

现代海洋沉积物中膨胀型矿物X射线衍射分析样品的处理方法

郑开云 俞旭

(中国科学院海洋研究所) (山东化工学院)

现代海洋沉积物中,广泛发育膨胀型晶格矿物(蒙脱石、囊脱石和皂石等粘土矿物)及某些云母类硅酸盐层状矿物,常具膨胀型或混合型晶格。深海—远洋区这种类型的沉积矿物比例尤大。X射线衍射技术是研究这些矿物最主要的手段,要取得良好的实验结果,必须对试样进行两种预先处理。(1)高温处理,即通过加温的方法驱除吸附水、层间水、结晶水,导致晶格的破坏。从衍射图谱上分析这些矿物的晶格类型、单元结构层的收缩,从而获取定性、定量和晶体结构的信息。(2)有机化学溶剂处理,使有机分子渗入层间,促使单元结构层之间距离增大。从衍射图中得到有规律的基面反射,其衍射峰清晰可辨,强度也增加,这是研究膨胀型矿物十分重要的处理方法。

有机溶剂处理方法有“湿法”和“干法”两种。“湿法”是一种经典的方法,1924年就由Smith提出。半个多世纪来,应用这种方法已经成功地鉴别了许多膨胀型晶格矿物及其结构类型,积累了大量资料,但我国至今未见系统研究的报道。这种方法试样要浸润在某些有机络合物中,样品通常是湿的,故称“湿法”。“干法”是一种新的方法,由Rex等人提出,现在已列为深海钻探(DSDP)岩芯样品X射线衍射分析程序中不可缺少的一个步骤。这种方法可直接对衍射仪样品架上的样品进行处理,处理后很快干燥,故称“干法”。此法便于样品中所含各种矿物的定性和定量分析,并和未处理的样品进行同一实验条件下的对比,对研究工作质量的提高大有裨益。

现在我们把上述该方法的操作步骤,试剂的配备以及注意事项等叙述如下,供衍射仪分析膨胀型矿物时参考。

一、湿法

湿法最常用的又有甘油三相液法和乙二醇蒸汽法

两种。

1 甘油三相液法

取试样50毫克左右,置于离心管中,用0.5N的氯化镁溶液洗两次,再用1N的醋酸镁溶液洗两次,然后仍用0.5N氯化镁溶液洗两次,制得镁离子饱和的样品。

镁离子饱和的样品用蒸馏水洗一次,继用甲醇洗三次以除去水份,再用容积比10:1的苯-无水乙醇洗三次,然后用甘油三相液(7.2毫升甘油溶于160毫升无水乙醇再加入1600毫升苯)洗三次,每次用10毫升,最后用5毫升苯洗一次,加1毫升甲醇以溶解多余的苯,然后加数滴蒸馏水于离心管中,以防样品蒸发时变干,用吸管吸取1.5毫升,均匀铺于4.3×3.3厘米的玻璃片上(存放于盛有硝酸钙饱和液的干燥器中,相对湿度约50%)一昼夜后作X射线衍射分析。

2 乙二醇蒸汽法

镁离子饱和样品用蒸馏水洗二次后,再用吸管吸取1.5毫升均匀铺在4.3×3.3厘米的玻璃片上,稍干之后,将玻璃片置于一个底部盛有乙二醇液体的盒中(玻璃片放置于玻璃棒支架制成的支架上)盖严。然后加热盒子至60—65℃,恒温1小时,再将乙二醇饱和的样品移置于干燥器中,12个小时后做X射线衍射实验。

二、干法

目前深海钻探(DSDP)岩芯样品所用的主要试剂为胺(Amine)。用胺和稍微过量的醋酸混合,使之酸化,再加入适量的蒸馏水,pH值调至5或5以下,然后再用蒸馏水把混合液漂洗4—6次以除去过量的酸。若酸度过量,可用碳酸钠中和之,使pH值达6.5—7。再用双亚硫酸氢钠(Sodium bisulfide)加入混合溶液中洗去过量的胺,因为胺有氧化作用。

这种胺的醋酸盐(或蚁酸盐)是一种油状的液体,要在饱和双亚硫酸氢钠的器皿中保存。使用时须以10—20倍容积的异丙醇(isopropanol)或丙酮(acetone)稀释之。

使用时,只要把这种混合液直接滴入样品即可,而且很快干燥;衍射仪分析时,试样是干的。经过处理的蒙脱石一级基面反射可显示17.5—18Å的衍射峰。若试剂中酸度太大会出现15Å的假峰,这时只要把样品置于恒温箱内干燥(温度控制在105℃左右),这假峰就会消失。