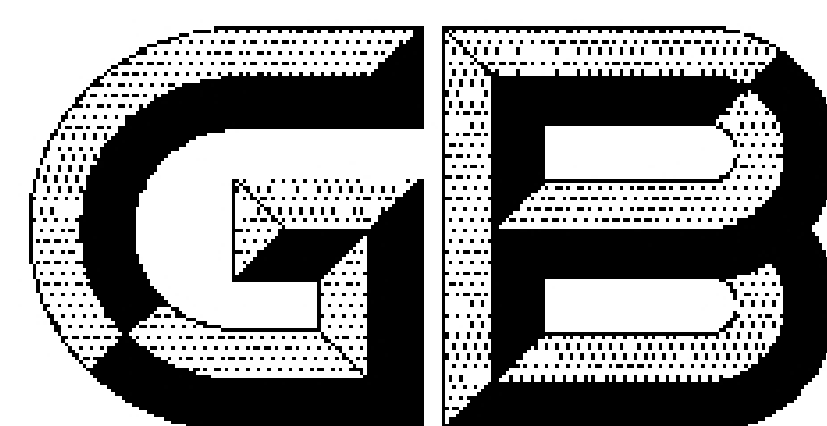




中华人民共和国国家标准

GB/T 36923—2018

珍珠粉鉴别方法 X 射线衍射分析法

Identification of pearl powder—X-ray diffraction analysis

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：浙江长生鸟健康科技股份有限公司、浙江华才检测技术有限公司、绍兴市标准化研究院、浙江长生鸟药业有限公司、浙江大学、上海市日用化学工业研究所。

本标准主要起草人：阮华君、廖杰、朱海英、唐长明、鲁超、斯广杰、李博斌、吕光烈。



珍珠粉鉴别方法 X 射线衍射分析法

1 范围

本标准规定了应用 X 射线衍射分析法鉴别珍珠粉的术语和定义、原理、检测方法、结果判定等。
本标准适用于淡水珍珠粉的定性鉴别。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

珍珠 pearl

瓣鳃纲软体动物体内经人为干预或自然形成的、由贝壳硬蛋白跟碳酸钙粘合的具有正交晶系文石结构的生物矿物体。

2.2

珍珠粉 pearl powder

由珍珠经过机械加工而成的粉末状物质。

2.3

贝壳粉 shell powder

由孕育珍珠的珍珠母贝贝壳去除角质层后经机械加工而成的粉末状物质。

注：贝壳粉又称蚌壳粉、珍珠母粉。



3 原理

利用 X 射线衍射物相定性分析方法判别有无掺杂其他杂质。利用珍珠粉和贝壳粉在特定温度区间相变动力学速率存在明显差异的特性，用 X 射线衍射定量分析方法测定热处理前后的方解石相含量区分鉴别珍珠粉及贝壳粉。

4 检测方法

4.1 仪器与材料

4.1.1 布拉格/布列坦诺(Bragg/Bretano)射线几何粉末 X 射线衍射仪或相当性能仪器，X 射线衍射仪应配有变温样品台附件或中温管状炉。

4.1.2 玛瑙研钵。

4.1.3 坩埚。

4.1.4 氩气：纯度不小于 99%。

4.2 珍珠粉物相结构测定

4.2.1 仪器的调试和校准及实验条件

按仪器使用说明进行调试和校准。布拉格/布列坦诺(Bragg/Bretano)射线几何粉末 X 射线衍射仪

实验条件参见附录 A。

4.2.2 样品预处理

待测样品先用玛瑙研钵研磨,再过 300 目筛子,制成 X 射线衍射(XRD)分析用样品。

4.2.3 样品测定

4.2.3.1 常温测定

将 $0.5\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 待测样品置于衍射仪样品台后均匀分布,做 $\theta/2\theta$ 扫描,用步进扫描方式采集衍射全谱,发散/散射(DS/SS) = 1° ,接收狭缝(RS) = $0.15\text{ mm} \sim 0.2\text{ mm}$,步长: 0.02° ,最强峰计数不低于 10 000, 2θ 扫描范围: $5^\circ \sim 90^\circ$ 。

4.2.3.2 热处理后测定

按以下步骤测定:

- 将 $0.5\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品放入变温样品台附件内,以 $30\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 $380\text{ }^\circ\text{C}$,保温 10 min 后降至室温;若 X 射线衍射仪未配有变温样品台附件,可将样品放置于坩埚内,在中温管状炉内通氩气,按本条件进行热处理;
- 置热处理后粉末样品于衍射仪上,按 4.2.3.1 方法测定。

4.2.4 数据处理/分析

4.2.4.1 物相定性分析

把实验衍射谱图数据导入数据分析软件,采用搜索/匹配(search/match)方法,对衍射谱图作物相鉴定。贝壳粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图参见图 B.1,珍珠粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图参见图 B.2,混有贝壳粉的珍珠粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图参见图 B.3。

4.2.4.2 物相定量分析

采用里脱吾特(Rietveld)全谱拟合定量分析软件,以所鉴定物相晶体结构模型进行全谱拟合定量分析。其中方解石(分子式: CaCO_3 ,三方晶系)参照无机晶体结构数据库(ICSD) #172232;文石(分子式: CaCO_3 ,正交晶系)参照无机晶体结构数据库(ICSD) #155197。

方解石相碳酸钙含量 $W_{\text{方解石}}$ 按式(1)计算:

$$W_{\text{方解石}} = \frac{S_{\text{方解石}} Z_{\text{方解石}} M_{\text{方解石}} V_{\text{方解石}}}{S_{\text{方解石}} (Z_{\text{方解石}} M_{\text{方解石}} V_{\text{方解石}}) + S_{\text{文石}} (Z_{\text{文石}} M_{\text{文石}} V_{\text{文石}})} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $W_{\text{方解石}}$ ——方解石相碳酸钙含量(质量分数), %;
- $S_{\text{方解石}}, S_{\text{文石}}$ ——方解石和文石的标度因子[里脱吾特(Rietveld)分析得到的相标度因子];
- $Z_{\text{方解石}}, Z_{\text{文石}}$ ——方解石和文石的晶胞中的化学式数;
- $M_{\text{方解石}}, M_{\text{文石}}$ ——方解石和文石的相对分子质量;
- $V_{\text{方解石}}, V_{\text{文石}}$ ——方解石和文石的单胞体积。



5 结果判定

5.1 非碳酸钙杂质判定

未经热处理的样品,检测到除文石和方解石外非碳酸钙其他物相,则可判定样品含有其他掺杂物,

如石英、滑石、正长石等。文石晶体结构图参见图 C.1,文石衍射图参见图 C.2。方解石晶体结构图参见图 C.3,方解石衍射图参见图 C.4。文石、方解石、石英、滑石、正长石等衍射图参见图 C.5。

5.2 非珍珠粉碳酸钙掺杂判定

未经热处理的样品,方解石相碳酸钙含量质量分数大于 4%,可判定样品为贝壳粉或掺有贝壳粉等非珍珠粉碳酸钙物质。

经热处理的样品,方解石相碳酸钙含量质量分数大于 10%,可判定样品中掺有贝壳粉。

附 录 A
(资料性附录)

布拉格/布列坦诺(Bragg/Bretano)射线几何粉末 X 射线衍射仪实验条件

A.1 仪器

布拉格/布列坦诺(Bragg/Bretano)射线几何粉末 X 射线衍射仪或相当性能仪器。

A.2 物相分析参考条件

物相分析参考条件如下：

- a) 辐射： $\text{CuK}\alpha$ ；
- b) 功率： $40\text{ kV}\times 40\text{ mA}$ ；
- c) 发散/散射(DS/SS)： 1° ；
- d) 接收狭缝(RS)： $0.15\text{ mm}\sim 0.2\text{ mm}$ 。

注：由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出物相分析的普遍参数。采用上述参数已被证实对测试是合适的。

A.3 扫描范围

做 $\theta/2\theta$ 扫描，用步进扫描方式采集衍射全谱，发散/散射(DS/SS) = 1° ，接收狭缝(RS) = $0.15\text{ mm}\sim 0.2\text{ mm}$ ，步长： 0.02° ，最强峰计数不低于 10 000， 2θ 扫描范围： $5^\circ\sim 90^\circ$ 。

A.4 数据处理

采用里脱吾特(Rietveld)全谱拟合定量分析软件，以所鉴定物相晶体结构模型进行全谱拟合定量分析。其中方解石参照无机晶体结构数据库(ICSD) # 172232；文石参照无机晶体结构数据库(ICSD) # 155197。

附 录 B
(资料性附录)
物相衍射图

贝壳粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图见图 B.1,珍珠粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图见图 B.2,混有贝壳粉的珍珠粉相变前后粉末 X 射线衍射图见图 B.3。

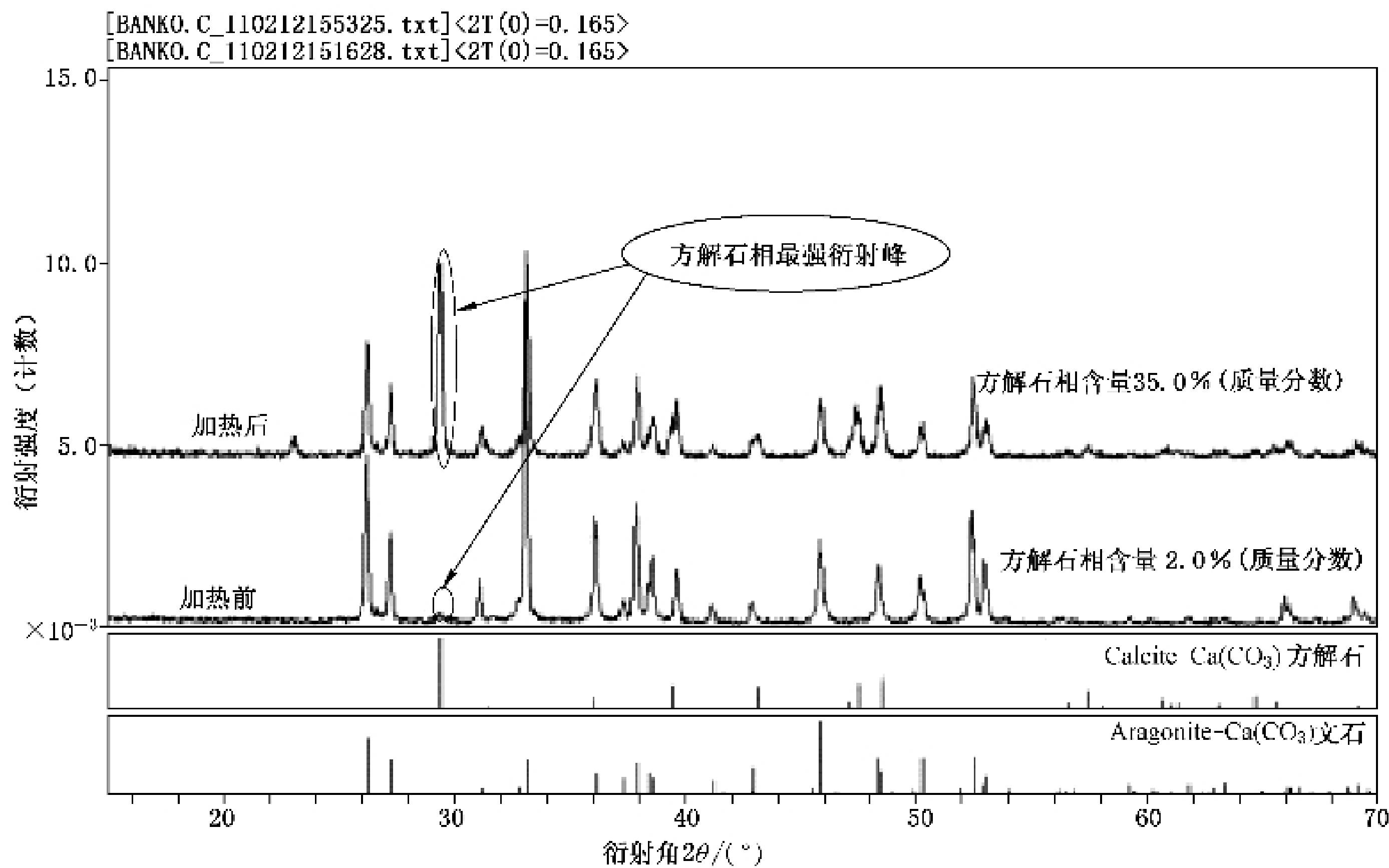


图 B.1 贝壳粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图

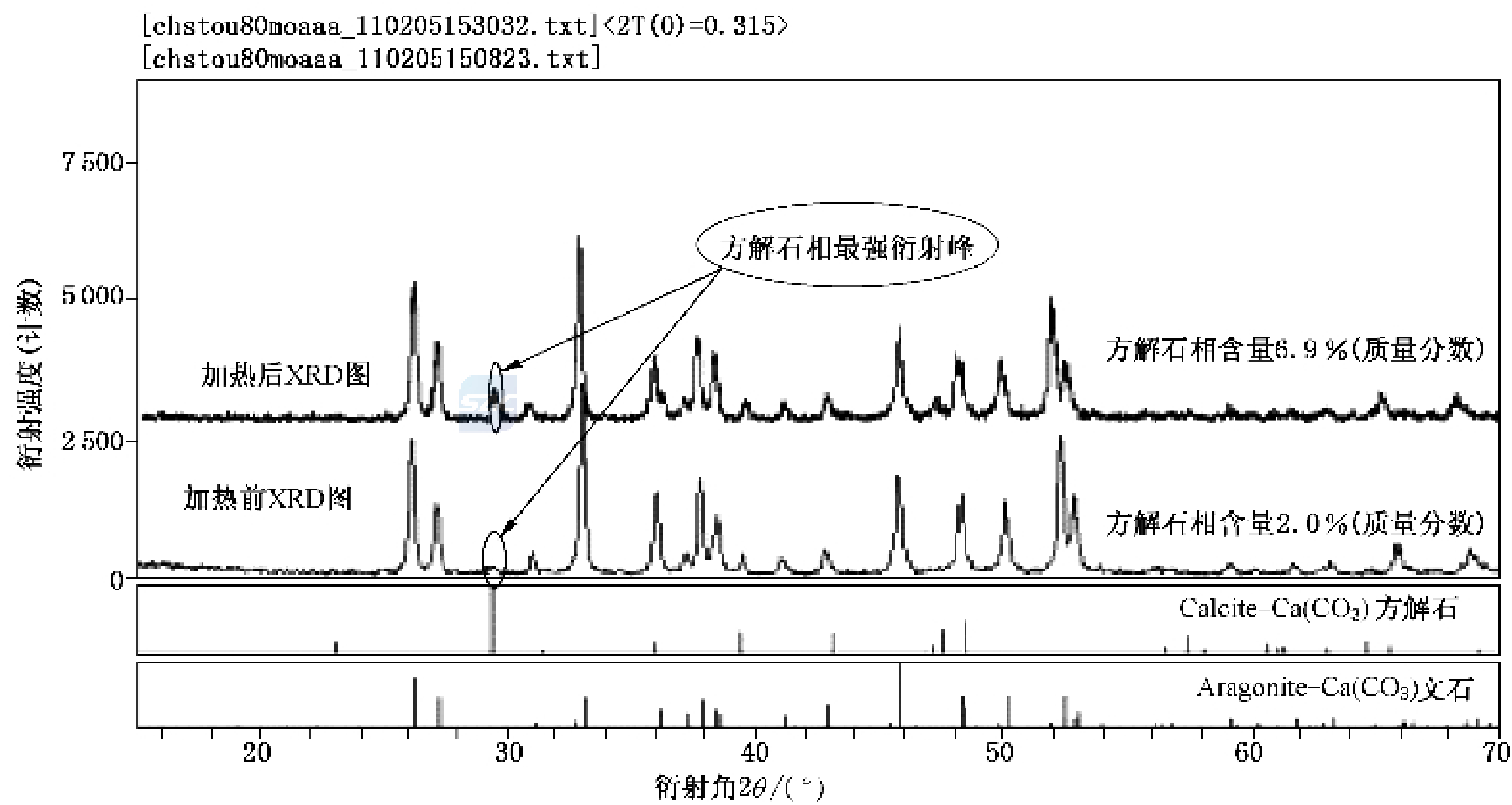


图 B.2 珍珠粉加热相变前后粉末 X 射线衍射图

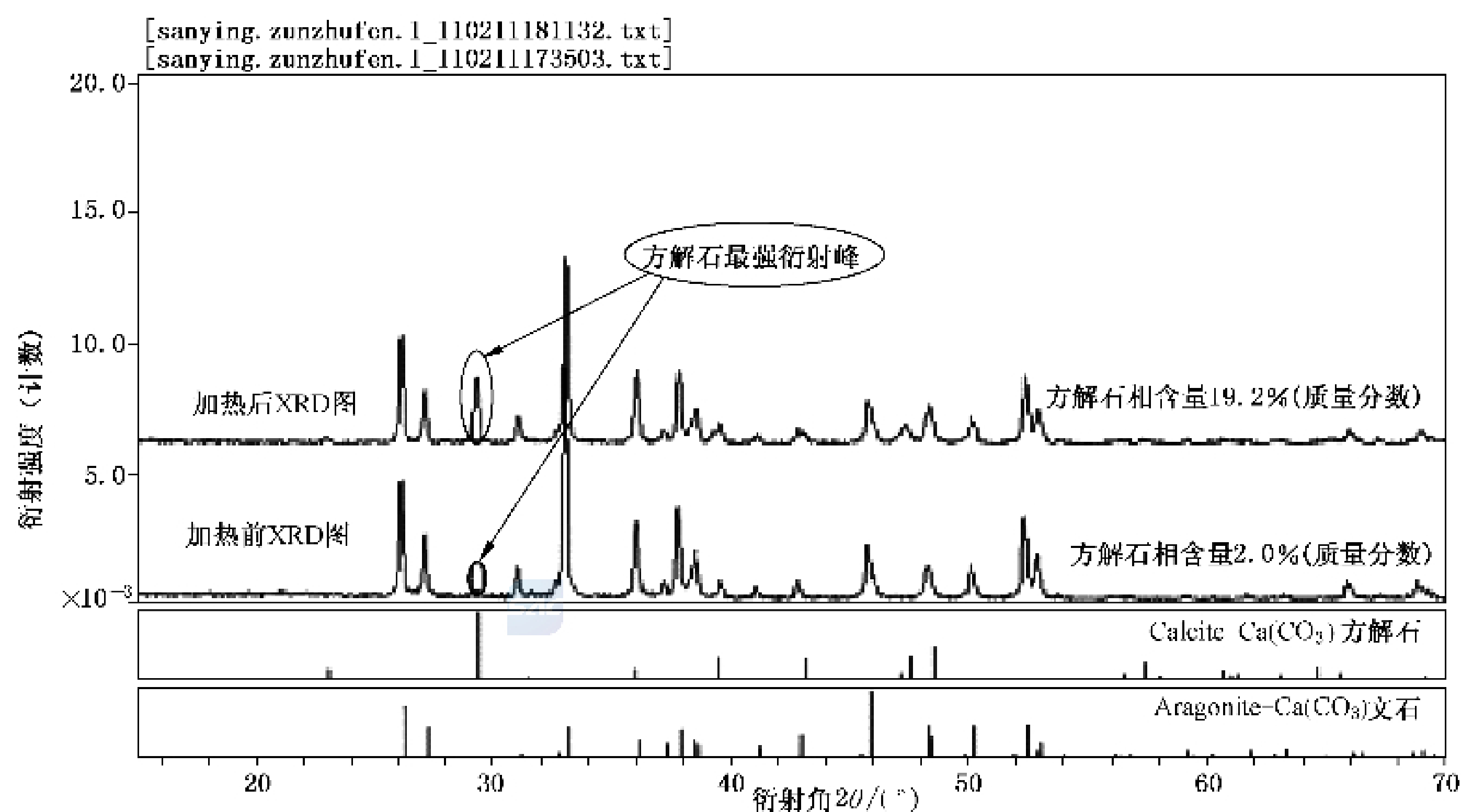


图 B.3 混有贝壳粉的珍珠粉相变前后粉末 X 射线衍射图

附录 C
(资料性附录)
文石、方解石晶体结构图

文石晶体结构图见图 C.1,文石衍射图见图 C.2。方解石晶体结构图见图 C.3,方解石衍射图见图 C.4。文石、方解石、石英、滑石、正长石等衍射图见图 C.5。

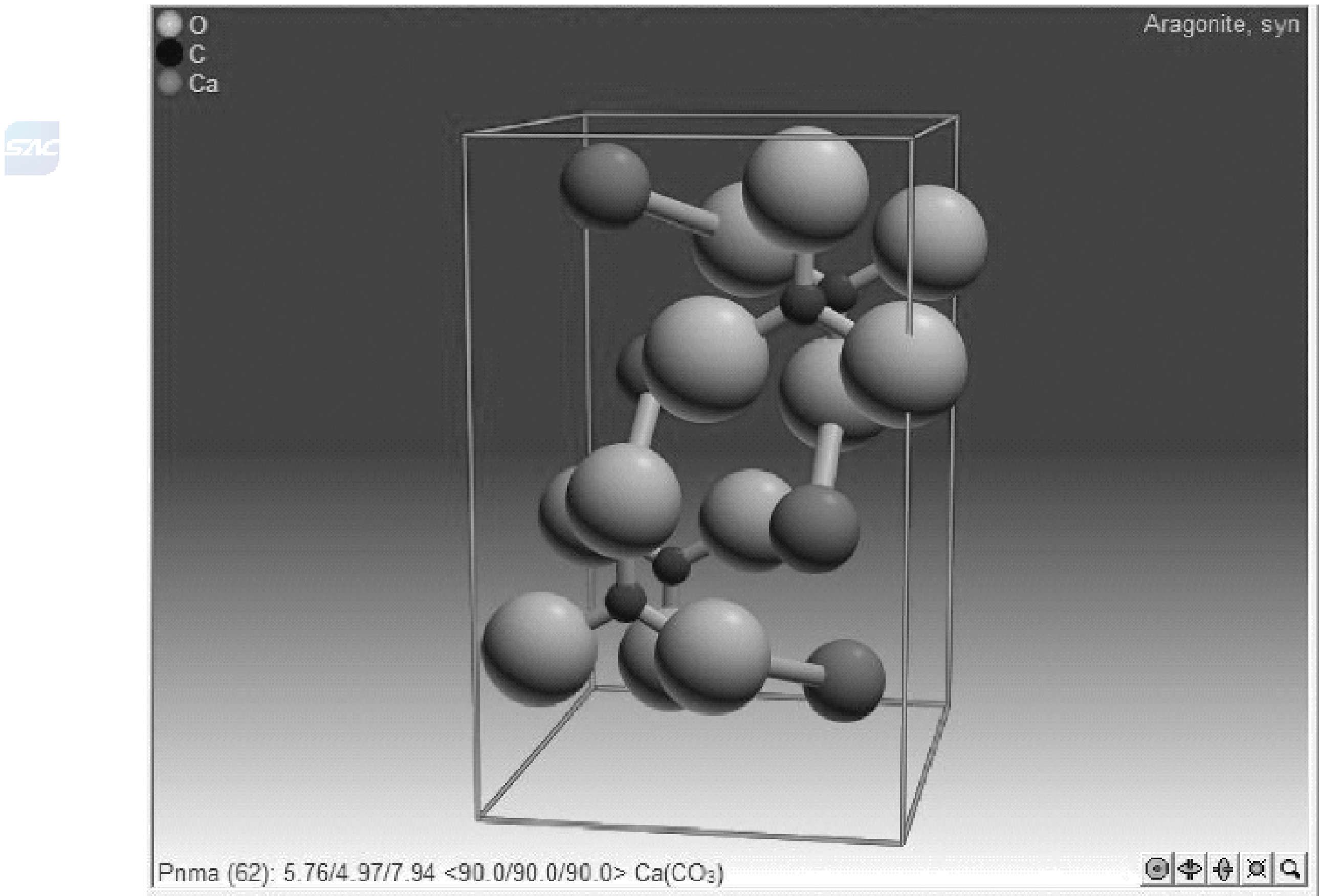


图 C.1 文石晶体结构图

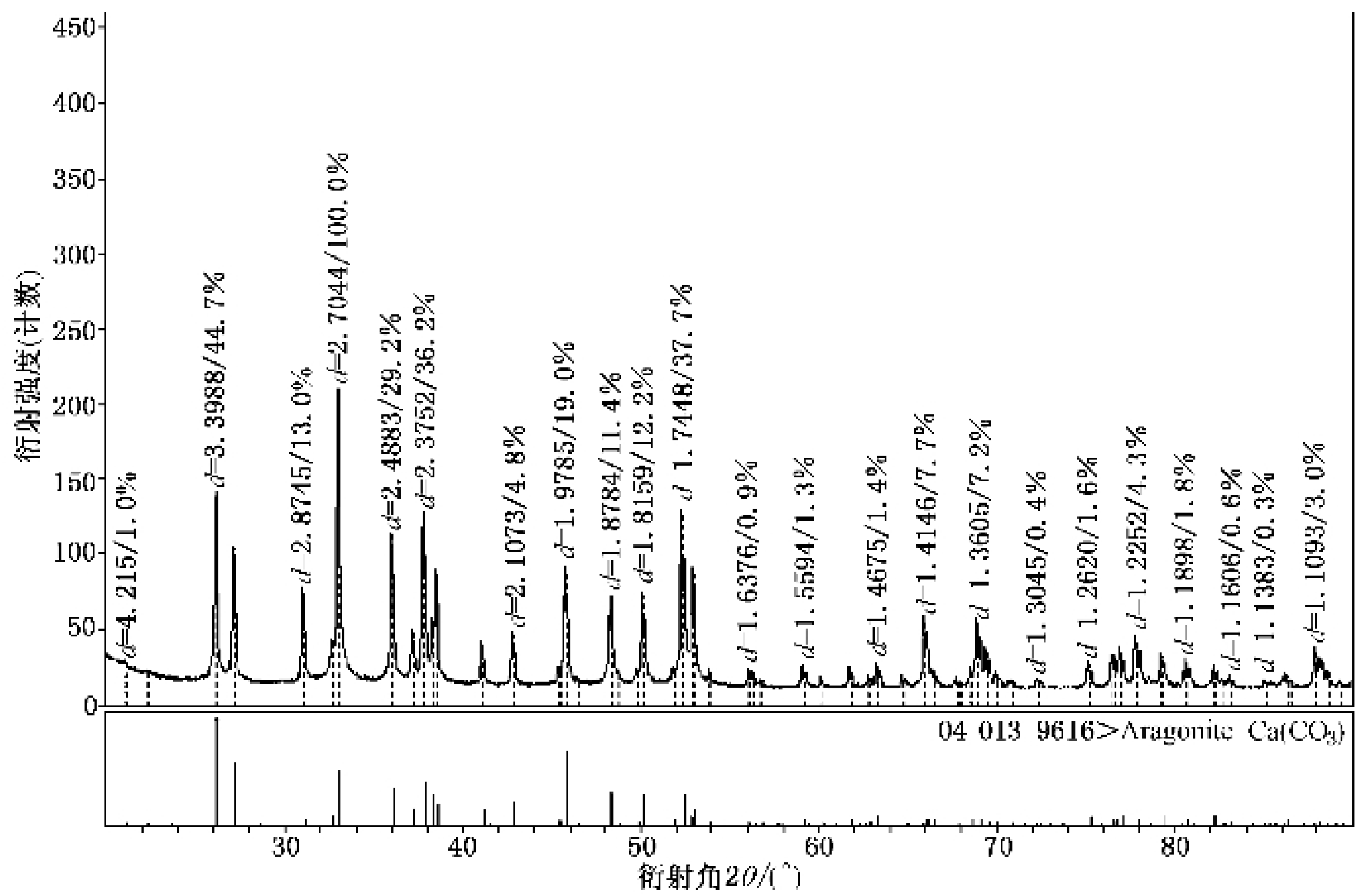


图 C.2 文石衍射图

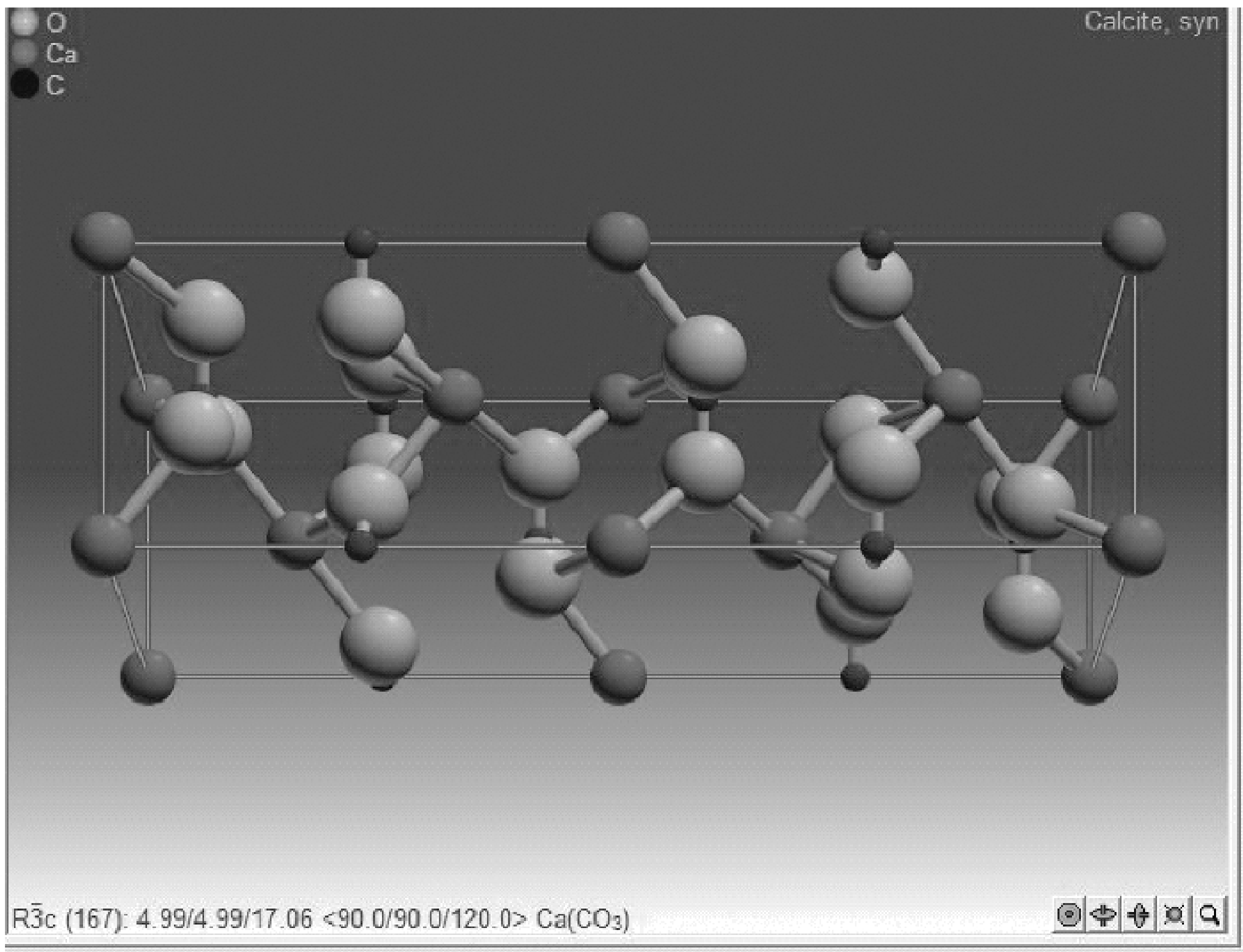


图 C.3 方解石晶体结构图

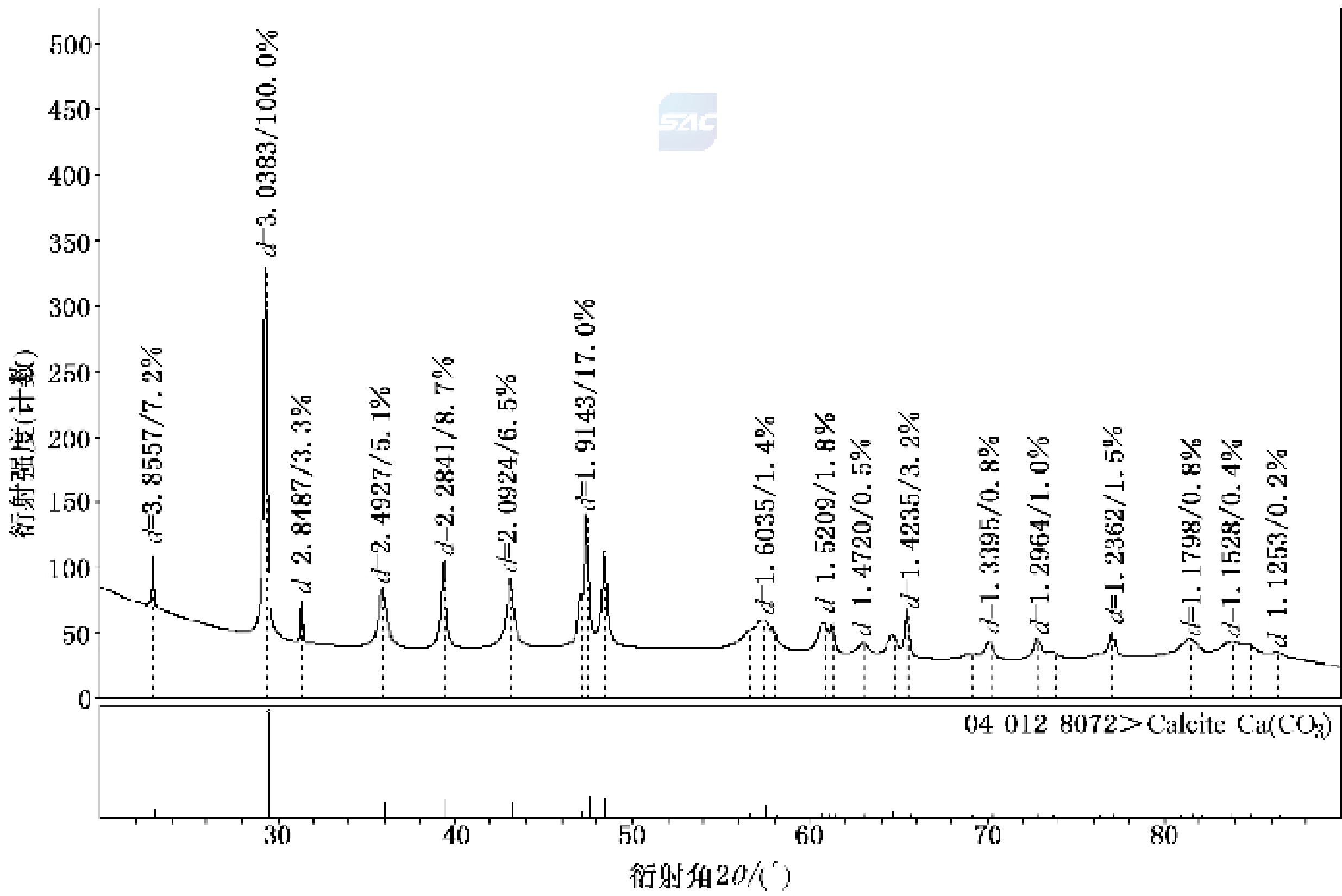
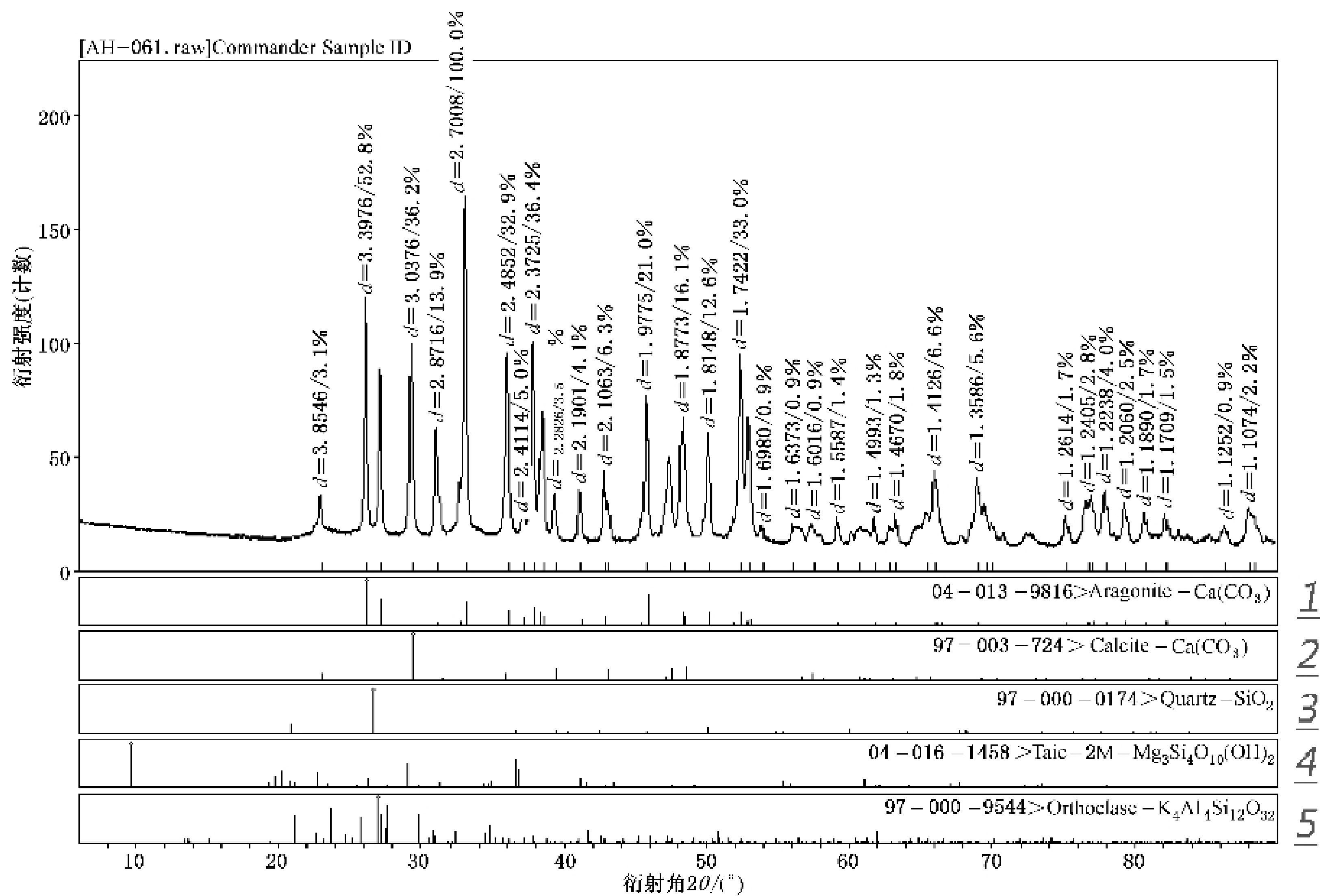


图 C.4 方解石衍射图



说明：

1——Aragonite- $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ 文石衍射图；

2——Calcite- $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ 方解石衍射图；

3——Quartz- SiO_2 石英衍射图；

4——Talc- $2\text{M}-\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ 滑石衍射图；

5——Orthoclase- $\text{K}_2\text{Al}_4\text{Si}_{12}\text{O}_{32}$ 正长石衍射图；

d ——晶界间距。

图 C.5 文石、方解石、石英、滑石、正长石等衍射图