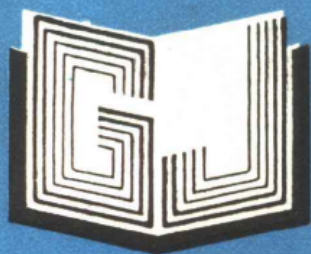


989444



高等学校教材

现代土工测试技术

河海大学 姜朴 主编



高等学校教材

现代土工测试技术

河海大学 姜朴 主编

中国水利水电出版社

内 容 提 要

本书介绍了土工试验的新近进展,书中选编了13种有代表性的试验项目,第一章至第十章为室内试验,第十一章至第十三章为原位试验。每项试验都讲述测试原理、仪器设备、测试方法、成果分析与应用。

本书供研究生作为土工测试课教材及高等土力学参考书,也可供从事岩土工程勘测、试验、设计、科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

现代土工测试技术/姜朴主编. —北京:中国水利水电出版社, 1996. 7

高等学校教材

ISBN 7-80124-199-1

I. 现… II. 姜… III. 土工试验-高等学校-教材 W. TU41

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 10280 号

书 名	高等学校教材 现代土工测试技术
作 者	河海大学 姜朴 主编
出 版	中国水利水电出版社 (北京市三里河路 6 号 100044)
发 行	新华书店北京发行所
经 售	全国各地新华书店
排 版	中国水利水电出版社微机排版中心
印 刷	北京市朝阳区小红门印刷厂
规 格	787×1092 毫米 16 开本 11.5 印张 265 千字
版 次	1997 年 6 月第一版 1997 年 6 月北京第一次印刷
印 数	001—410 册
定 价	9.00 元

前 言

本书供研究生作为土工试验教材及高等土力学参考书，书中介绍新近发展的土工试验测试方法，选定 13 种有代表性的试验项目，讲述试验原理、仪器设备、测试方法以及成果分析与应用。各章由各校教师编写，个别项目由科研单位的专家编写，编写人如下：第一章，方开泽（河海大学）；第二章，王正宏（华北水利学院研究生部）；第三章，刘开明（成都科技大学）；第四章和第十一章，李明逵（浙江大学）；第五章，李广信（清华大学）；第六章，谢定义（西安理工大学）；绪论、第七章和第八章，姜朴（河海大学）；第九章，包承纲（长江科学院）；第十章，陆士强（武汉水利电力大学）；第十二章，张诚厚（南京水利科学研究院）；第十三章，陈云敏（浙江大学）。

本书由河海大学姜朴主编，方涤华协助校阅部分书稿，南京水利科学研究院宴宜主审。本书也可供从事岩土工程研究和试验人员参考。

由于编者水平有限，加之时间仓促，书中难免存在错误、缺点或不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者

1996 年 4 月

E AB9710607

目 录

前 言

绪 论	1
第一章 粘土矿物分析试验	5
第一节 概述	5
第二节 x 射线衍射分析法	7
第三节 差热分析	12
第四节 比表面积测定	15
第二章 连续加荷固结试验	17
第一节 连续加荷试验方法的提出	17
第二节 试验原理和计算	18
第三节 试验设备和试验方法	23
第四节 试验成果及评价	25
第五节 对几个问题的探讨	28
第六节 对连续加荷法的总评价	32
第三章 大型高压三轴试验	33
第一节 试验目的	33
第二节 三轴试验原理及特点	33
第三节 大型高压三轴仪的主要构造	34
第四节 大型高压三轴试验中的有关问题	38
第五节 试验成果整理与分析	40
第四章 应力路径试验	44
第一节 应力路径的基本概念和表示法	44
第二节 应力路径试验	46
第五章 真三轴试验	57
第一节 概述	57
第二节 真三轴仪简介	58
第三节 真三轴试验成果简介	64
第六章 动三轴试验	69
第一节 试验目的	69
第二节 试验原理	69
第三节 试验设备	75
第四节 试验方法	76
第五节 试验成果	78

第七章	共振柱试验	81
第一节	共振柱原理	81
第二节	试验仪器	89
第三节	试验方法	90
第四节	试验成果	91
第八章	土中的声发射检测	96
第一节	声发射检测的基本原理	96
第二节	声发射检测设备	98
第三节	各种土中声发射反应的特性及影响因素	99
第四节	声发射检测在土工中的应用	105
第五节	声发射检测的步骤	108
第九章	离心模型试验	111
第一节	概述	111
第二节	离心模型试验的基本原理	112
第三节	离心模型试验的比尺关系	114
第四节	离心模型试验的误差问题	116
第五节	土工离心模型试验设备	118
第六节	离心模型试验的应用	121
第十章	土工织物试验	125
第一节	物理性试验	125
第二节	水力学性试验	127
第三节	力学性试验	130
第十一章	旁压试验	138
第一节	概述	138
第二节	旁压试验原理	138
第三节	预钻式旁压仪的构造原理和测试方法	143
第四节	预钻式旁压试验的测试结果及其应用	145
第五节	自钻式旁压试验	149
第十二章	孔压静力触探试验	152
第一节	静力触探试验的发展及孔压静力触探试验的提出	152
第二节	工作原理及不等面积的修正	152
第三节	仪器设备、操作步骤及测量中的主要影响因素	154
第四节	土类鉴别	156
第五节	测定固结系数	159
第六节	确定不排水抗剪强度	162
第七节	先期固结压力的推求	163
第十三章	原位波速法试验	165
第一节	跨孔法	165

第二节 表面波法	168
第三节 原位波速法的应用	174
参考文献	178

绪 论

土工问题的研究需要有土力学理论知识,也需要对土的性质进行深入了解。土是一种复杂的天然产物,其力学性质与生成条件、应力历史、应力大小、加荷速率、排水条件等许多因素有关,要正确了解工程中的土工问题,必须采取有代表性的、扰动少的原状试样进行符合实际情况的室内试验或在原位土层中进行现场试验,取得可靠的参数,作为理论计算分析的依据。尽管在工程实践中土工试验已经起了很重要的作用,但是直到目前,在土工试验中,试件的受力情况还只能作很大的简化,不能完全反映实际情况,测试技术有待提高。随着高土石坝和高层建筑等大型工程的建造,土性质的理论研究和数值计算工作有了很快的发展,促使土工试验改进测试技术、提高测试精度、研制新型试验仪器、进行不同应力状态和应力路径的试验,以适应日益增长的需要。这些新型的土工试验设备大多比常规土工试验仪器构造复杂,操作技术要求高,不可能取代工程中常用的土工试验方法。但是通过这类试验可以了解土性质在各种情况下的变化规律以及常规试验不能考虑这些因素的影响程度,用以解决复杂的工程问题和对常规测试结果作出判断,使计算分析更能符合实际。本书目的是介绍新近发展的土工试验测试方法,作为研究生的土工试验教材和高等土力学参考书。由于土工试验的发展很快,文献资料很多,书中根据我国土工试验研究的发展现状,选择十三种有代表性的项目编写,讲解这些项目的试验原理、仪器设备、测试方法、成果分析及应用,增进读者现代土工试验的知识,其中有些项目可以视各校设备情况,适当安排教学实验,以掌握一些新的土工试验技能。

为了便于读者较全面地了解土工测试的进展,以下按各章顺序分别对本书各项试验,作一简要概述。对于书中未包括的试验项目,读者可查阅专门的文献资料。

要提高和加深对影响土工程性质各种因素的认识,解释和说明土的性状,必须了解土的矿物成分、孔隙溶液以及它们之间的相互作用。虽然目前还不能根据土的矿物成分定量确定其工程性质,但是土矿物是控制土粒大小、形状和土的物理力学性质的重要因素,尤其粘土矿物对土性状的影响程度,远超过土中含量较多的其它矿物成分,因此,粘土矿物成分的测定已成为研究土基本性质的试验项目。在电子显微镜出现之前,研究微小粒径粘土颗粒的详细结构是不可能的。现在有了电子显微镜以及x-射线衍射法、差热分析技术,加深对粘土的研究,根据结构分析将其矿物成分划分成几类。本书中编入了这两种试验。

固结试验是测试土压缩性和压缩时间关系的基本试验,通常采用分级加荷的试验方法,一个试样往往需要10 d以上才能完成,而且这样在一级压力下,固定历时的加荷方式与实际土层的受力情况也不一样。因此出现了能大大缩短试验时间的连续加荷固结试验方法。虽然目前在应用上还不普遍,方法上还存在一些问题待改进完善,但是不论从理论上还是实用上,该方法都有其优越性,有可能取代一些常规固结试验。本书中论述了控制梯度法、恒加荷率法和恒应变率法三种连续加荷固结试验方法。

三轴试验经过数十年的不断改进和发展,至今已成为研究土的变形和强度的主要试验

方法。现代三轴仪的性能精良，用微机自动采集和处理测试数据。随着测试要求提高，测试范围扩大，国内外研制了多种功能的三轴仪，如高压大型三轴仪、控制应力路径的三轴仪、真三轴仪。本书介绍了这三种不同功能的三轴试验。

由试验得知，在高压下由于土的颗粒破碎和剪胀性受到限制等原因，强度包线呈明显的弯曲，变形特性也与低压力时不同，因而通常三轴仪的围压在 1 MPa 以内，已不能满足高土石坝等工程高应力水平的要求。目前我国已有围压达到 6 MPa 以上的高压三轴仪，用于高围压下的三轴试验。通常三轴仪的试样直径最大为 101 mm，容许测试的试样最大颗粒不超过 20 mm。对于土石坝中宽级配心墙土料和堆石料，只能用剔除超粒径的替代料（用容许的较粗粒料替代剔除的超粒径料，不改变原来的较细土料含量）试验。由于堆石坝中的石块太大，这样的替代料不能正确表现原级配料的变形规律，据试验研究，试样的直径至少要 300 mm。至今测试堆石料的大型三轴仪试样最大直径为 1.2 m，我国已有试样直径为 500 mm、700 mm 的大型三轴仪。大型高压三轴仪试验操作和测试结果，都与通常三轴仪有很多不同之处。

土的变形不仅与应力的大小有关，而且与加荷的应力路径有关，由不同有效应力路径试验测得的应力—应变关系完全不同。通常三轴试验不能模拟实际土层中的应力路径，为了研究不同应力路径对土的强度和变形的影响，国内外已有多种用微机控制的加荷应力路径的三轴仪，用于研究复杂应力条件下土的本构关系。

在通常三轴试验中，圆柱试样受力是轴对称的，中主应力等于小主应力（轴向压缩）或等于大主应力（轴向伸长），在排水或不排水条件下所得到的应力—应变关系，二者相差很大，表明中主应力的影响不容忽视。三轴试验若要独立改变三个主应力的方向，就要用立方体试样的真三轴仪。真三轴仪和三轴仪都有 50 多年历史，但是真三轴仪由于构造复杂、操作不便，发展缓慢，近 20 多年才由于土的本构关系研究而受到重视，并不断改进，出现了多种型式的真三轴仪。真三轴仪只能控制三个主应力的方向，不能改变主应力的方向。若研究主应力方向转动对土变形特性的影响，可采用空心圆筒试样扭剪仪，通过施加试样的内外侧面的液压和顶端压力与扭矩，改变主应力的方向。

土动力性质与静力性质的重要差别是要考虑加荷速率与加荷次数的影响，而且土动力问题研究的应变范围大，从 10^{-6} 到 10^{-2} 。土的室内动力试验根据应变的大小可以分为大应变试验与小应变试验。前者有动三轴试验、动单剪试验和动扭剪试验等周期加荷的室内试验，用于测试土在大应变时动弹性模量（或剪切模量）、阻尼比、土的动强度（或液化剪应力）以及振动时孔隙水应力增长规律；后者有共振柱试验和超声波脉冲试验，用于测试小应变时的动弹性模量和阻尼比。自 60 年代以来，土工抗震研究发展很快，也促使土动力试验的发展。本书选取动三轴试验和共振柱试验两个应用较广、测试成果较多的项目，介绍试验原理及资料分析。

声发射技术是一种无损检测方法。50 年代就有了专门仪器检测材料因受力变形或断裂引起的声发射信号，确定声发射源的位置和损伤程度，应用于矿业、建筑等工业领域。70 年代开始用于土工测试、仪器的制造和测试技术都有了很大发展，从室内研究土体的变形和破坏，到野外检测土坡滑动、渗流变形、水力劈裂等突发的破坏问题。这种方法对金属材料及岩石等脆性材料应用很成功，但在土工问题中还处于研究阶段，现今已有的成果还

没有在工程中得到广泛的应用。本书中介绍这方法的基本知识和应用研究。

土工离心机模型试验从 30 年代开始,但到 60 年代中期才随着土工数值计算方法的发展,成为土工问题研究的重要手段。在土工问题中,土体自重几乎无一不是主要的荷载,土的变形与稳定都与其自重应力密切相关。离心机试验的优越性在于能提高模型的自重应力达到原体的应力水平,满足相似率的要求,在这种条件下观察试验,得知在原体中将发生的各种性状。目前,很多国家已建造了许多大、中、小型土工试验离心机,近年离心机土工模型试验的成果很多。我国水利科学研究院研制的大型土工离心模型试验机最大转动半径 5 m,最大加速度 300 g,有效负载 1.5 t,规模为世界第四位,可模拟 150~200 m 高的土工结构物试验观测。本书对离心机模型试验的原理和应用实例,作了简要介绍。

土工织物作为一种新型建筑材料,被应用于岩土工程已有 30 多年历史,它能用于过滤、排水、隔离、加筋补强、护坡。由于其成本较低,运输和施工方便,现已在各种工程领域迅速扩大应用,产品品种也日益增多。但是这种材料是由高分子聚合物制成,性能多变,而且埋在土中与土相互作用的机理复杂,至今还没有统一的测试标准和设计方法。土工织物的性能测试包括材料的物理力学性质和材料与土相互作用特性。材料性质试验如孔径、渗透系数、拉伸、撕裂、顶破、刺破、胀破,大多沿用纺织品测试方法,还没有成为土工专用的土工织物试验方法。至于土与织物相互作用的试验更不完备(如剪切摩擦、拉拔摩擦、淤堵、防水、防漏细粒土等),虽然能为工程设计需要提供一些测试数据,但是不论是仪器还是方法都还不成熟,仍处于研究试验阶段。本书根据国内外现有的经验,介绍几种主要的试验方法及新近发展,从中可以了解在这一领域的测试工作。

室内土工试验能在控制的条件下对试样试验,测试其变形与强度,但是从现场土层中钻取土样时和试验操作时扰动的影响,试样的测试结果往往不能代表原位土的性状,因此原位土工试验以其减少扰动和节省费用而受到重视,测试设备和方法不断改进,资料分析和应用的研究不断完善,至今已成为发展很快的土工测试方法,其成果已被广泛应用。常用的原位试验方法有标准贯入试验、静力触探试验、十字板剪切试验、旁压试验以及波速法试验。本书因篇幅限制,只介绍旁压试验、静力触探试验和原位波速法试验三种新近有较大进展的试验。

自从 30 年代出现最早的旁压仪以来,已经有了多种不同型式的旁压仪,最值得注意的是自钻式旁压仪的发展,这种旁压仪减少因钻孔改变孔壁土体的天然应力状态的影响,使测试精度提高。关于旁压仪试验的机理研究,测试数据的分析和应用,理论的和实验的研究成果都很多。这种试验在实际工程中能对基础设计提供有用的参数。

静力触探试验在工程中也已应用很久,积累了丰富的经验,现代静力触探仪是电测的,近 10 年国外发展了孔压静力触探仪,因其比过去的静力触探仪有较多的优点,已经被迅速推广。我国也已开始这项研究,并用于实际工程中确定土层夹层位置和地下水位、估计固结系数,取得了重要的成果。这种试验有良好的发展前景。

原位波速法起源于物探中的地震法,随着土工抗震研究的发展,在土体勘探中应用增多,至今已成为主要的原位土动力测试方法,包括钻孔波速法和表面波速法两大类。测试设备、方法和理论分析近年都取得重大进展,并且从过去只用于确定土的动力变形参数,扩大到用于研究砂土层液化可能性和检测地基的加固效果,应用范围日益广泛。本书重点介

绍两类方法中目前研究较多的跨孔法和表面波谱分析法。

土石坝和建筑物地基在施工和运用期间是否稳定和安全，要通过原位观测来了解。土工问题的理论分析和设计计算，由于有种种简化与假定，计算分析的结果不一定与实际相符，尤其新发展的计算方法和施工技术，没有使用经验，原位观测就非常重要。根据施工中的观测资料，可以掌握土体变形的趋势，发现有无险情等异常现象，以便修改设计，采取施工措施，确保土体安全，防止工程事故。根据长期积累的观测资料，不仅可以确定工程是否安全运用，而且可以检验计算理论和方法的可靠性，对岩土工程的发展有不可替代的作用。因此，原位土工观测一直受到重视，观测设备、观测方法和资料分析都有了很大的发展，特别是在土石坝和软土地基中应用很广，已有丰富的经验，观测项目主要有土体表面位移、土体内沉降与水平位移、孔隙水压力、土压力、坝体浸润线和渗流量。土工原位观测的原理与土工试验相近，但其设备和观测方法却有很大不同，由于观测的项目多，本书受篇幅限制不能对这一重要问题进行讲解，读者可阅读有关专著。

本书各章编写都引用了很多文献资料，限于篇幅不能把参考文献目录全部列出，只在书末选录其中一部分有代表性的文献名称供读者查阅。

第一章 粘土矿物分析试验

第一节 概 述

土中的矿物成分与颗粒大小之间存在明显的内在联系、较粗大的颗粒大多由石英、长石、云母等原生矿物组成，这类矿物可用放大镜通过肉眼进行鉴别，而细小颗粒绝大多数为次生矿物。

次生矿物是由原生矿物进一步因氧化、水化、水解及溶解等化学风化作用而形成的新矿物，这类矿物在土中最常见的有粘土矿物、倍半氧化物（三氧化二铝 Al_2O_3 、三氧化二铁 Fe_2O_3 等）及次生二氧化硅 SiO_2 等。

粘土矿物是次生矿物中数量最多的矿物，主要是由各种硅酸盐矿物分解形成的含水铝硅酸盐矿物，其颗粒极细，一般粒径均小于 $5\text{ }\mu\text{m}$ ，是构成土中粘粒的主要成分，它在土中的相对含量即使不占优势，但对土的工程性质影响极大，表现出明显的控制作用。通常进行的矿物分析主要是指这一部分矿物而言。

粘土矿物的种类繁多，可分为晶质和非晶质两大类，其中绝大多数为晶质，只有少数为非晶质，如水铝英石。晶质矿物是指组成矿物的原子、离子在空间作规则的排列而构成的，组成晶体的基本结构单元是硅氧四面体层和铝氧八面体层，如图 1-1 所示。土中最常见的粘土矿物类型有高岭石、蒙脱石和伊里石。高岭石是由一层四面体和一层八面体相互叠结而成。蒙脱石则为两层四面体中间夹一层八面体组成一个晶胞，晶胞之间的联接力很弱，水分子极易进入，故有遇水膨胀的特性。伊里石如同蒙脱石一样也是三层结构，所不同的是晶胞之间有钾离子存在，故联接力较强。图 1-2 是三种主要粘土矿物的结构示意图。由于不同离子的同象置换作用会形成一系列类质同象矿物，除了层状结构以外还有一些矿物是呈链状结构联接的。至于非晶质矿物可以认为是由四面体、八面体不规则排列所构成的。

由于粘土矿物的种类繁多，性质各异，因之可用来鉴定粘土矿物的方法也很多，常用的分析方法有 x 射线衍射分析、差热分析、阳离子交换量测定、化学全量分析、比表面积测定、红外线光谱分析、电子显微镜摄影及染色法等，简要介绍如下。

x 射线衍射分析是利用 x 射线衍射原理来分析物质成分和研究物质内部微观结构的一门技术科学，随着 x 射线衍射理论的不断发展和实验手段的不断提高，目前已有带电子计

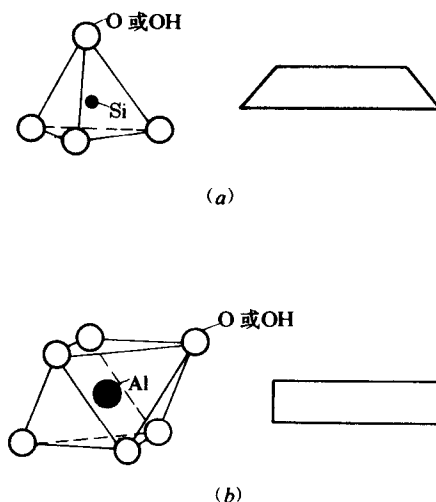


图 1-1 硅氧四面体层和铝氧八面体层结构示意图

(a) 单个硅氧四面体及四面体层示意图；

(b) 单个铝氧八面体及八面体层示意图

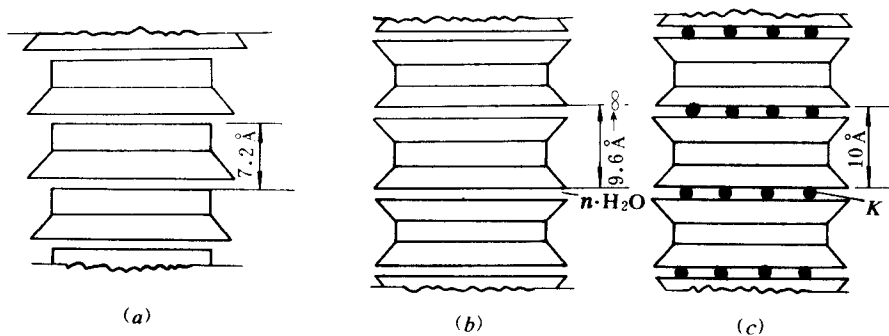


图 1-2 主要粘土矿物结构示意图

(a) 高岭石; (b) 蒙脱石; (c) 伊里石

算机可自动处理试验数据的先进 x 射线衍射仪。

差热分析也是鉴定粘土矿物的一种常用方法，它是以不同矿物在加热过程中产生不同的热反应（吸热或放热）为基础的。不同的矿物在不同温度时反映出不同的吸热谷和放热峰，通过对比作出鉴别。

不同的粘土矿物其阳离子交换容量、比表面积及化学成分均不相同，最常见的粘土矿物的参考值见表 1-1；通过化学分析试验，得出有关数据，与一些典型的参数进行对比作出判断。

表 1-1 几种主要粘土矿物鉴定一览表

矿 物 名 称	比表面积 (m ² /g)	阳离子交换量 (me/100g)	化学分析的数据
高岭石类	7~30	3~15	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ ≈2 Al ₂ O ₃ ≈40% 无 K ₂ O
伊里石类 (水云母)	67~100	10~40	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ ≈3 K ₂ O≥6%
蒙脱石类	总表面积 810 内表面积 700~760 外表面积 15~100	80~150	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ ≈4 K ₂ O<1% MgO=20%~25%
绿泥石类		10~40	K ₂ O<1% Fe ₂ O ₃ =6%~8% (有的可达 10%~20%)
水铝英石	260~300	50~60	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ ≈1

不同的粘土矿物吸收红外线光谱和波数范围是不同的，红外线光谱分析就是利用此原理建立起来的，一些非晶质矿物用 x 射线法往往效果不佳，而用此法则很有效，如水铝英石能吸收的红外光波波数为 3400~3500 (1/cm) 及 1000~1100 (1/cm)。

电子显微镜的放大倍率已可达几万倍甚至几十万倍，通过对粘土矿物的直接观察或照相，可观察其颗粒大小、形状、厚薄等外部特征，以此来鉴别粘土矿物的类型，同时它也是研究粘土微观结构的有力手段。

染色法是用有机染料色剂（如孔雀石绿、二氨基联苯）对粘土进行染色，不同的矿物对各种色剂的反应不同，有的不能染色，有的被染，颜色也有深浅不同，以此来鉴别不同的矿物。此法简便易行，但土中的矿物组成复杂，且往往带有一定的颜色，如红色粘土，故难以获得满意的结果。

本试验将介绍 x 射线衍射分析及差热分析两种方法以及比表面积测定，读者可根据自己的仪器设备条件选择某种方法进行操作试验。

第二节 x 射线衍射分析法

一、x 射线分析原理

x 射线是一种波长范围为 $0.01 \sim 100 \text{ \AA}$ 的电磁波， $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ 。矿物晶体结构中的原子间距正好在此范围之内，故可用一定波长的 x 射线来穿透晶体结构进行物相分析。x 射线可以由 x 射线管产生，它是以高速电子流轰击金属靶的方式获得的，不同的金属靶能产生不同波长的 x 射线，矿物分析最常用的是铜靶，波长为 $1.5418 \text{ \AA}$ ，还有铁靶，波长为 $1.9373 \text{ \AA}$ 。

任何一种晶体都是由原子在三度空间里呈周期性排列而成，表示晶体构造这种规律的几何图形就是晶格。晶格中排列在同一平面上的原子组成晶面，相邻的平行晶面之间的距离称晶面间距，它是 x 射线分析鉴定矿物的主要参数。各种矿物不同的晶格构造特征反映在不同的一组晶面间距上。

单一波长的 x 射线射入晶体后，晶体中的原子由于 x 射线的射入，周围的电子会引起振动，也将 x 射线散射出来，散射出来的射线会产生干涉现象，干涉的结果可使 x 射线相互叠加而增强或者相互抵消而减弱，而最大程度的增强叫做衍射。根据光学原理，干涉现象是由于不同光源射出的光线之间存在行程差而引起的，只有当行程差等于波长的整数倍时，光波才能叠加而增强，否则是相互抵消而削弱。

在层状构造的晶体矿物中，只有在相邻晶面射出的次生 x 射线的行程差等于波长的整数倍时，才能叠加成为衍射线。

如图 1-3 所示， P_1 、 P_2 、 P_3 、 P_4 为原子晶面， d 为晶面间距，波长为 λ 的 x 射线平行束与晶面成 θ 角射入，当 P_2 面的反射波与 P_1 面的反射波的行程差为波长的整数倍时，则相邻层面的反射波有相同的相位，衍射线就加强。由图可知， P_2P_1 晶面射线的行程差为 $BC+CD$ ，由于对称性， $BC=CD$ ，且 $CD=d\sin\theta$ ，故衍射线加强的必要条件为

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1-1)$$

或

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta}$$

简化为

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (1-2)$$

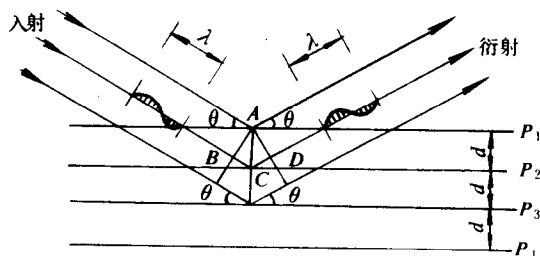


图 1-3 布拉格方程衍射原理

式中的 n 为正整数。

以上原理是英国物理学家布拉格 (Bragg) 父子于 1912 年首先提出来的, 故公式 (1-1) 也称为布拉格方程, 它是 x 射线分析晶体物质的理论基础。

二、仪器设备

进行 x 射线衍射分析的主要仪器是 x 射线衍射仪, 它由 x 射线发生器、测角仪、计数记录仪三部分组成, 现代的仪器还带有电子计算机控制、数据处理和分析部分。由于使用电子计算机控制和分析, 可以直接得出实验结果。图 1-4 是 80 年代中期的 x 射线衍射仪的基本构造图。

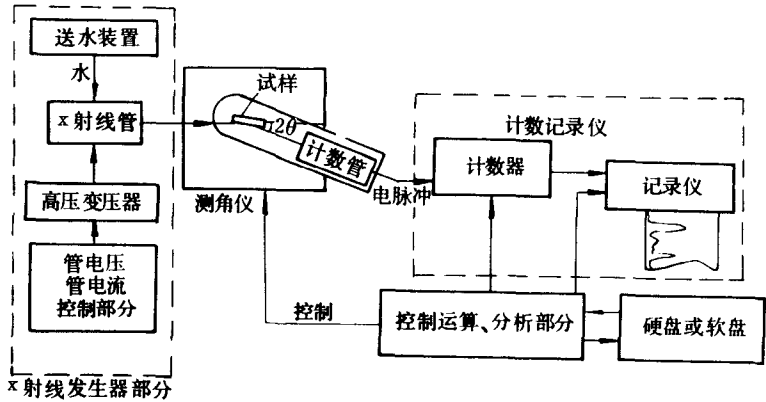


图 1-4 x 射线衍射仪的基本构造图

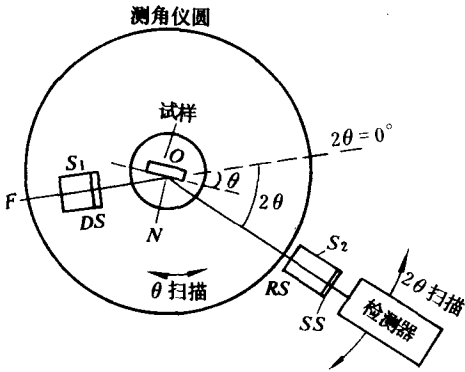


图 1-5 测角仪的构造示意图

测角仪是 x 射线衍射仪的核心组成部分, 图 1-5 是测角仪的构造示意图, 试样台位于测角仪的中心位置, 试样台中心轴 ON 与测角仪中心轴 O 垂直, 试样台既可以绕测角仪中心轴 O 转动, 也可以绕本身中心轴 ON 转动。放在试样台上的平板试样表面严格与测角仪中心轴重合。光源 F 在测角仪的圆弧上, S_1 和 S_2 是梭拉 (Soller) 狭缝, DS 是发散狭缝, RS 是接受狭缝, SS 是防散射狭缝。 F 与 RS 位于同一圆周上, 这个圆称为测角仪圆, 其半径为 R 。由测角仪的衍射几何关系, 要求光源 F 、试样表面和接受狭缝 RS 处在同一个聚焦圆的圆周上, 如图 1-6 所示。这个

条件使沿测角仪转动的检测器只能逐个对衍射线进行测量。聚焦圆随着检测器的转动而改变大小, 设聚焦圆半径为 r , 由几何关系可看出 $R/2 = r \cos (\pi/2 - \theta) = r \sin \theta$, 或

$$r = \frac{R}{2 \sin \theta} \quad (1-3)$$

由上式可知, 当 $\theta=0$ 时, $r \rightarrow \infty$, 随 θ 的增大, r 逐渐减小, 当 $\theta=90^\circ$ 时 $r=R/2$ 。

为了使试样表面与聚焦圆相切, 又使聚焦圆圆心永远位于试样表面的法线上, 必须使

试样表面与检测器保持一定的对应关系。这个关系就是 x 射线的入射线与试样表面形成的掠射角为 θ 时, 检测器必须处于衍射角 2θ 的位置, 为此必须使试样转动的角速度 ω_1 与检测器转动的角速度 ω_2 之比为 1 : 2。

测角仪的工作原理是: x 射线从光源 F 发出后, 经梭拉狭缝 S_1 和发散狭缝 DS 达到试样上, 使晶体试样产生衍射, 由衍射几何关系可知, 衍射线与入射线之间夹角为 2θ , 当试样表面与入射线的掠射角为 θ 时, 检测器正好在衍射线的出射方向上, 所以衍射线经过接受狭缝 RS , 梭拉狭缝 S_2 和防散射狭缝 SS 进入了检测器。

检测器是使 x 射线变成电脉冲的装置, 检测器有固体检测器、正比计数管、盖革计数器及闪烁计数管等。

其他配套设备有: 用于脱水的转速为 5000 r/min 的高速离心机、高温炉及电炉、相对湿度为 50% 的干燥器 (饱和硝酸钙溶液为吸湿剂)、烧杯、量杯、移液管、软毛刷等, 以及必要的化学试剂。

三、样品制备

(一) 粒径小于 $2\mu\text{m}$ 样品的提取

粘土矿物的粒径一般均小于 $2\mu\text{m}$, 故用于矿物分析的土样必须首先提取粒径小于 $2\mu\text{m}$ 的成分, 通常用的方法有物理化学分散法和湿研磨分散法两种。与此同时还应去掉土中的有机质、碳酸盐及游离氧化物等, 因这类物质的存在将影响粘土矿物分析结果的准确性。

(二) 镁饱和处理

粘土矿物由于吸附的阳离子类型不同, 其晶面间距是不同的。有时为了细分出不同的粘土矿物 (特别是类质同象的矿物) 往往需要进行不同的处理方法, 如镁饱和、钾饱和、加热处理、盐酸或硝酸铵处理等。作为常规鉴定, 通常是将试样进行镁饱和处理。其方法是将 1 g 左右粒径小于 $2\mu\text{m}$ 的风干试样, 加 0.5 mol 氯化镁溶液 50 ml 反复处理两次, 用高速离心机脱去清水, 并用纯水或 95% 乙醇或丙酮清洗两次, 最后晾干, 磨细备用。分析前应 将试样放在相对湿度为 50% 的干燥器中放置三天。

(三) 试样制作

影响衍射线质量的另一个因素是粉晶颗粒的取向问题。大多数粘土矿物是层状晶体结构, 其颗粒常呈片状, 在制样过程中很容易择优取向, 即大多数颗粒的底面 ($o\text{ol}$ 面) 与试样平面平行。因粘土矿物的底面间距 $d_{o\text{ol}}$ 是这类矿物的重要特性, 当粘土矿物试样有显著择优取向时, $o\text{ol}$ 面的衍射线就特别强, 这对提高分析的质量是十分有利的。

试样的制作方法有干粉末试样压制法和水分散定向薄膜法, 后一方法的定向作用更为显著。

衍射仪上常使用的试样架是一块厚 1 mm 的矩形玻璃片或铝片, 上面开有矩形的或圆形的槽。压制法是将处理好的粉晶填入槽中, 其厚度略高于槽孔, 盖上一块平整玻璃片, 用手按压, 将试样压实、压平, 移去玻璃片, 再用软毛刷小心地将试槽周围的余土扫除。

水分散定向薄膜法是将处理过的试样 50 mg 加纯水 2~3 ml, 充分搅拌使其分散, 吸取

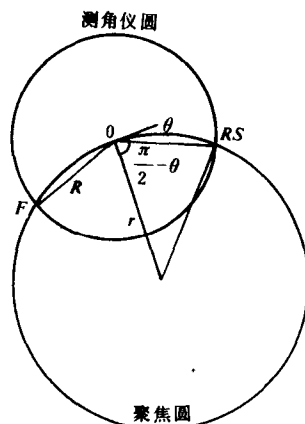


图 1-6 测角仪的衍射几何

1.5 ml 悬液（也可直接吸取相当浓度的悬液）均匀地铺开在水平放置的玻璃试样板上，静置晾干，这种试样的厚度大约为 0.01 mm 左右。

四、x 射线衍射分析

x 射线衍射分析法的试验方法步骤如下：

(1) 仪器调整和实验条件的选择。分析前要反复调节测角仪的水平和高度，使阳极靶的焦点中心 F 、 DS 、 RS 和 SS 的垂直中心处在同一水平线上，并调整测角仪的零点读数。带有计算机的仪器可按指令操作。

实验条件的选择如下：

x 射线阳极管：对粘土矿物分析一般采用铜靶，因铜靶射线波长适中而强度较高，x 射线管的工作电压为 30~40 kV，工作电流 10~15 mA。

发散狭缝为 1° 或 0.5° ；防散射狭缝与发散狭缝相同；接收狭缝的大小与衍射线的分辨率有关，接收狭缝窄，分辨率高，但衍射强度就弱，通常采用范围为 0.2~0.4 mm。

扫描速度：可在 $0.5^\circ \sim 2^\circ$ ($2\theta/\text{min}$) 内选择，一般用 1° ($2\theta/\text{min}$)。

扫描范围：一般 $2^\circ \sim 32^\circ$ (2θ)。如果要研究矿物高角度的衍射谱线，则应将扫描范围延续至 65° 左右，同时要减小扫描速度，放宽狭缝。

水冷式仪器中用来冷却 x 射线管的供水系统，应严格保证额定供水水压，不得任意降低。

(2) 将装有试样的试样架，插在 x 射线衍射仪的试验台上，选择技术参数和试验条件，启动仪器进行操作。当测角仪转至所需角度 (2θ) 后，即可结束试验，关闭仪器。

(3) 试验记录的衍射图谱，是以衍射角 (2θ) 为横坐标，以衍射谱线的衍射强度，每秒的脉冲计数 CPS 为纵坐标绘制的曲线，如图 1-7 所示。

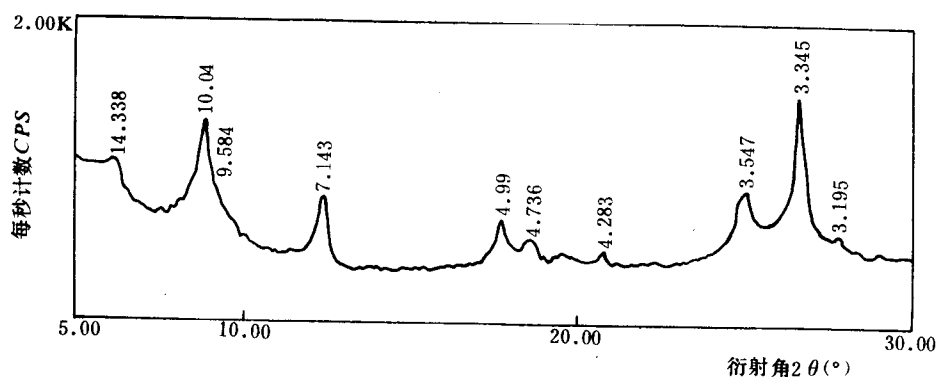


图 1-7 x 射线衍射图谱

为了鉴定矿物，必须对衍射图谱进行整理，求出晶面间距和衍射强度两种衍射数据，具体方法如下：

由各衍射峰的峰尖向横坐标作垂线，确定出衍射峰的衍射角 (2θ)。

根据衍射峰的衍射角，按简化布拉格公式 $d = \lambda / 2\sin\theta$ 计算得出相应的晶面间距（一般称作 d 值）。