



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30793—2014

GB/T 30793—2014

## X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中 锐钛型与金红石型比率

Measuring ratio of anatase to rutile in titanium dioxide pigments  
by X-ray diffraction

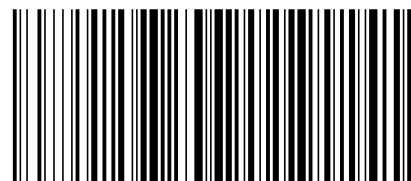
中华人民共和国  
国家标准  
X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中  
锐钛型与金红石型比率  
GB/T 30793—2014

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2014年11月第一版 2014年11月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-50118 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30793-2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A  
(资料性附录)  
干扰物及消除

### A.1 干扰物

A.1.1 硫酸钙、铬黄和三氧化二锑中的锑华对测试有干扰。

A.1.2 高含量的铁因增加背景而给分析带来困难。

A.1.3 锐钛型和金红石型之间粒度差别太大将影响测定结果,但表面处理剂如二氧化硅和氧化铝没有干扰。

A.1.4 在将比率转化为质量百分含量的计算中,是假定锐钛型和金红石型的总和为 100%。通常这是对二氧化钛颜料体系做出的一种假设。其他物质的存在将起到使样品稀释的干扰作用。第三种多晶态的二氧化钛即板钛型就会有这样的影响,但板钛型不稳定,商品化的二氧化钛颜料中尚未出现板钛型二氧化钛。

### A.2 干扰物的消除

A.2.1 当存在干扰物时,对漆膜应重新溶解(或在 $\leq 500$  °C 的温度下灼烧)分离出颜料;对液体涂料应离心分离出颜料;然后对分离出的颜料进行处理,得到无干扰物的含二氧化钛的颜料。例如稀盐酸 [1:2(体积分数)]可溶解硫酸钙、铬黄和三氧化二锑,但二氧化钛不溶于盐酸,由此可将二氧化钛与干扰物分离。

A.2.2 用钴或钼靶管代替铜靶管可降低高含量铁造成的背景干扰,或采用与铜靶管相连的弯曲晶体单色器也可消除背景干扰。

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准中 A 法参考了美国材料试验学会标准 ASTM D 3720—1990(2011)《X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型比率的试验方法》。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位:中海油常州涂料化工研究院、山东东佳集团股份有限公司、南京钛白化工有限责任公司、杜邦中国集团有限公司、上海一品颜料有限公司、广州秀珀化工股份有限公司、深圳广田装饰集团股份有限公司。

本标准主要起草人:黄宁、万雪期、李化全、许家顺、周纯、王丹英、李国荣、李少强。

## 7.4 试样中相对于锐钛型的金红石型含量的计算

按式(3)计算相对于锐钛型的金红石型含量:

$$w_r = 100 - w_a \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$w_r$ ——试样中相对于锐钛型的金红石型的质量分数, %;

$w_a$ ——试样中相对于金红石型的锐钛型的质量分数, %。

## 8 B法——Rietveld全谱拟合法

### 8.1 测试步骤

8.1.1 测试次数:每个样品进行两次平行测定。

注:在做定量测定之前,试样的衍射线强度先与PDF标准卡片校对,检查待测相有无择优取向。若存在择优取向,则应重新制样,尽量改善或消除择优取向。

8.1.2 按仪器操作规程的规定操作仪器,使仪器的综合稳定度满足4.1的要求。按4.2的规定设定仪器参数。

8.1.3 先作一次 $2\theta$ 约从 $\geq 5^\circ, \leq 90^\circ$ 的快速扫描,依据峰的实际位置决定扫描范围。小角度( $2\theta$ )扫描谱的扫描起始角应依据第一条衍射线的 $2\theta$ 位置决定。

8.1.4 对试样进行小角度( $2\theta$ )扫描,获得一张高分辨率、高准确的数字粉末衍射谱。每个试样扫描两次。取两次测量的平均值。

8.1.5 使用PDF索引做人工检索或计算机检索,找出可能的已知物相的衍射卡片或其他图谱,仔细对照、比较,最后判断出试样所包含的物相。

8.1.6 设计一个初始结构模型,找出所有物相的结晶学晶体结构数据。

8.1.7 按照仪器操作规程的规定,依据初始结构对衍射谱上各衍射峰的指数进行标定。然后计算衍射谱并作Rietveld精修。

8.1.8 精修结束后,根据可信度因子 $R_{wp}$ 值判定拟合结果是否可信。本标准要求 $R_{wp} \leq 15\%$ 。

8.1.9 如果 $R_{wp}$ 值不符合要求,则需回到8.1.5修改初始结构模型或峰形参数,重新作Rietveld精修,直至 $R_{wp}$ 值符合要求。

8.1.10 由Rietveld方法可得到样品中锐钛型的质量分数 $w_{ra}$ 和金红石型质量分数 $w_{rr}$ 以及其他物相( $x$ 相)的质量分数 $w_x$ 。

注:由于最终结果只用比率计算,所以其他物相( $x$ 相)的含量对最终的计算结果没有影响。

### 8.2 试样中相对于金红石型的锐钛型比率的计算

按式(4)计算相对于金红石型的锐钛型含量:

$$w_a = \frac{w_{ra}}{w_{ra} + w_{rr}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$w_a$ ——试样中相对于金红石型的锐钛型的质量分数, %;

$w_{ra}$ ——由Rietveld方法测得的试样中锐钛型的质量分数, %;

$w_{rr}$ ——由Rietveld方法测得的试样中金红石型的质量分数, %。

### 8.3 试样中相对于锐钛型的金红石型比率的计算

按式(3)计算相对于锐钛型的金红石型含量。

## X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型比率

### 1 范围

本标准规定了用X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型比率的方法。

本标准适用于测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型的比率。本方法也可用于含二氧化钛的颜料混合物、干涂膜、液体涂料和粉体涂料。

本标准中A法适用于不含干扰物或干扰物可除去(参见附录A)的任何样品;B法适用于待测样品中全部物相能准确定性,并且这些物相的晶体结构数据都能获得的任何样品。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

### 3 原理

3.1 本标准中A法采用强度比值法,即用X-射线衍射仪测得锐钛型和金红石型的最大衍射峰强度,将锐钛型的衍射峰强度转换成相对于金红石型的锐钛型含量,金红石型的含量由差值确定。

3.2 本标准中B法采用Rietveld全谱拟合法,即在假设的晶体结构模型与结构参数的基础上,结合某种峰形函数来计算多晶体衍射谱,调节这些结构参数和峰形参数使计算谱能与试验测定谱相符合,获得结构参数和峰形参数,进而测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型的比率。

### 4 仪器和实验条件

#### 4.1 X-射线衍射仪

衍射仪综合稳定度优于1%。

注:本标准的仪器综合稳定度是指同一试验条件下对同一试样的同一衍射面,每隔10 min测量一次衍射强度,在8 h内所测衍射线强度值的相对标准偏差 $\sigma_{-1}$ (见YB/T 5320—2006)。

#### 4.2 测试条件<sup>1)</sup>

##### 4.2.1 高压电源

选择X-射线光管电压、电流和其他条件,使0.1%含量的锐钛型产生的信号强度至少四倍于噪声的强度。

1) 在保证测量精度的情况下,也可根据所用X-射线衍射仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的测试条件。