

doi:10.3969/j.issn.1001-4616.2019.02.019

X-射线粉末衍射法定性定量分析蒙脱石(散)的影响因素考察

戴苏云,王娜,马雨璇,王冰,李钢

(南京师范大学生命科学学院,分析测试中心,江苏南京 210023)

[摘要] 蒙脱石广泛应用于医药、化工、食品等领域,随着人们健康意识的不断增强,对《中国药典》中所规定的蒙脱石(散)的质量要求也随之提高,相应的企业对测试结果的稳定性和重复性也提出了新的要求.本实验中,使用 X-射线粉末衍射仪(PXRD)考察了 5 种因素对蒙脱石鉴定以及方英石和其他杂质含量测定的影响.结果表明,(1)研磨不会破坏蒙脱石的晶型结构,用玛瑙研钵研磨 3 min 为宜.(2)相对湿度和温度对蒙脱石的第一个特征峰(5.7°左右)影响明显.相对湿度增大,向低角偏移,对应的晶面距增大;温度升高,向高角偏移,对应的晶面距减小,但不影响方英石和其他杂质的检测.(3)蒙脱石的预处理是将其置于温度 20 °C ~ 25 °C、相对湿度 75% 的环境条件下,静置 12 h 为最佳.(4)蒙脱石散前处理的溶解、洗涤、过滤是定量检测结果好坏的关键,建议至少洗涤 6 次.本实验结果为生产企业进行蒙脱石(散)定性定量分析提供了参考依据.

[关键词] 蒙脱石,X-射线粉末衍射,定性分析,定量分析,方英石

[中图分类号]TG146 [文献标志码]A [文章编号]1001-4616(2019)02-0115-07

Study on Influencing Factors of X-ray Diffraction both Qualitative and Quantitative Analysis in Montmorillonite(Powder)

Dai Suyun, Wang Na, Ma Yuxuan, Wang Bing, Li Gang

(School of Life Sciences, Nanjing Normal University, Test and Analysis Center, Nanjing 210023, China)

Abstract: Montmorillonite is widely used in medicine, chemical industry, food and other fields. With the increasing awareness of people's health, the quality requirements of montmorillonite (powder) specified in the Chinese Pharmacopoeia have also increased. New requirements for the stability and repeatability of the test results are also placed on by the corresponding companies. In this experiment, the influence of five factors on the identification of montmorillonite, and the determination of cristobalite and the other impurity was investigated by X-ray powder diffractometer (PXRD). The results showed that, (1) The crystal structure of montmorillonite does not be destroyed by grinding, and it is suitable to grind with agate mortar for 3 min. (2) The effect of temperature and humidity on the first characteristic peak of montmorillonite (about 5.7°) is obvious. When the humidity increases, it shifts to a low angle, and the corresponding crystal face distance increases. When the temperature rises, it shifts to a high angle, and the corresponding crystal face distance decreases. They don't affect the detection of cristobalite and other impurities. (3) It is suitable to place the montmorillonite under the environmental conditions of temperature 20 °C ~ 25 °C and relative humidity 75% for 12 h for pretreatment. (4) Dissolution, washing and filtration of montmorillonite pretreatment are the key to the quantitative detection results. It is recommended to wash at least 6 times. The results of this experiment provide a reference in the qualitative and quantitative analysis of montmorillonite (dispersion) for production enterprises.

Key words: montmorillonite, X-ray powder diffraction, qualitative analysis, quantitative analysis, cristobalite

蒙脱石(montmorillonite, MMT)是一种层状结构、片状结晶的硅酸盐粘土矿,因其最初发现于法国的蒙脱城而得名.由于其特殊的理化性质,可作为缓释剂、催化剂、吸附剂、脱色剂、增稠剂广泛应用于医药、化

收稿日期:2018-12-15.

基金项目:江苏省大型科学仪器设备共享服务平台资助(BZ201403).

通讯联系人:李钢,教授,研究方向:药物晶型结构的分析与研究. E-mail:40010@njnu.edu.cn;王冰,博士,高级实验师,研究方向:药物晶型结构的分析与研究. E-mail:40388@njnu.edu.cn

工、新材料、食品等众多领域,因此被称为“万能粘土”^[1-5]。

蒙脱石由膨润土提纯加工而得,由于各地方膨润土的成矿条件不一,其中蒙脱石的含量及其伴生的矿物也不一样,常见的伴生矿物有方石英、次生石英、石英、方解石、白云石等^[6-9]。在实际应用中,蒙脱石的定性鉴定和杂质含量对其性能和使用效果有着十分重要的影响。蒙脱石不仅可作为药物用于急、慢性腹泻治疗,还可以作为缓释剂被广泛使用,因此必须要对其进行提纯加工和杂质含量的严格控制,尤其是石英和方英石。一般药用级别的蒙脱石矿物含量至少要达到 75% 以上,才能保证药用蒙脱石的吸附性、粘结性、可塑性和离子交换性。《中国药典》(2015 年版,四部)规定:蒙脱石的特征峰(2θ)分别约为 5.8° 、 9.8° 和 61.9° 作为定型鉴定标准;方英石的衍射峰(2θ 约为 22.0°)与蒙脱石的特征峰(2θ 约为 19.8°)峰高比不得超过 50%,其他单个杂质衍射峰峰高比不得超过 70% 作为定量标准^[2]。近年来,随着人们健康意识的增强,对《中国药典》中所规定的蒙脱石(散)的质量要求也随之提高,相应的企业对测试结果的稳定性和重复性也提出了新的要求。鉴于此,本实验对可能遇到的影响因素进行了考察,摸索出最佳蒙脱石(散)的前处理条件。

1 实验部分

1.1 实验仪器和实验材料

D/max 2500VL/PC 型阳极转靶 X-射线衍射仪(Rigaku, 日本);蒙脱石试样(批号:1706012);蒙脱石对照品(批号:100860-201302)。

1.2 PXRD 定性定量分析

1.2.1 检测条件

管压 40 kV,管流 100 mA, $\text{CuK}\alpha$ 辐射,石墨弯晶单色器, $\text{DS}=\text{SS}=1^\circ$, $\text{RS}=0.15$ mm,步进间隔 0.02° ,全谱扫描范围(2θ) $3^\circ\sim 85^\circ$,扫描速度 $5^\circ/\text{min}$,局部扫描范围(2θ) $15^\circ\sim 35^\circ$,扫描速度 $1^\circ/\text{min}$,扫描方式为连续扫描^[10-11]。

1.2.2 实验内容

1.2.2.1 蒙脱石对照样品的测定

依据《中国药典》(2015 年版,四部)蒙脱石检测标准^[2],取蒙脱石对照样品(批号:100860-201302)约 4 g,置于玛瑙研钵中研磨成粉末,过 100 目筛。取适量样品置于载样架上,将载样架放入含饱和氯化钠溶液的干燥器中(温度 $20^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$ 、相对湿度 75%)约 12 h 后取出,用 X-射线粉末衍射仪测定。记录衍射图谱,以图谱的基线为底线,分别量取蒙脱石特征峰(2θ 约为 19.8°)、方英石衍射峰(2θ 约为 22.0°)和其他杂质衍射峰的峰顶至底线的高度,计算各峰高相对于蒙脱石特征峰高的比值。

1.2.2.2 蒙脱石样品的测定

取蒙脱石样品(批号:1706012)按照上述方法进行预处理,分别改变影响因素,对样品做不同处理, PXRD 检测,分析结果。5 种主要影响因素如下:(1)样品前处理中研钵材料和研磨时间的影响;(2)样品放置在含有饱和氯化钠溶液的干燥器中放置时间的影响;(3)样品前处理中温度的影响;(4)样品前处理中相对湿度的影响;(5)待测样滞留时间的影响。

1.2.2.3 蒙脱石散样品的测定

取蒙脱石散样品(批号:M04948)4 g,加纯净水搅拌,分成 4 份样,分别为未洗涤,洗涤 1 次、3 次、6 次,每次洗涤用水 50 mL,搅拌,过滤,滤渣于 105°C 干燥,取滤渣适量,置于玛瑙研钵中研磨成粉末,过 100 目筛。取适量样品置于载样架上,将载样架放入含饱和氯化钠溶液的干燥器中约 12 h 后取出,用 X-射线粉末衍射仪测定,考察洗涤次数对蒙脱石散检测结果的影响。

2 结果

2.1 蒙脱石对照品及试样的检测结果

2.1.1 样品前处理中研钵材料和研磨时间的影响

图 1(a)是蒙脱石样品用瓷研钵研磨 1 min、3 min 和 30 min 的 X 射线衍射全谱图(图中分别标示为 CYB-1、2、3 min)以及蒙脱石对照品的衍射叠加图,由图可知,瓷研钵研磨不同时间的样品在 5.6° 、 19.7°

和 $61.9^\circ (2\theta)$ 处特征峰位置与对照品特征峰位置基本一致^[2],说明蒙脱石均没有发生晶型变化,随研磨时间加长,方英石衍射峰峰高基本不变,其他单个杂质衍射峰峰高变低,有时会出现杂质峰(该杂质峰可能是瓷研钵表面磨损后瓷器材料的峰,或者是瓷研钵磨损的粗糙表面纹路中沾附着残留物的峰);图 1(b)是蒙脱石样品用玛瑙研钵研磨 1 min、3 min 和 30 min 的 X-射线衍射全谱图(图中分别标示为 MNYB-1、2、3 min)以及蒙脱石对照品的衍射图,由图可知,使用玛瑙研钵研磨,方英石和其他单个杂质峰的峰高与蒙脱石特征峰峰高基本不变,无新的杂质峰,重复性较好.表 1 是对应不同条件下处理的样品和对照品特征谱线以及杂质含量.由此可见用玛瑙研钵研磨 3 min,得到的定性定量结果稳定性和重复性较好.

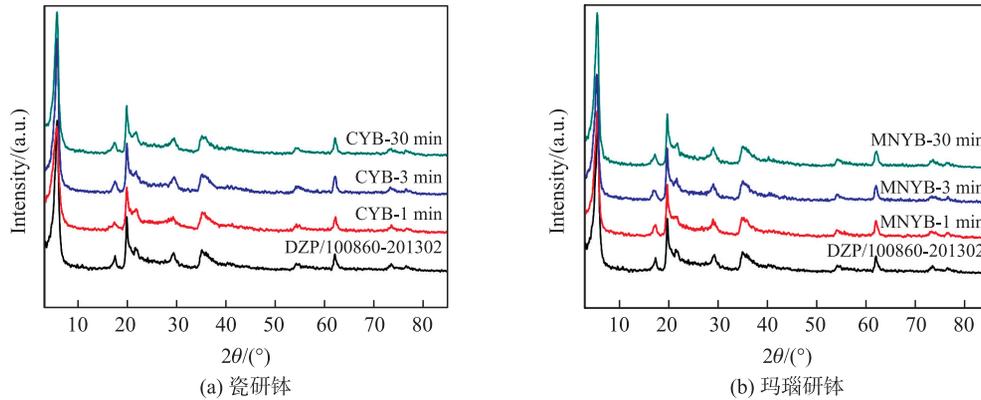


图 1 瓷研钵和玛瑙研钵研磨蒙脱石不同时间的 X 射线衍射图谱

Fig. 1 X-ray diffraction pattern of porcelain mortar and agate mortar grinding montmorillonite

表 1 样品与对照品特征谱线和杂质含量

Table 1 Characteristic lines of samples and reference substances, and percentage content of impurity

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
对照品/批号:DZP/100860-201302	5.6	19.7	61.9	13.4	13.4
样品编号:CYB-1 min	5.6	19.7	61.9	13.4	18.9
CYB-3 min	5.6	19.7	61.8	15.0	18.5
CYB-30 min	5.5	19.7	61.9	13.6	13.0
MNYB-1 min	5.6	19.7	61.8	12.5	17.8
MNYB-3 min	5.5	19.7	61.9	13.8	17.6
MNYB-30 min	5.6	19.7	61.8	14.1	18.4

2.1.2 样品在含有饱和氯化钠溶液的干燥器中放置时间的影响

图 2(a)是蒙脱石样品在含有饱和氯化钠溶液的干燥器中,分别放置了 3 h、6 h、9 h、12 h、15 h、18 h 和 24 h 后检测的 X 射线衍射全谱图以及蒙脱石对照品的衍射叠加图,由图可知,不同时间处理过的样品在 5.6° 、 19.7° 和 61.9° (2θ) 处特征峰位置与对照品特征峰位置基本一致,说明蒙脱石均没有发生晶型变

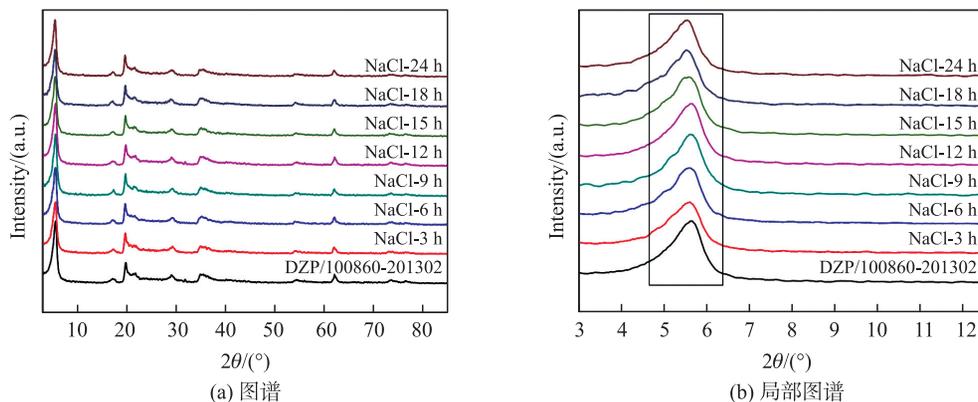


图 2 不同时间的 X 射线衍射图谱和局部图谱

Fig. 2 X-ray diffraction patterns at different times

化. 图 2(b) 是局部图, 由图可知, 随着时间增长蒙脱石的第一个特征峰逐渐向低角偏移, 不符合蒙脱石的定性检测标准, 静置时间 12 h 较为合适. 表 2 是样品和对照品特征谱线以及杂质含量, 方英石含量和其他单个杂质含量基本没有变化, 由此可见, 将样品置于含有饱和氯化钠溶液的干燥器中 12 h 后检测较合适, 得到的定性定量结果稳定性较好^[2].

表 2 样品和对照品特征谱线以及杂质含量

Table 2 Characteristic lines of samples and reference substances, and percentage content of impurity

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
对照品/批号: DZP/100860-201302	5.6	19.7	61.9	13.4	13.4
试样编号: 3 h	5.8	19.7	61.8	12.9	18.5
6 h	5.8	19.7	61.8	13.2	18.3
9 h	5.7	19.7	61.8	12.9	17.4
12 h	5.6	19.7	61.8	13.4	18.4
15 h	5.5	19.7	61.8	13.8	16.3
18 h	5.5	19.7	61.8	13.2	17.1
24 h	5.5	19.7	61.9	13.5	16.1

2.1.3 样品前处理中温度的影响

图 3(a) 是蒙脱石样品分别放置在温度 20 °C、25 °C 和 30 °C, 相对湿度 75%, 含有饱和氯化钠溶液的干燥器中 12 h 后取出检测的 X 射线衍射全谱图以及蒙脱石对照品的衍射叠加图, 由图可知, 不同温度处理过的样品在 19.7° 和 61.9° (2θ) 处特征峰位置与对照品特征峰位置基本一致^[2]. 图 3(b) 是局部图, 由图可知, 温度在 20 °C ~ 25 °C 之间蒙脱石的第一个特征峰位置相对稳定, 当温度达到 30 °C 时, 蒙脱石的第一个特征峰向高角偏移, 这是因为饱和氯化钠环境中绝对湿度不变时, 温度上升相对湿度反而下降, 它们呈反比关系^[12]. 表 3 是样品和对照品特征谱线以及杂质含量, 方英石含量和其他单个杂质含量基本没有变化, 由此可见, 将样品置于温度 20 °C ~ 25 °C、相对湿度 75%, 还有饱和氯化钠溶液的干燥器中 12 h 后检测较合适, 得到的定性定量结果稳定性和重复性好.

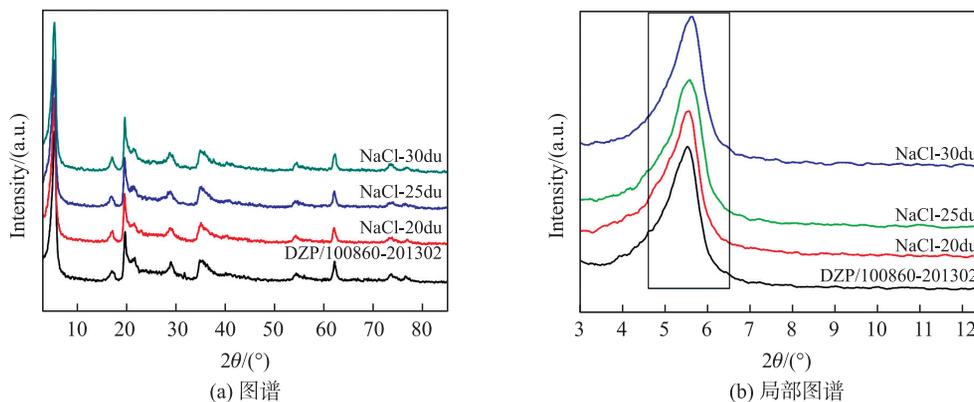


图 3 不同温度下的 X 射线衍射图谱

Fig. 3 X-ray diffraction patterns at different temperature

表 3 样品和对照品特征谱线以及杂质含量

Table 3 Characteristic lines of samples and reference substances, and percentage content of impurity

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
对照品/批号: DZP/100860-201302	5.6	19.7	61.9	13.4	13.4
试样编号: NaCl-20 °C	5.6	19.7	61.9	14.0	17.8
NaCl-25 °C	5.6	19.7	61.8	13.4	17.4
NaCl-30 °C	5.7	19.8	61.9	11.4	17.7

2.1.4 样品前处理中相对湿度的影响

图 4(a) 是蒙脱石样品分别放置在室温为 25 °C, 相对湿度分别是 50%、75% 和 92.5% 的环境中 12 h 后取出检测的 X 射线衍射谱图以及蒙脱石对照品的衍射叠加图, 由图可知, 不同相对湿度处理过的样品在 19.7° 和 61.9° (2θ) 处特征峰位置与对照品特征峰位置基本一致^[2]. 图 4(b) 是局部图, 由图可知蒙脱石的

第一个特征峰在相对湿度 50% 的环境中向高角偏移,在相对湿度 92.5% 的环境中向低角偏移. 表 4 是样品和对照品特征谱线以及杂质含量,方英石含量和其他单个杂质含量基本没有变化,蒙脱石的第一个特征峰在相对湿度 50% 的环境中是 5.7° ,在相对湿度 92.5% 的环境中是 5.4° ,而在相对湿度 75% 的环境中是 5.6° ,与对照品的第一个峰最接近,由此可见,将样品置于温度 $20^\circ\text{C} \sim 25^\circ\text{C}$ 、相对湿度 75% 的饱和氯化钠溶液环境中 12 h 后检测较合适,得到的定性定量结果稳定性和重复性好.

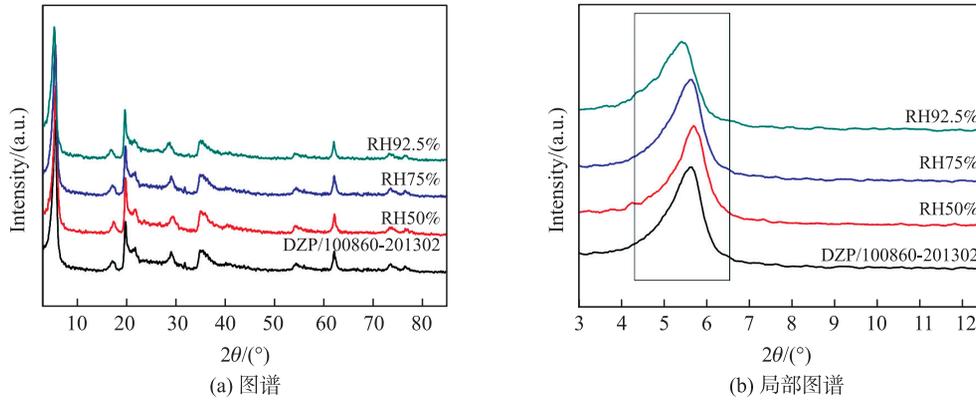


图 4 不同相对湿度的 X 射线衍射图谱和局部图谱

Fig. 4 X-ray diffraction patterns at different humidity

表 4 样品和对照品特征谱线以及杂质含量

Table 4 Characteristic lines of samples and reference substances, and percentage content of impurity

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
对照品/批号: DZP/100860-201302	5.6	19.7	61.9	13.4	13.4
试样编号: RH 50%	5.7	19.8	61.9	13.3	16.8
RH 75%	5.6	19.7	61.8	13.4	18.4
RH 92.5%	5.4	19.7	61.9	12.8	17.5

2.1.5 待测样滞留时间的影响

图 5(a) 是蒙脱石样品置于含有饱和氯化钠溶液的干燥器中 12 h 后取出,并在温度 $20^\circ\text{C} \sim 25^\circ\text{C}$ 、相对湿度 56%~62% (室内环境) 分别滞留 10 min、20 min 和 30 min 后检测的 X 射线衍射全谱图以及蒙脱石对照品的衍射叠加图. 由图可知,不同滞留时间的样品在 19.7° 和 61.9° (2θ) 处特征峰位置与对照品特征峰位置基本一致^[2]. 图 5(b) 是局部图,由图可知,蒙脱石的第一个特征峰随滞留时间增长向高角偏移,滞留时间在 20 min 以内,第一个特征峰均在 5.6° 左右,当滞留时间为 30 min 的时候,第一个特征峰向高角偏移. 表 5 是样品和对照品特征谱线以及杂质含量,方英石含量和其他单个杂质含量基本没有变化. 由此可见,样品预处理结束后,在室内环境下滞留时间 20 min 以内检测较合适,得到的定性定量结果稳定性和重复性好.

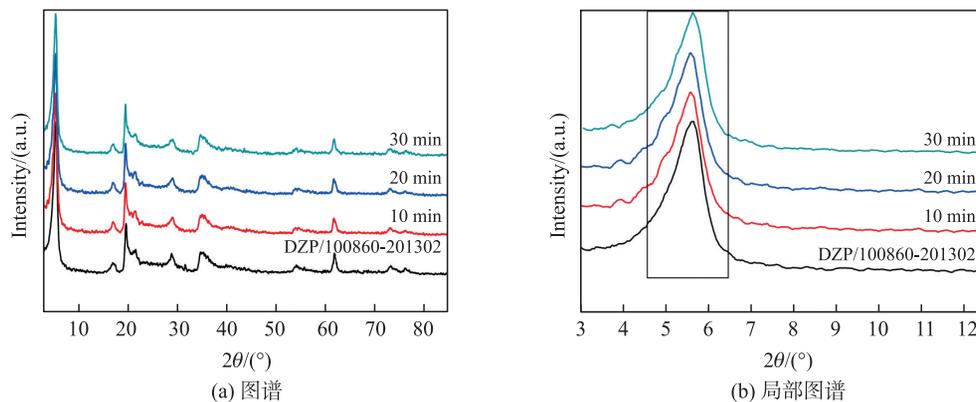


图 5 不同滞留时间的 X 射线衍射图谱和局部图谱

Fig. 5 X-ray diffraction patterns at different residence time

表 5 样品和对照品特征谱线以及杂质含量

Table 5 Characteristic lines of samples and reference substances, and percentage content of impurity

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
对照品/批号:DZP/100860-201302	5.6	19.7	61.9	13.4	13.4
试样编号:10 min	5.6	19.7	61.8	14.0	16.7
20 min	5.6	19.7	61.8	14.4	17.7
30 min	5.7	19.7	61.8	14.4	18.5

2.2 蒙脱石散洗涤次数对检测结果的影响

图 6 是蒙脱石散样品(批号:M04948)分别洗涤 1 次、3 次、6 次和未经洗涤的 XRD 检测的 X 射线衍射局部谱以及蒙脱石对照品的衍射图的叠加图. 从图中标记 1、2 和 3 处可以看出, 未经洗涤的样品可溶性杂质峰较明显, 洗涤之后杂质峰强度明显降低, 且洗涤次数越多, 杂质峰强度越低. 为了得到稳定的定量分析数据, 建议这个过程应反复操作, 直到添加的可溶性辅料洗净为止(建议至少洗涤 6 次).

2.3 预处理最佳条件验证

综合以上影响因素的考察, 得出蒙脱石和蒙脱石散的预处理最佳实验条件, 并分别进行验证.

图 7 和图 8 分别是蒙脱石和蒙脱石散样品在最佳条件下预处理后的 X 射线衍射谱图, 由图可知, 两个样品在最佳条件下处理过的样品, 平行检测 3 次, 在 5.6° 、 19.7° 和 61.9° (2θ) 处特征峰位置一致^[2].

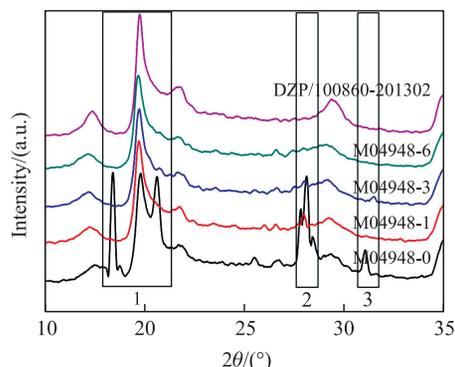


图 6 不同洗涤次数的 X 射线衍射图谱

Fig. 6 X-ray diffraction patterns at different washing times

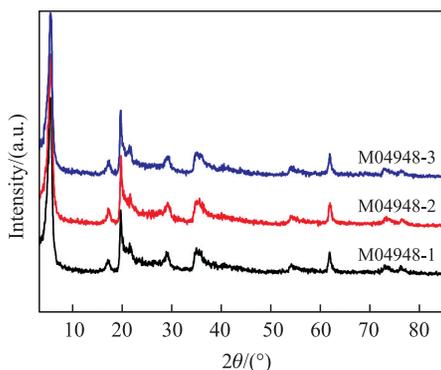


图 7 最佳条件下处理的蒙脱石 X 射线衍射图谱

Fig. 7 X-ray diffraction patterns of montmorillonite (MMT) treated under optimal conditions

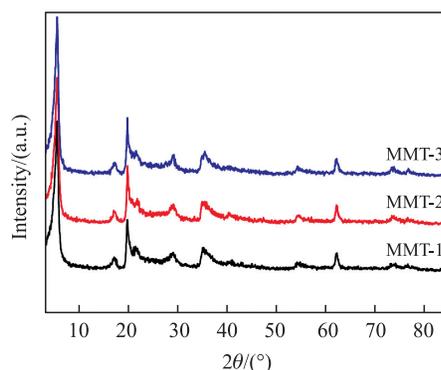


图 8 最佳条件下处理的蒙脱石散(M04948) X 射线衍射图谱

Fig. 8 X-ray diffraction patterns of montmorillonite powder (M04948) treated under optimal conditions

表 6 和表 7 分别是蒙脱石和蒙脱石散样品特征谱线以及杂质含量, 由表可知, 两个样品中方英石含量和其他单个杂质含量基本一致. 因此, 该预处理条件下得到的样品定性定量结果稳定性和重复性较好.

表 6 蒙脱石特征谱线以及杂质含量

Table 6 Characteristic spectral line and impurity content of montmorillonite

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
试样:MMT-1	5.6	19.7	61.8	13.4	17.8
MMT-2	5.6	19.7	61.8	13.6	18.5
MMT-3	5.6	19.7	61.8	13.2	18.2

表 7 蒙脱石散(M04948)特征谱线以及杂质含量

Table 7 Characteristic spectral line and impurity content of montmorillonite powder (M04948)

样品名称	蒙脱石的特征谱线(衍射角 2θ)			$I_{\text{方英石}}/I_{\text{蒙脱石}}$	$I_{\text{其他杂质}}/I_{\text{蒙脱石}}$
试样:M04948-1	5.6	19.7	61.8	13.9	17.6
M04948-2	5.6	19.7	61.9	13.7	18.1
M04948-3	5.6	19.7	61.8	14.2	17.9

4 结论与讨论

综合以上影响因素的考察,得出最佳实验条件为:蒙脱石预处理过程中,使用玛瑙研钵研磨蒙脱石 3 min,然后将蒙脱石样品放置在温度 20 ℃~25 ℃和相对湿度 75%左右的环境下,静置 12 h,取出制样,用 X 射线粉末衍射仪检测,检测条件依照中国药典的规定^[2].蒙脱石散的预处理过程中,洗涤 6 次以上可有效去除蒙脱石散中添加的可溶性辅料杂质,保证结果的重复性和稳定性.

本课题中,采用 X-射线粉末衍射仪(PXRD)考察了 5 种因素对蒙脱石鉴定的影响以及方英石和其他杂质的含量^[2].在实验过程中,采用“四分法”来取样^[13]以减小误差,并保持室内温度和相对湿度稳定以提高实验准确性.蒙脱石的 X 射线衍射特征峰有多个,选取蒙脱石在 5.6°、19.7°和 61.9°(2 θ)三处的峰作为 X 射线衍射特征峰,选取 22.0°(2 θ)作为方英石的特征峰.

本实验中,用普通瓷研钵研磨的样品有时会出现杂峰,这是由于样品中含有硬度较大的石英将钵体材料磨损下来造成的,所以要选用硬度较大的玛瑙研钵.样品前处理中相对湿度和温度对蒙脱石的第一个特征峰影响较明显,第一个特征峰随着湿度增大向低角偏移,对应的晶面距增大;当温度升高时第一个特征峰向高角偏移,对应的晶面距减小,但这些因素对方英石和其他杂质的含量基本没有影响.本实验开展时,正处于梅雨季节,空气中的湿度较大,室内环境的相对湿度在 56%~62%,蒙脱石对照品按照中国药典的检测标准预处理后,立即制样检测,结果显示蒙脱石的第一个特征峰的位置在 5.6°左右,若滞留在空气中 30 min 以上,第一个特征峰在 5.7°左右,滞留时间可根据室内环境变化而调整^[14-15].以上考察结果为生产企业进行蒙脱石(散)定性定量分析提供了参考依据.

[参考文献]

- [1] 苏传芝. 思密达治疗婴幼儿腹泻疗效观察[J]. 黑龙江医学,2001,25(10):773-773.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2015 年版四部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015.
- [3] 湛刚,严春杰,寿瑾枫,等. 蒙脱石 X 射线衍射定量分析方法影响因素研究[J]. 非金属矿,2011,34(1):60-62.
- [4] VAZQUEZ A, LÓPEZ M, KORTABERRIA G, et al. Modification of montmorillonite with cationic surfactants. Thermal and chemical analysis including CEC determination[J]. Applied clay science,2008,41(1):24-36.
- [5] SHOKRI E, YEGANI R, POURABBAS B, et al. Evaluation of modified montmorillonite with di-cationic surfactants as efficient and environmentally friendly adsorbents for arsenic removal from contaminated water[J]. Water science and technology water supply,2018,18(2):460-472.
- [6] HERMES H E, FRIELINGHAUS H, PYCKHOUT-HINTZEN W, et al. Quantitative analysis of small angle neutron scattering data from montmorillonite dispersions[J]. Polymer,2006,47(6):2147-2155.
- [7] OUESLATI W, RHAJEM H B, LANSON B, et al. Selectivity of Na-montmorillonite in relation with the concentration of bivalent cation(Cu, Ca, Ni) by quantitative analysis of XRD patterns[J]. Applied clay science,2009,43(2):224-227.
- [8] ZHANG X, ZHANG L, ZOU X, et al. Semi-quantitative analysis of microbial production of oxalic acid by montmorillonite sorption and ATR-IR[J]. Applied clay science,2018,162:518-523.
- [9] OUESLATI W, RHAJEM H B, AMARA A B H. XRD investigations of hydrated homoionic montmorillonite saturated by several heavy metal cations[J]. Desalination,2011,271(1-3):139-149.
- [10] 邱晶波,沈晓敏,谢梦雨,等. X-射线粉末衍射法对不同厂家蒙脱石的纯度考察[J]. 南京师大学报(自然科学版),2016,39(3):102-105.
- [11] PAPTZANI S, BADOIANNIS E G, PAINE K. The pozzolanic properties of inorganic and organomodified nano-montmorillonite dispersions[J]. Construction and building materials,2018,167:299-316.
- [12] 方生健. 温度与湿度成正(反)比吗[J]. 档案学研究,1990(2):80-82.
- [13] 翟建敏,南杰,原韶玲,等. 超声附加绘图定位甲状腺微小结节的临床应用[J]. 中华耳鼻咽喉头颈外科杂志,2013,48(9):730-733.
- [14] 张为胜,张梅雪,徐东峰,等. 一种药用蒙脱石 X 射线衍射图谱鉴别标准:中国,101504379[P]. 2009-08-12.
- [15] QIU J B, LI G, SHENG Y, et al. Quantification of febuxostat polymorphs using powder X-ray diffraction technique[J]. Journal of pharmaceutical and biomedical analysis,2015,107:298-303.

[责任编辑:黄敏]