| 36.00            | 0.2493          | 11      | 110   |
| 39.42            | 0.2284          | 15      | 113   |
| 43.20            | 0.2092          | 13      | 202   |
| 47.12            | 0.1927          | 6       | 204   |
| 47.54            | 0.1911          | 18      | 108   |
| 48.54            | 0.1874          | 16      | 116   |
| 56.60            | 0.1625          | 3       | 211   |
| 57.40            | 0.1604          | 6       | 212   |
| 化学式              | $\text{CaCO}_3$ |         |       |
| 晶系               | 三方              |         |       |

表 E.4 白云石 (Dolomite)

| $2\theta$<br>(°) | $d$<br>nm                    | $I/I_0$ | $hkl$ |
|------------------|------------------------------|---------|-------|
| 22.02            | 0.4033                       | 1       | 101   |
| 24.05            | 0.3697                       | 2       | 012   |
| 30.95            | 0.2886                       | 100     | 104   |
| 33.53            | 0.2671                       | 5       | 006   |
| 35.31            | 0.2539                       | 4       | 015   |
| 37.78            | 0.2403                       | 3       | 110   |
| 41.15            | 0.2191                       | 11      | 113   |
| 43.82            | 0.2064                       | 1       | 021   |
| 44.96            | 0.2014                       | 6       | 202   |
| 49.31            | 0.1846                       | 1       | 204   |
| 50.53            | 0.1804                       | 11      | 018   |
| 54.11            | 0.1785                       | 10      | 116   |
| 58.92            | 0.1565                       | 1       | 211   |
| 59.85            | 0.1543                       | 2       | 122   |
| 63.47            | 0.1464                       | 2       | 214   |
| 64.52            | 0.1443                       | 2       | 208   |
| 化学式              | $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ |         |       |
| 晶系               | 三方                           |         |       |

表 E.5 铁白云石 (Ankerite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm                                 | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|---|---------|-------|
| 16.50                       | 0.5367                                    | <1      | 003   |
| 23.98                       | 0.3706                                    | 5       | 012   |
| 30.84                       | 0.2894                                    | 100     | 104   |
| 33.40                       | 0.2678                                    | 4       | 006   |
| 35.22                       | 0.2564                                    | 2       | 015   |
| 37.28                       | 0.2408                                    | 5       | 110   |
| 41.02                       | 0.2196                                    | 12      | 113   |
| 43.82                       | 0.2068                                    | 1       | 012   |
| 44.84                       | 0.2018                                    | 8       | 202   |
| 49.10                       | 0.1851                                    | 3       | 024   |
| 50.34                       | 0.1810                                    | 11      | 018   |
| 50.92                       | 0.1790                                    | 11      | 116   |
| 58.92                       | 0.1568                                    | 1       | 211   |
| 59.70                       | 0.1546                                    | 3       | 122   |
| 化学式                         | $\text{Ca}(\text{Fe, Mg})(\text{CO}_3)_2$ |         |       |
| 晶系                          | 三方  |         |       |

表 E.6 菱铁矿 (Siderite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm       | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------------|---------|-------|
| 24.78                       | 0.3590          | 17      | 012   |
| 32.06                       | 0.2790          | 100     | 104   |
| 38.38                       | 0.2343          | 9       | 110   |
| 42.38                       | 0.2131          | 10      | 113   |
| 46.20                       | 0.1963          | 10      | 202   |
| 50.82                       | 0.1795          | 5       | 024   |
| 52.64                       | 0.1737          | 17      | 018   |
| 52.86                       | 0.1731          | 21      | 116   |
| 61.54                       | 0.1506          | 5       | 122   |
| 65.36                       | 0.1427          | 4       | 214   |
| 66.96                       | 0.1396          | 3       | 208   |
| 69.34                       | 0.1354          | 3       | 300   |
| 化学式                         | $\text{FeCO}_3$ |         |       |
| 晶系                          | 三方              |         |       |

表 E.7 硬石膏 (Anhydrite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm       | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------------|---------|-------|
| 22.94                       | 0.3874          | 2       | 111   |
| 25.48                       | 0.3493          | 100     | 020   |
| 28.62                       | 0.3116          | 1       | 002   |
| 31.42                       | 0.2845          | 13      | 012   |
| 32.02                       | 0.2793          | 2       | 121   |
| 36.32                       | 0.2472          | 3       | 220   |
| 38.68                       | 0.2326          | 7       | 202   |
| 40.84                       | 0.2208          | 6       | 212   |
| 41.36                       | 0.2181          | 3       | 301   |
| 43.38                       | 0.2084          | 6       | 131   |
| 45.48                       | 0.1993          | 2       | 103   |
| 46.84                       | 0.1938          | 1       | 222   |
| 48.72                       | 0.1868          | 8       | 032   |
| 49.20                       | 0.1850          | 1       | 321   |
| 52.28                       | 0.1748          | 8       | 040   |
| 52.36                       | 0.1746          | 6       | 400   |
| 55.76                       | 0.1647          | 5       | 232   |
| 59.02                       | 0.1564          | 2       | 240   |
| 60.70                       | 0.1524          | 1       | 402   |
| 60.80                       | 0.1522          | 1       | 133   |
| 62.30                       | 0.1489          | 2       | 412   |
| 65.48                       | 0.1424          | 1       | 024   |
| 66.94                       | 0.1397          | 1       | 242   |
| 化学式                         | $\text{CaSO}_4$ |         |       |
| 晶系                          | 正交              |         |       |

表 E.8 石膏 (Gypsum)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm                                 | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|---|---------|-------|
| 11.62                       | 0.7609                                    | 100     | 020   |
| 20.72                       | 0.4283                                    | 32      | 021   |
| 23.38                       | 0.3802                                    | 23      | 040   |
| 29.10                       | 0.3066                                    | 43      | 041   |
| 31.12                       | 0.2872                                    | 8       | 221   |
| 33.36                       | 0.2684                                    | 9       | 220   |
| 34.52                       | 0.2596                                    | 2       | 151   |
| 35.98                       | 0.2494                                    | 3       | 202   |
| 40.64                       | 0.2218                                    | 6       | 151   |
| 43.32                       | 0.2087                                    | 5       | 242   |
| 43.60                       | 0.2074                                    | 4       | 311   |
| 45.50                       | 0.1992                                    | 2       | 171   |
| 47.80                       | 0.1900                                    | 8       | 080   |
| 48.50                       | 0.1875                                    | 4       | 214   |
| 50.34                       | 0.1811                                    | 4       | 062   |
| 51.32                       | 0.1779                                    | 3       | 262   |
| 56.76                       | 0.1621                                    | 4       | 190   |
| 化学式                         | $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |         |       |
| 晶系                          | 单斜  |         |       |

表 E.9 无水芒硝 (Thenardite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm                | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|--------------------------|---------|-------|
| 19.00                       | 0.4667                   | 69      | 111   |
| 23.14                       | 0.3841                   | 16      | 022   |
| 28.02                       | 0.3182                   | 54      | 131   |
| 28.98                       | 0.3079                   | 58      | 040   |
| 32.12                       | 0.2784                   | 100     | 113   |
| 33.82                       | 0.2648                   | 49      | 220   |
| 38.36                       | 0.2345                   | 6       | 133   |
| 38.60                       | 0.2331                   | 24      | 222   |
| 40.76                       | 0.2212                   | 6       | 151   |
| 47.32                       | 0.1919                   | 3       | 044   |
| 48.78                       | 0.1865                   | 36      | 153   |
| 49.46                       | 0.1841                   | 6       | 115   |
| 50.68                       | 0.1800                   | 5       | 224   |
| 54.54                       | 0.1681                   | 16      | 260   |
| 55.20                       | 0.1663                   | 8       | 313   |
| 55.30                       | 0.1660                   | 6       | 171   |
| 57.34                       | 0.1606                   | 5       | 244   |
| 59.46                       | 0.1553                   | 12      | 333   |
| 化学式                         | $\text{Na}_2\text{SO}_4$ |         |       |
| 晶系                          | 正交                       |         |       |

表 E. 10 重晶石 (Barite)

| $2\theta$<br>(°) | $d$<br>nm          | $I/I_0$ | $hkl$ |
|------------------|--------------------|---------|-------|
| 20.00            | 0.4436             | 14      | 020   |
| 20.44            | 0.4341             | 25      | 101   |
| 22.84            | 0.3890             | 41      | 111   |
| 24.90            | 0.3573             | 44      | 200   |
| 25.90            | 0.3437             | 10      | 021   |
| 26.88            | 0.3314             | 75      | 210   |
| 28.78            | 0.3100             | 80      | 121   |
| 31.56            | 0.2833             | 41      | 211   |
| 32.84            | 0.2725             | 40      | 002   |
| 38.74            | 0.2323             | 13      | 022   |
| 40.86            | 0.2207             | 19      | 122   |
| 42.68            | 0.2117             | 66      | 311   |
| 42.88            | 0.2107             | 65      | 212   |
| 43.98            | 0.2057             | 12      | 041   |
| 47.02            | 0.1931             | 33      | 132   |
| 49.08            | 0.1855             | 14      | 330   |
| 54.84            | 0.1673             | 16      | 142   |
| 54.94            | 0.1670             | 14      | 411   |
| 化学式              | <chem>BaSO4</chem> |         |       |
| 晶系               | 正交                 |         |       |

表 E. 11 黄铁矿 (Pyrite)

| $2\theta$<br>(°) | $d$<br>nm         | $I/I_0$ | $hkl$ |
|------------------|-------------------|---------|-------|
| 28.48            | 0.3132            | 36      | 111   |
| 33.00            | 0.2712            | 100     | 200   |
| 37.04            | 0.2425            | 66      | 210   |
| 40.72            | 0.2214            | 41      | 211   |
| 47.38            | 0.1917            | 48      | 220   |
| 56.24            | 0.1634            | 72      | 311   |
| 58.96            | 0.1565            | 10      | 222   |
| 61.64            | 0.1503            | 11      | 230   |
| 64.24            | 0.1449            | 24      | 321   |
| 化学式              | <chem>FeS2</chem> |         |       |
| 晶系               | 立方                |         |       |

表 E.12 石盐 (Halite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------|---------|-------|
| 27.34                       | 0.3259    | 10      | 111   |
| 31.68                       | 0.2822    | 100     | 200   |
| 45.42                       | 0.1995    | 51      | 220   |
| 53.84                       | 0.1701    | 2       | 311   |
| 56.44                       | 0.1629    | 14      | 222   |
| 66.20                       | 0.1411    | 6       | 400   |
| 化学式                         |           | NaCl    |       |
| 晶系                          |           | 立方      |       |

表 E.13 斜长石 (Plagioclass)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm | $I/I_0$                                | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------|--|-------|
| 13.84                       | 0.6393    | 11                                     | 001   |
| 22.02                       | 0.4033    | 12                                     | 201   |
| 23.02                       | 0.3860    | 4                                      | 111   |
| 23.54                       | 0.3776    | 13                                     | 111   |
| 24.22                       | 0.3672    | 12                                     | 130   |
| 25.38                       | 0.3507    | 4                                      | 112   |
| 26.38                       | 0.3376    | 4                                      | 112   |
| 27.92                       | 0.3193    | 100                                    | 002   |
| 28.14                       | 0.3169    | 12                                     | 220   |
| 30.08                       | 0.2968    | 5                                      | 131   |
| 30.46                       | 0.2932    | 8                                      | 022   |
| 31.24                       | 0.2861    | 5                                      | 131   |
| 33.90                       | 0.2642    | 2                                      | 132   |
| 35.04                       | 0.2559    | 3                                      | 241   |
| 36.64                       | 0.2451    | 2                                      | 241   |
| 37.38                       | 0.2404    | 2                                      | 240   |
| 38.84                       | 0.2317    | 2                                      | 331   |
| 42.44                       | 0.2128    | 3                                      | 060   |
| 42.66                       | 0.2118    | 2                                      | 151   |
| 48.18                       | 0.1887    | 3                                      | 422   |
| 49.72                       | 0.1832    | 2                                      | 113   |
| 49.90                       | 0.1826    | 3                                      | 043   |
| 51.12                       | 0.1785    | 5                                      | 204   |
| 化学式                         |           | Na [AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ] |       |
| 晶系                          |           | 三斜                                     |       |

表 E. 14 钾长石 (Kalifeldspar)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm       | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------------|---------|-------|
| 13. 64                      | 0. 6487         | 7       | 020   |
| 21. 04                      | 0. 4219         | 17      | 201   |
| 22. 30                      | 0. 3982         | 10      | 111   |
| 23. 18                      | 0. 3834         | 15      | 130   |
| 25. 56                      | 0. 3482         | 21      | 112   |
| 26. 42                      | 0. 3371         | 22      | 220   |
| 27. 08                      | 0. 3290         | 22      | 202   |
| 27. 46                      | 0. 3245         | 100     | 002   |
| 29. 44                      | 0. 3032         | 13      | 131   |
| 30. 22                      | 0. 2955         | 16      | 131   |
| 30. 48                      | 0. 2930         | 7       | 222   |
| 30. 76                      | 0. 2904         | 13      | 022   |
| 32. 46                      | 0. 2756         | 6       | 132   |
| 34. 20                      | 0. 2620         | 7       | 241   |
| 34. 92                      | 0. 2567         | 7       | 112   |
| 36. 98                      | 0. 2429         | 6       | 151   |
| 38. 58                      | 0. 2332         | 5       | 113   |
| 41. 78                      | 0. 2160         | 14      | 060   |
| 50. 52                      | 0. 1805         | 15      | 204   |
| 50. 84                      | 0. 1795         | 6       | 043   |
| 化学式                         | $K [AlSi_3O_8]$ |         |       |
| 晶系                          | 三斜              |         |       |

表 E. 15 钙芒硝 (Glauberite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|-----------|---------|-------|
| 14. 24                      | 0. 6215   | 23      | 110   |
| 18. 90                      | 0. 4692   | 13      | 200   |
| 20. 26                      | 0. 4380   | 40      | 111   |
| 21. 40                      | 0. 4149   | 6       | 020   |
| 22. 50                      | 0. 3948   | 100     | 002   |

表 E. 15 (续)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm                             | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|---------------------------------------|---------|-------|
| 23.40                       | 0.3799                                | 9       | 202   |
| 28.10                       | 0.3173                                | 52      | 221   |
| 28.54                       | 0.3125                                | 66      | 311   |
| 28.66                       | 0.3112                                | 42      | 220   |
| 29.66                       | 0.3010                                | 35      | 112   |
| 30.52                       | 0.2927                                | 10      | 310   |
| 31.24                       | 0.2861                                | 33      | 022   |
| 31.86                       | 0.2807                                | 37      | 222   |
| 33.46                       | 0.2676                                | 58      | 221   |
| 36.30                       | 0.2473                                | 21      | 311   |
| 38.36                       | 0.2345                                | 11      | 400   |
| 41.16                       | 0.2191                                | 5       | 222   |
| 42.18                       | 0.2141                                | 9       | 331   |
| 42.62                       | 0.2120                                | 8       | 422   |
| 43.66                       | 0.2072                                | 9       | 330   |
| 44.50                       | 0.2034                                | 23      | 114   |
| 45.14                       | 0.2007                                | 18      | 041   |
| 45.40                       | 0.1996                                | 21      | 314   |
| 45.84                       | 0.1978                                | 5       | 004   |
| 46.40                       | 0.1955                                | 7       | 512   |
| 47.66                       | 0.1907                                | 8       | 404   |
| 49.60                       | 0.1836                                | 4       | 421   |
| 49.76                       | 0.1831                                | 5       | 510   |
| 50.68                       | 0.1800                                | 10      | 223   |
| 51.38                       | 0.1777                                | 18      | 133   |
| 54.30                       | 0.1688                                | 4       | 602   |
| 56.34                       | 0.1632                                | 11      | 115   |
| 化学式                         | $\text{Na}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2$ |         |       |
| 晶系                          | 单斜                                    |         |       |

表 E. 16 浊沸石 (Laumontite)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm   | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|---|---------|-------|
| 9. 36                       | 0. 9441   | 100     | 110   |
| 12. 94                      | 0. 6836   | 65      | 200   |
| 14. 30                      | 0. 6189   | 6       | 201   |
| 17. 58                      | 0. 5041   | 10      | 111   |
| 18. 76                      | 0. 4726   | 20      | 220   |
| 19. 72                      | 0. 4498   | 14      | 221   |
| 21. 38                      | 0. 4153   | 79      | 130   |
| 24. 30                      | 0. 3660   | 23      | 401   |
| 25. 36                      | 0. 3509   | 34      | 002   |
| 26. 14                      | 0. 3406   | 12      | 131   |
| 26. 50                      | 0. 3360   | 9       | 312   |
| 27. 26                      | 0. 3269   | 37      | 040   |
| 27. 86                      | 0. 3200   | 18      | 311   |
| 29. 44                      | 0. 3032   | 31      | 420   |
| 31. 06                      | 0. 2877   | 18      | 511   |
| 31. 98                      | 0. 2796   | 8       | 422   |
| 34. 82                      | 0. 2574   | 17      | 241   |
| 35. 60                      | 0. 2520   | 8       | 203   |
| 36. 84                      | 0. 2438   | 20      | 441   |
| 38. 08                      | 0. 2361   | 12      | 151   |
| 39. 72                      | 0. 2267   | 9       | 350   |
| 40. 66                      | 0. 2217   | 6       | 622   |
| 41. 42                      | 0. 2178   | 7       | 060   |
| 41. 96                      | 0. 2151   | 15      | 620   |
| 46. 36                      | 0. 1957   | 11      | 601   |
| 化学式                         | $\text{CaAl}_2\text{Si}_4\text{O}_{12} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |         |       |
| 晶系                          | 单斜  |         |       |

表 E. 17 方沸石 (Analcime)

| $2\theta$<br>( $^{\circ}$ ) | $d$<br>nm  | $I/I_0$ | $hkl$ |
|-----------------------------|--|---------|-------|
| 15.78                       | 0.5610   | 70      | 211   |
| 18.24                       | 0.4860   | 12      | 220   |
| 24.23                       | 0.3670   | 6       | 321   |
| 25.96                       | 0.3430   | 100     | 400   |
| 30.51                       | 0.2927   | 50      | 332   |
| 31.92                       | 0.2801   | 5       | 422   |
| 33.25                       | 0.2692   | 13      | 431   |
| 35.80                       | 0.2506   | 11      | 521   |
| 37.02                       | 0.2426   | 8       | 440   |
| 40.47                       | 0.2227   | 7       | 611   |
| 47.75                       | 0.1903   | 9       | 640   |
| 48.76                       | 0.1866   | 5       | 633   |
| 52.45                       | 0.1743   | 14      | 732   |
| 53.38                       | 0.1715   | 4       | 800   |
| 54.26                       | 0.1689   | 5       | 741   |
| 化学式                         | $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |         |       |
| 晶系                          | 立方   |         |       |

## E. 2 常见矿物的 X 射线衍射图谱

常见矿物的 X 射线衍射图谱如图 E. 1~图 E. 16 所示。

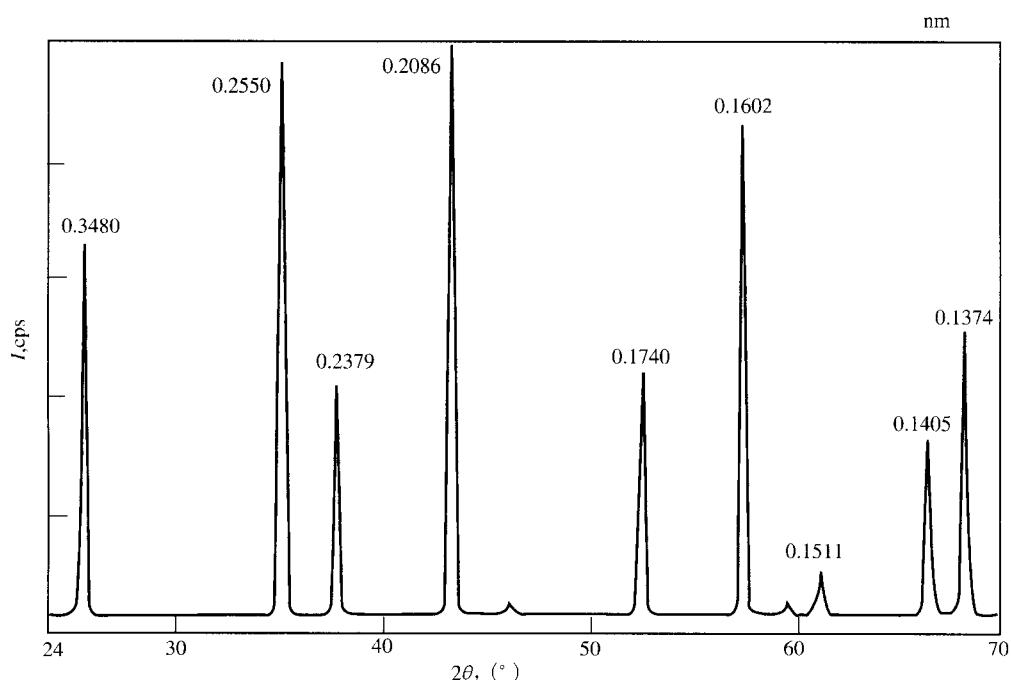


图 E. 1 刚玉的 X 射线衍射图谱

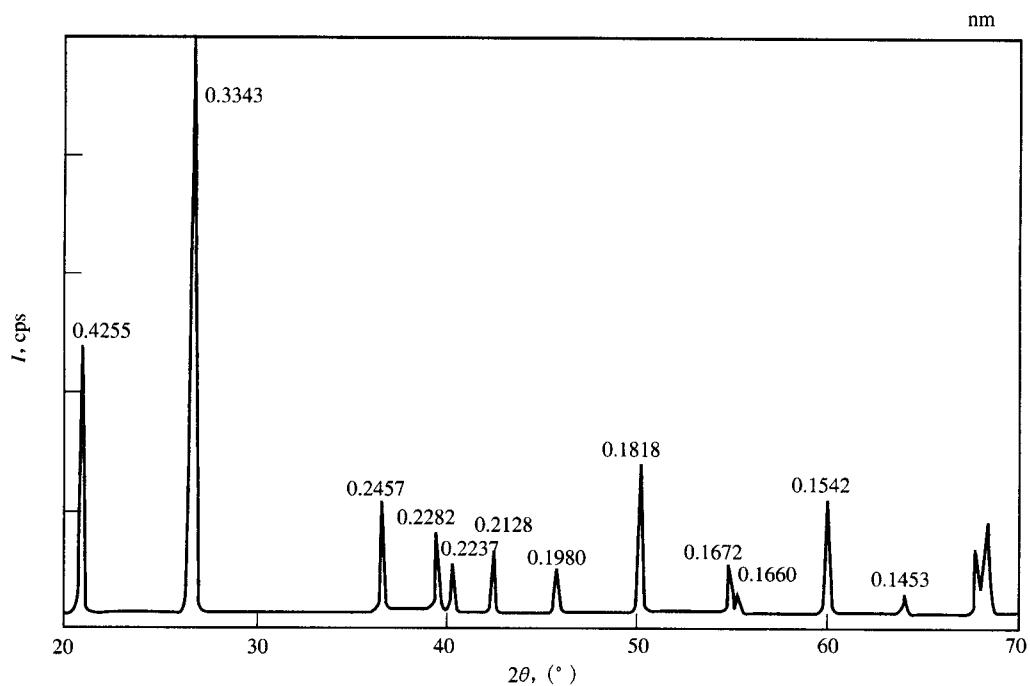


图 E.2 石英的 X 射线衍射图谱

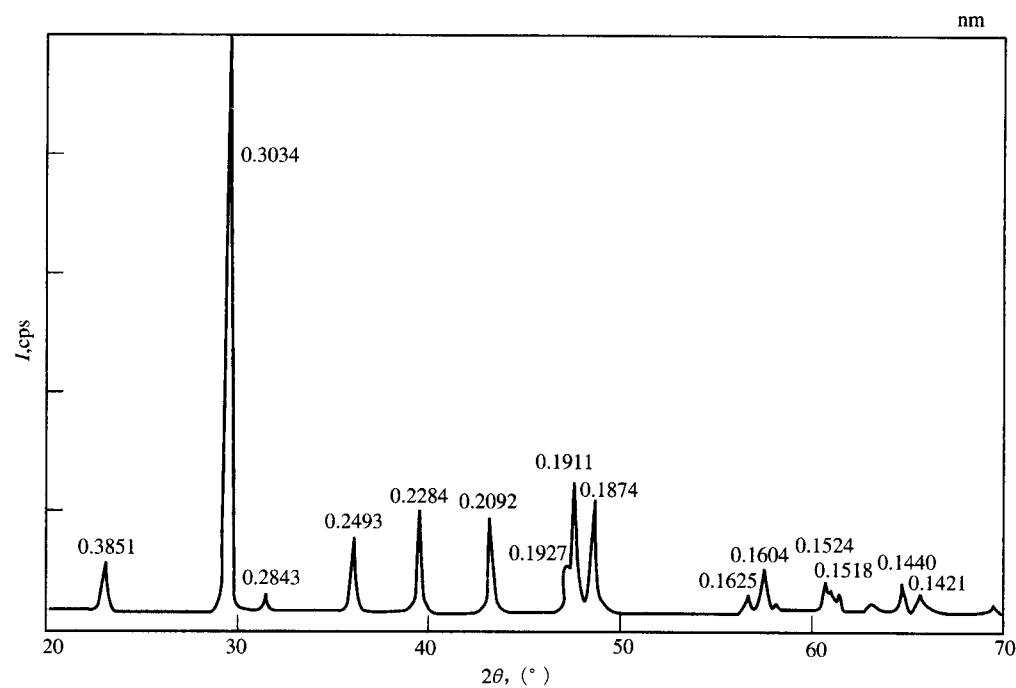


图 E.3 方解石的 X 射线衍射图谱

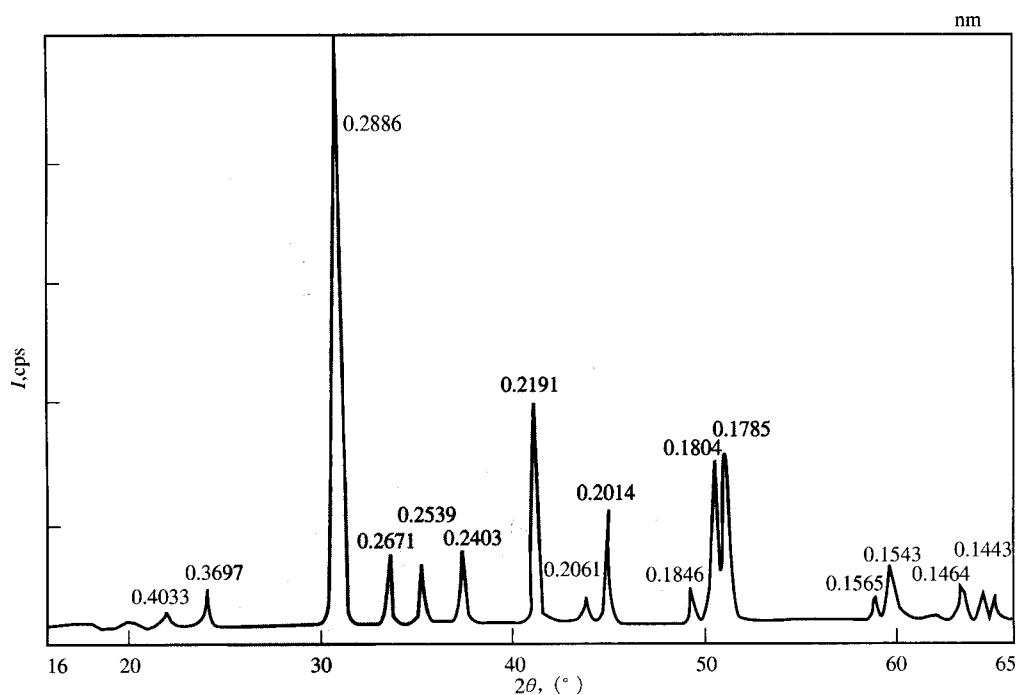


图 E.4 白云石的 X 射线衍射图谱

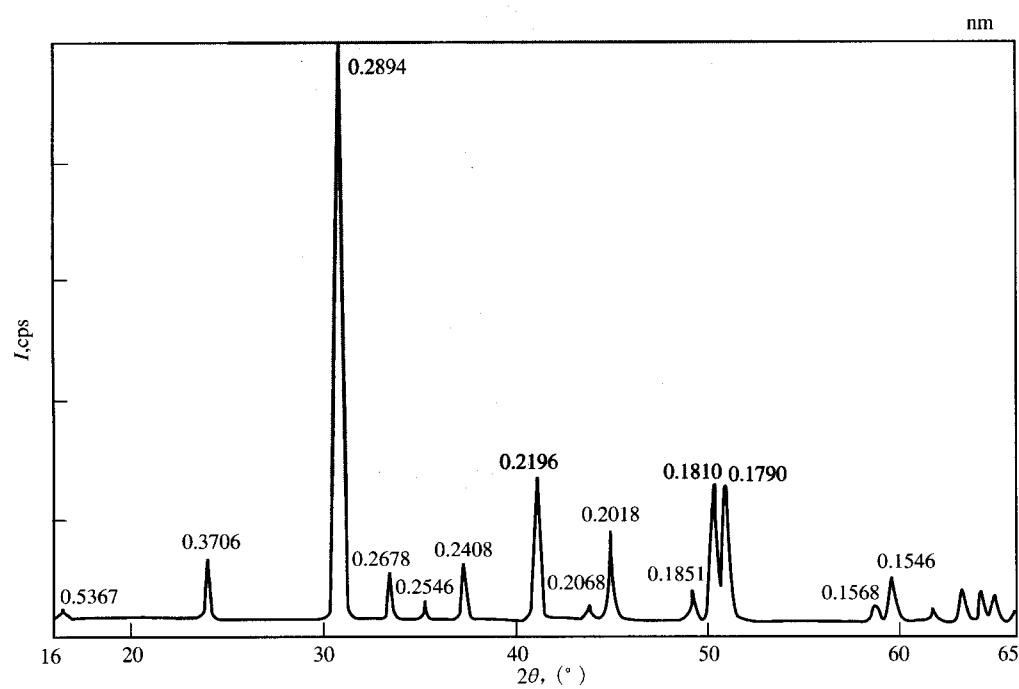


图 E.5 铁白云石的 X 射线衍射图谱

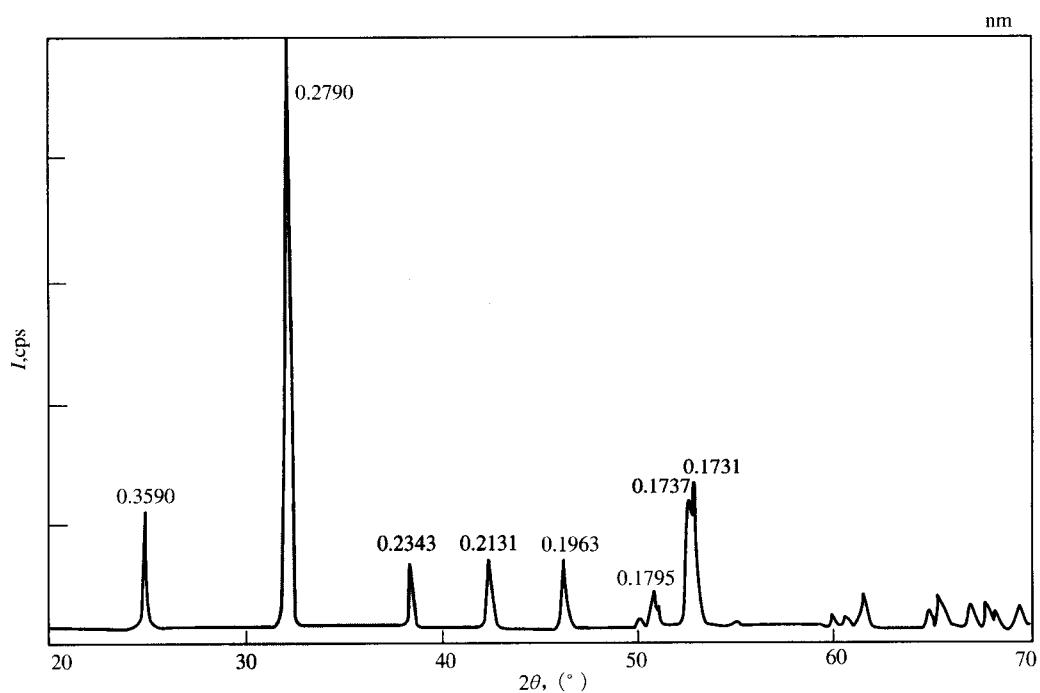


图 E. 6 菱铁矿的 X 射线衍射图谱

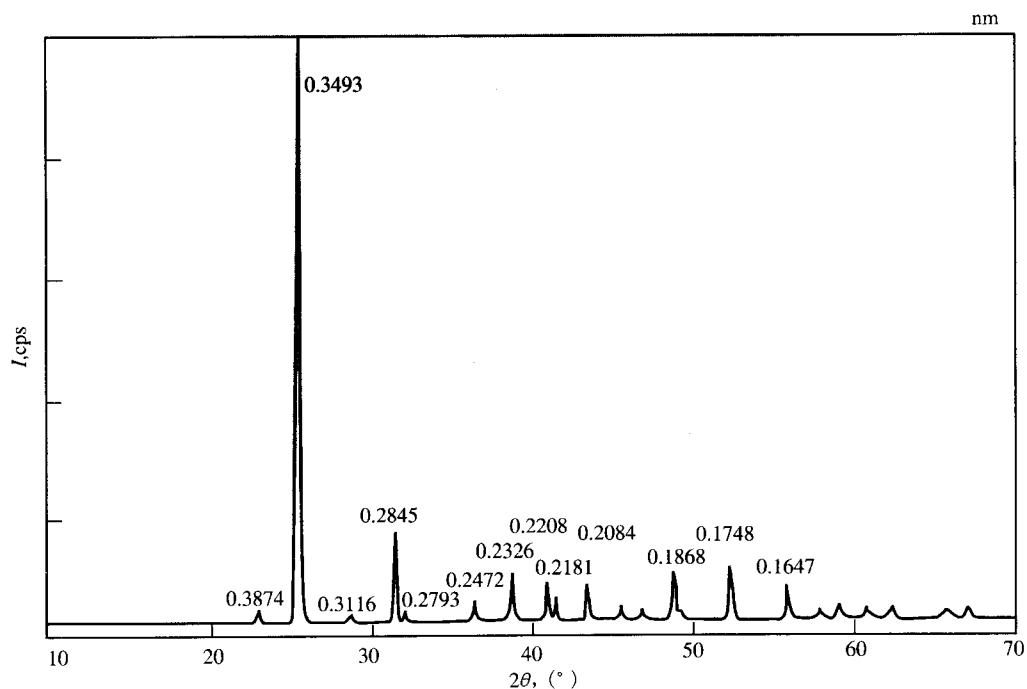


图 E. 7 硬石膏的 X 射线衍射图谱

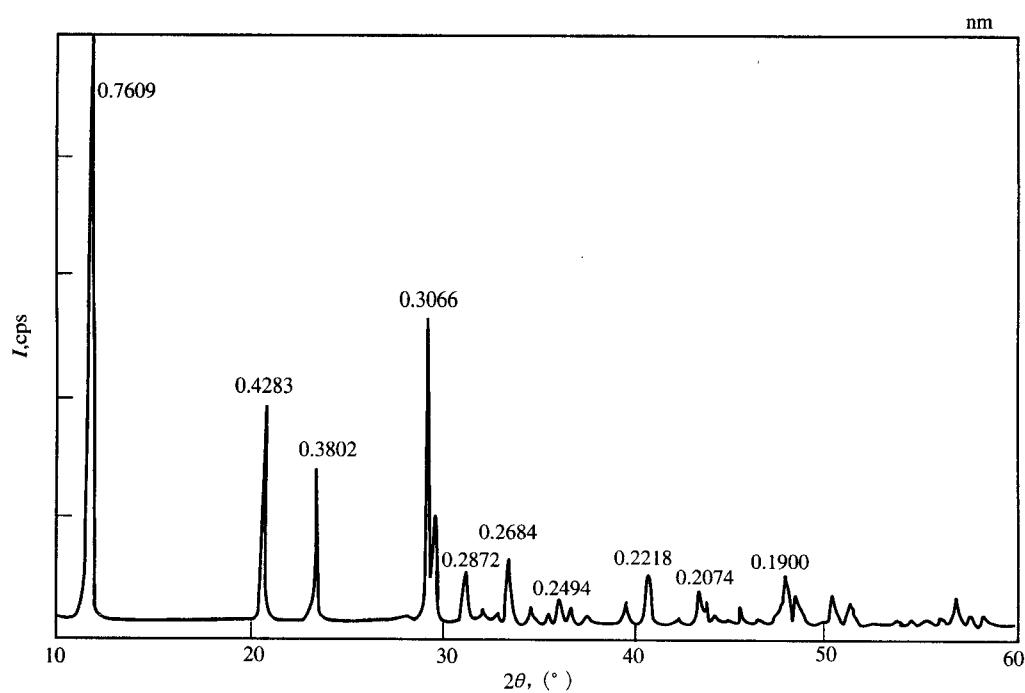


图 E.8 石膏的 X 射线衍射图谱

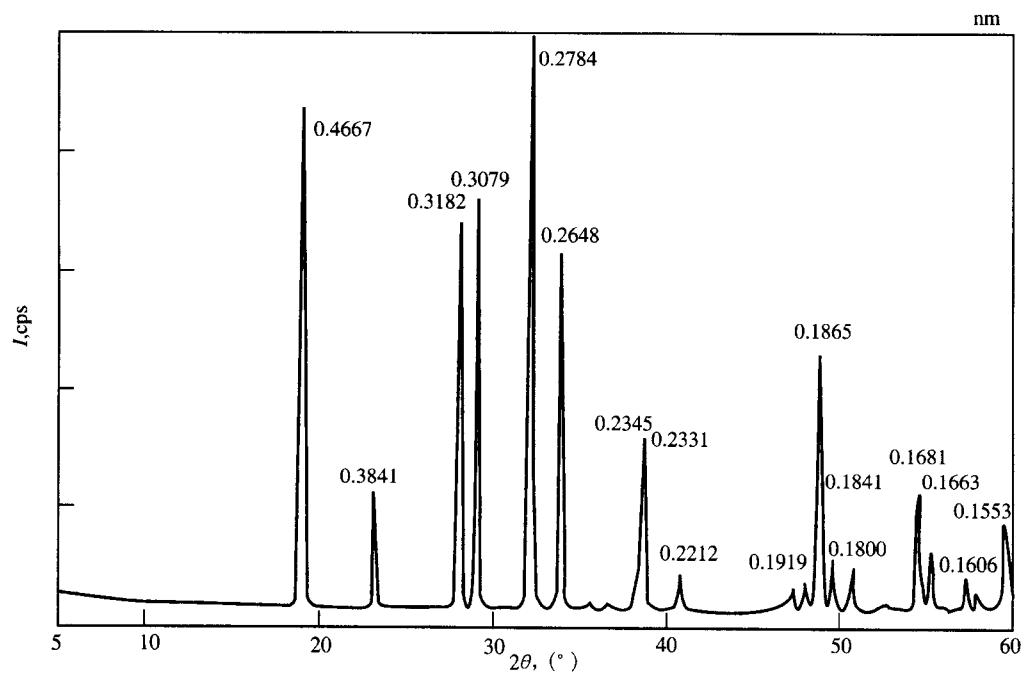


图 E.9 无水芒硝的 X 射线衍射图谱

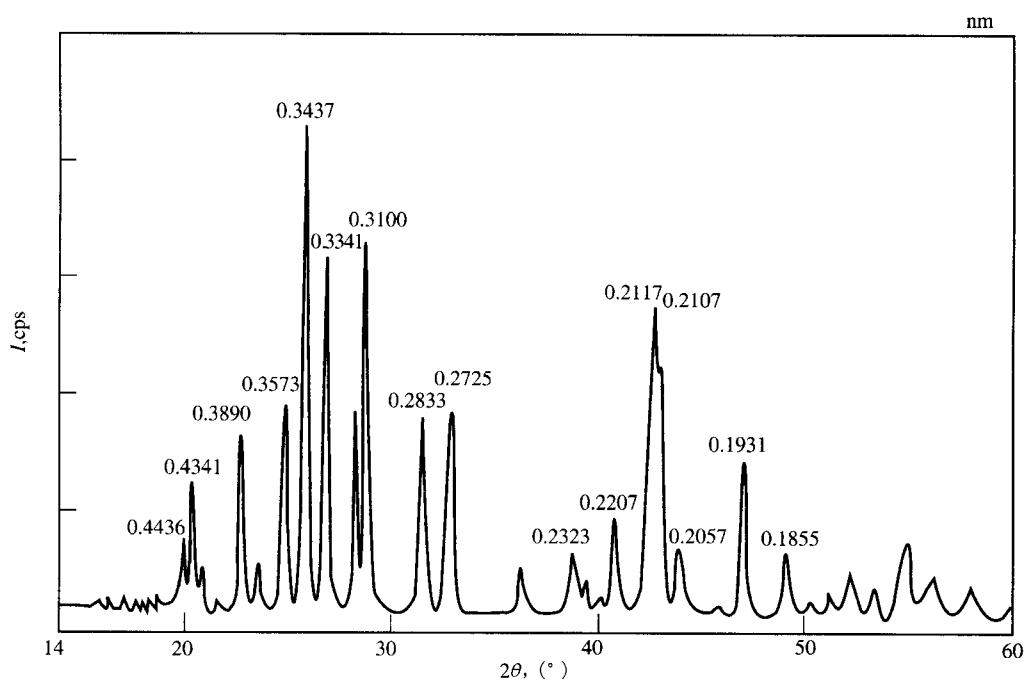


图 E. 10 重晶石的 X 射线衍射图谱

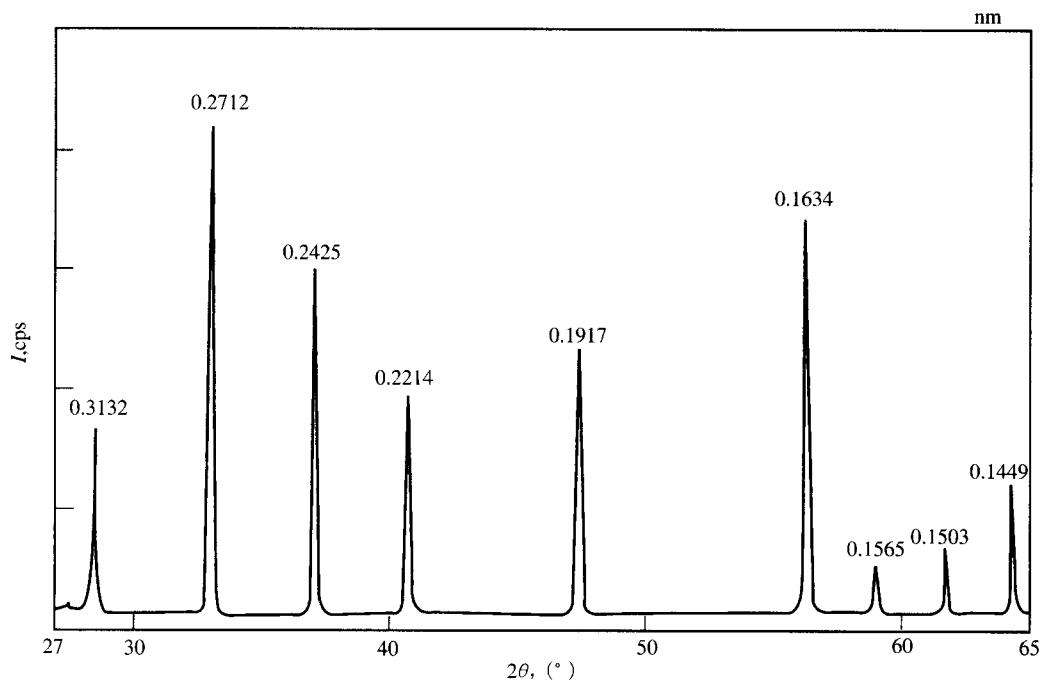


图 E. 11 黄铁矿的 X 射线衍射图谱

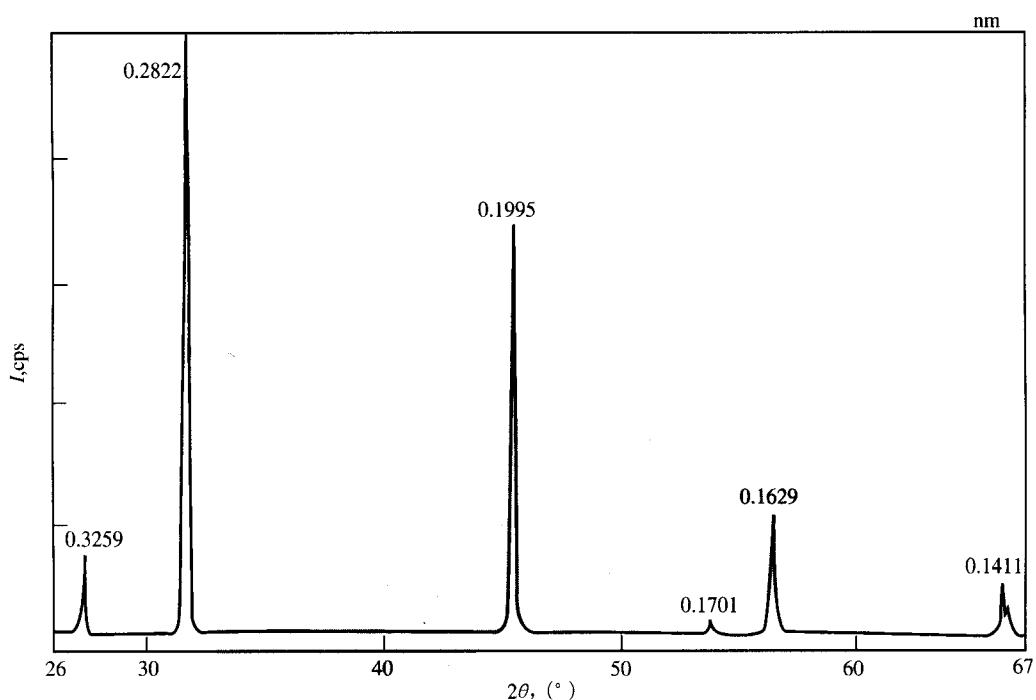


图 E.12 石盐的 X 射线衍射图谱

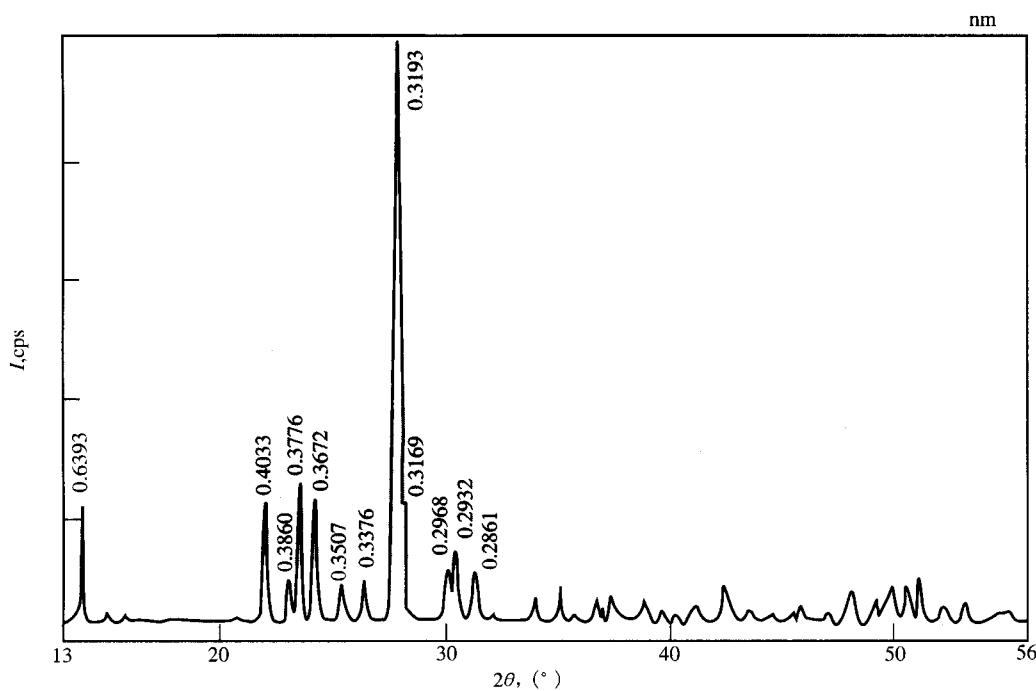


图 E.13 斜长石的 X 射线衍射图谱

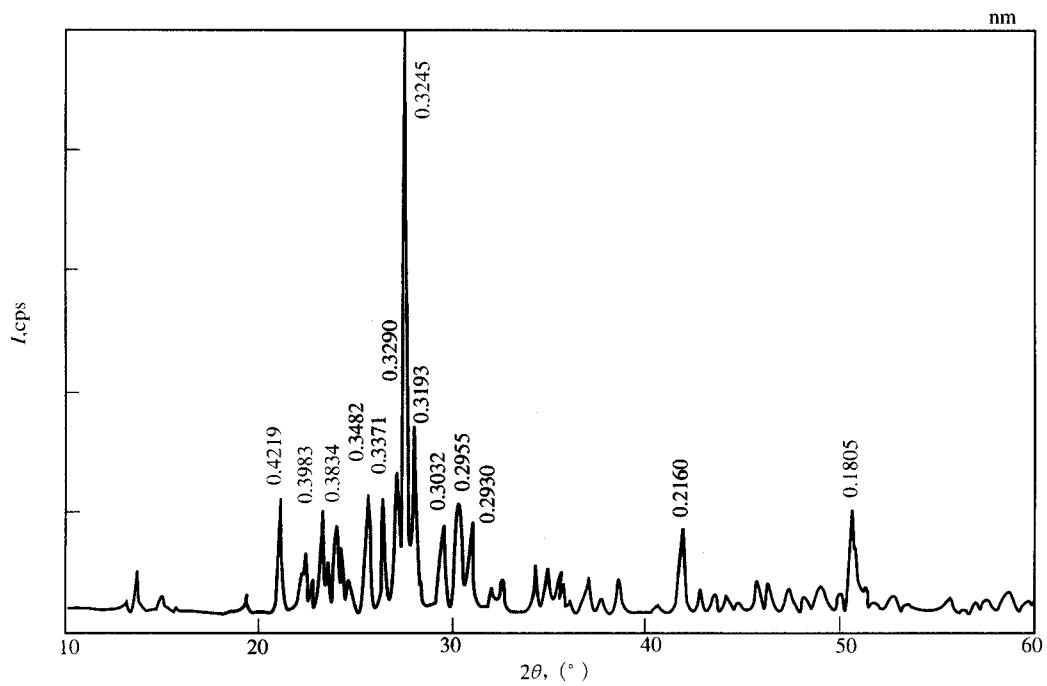


图 E. 14 钾长石的 X 射线衍射图谱

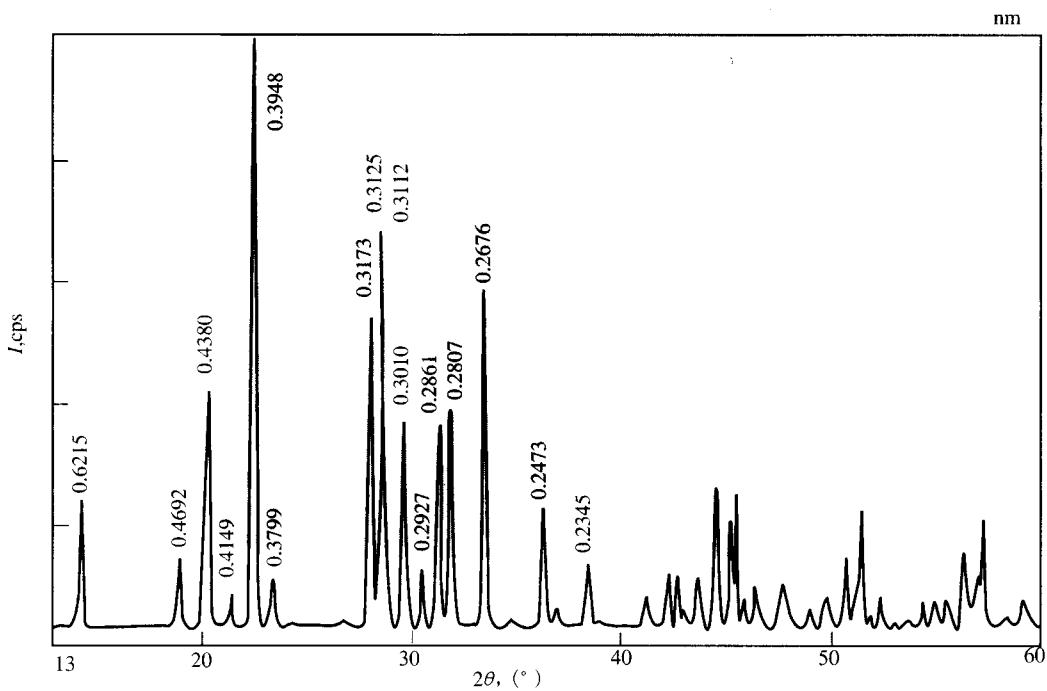


图 E. 15 钙芒硝的 X 射线衍射图谱

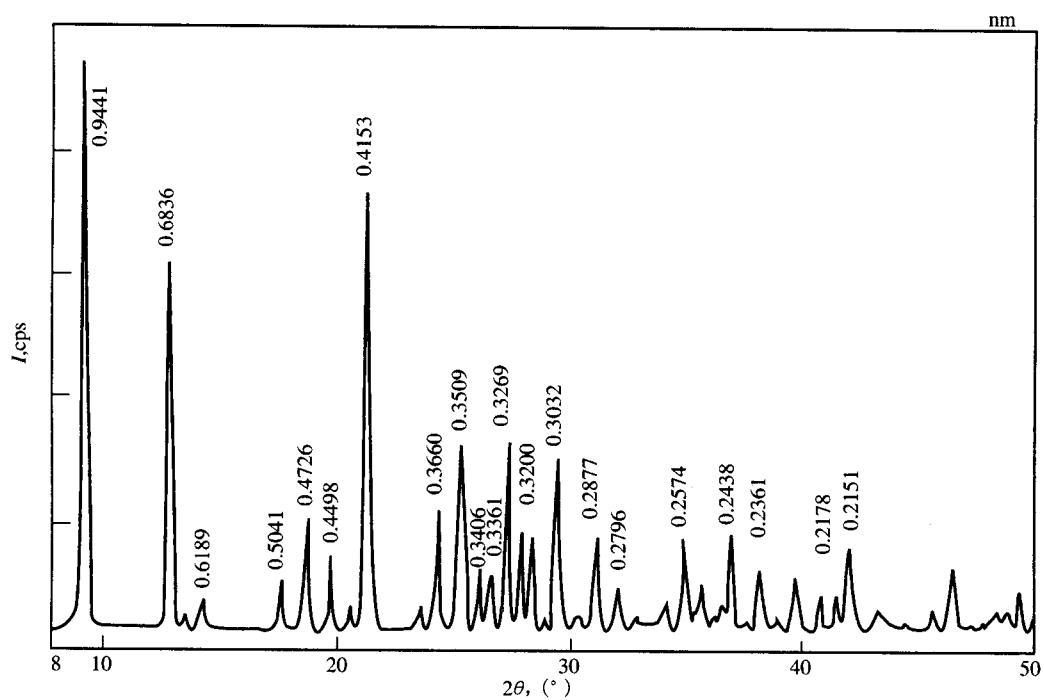


图 E. 16 涡沸石的 X 射线衍射图谱

附录 F  
(资料性附录)  
常见矿物的参比强度 (K 值)

常见矿物的参比强度 (K 值) 参见表 F. 1。

表 F. 1 常见矿物的 K 值

| 名称         | 化学式   | 晶系 | <i>hkl</i> | $2\theta, (^{\circ})$ | <i>d</i> , nm | <i>K</i> |
|------------|---|----|------------|-----------------------|---------------|----------|
| 刚玉         | $\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$                                  | 三角 | 104        | 35.16                 | 0.2550        | 1        |
| 石英         | $\alpha - \text{SiO}_2$   | 三角 | 100        | 20.86                 | 0.4255        | 0.91     |
|            |   |    | 101        | 26.64                 | 0.3343        | 4.32     |
| 方解石        | $\text{CaCO}_3$   | 三角 | 104        | 29.42                 | 0.3034        | 2.86     |
| 白云石        | $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$                                      | 三角 | 104        | 30.95                 | 0.2886        | 2.64     |
| 铁白云石       | $\text{Ca}(\text{Fe}, \text{Mg})(\text{CO}_3)_2$                  | 三角 | 104        | 30.84                 | 0.2894        | 2.63     |
| 菱铁矿        | $\text{FeCO}_3$   | 三角 | 104        | 32.06                 | 0.2790        | 3.20     |
| 硬石膏        | $\text{CaSO}_4$   | 正交 | 020        | 25.48                 | 0.3493        | 4.40     |
|            |   |    | 012        | 31.42                 | 0.2845        | 0.63     |
| 石膏         | $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$                         | 单斜 | 020        | 11.62                 | 0.7609        | 2.40     |
|            |   |    | 041        | 29.10                 | 0.3066        | 1.28     |
| 无水芒硝       | $\text{Na}_2\text{SO}_4$  | 正交 | 111        | 19.00                 | 0.4667        | 0.88     |
|            |   |    | 113        | 32.12                 | 0.2784        | 1.49     |
| 重晶石        | $\text{BaSO}_4$   | 正交 | 121        | 28.78                 | 0.3100        | 1.96     |
|            |   |    | 211        | 31.56                 | 0.2833        | 0.87     |
| 黄铁矿        | $\text{FeS}_2$  | 立方 | 200        | 33.00                 | 0.2712        | 2.06     |
| 石盐         | $\text{NaCl}$   | 立方 | 200        | 31.68                 | 0.2822        | 5.05     |
|            |   |    | 220        | 45.42                 | 0.1995        | 2.78     |
| 斜长石        | $\text{Na}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$                              | 三斜 | 002        | 27.92                 | 0.3193        | 1.80     |
| 钾长石        | $\text{K}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$                               | 三斜 | 002        | 27.46                 | 0.3245        | 2.05     |
| 钙芒硝        | $\text{Na}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2$                             | 单斜 | 002        | 22.50                 | 0.3948        | 0.58     |
| 浊沸石        | $\text{CaAl}_2\text{Si}_4\text{O}_{12} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 单斜 | 110        | 9.36                  | 0.9441        | 0.36     |
| 方沸石        | $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$              | 立方 | 400        | 25.96                 | 0.3430        | 2.50     |
| 伊利石        |   | 单斜 |            |                       |               |          |
| 蒙皂石, 伊/蒙间层 |   | 单斜 | 020        | 19.80                 | 0.448         | 0.50     |
| 高岭石        |   | 三斜 |            |                       |               |          |
| 绿泥石        |   | 单斜 | 002        |                       |               |          |
| 高岭石        |   | 三斜 | 001        | 12.30                 | 0.720         | 1.74     |

附录 G  
(资料性附录)  
黏土矿物 X 射线衍射谱图

黏土矿物 X 射线衍射谱图参见图 G. 1~图 G. 12。

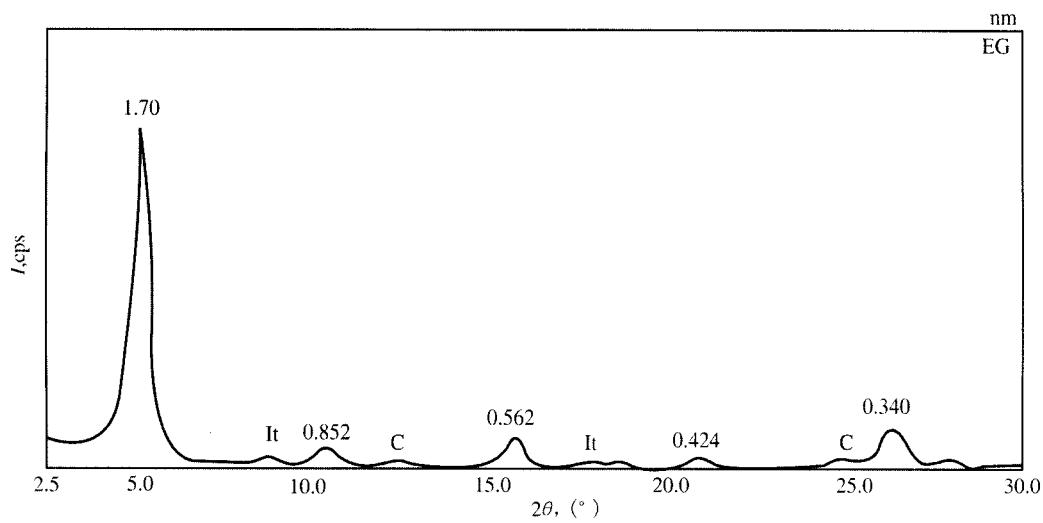


图 G. 1 蒙皂石谱图

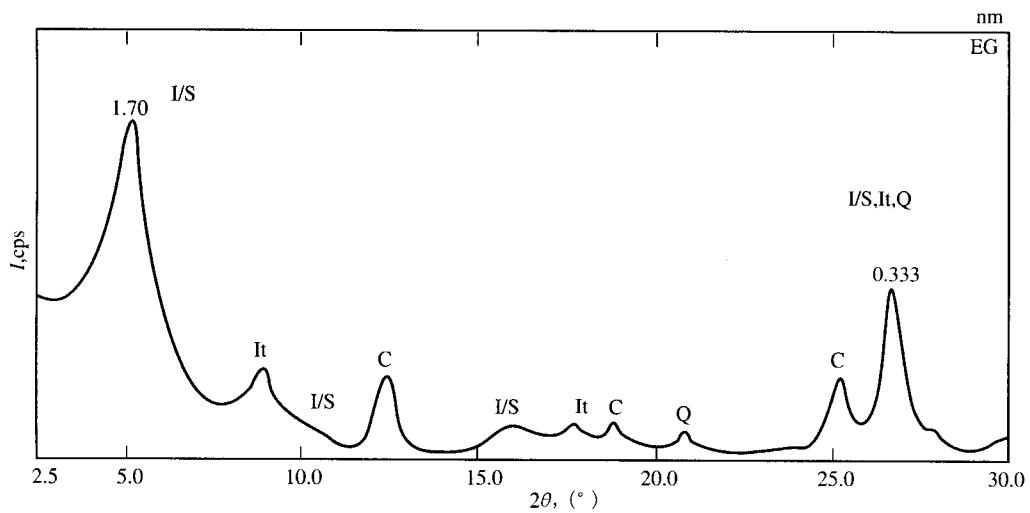
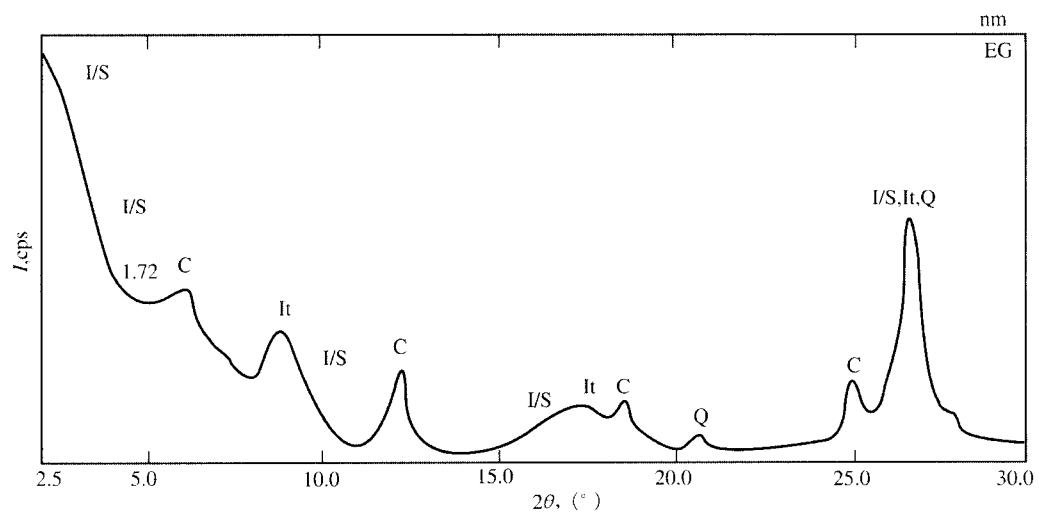
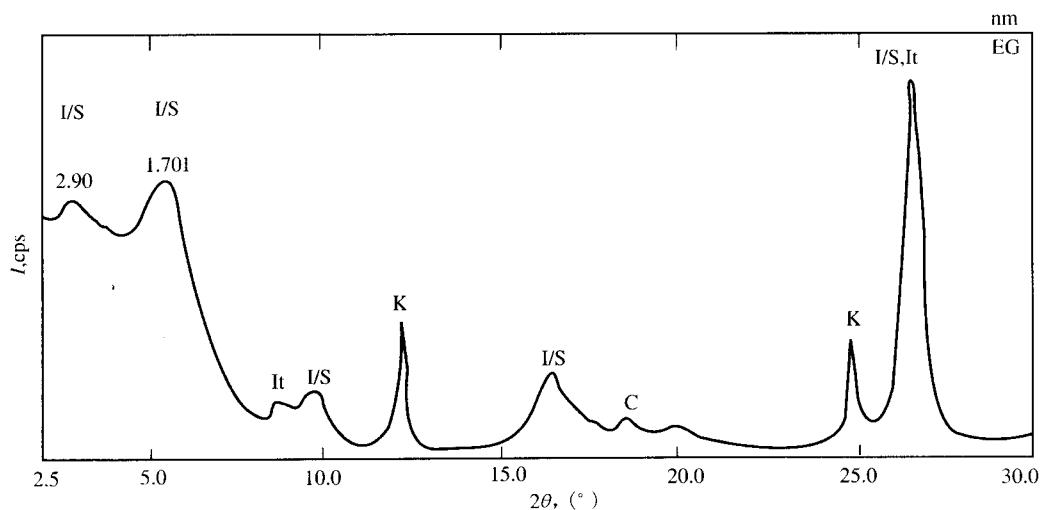


图 G. 2 无序 ( $R=0$ ) I/S 混层谱图

图 G.3 部分有序 ( $R=0/R=1$ ) I/S 混层谱图 (I)图 G.4 部分有序 ( $R=0/R=1$ ) I/S 混层谱图 (II)

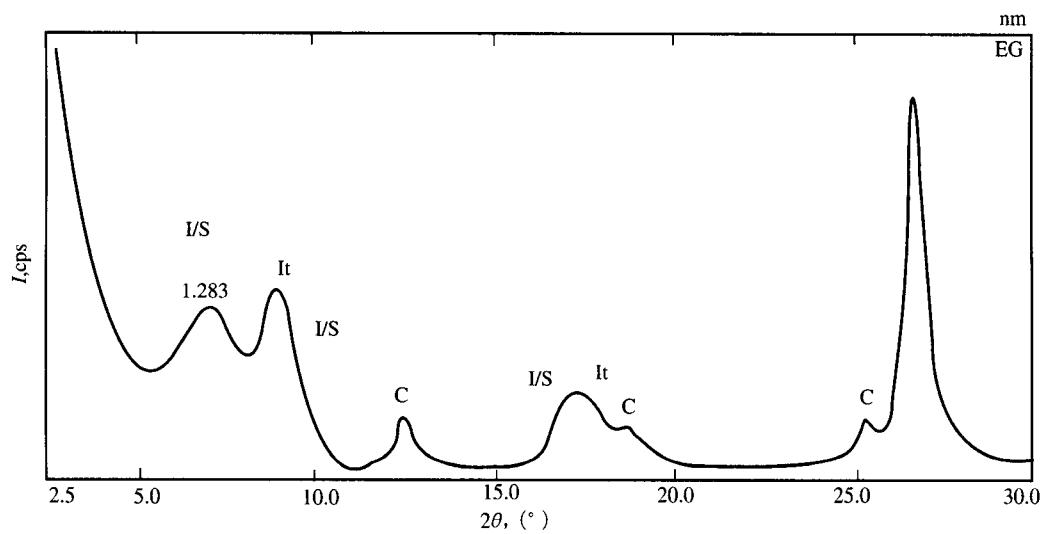


图 G.5  $R=1$  有序 I/S 混层谱图

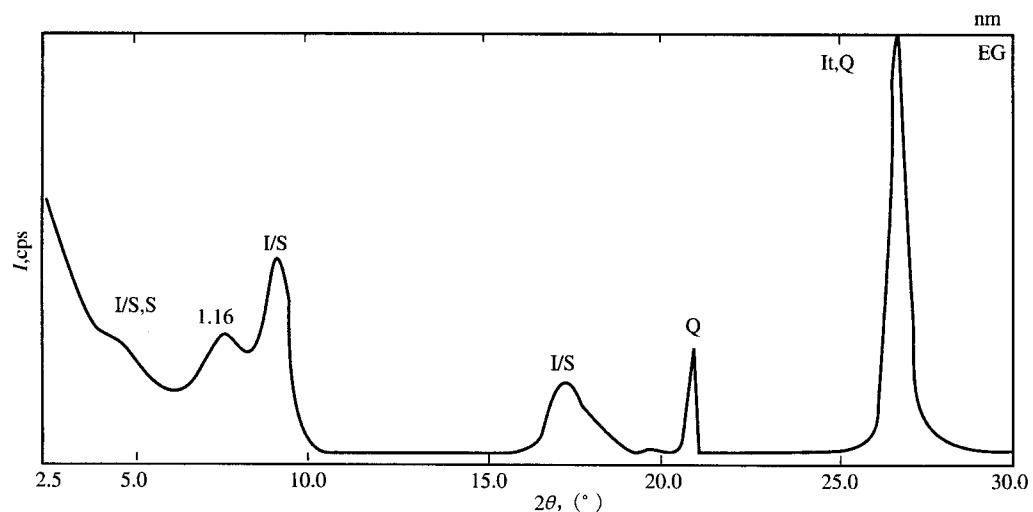


图 G.6  $R \geq 3$  有序 I/S 混层谱图 (I)

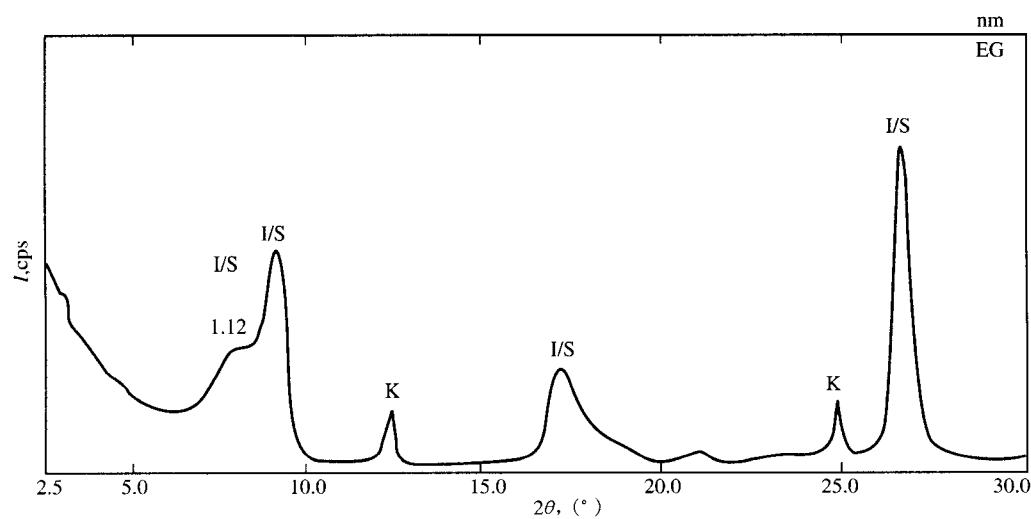
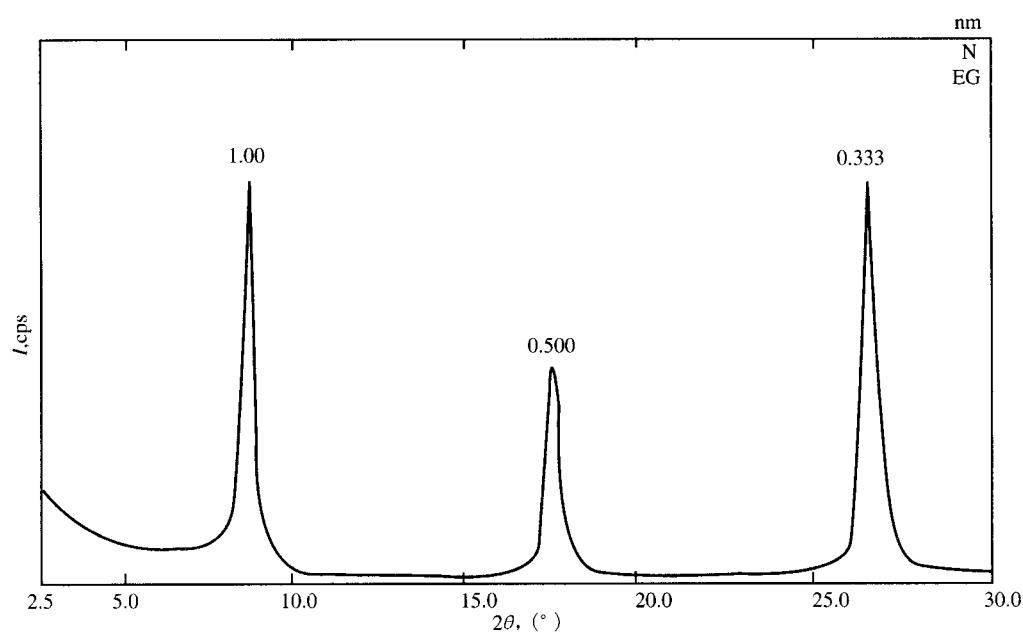
图 G.7  $R \geq 3$  有序 I/S 混层谱图 (II)

图 G.8 伊利石谱图

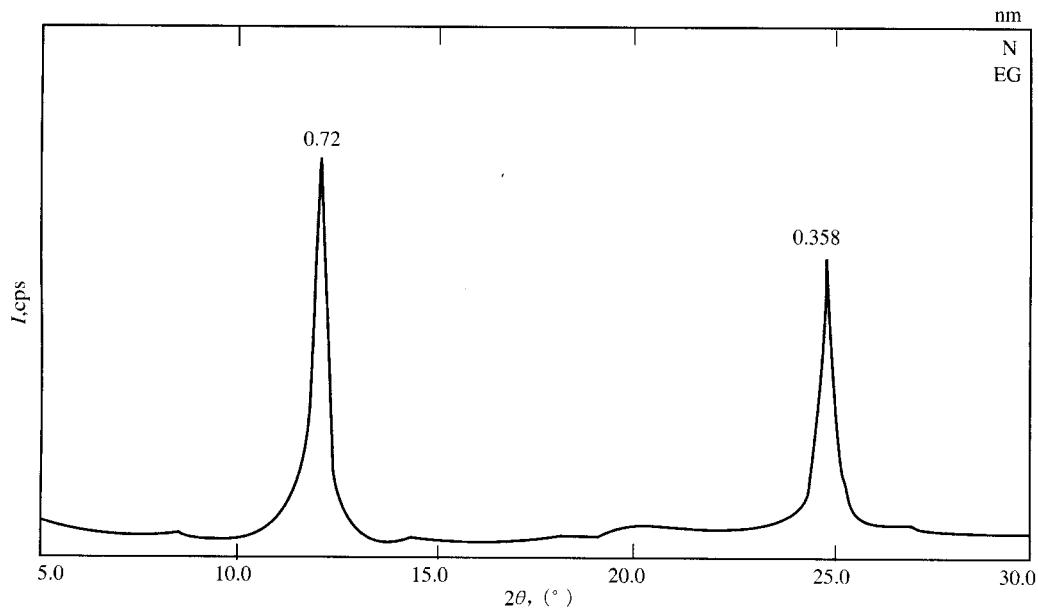


图 G.9 高岭石谱图

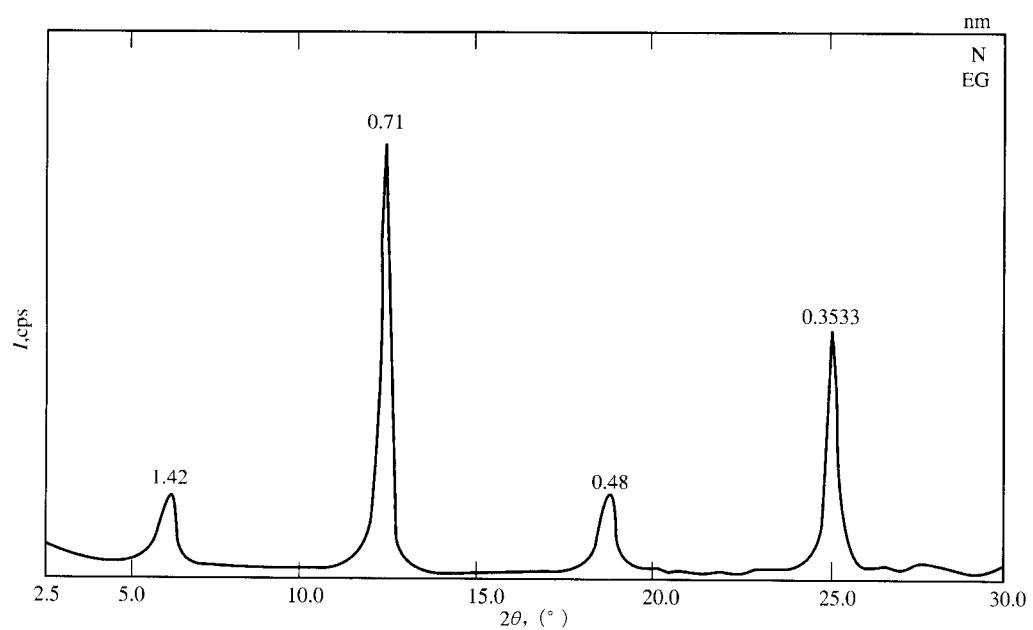


图 G.10 绿泥石谱图

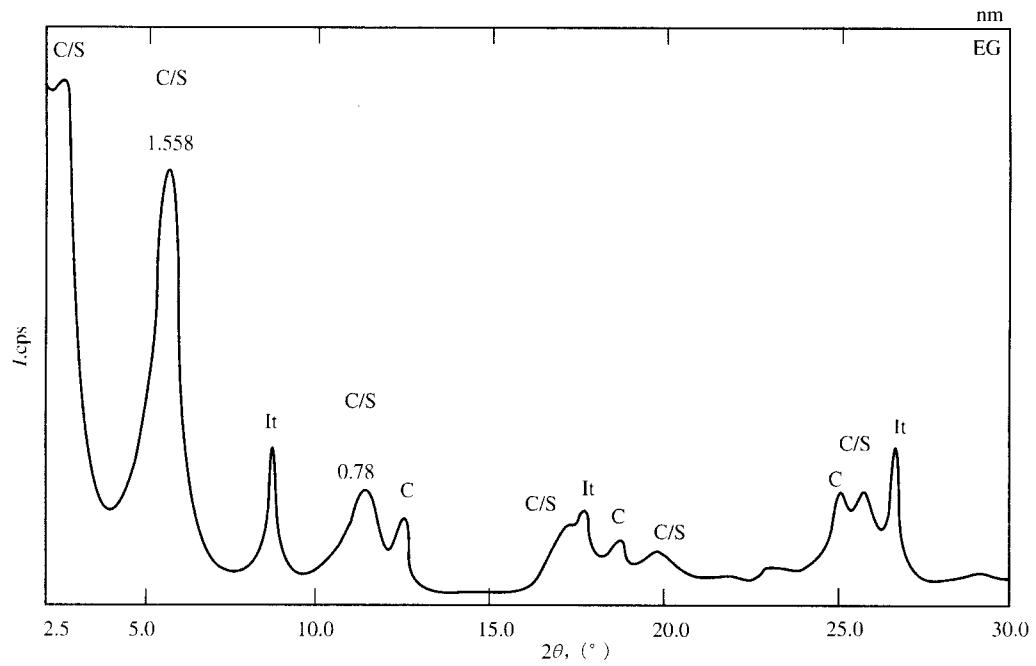


图 G.11 C/S 混层谱图

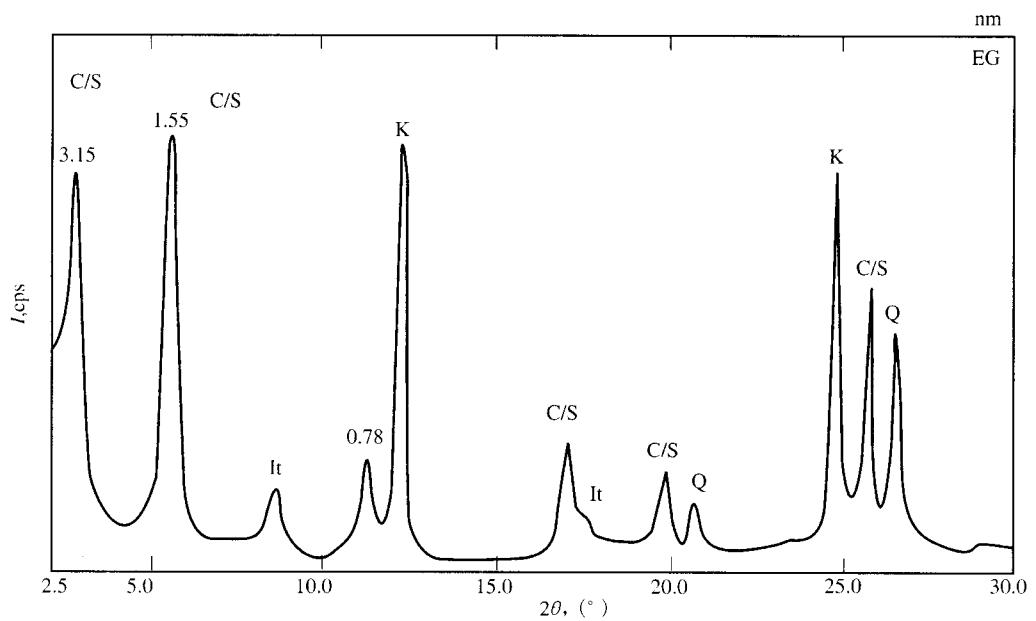


图 G.12 1:1 有序 C/S 混层谱图

中华人民共和国  
石油天然气行业标准  
**沉积岩中黏土矿物和常见非黏土矿物**

**X射线衍射分析方法**

SY/T 5163—2010

\*

石油工业出版社出版

(北京安定门外安华里二区一号楼)

石油工业出版社印刷厂排版印刷

新华书店北京发行所发行

\*

880×1230 毫米 16 开本 3 印张 89 千字 印 1—1500  
2010 年 9 月北京第 1 版 2010 年 9 月北京第 1 次印刷

书号：155021·6490 定价：22.00 元

**版权专有 不得翻印**