

宁泽, 徐磊, 林学辉, 等. 矿物特征自动分析系统对碎屑矿物定量识别及与传统镜下鉴定的误差分析[J]. 岩矿测试, 2024, 43(5): 713–722. DOI: [10.15898/j.ykcs.202310190163](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202310190163).

NING Ze, XU Lei, LIN Xuehui, et al. Quantitative Identification of Detrital Minerals by Mineral Characteristic Automatic Analysis System and Error Analysis with Traditional Microscopic Identification[J]. Rock and Mineral Analysis, 2024, 43(5): 713–722. DOI: [10.15898/j.ykcs.202310190163](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202310190163).

## 矿物特征自动分析系统对碎屑矿物定量识别及与传统镜下鉴定的误差分析

宁泽<sup>1,2</sup>, 徐磊<sup>1,2\*</sup>, 林学辉<sup>1,2</sup>, 张媛媛<sup>1,2</sup>, 张勇<sup>1,2</sup>

(1. 中国地质调查局青岛海洋地质研究所, 山东 青岛 266237;  
2. 自然资源部海洋地质实验检测中心, 山东 青岛 266237)

**摘要:** 碎屑矿物分析被广泛应用于沉积物物源和物质扩散研究中, 对分析沉积动力环境和海洋动力特征方面具有重要意义, 然而长期以来碎屑矿物数据的获取主要以光学显微镜为工具, 依靠人工鉴定来完成, 工作量大、效率低。为使科研人员及时获得科学有效的矿物鉴定数据, 本文基于热场发射扫描电镜-X射线能谱仪, 利用矿物特征自动定量分析系统(简称AMICS), 运用矿物表面微形貌观察和化学成分分析技术, 通过实测数据自主建立的一套碎屑矿物标准库为分类依据, 实现了对碎屑矿物的定量识别。AMICS系统对第一个样品共识别出矿物种类25种, 人工实体显微镜-偏光显微镜法鉴定出25种; AMICS系统对第二个样品共识别出矿物种类26种, 人工实体显微镜-偏光显微镜法鉴定出27种, 两种方法鉴定出的碎屑矿物种类基本相同, 且每一种矿物含量的误差绝对值均小于5%。该系统识别氧化物(褐铁矿、铬铁矿等), 磷酸盐(磷灰石等), 硫酸盐(重晶石等), 硫化物(黄铁矿等), 碳酸盐(方解石、白云石等), 部分硅酸盐(锆石、榍石、橄榄石、石英、钾长石、钠长石、石榴石族等)相对准确, 但仅依靠矿物化学成分很难准确识别同质多象和类质同象系列碎屑矿物, 层状硅酸盐矿物在制样时容易逐层脱落的问题需要进一步解决。

**关键词:** 矿物特征自动定量分析系统(AMICS); 背散射法; 碎屑矿物; 扫描电镜-能谱仪

### 要点:

- (1) 在实际工作中以实测的碎屑矿物谱图和化学成分数据为依据, 自主建立了标准矿物库, 代替AMICS系统中自带的模拟谱图。
- (2) 以自主建立的矿物库为分类依据, 用AMICS软件统计出各类碎屑矿物含量等有效数据, 实现定量分析。
- (3) 与人工镜下鉴定结果进行比对, AMICS识别碎屑矿物中的氧化物、磷酸盐、硫酸盐等相对准确, 但仅依靠矿物化学成分很难准确识别同质多象和类质同象系列碎屑矿物。

中图分类号: P575

文献标识码: A

碎屑矿物是大陆剥蚀区母岩风化后由各种搬运力长期作用的结果, 是物源和环境的产物, 能够记录地质环境及演化历史, 是物质来源最敏感的指示剂。作为近海海底沉积物的主要组成部分, 碎屑矿物在追溯源区母岩类型、判识沉积物的来源、探讨物

质搬运扩散机制、沉积体系分布和古环境重建方面具有特殊意义<sup>[1-3]</sup>。长期以来, 碎屑矿物鉴定主要以光学显微镜为工具, 通过人工镜下鉴定、人工统计数据来完成, 工作量大、效率低, 科研人员往往难以及时获得鉴定结果, 这在一定程度上制约了科研进度。

收稿日期: 2023-10-19; 修回日期: 2024-08-23; 接受日期: 2024-09-02

基金项目: 国家自然科学基金项目(42176078)

第一作者: 宁泽, 硕士, 工程师, 从事碎屑矿物鉴定工作和海洋沉积方向的研究。E-mail: [353511791@qq.com](mailto:353511791@qq.com)。

通信作者: 徐磊, 硕士, 高级工程师, 从事海洋地球化学方面的研究。E-mail: [2279487719@qq.com](mailto:2279487719@qq.com)。

为突破这一瓶颈,部分科研工作者致力于自动矿物学技术 (SEM-based Automated Mineralogy) 的研发<sup>[4-6]</sup>,不断探索应用于岩石学和矿床学等领域的新测试方法,已经取得一定进展,例如应用于岩石、风化产物(风化层、土壤)及某些人造材料的矿物定量的综合自动矿物岩石学检测方法 (QEMSCAN)<sup>[7-8]</sup>;用于矿山工程技术、机械工程领域、生物学、材料科学的早期版本的分析系统工艺矿物学参数测试系统 (MLA)<sup>[9-11]</sup>;适用于采矿和矿物加工行业,可对块状、薄片或抛光切片样品进行矿产丰度和粒度解离自动分析的集成式矿物分析仪 (TIMA)<sup>[12-15]</sup>;将矿物分类方法与样品纹理进行匹配,采用元素比值法对矿物进行识别的地质工具 ZEISS Mineralogic Mining Systems<sup>[16-17]</sup>;广泛适用于地质科研、矿业、煤炭等领域,对样品进行工艺矿物学定量分析的矿物特征自动定量分析系统 (AMICS)<sup>[18-21]</sup>。AMICS 自带的矿物库中包含 2000 多种矿物模拟谱图和化学成分含量表,然而由于碎屑矿物粒级小 (0.063 ~ 0.25mm) 且矿物种类多,不同源区的碎屑矿物经过长距离搬运后发生不同程度的风化蚀变,成分复杂,其化学成分与矿物库中的模拟谱图和元素含量很难契合,且自动矿物学技术大都是面向岩石和矿石进行分析<sup>[22-25]</sup>,在碎屑矿物识别方面的案例较少,有待进一步研究。

本文以解决 AMICS 中的矿物模拟谱图对蚀变的碎屑矿物识别困难为出发点,在试验过程中以实测矿物数据代替系统中的模拟谱图和数据,并以实测矿物标准库为分类依据对碎屑矿物进行定量识别,将识别结果与人工镜下鉴定结果进行比对验证,阐述该测试方法的优势和存在的问题,并对问题产生的根源进行分析,为同行业研究人员提供借鉴。

## 1 实验部分

本研究所使用的仪器为布鲁克 Quantax200 能谱仪、蔡斯 Sigma500 热场发射扫描电子显微镜和矿物特征自动定量分析系统 (AMICS-Mining) 软件。人工镜下鉴定单矿物颗粒使用奥林巴斯 SZX7 实体显微镜和蔡斯 ScopeA1 偏光显微镜。碎屑矿物前处理过程中轻重矿物分离使用的重液为三溴甲烷,制作上机矿物光片所用的胶黏剂为环氧树脂和固化剂。本研究中示例样品来源于中国地质调查局青岛海洋地质研究所开展的 1:5 万海洋区域地质调查工作,用“海洋地质七号”调查船获取的海洋沉积物样品。本次研究选择碎屑矿物颗粒表面洁净、平均粒径分

布较均匀的两个样品(编号为 1 号和 2 号)作为实验研究对象。

### 1.1 AMICS 的组成和工作原理

矿物特征自动定量分析系统 (AMICS-Mining) 是第三代矿物参数自动定量分析系统,基本硬件由两部分构成,一部分是具备高束流并具有二次电子和背散射电子两种成像模式的热场发射扫描电子显微镜 (SEM),另一部分是能同时快速对样品微区内 Be ~ U 所有元素进行定性定量分析的 X 射线能谱仪 (EDS)。软件部分是在能谱仪上配备有一套能确定样品矿物组成、矿物分布信息、矿物颗粒尺寸分布、矿物连生关系和矿物相关关系等参数的矿物特征自动定量分析系统软件,该软件包括 Tool、Manager、Investigator、Process 四个模块,分别负责该系统的检验校正、标准矿物库的建立和修改、测试参数的设置和运行、结果输出与处理四个功能。

测试时,首先利用扫描电镜获取样品的背散射电子图像 (BSD),根据灰度值来确定矿物边界,提取矿物颗粒,以矿物颗粒中不同灰度值进行矿物相分割,区分不同矿物物相,同时利用能谱仪在每个矿物相区域快速进行 X 射线点信息采集,将每个采集点得到的 EDS 化学成分谱图与数据库中标准矿物谱图进行比对识别(图 1),迅速确定矿物名称。完成矿物自动识别后,运用图像分析技术进行数据统计和处理,系统自动生成该样品的矿物学参数数据,如矿物组成和含量、矿物颗粒形态、连生状态等,测试结果可进行手动检验和校正,以提高数据准确度。

### 1.2 样品处理与制备

AMICS 系统是利用样品在扫描电镜下呈现的灰度值,结合化学成分组成和含量来识别矿物,获得准确灰度值和能谱数据的前提是样品测试区域需处于电镜的同一焦距平面上,由于扫描电镜被 AMICS 征用测试后参数不可更改,因此需要将待测样品制成平整的光片。

针对碎屑矿物测试,首先根据沉积物粒度的粗细程度选取适量样品,烘干后称重,充分浸泡后,通过 250 $\mu\text{m}$  和 63 $\mu\text{m}$  双层套筛进行水洗冲筛,将 63 ~ 250 $\mu\text{m}$  粒级的砂样烘干称重后用三溴甲烷 (CHBr<sub>3</sub>) 进行轻、重矿物分离,获得轻、重矿物后分别烘干称重。若砂样质量大于 10g,则利用缩分器缩分以后再进行分离。将称重后的矿物用环氧树脂冷镶嵌包埋矿物颗粒固结制样,样品数量要满足被检测的颗粒数大于 300 粒。将分离后的砂样颗粒均匀的平铺在聚四氟乙烯片上,用环氧树脂将颗粒固定

在聚四氟乙烯片上,混合、烘干,待充分固结后由粗到细更换不同粒径的砂纸进行磨平并抛光,此过程要尽量避免矿物颗粒被环氧树脂全部包埋无法出露或出露太多被抛磨丢失。样品抛光完成后,将抛光截面用离子溅射仪进行表面导电涂层处理,镀碳后上机待测。以上步骤均符合相关测试的规范要求。

### 1.3 自主建立标准矿物库

AMICS系统自带的数据库中虽然含有2000多种矿物的化学成分模拟谱图和标准含量,但由于海洋沉积物中的碎屑矿物大都经历过不同程度的蚀变,

其矿物成分和含量与标准矿物具有差异性,因此需要实验测试人员通过实际测定目标矿物数据新建标准矿物库。

首先在实体显微镜下根据矿物的形态、颜色、光泽、透明度、解理和断口等物理特性确定矿物的种类,将目标单矿物颗粒分类挑出(图2);在实体显微镜下无法确定的透明矿物,则利用浸油法通过偏光显微镜观察矿物的光性、延性、多色性、近似双折射率、轴性、近似折光率等光学特性进行确定并分类挑出;实体显微镜和偏光显微镜都无法确定的矿物,则

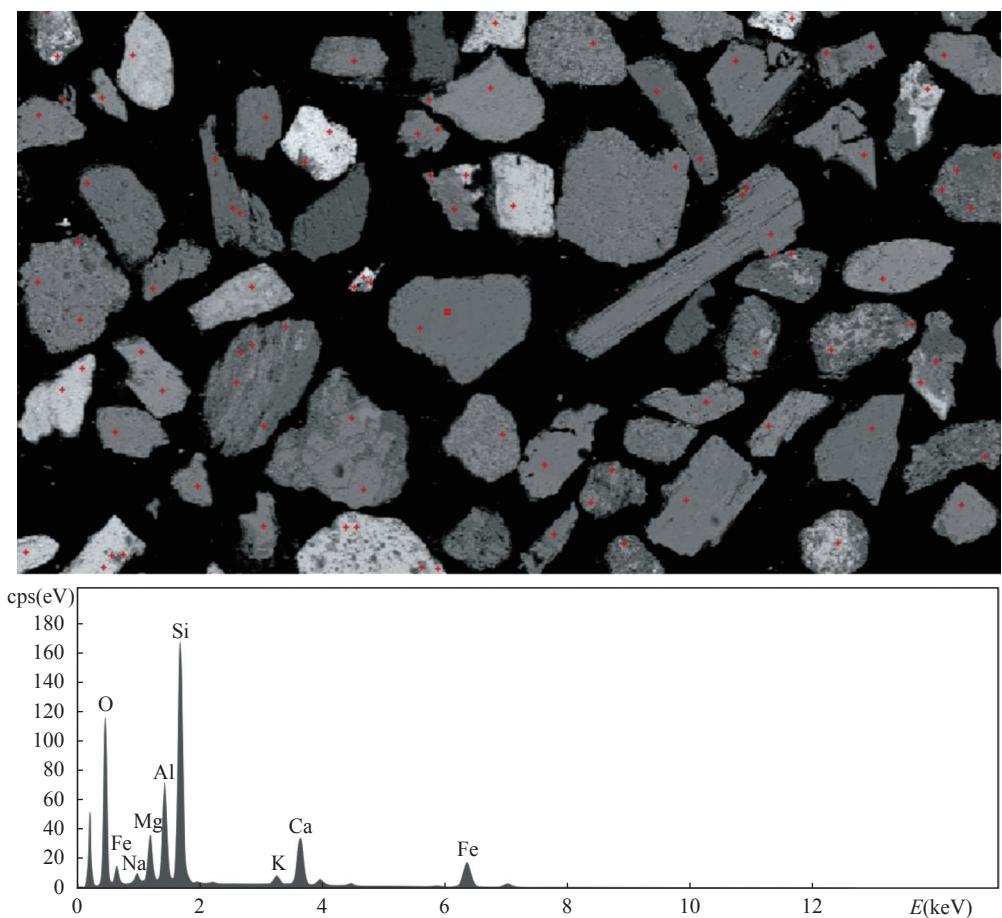


图1 灰度值确定矿物物相并进行能谱谱图采集

Fig. 1 Determination of mineral phases using grayscale values and collection of energy dispersive spectrum images.

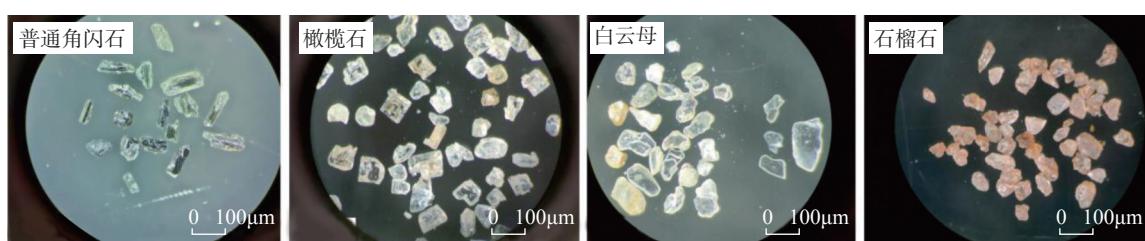


图2 分种类挑出单矿物

Fig. 2 Sorting out single minerals.

利用 X 射线能谱仪进行化学成分分析或激光拉曼光谱仪进行定名并分类挑出。

将目标矿物按照标准制样流程制成光片, 运用 X 射线能谱仪采集光片上目标矿物颗粒的谱图和化学成分数据, 将矿物名称、谱图、化学元素含量和晶体化学式等信息手动导入到 AMICS-Manager 管理器中, 按种类逐步建立碎屑矿物的标准矿物库, 作为标准识别同种矿物。目前本实验室已经在实践工作中通过实例自主建立了普通角闪石、阳起石、绿帘石、黝帘石、普通辉石、斜方辉石、石榴石、橄榄石、绿泥石、电气石、黑云母和白云母等 30 余种矿物共 150 余个矿物标准。

#### 1.4 实验定量分析

本研究在国土资源部海洋地质实验检测中心(中国地质调查局青岛海洋地质研究所)完成, 实验测试基于 Zeiss Sigma-500 热场发射扫描电子显微镜和 Bruker QUANTAX 200 能谱仪硬件系统, 运用矿物特征自动分析系统软件(AMICS)完成, 实验过程依据自然资源部海洋地质实验检测中心的扫描电镜-能谱仪矿物鉴定系统操作规程(HDJ-ZY-YQ-126)和自然资源部海洋地质实验检测中心的扫描电镜-能谱仪矿物鉴定系统校验方法(HDJ-ZY-YQ-125)进行仪器操作和质量控制。室内温度  $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ , 室内相对湿度  $\leq 40\%$ , 杂散磁场  $< 0.3\text{VT}$ 。实验测试条件: 扫描电镜高真空模式, 启用背散射电子(BSD)探头, 加速电压(HV)选择 15kV, 工作距离(WD)采用 8~10mm, 放大倍率采用 100X。本实验针对碎屑矿物样品, AMICS-Investigator 中的测量模式选择 particle, 背景灰度上限设置为 110, 矿物分界灰度系数设置为 35, 矿物分界面积数设置为 30, 最小矿物面积设置为  $100\mu\text{m}^2$ 。 $100\mu\text{m}^2$  的矿物按等效圆来计算, 半径约  $5.6\mu\text{m}$ , 即直径约  $11.2\mu\text{m}$  以上的颗粒都进行测试。本研究按照《海洋调查规范 第八部分 海洋地质地球物理调查》(GB/T 12763.8—2007)的要求, 碎屑矿物颗粒粒径为  $63\sim 250\mu\text{m}$ , 分析面积  $100\mu\text{m}^2$  足以包括本研究中的所有矿物颗粒。

用洗耳球将待测光片表面吹净, 置于实体显微镜下进行初步观察, 确保样品表面光滑无粉尘, 防止污染样品仓, 提高测试结果的准确度。将样品放入样品仓抽真空, 按照以上实验条件设置参数, 调节矿物颗粒的亮度、明暗对比度和清晰度后, 运用 AMICS-Tool 模块检查 AMICS 是否能正确读取扫描电镜各项参数, 检查无误后, 在 AMICS-Investigator 模块中添加测样, 调用 AMICS-Manager 管理器中的

标准矿物库, 并在 Investigator 模块的测量属性栏分别设置常规属性、成像属性、图像处理属性和 X-ray 属性使效果达到最佳, 选择好测量区域并保存设置参数。开始测试后, 扫描电镜、能谱仪和 AMICS 软件中的各项参数均不可修改和调节, 系统将逐帧自动测量并识别, 实时显示每帧测量数据并计入统计。完成一个重矿物样品测试一般需要 2~3h, 测试结束后系统自动停止测量、关闭扫描电镜加速电压并遮蔽光阑, 自设置好参数开始运行至测量结束过程无需测试人员值守。

#### 1.5 测试结果检验和校正

测试完成后, 可在 AMICS-Process 模块中将未识别出的矿物颗粒或任意感兴趣的矿物颗粒手动驱动至扫描电镜视域内, 在不同放大倍数下重点观察其微观形貌, 并通过 EDS 单独采集该矿物颗粒的化学成分进行人工分析和探究。将未知矿物的化学成分谱图和含量导入 AMICS-Manager 模块的矿物库中并对其定名, 即将测得的该未知矿物颗粒的参数补充到矿物标准库中, 再在 AMICS-Process 模块中更新标准矿物库数据, 对测试结果进行重新分类, 便可将刚才未知矿物颗粒及同种矿物成功识别。若未知矿物较多, 要重复此过程进行校正, 依据自然资源部海洋地质实验检测中心的扫描电镜-能谱仪矿物鉴定系统校验方法(HDJ-ZY-YQ-125)对碎屑矿物的要求, 直至测试结果中未知矿物占比降至 20% 以下, 确保 AMICS 系统识别结果与镜下鉴定结果具有更高的可比性。

## 2 结果与讨论

### 2.1 X 射线能谱-背散射法检测结果与图表统计模式

本文选取海洋地质调查项目科考船采集的普通海洋沉积物的 1 号和 2 号样品为例进行阐述和讨论。沉积物样品的处理结果见表 1, 由重矿物检测结果统计(表 2)可见, 运用 AMICS 系统 X 射线能谱-背散射法检测 1 号样品, 共识别出矿物种类 25 种, 闪石类(29.97%)和帘石类矿物(25.98%)为优势物种, 其次为钛铁氧化物类矿物(7.82%)和辉石类矿物(6.41%), ZTR 矿物(0.60%)和红柱石(0.48%)含量较低。采用该方法检测 2 号样品, 共识别出矿物种类 26 种, 其中闪石类占比 34.38%, 为优势物种, 帘石类矿物占比 25.90%, 其次为钛铁氧化物类矿物(7.62%)和辉石类矿物(5.02%), 红柱石(0.17%)、蓝晶石(0.16%)等变质岩矿物含量甚微。

为评价以上X射线能谱-背散射法检测结果的准确性,在实验过程中首先以本文1.5节的校验方法人工逐粒分析核对能谱谱图,判断每一粒矿物定名是否准确,然后再将各矿物亚种相加得到每一矿物种类的含量,再将每一种矿物含量与人工镜下鉴定

表1 沉积物样品处理结果

Table 1 Processing results of sediment samples.

参数	1号样品前处理结果(g)	2号样品前处理结果(g)
沉积物质量	79.955	74.977
粒级质量	33.875	52.312
缩分	7.368	6.194
重矿物质量	0.371	0.303

结果进行比对,并分析结果差异的可能因素。

AMICS系统具有先进的图形处理技术,在分析过程中,系统运用图形处理技术分解矿物颗粒,处理速度及处理能力(处理图形面积的大小及复杂性)几倍、几十倍于第三代自动矿物系统所采用的图形处理技术,图像效果更佳。在样品检测完成的同时,系统根据测试数据自动生成该样品的矿物分析图、百分比堆积柱图、饼状图和柱状图,使测试结果更为直观,研究者可以根据需求导出不同的分析图直接使用,不必再用其他测绘软件重新绘图,十分便捷。

## 2.2 实体显微镜-偏光显微镜法鉴定结果

实体显微镜-偏光显微镜人工鉴定法根据《海洋

表2 重矿物检测结果统计

Table 2 Statistics of testing results for heavy minerals.

矿物种类	1号样品检测结果(%)			2号样品检测结果(%)		
	实体显微镜-偏光显微镜法	X射线能谱-背散射法	误差	实体显微镜-偏光显微镜法	X射线能谱-背散射法	误差
磁铁矿	0.78	1.66	-0.88	偶见	0.90	-0.90
钛铁矿	8.31	4.28	4.03	7.48	5.89	1.59
赤、褐铁矿	2.60	1.88	0.72	0.70	0.83	-0.13
白钛石	1.56	0.53	1.03	1.81	0.35	1.46
锆石	0.52	0.11	0.41	1.04	0.36	0.68
独居石	-	-	-	-	-	-
榍石	0.52	3.56	-3.04	1.29	4.08	-2.79
磷灰石	1.56	2.41	-0.85	1.41	1.82	-0.41
金红石	-	-	-	偶见	0.29	-0.29
电气石	0.52	0.49	0.03	0.47	0.06	0.41
石榴石	5.71	5.32	0.39	4.02	4.23	-0.21
斜方辉石	0.26	0.01	0.25	-	-	-
普通辉石	0.78	2.15	-1.37	2.06	4.85	-2.79
透辉石	0.52	4.25	-3.73	0.25	0.17	0.08
普通角闪石	23.38	21.15	2.23	25.40	28.26	-2.86
阳起石	2.60	5.19	-2.59	3.12	2.99	0.13
透闪石	0.52	1.33	-0.81	1.78	0.50	1.28
蓝闪石	0.52	2.30	-1.78	0.98	2.63	-1.65
绿帘石	25.97	24.56	1.41	26.67	23.73	2.94
(斜)黝帘石	3.90	1.42	2.48	4.30	2.17	2.13
十字石	-	-	-	-	-	-
蓝晶石	-	-	-	0.27	0.16	0.11
红柱石	0.26	0.48	-0.22	0.23	0.17	0.06
矽线石	-	-	-	-	-	-
黄玉	-	-	-	-	-	-
硬绿泥石	-	-	-	0.54	-	0.54
绿泥石	偶见	1.12	-1.12	偶见	1.78	-1.78
黑云母	0.26	0.12	0.14	偶见	0.53	-0.53
白云母	0.52	0.19	0.33	0.66	0.06	0.6
风化云母	偶见	0.01	-0.01	0.88	0.01	0.87
自生黄铁矿	-	-	-	-	-	-
碳酸盐	4.94	0.28	4.66	2.40	0.24	2.16
未知矿物	13.51	15.19	-1.68	12.22	12.96	-0.74

调查规范 第八部分 海洋地质地球物理调查》(GB/T 12763.8—2007), 将重矿物用对角线四分法缩分至最少量(约 10000 颗粒), 然后将此样品用边缘平直的盖玻片划成一直线, 每个样品鉴定不少于 300 粒, 一般为 300~400 粒, 对这些矿物颗粒逐个进行定名。

本文工作运用实体显微镜-偏光显微镜法鉴定 1 号样品, 共鉴定出矿物种类 25 种, 与 X 射线能谱-背散射法所识别出的矿物种类一致(表 2)。镜下鉴定结果以帘石类(29.87%)和闪石类矿物(27.02%)为优势矿种, 其次为钛铁氧化物类矿物(11.69%)。实体显微镜-偏光显微镜法鉴定 2 号样品, 共鉴定出矿物种类 27 种, 与 X 射线能谱-背散射法所识别出的矿物种类基本一致。镜下鉴定结果以闪石类矿物(31.28%)和帘石类(30.97%)为优势矿种, 其次为钛铁氧化物类矿物(8.18%)。

### 2.3 探讨两种检测方法结果存在差异的可能因素

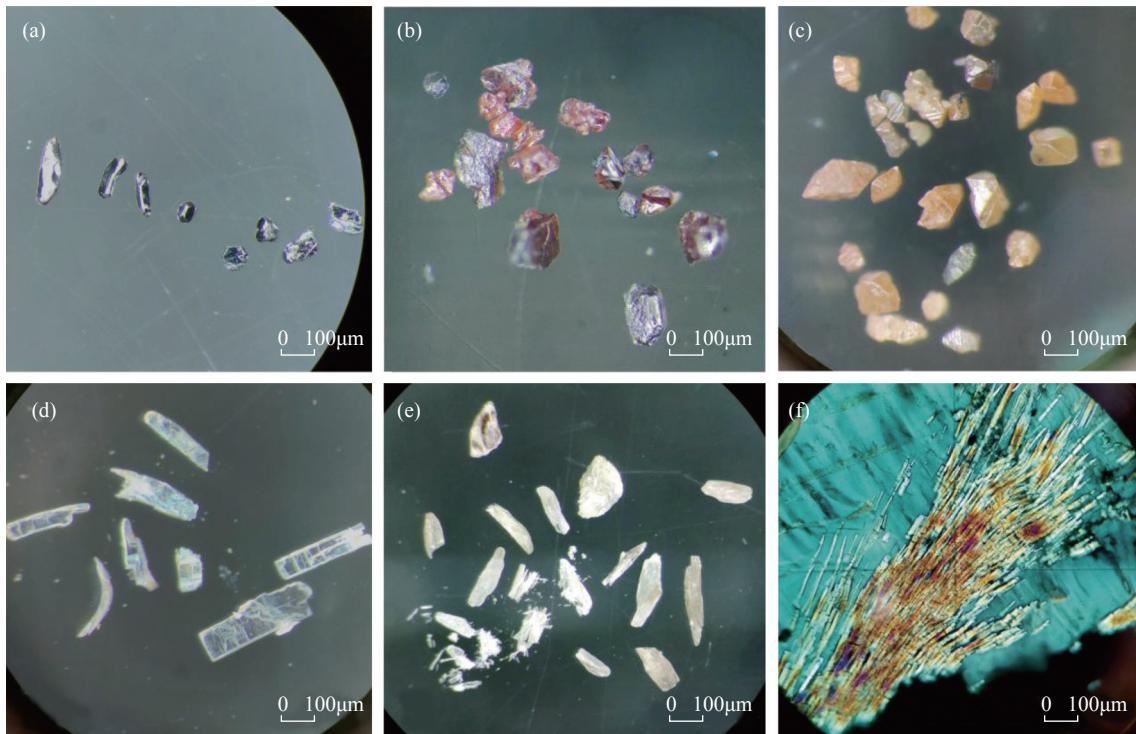
运用 X 射线能谱-背散射法对 1 号样品和 2 号样品所检测出的每一种矿物含量与实体显微镜-偏光显微镜法鉴定结果的误差绝对值均小于 5%(表 2), 表明该实验方法和检测结果具有一定的科学性和可靠性, 在识别氧化物(褐铁矿、铬铁矿等), 磷酸盐(磷灰石等), 硫酸盐(重晶石等), 硫化物(黄铁矿等), 碳酸盐(方解石、白云石等), 部分硅酸盐(锆石、榍石、橄榄石、石英、钾长石、钠长石、石榴石族等)灵敏准确, 在提供大基数统计数据方面有人工镜下鉴定不可比拟的优势, 但 AMICS 测试数据与传统镜下鉴定结果确实存在一定差异。

一是由于传统的实体显微镜-偏光显微镜法为人工鉴定, 采用颗粒统计法的条带法, 每个样品随机选取约 300~500 个矿物颗粒进行鉴定, 以此结果代表整个样品的检测结果。在运用 AMICS 系统 X 射线能谱-背散射法测试时, 为使测试结果具有统计学意义, 每个样品鉴定颗粒数达 5000 粒以上, 两种方法鉴定基数的差异会使检测结果存在差异。

二是因为自然界中矿物成分复杂, 存在类质同象系列矿物, 且风化蚀变程度不均一, 由于 X 射线能谱-背散射法在利用矿物灰度值区分矿物物相后, 主要通过矿物的化学成分含量进行判别, 而某些矿物的化学元素组成相同、成分含量相近, AMICS 软件在识别这些矿物时会存在一定误差。例如, 链状硅酸盐矿物中, 角闪石族的透闪石和阳起石, 自然界中很少有纯净的透闪石 ( $\text{Ca}_2\text{Mg}_5[\text{Si}_8\text{O}_{22}](\text{OH})_2$ ), 其 Mg 元素往往或多或少被  $\text{Fe}^{2+}$  置换, 一般还含有少量的 Al、Mn、Cr。阳起石 ( $\text{Ca}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5[\text{Si}_8\text{O}_{22}](\text{OH})_2$ )

中常含有少量的  $\text{MnO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ , 这就造成了透闪石与阳起石化学成分更为相似, 透闪石与铁阳起石的类质同象系列虽然已有人为定义的化学分界界限:  $(\text{Ca}+\text{Na})_{\text{B}} \geq 1.34$ , 当  $\text{Na}_{\text{B}} < 0.67$ ,  $(\text{Na}+\text{K})_{\text{A}} < 0.50$ ,  $\text{Si} \geq 0.70$ ,  $(\text{Mg}/\text{Mg}+\text{Fe}^{2+}) \geq 0.90$  [26-28], 但是这种界限很难在 AMICS 系统中录入定义。再如, 辉石族-单斜辉石亚族的透辉石和普通辉石, 普通辉石 ( $\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Al}, \text{Ti})_2[(\text{Si}, \text{Al})_2\text{O}_6]$ ) 化学成分本就复杂, 除上述主要成分外, 其中还往往含有 Ti、Mn、Cr、Ni、Na 等杂质。透辉石 ( $\text{CaMg}[\text{Si}_2\text{O}_6]$ ) 的化学成分看似简单, 但一般含有 1%~3% 的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 高者可达 7%~8%, 此外还会含有  $\text{Fe}^{3+}$ 、Mn、Na、V、Ti、Zn 等杂质, 且其成分中的 Mg 元素常被不同含量的  $\text{Fe}^{2+}$  置换, 形成透辉石 ( $\text{Di}_{100-90}\text{He}_{0-10}$ )-次透辉石 ( $\text{Di}_{90-50}\text{He}_{10-50}$ )-铁次透辉石 ( $\text{Di}_{50-10}\text{He}_{50-90}$ )-钙铁辉石 ( $\text{Di}_{10-0}\text{He}_{90-100}$ ) 的  $\text{CaMg}[\text{Si}_2\text{O}_6]\text{-CaFe}[\text{Si}_2\text{O}_6]$  完全类质同象系列的矿物 [27-29]。对于透辉石、次透辉石、普通辉石这些在成分上连续过渡的矿物, 在实际工作中, 只能在有限的条件下尽可能地扩充和完善数据库, 将每一种化学成分含量的矿物谱图都采集录入标准库存在一定难度, 因此 AMICS 系统依靠化学成分对这类矿物进行定名会存在一定偏差。

三是由于部分同质多象矿物的化学成分完全相同, 很难直接利用 X 射线能谱-背散射法通过化学成分进行区分, 但其晶体结构及形貌、颜色、硬度和光性特征等有很大差异(图 3), 在体式显微镜和偏光显微镜下能较好鉴别。例如, 板钛矿 ( $\text{TiO}_2$ )、金红石 ( $\text{TiO}_2$ ) 和锐钛矿 ( $\text{TiO}_2$ )。板钛矿(图 3a)为斜方晶系, 解理不发育, 在偏光镜下正极高突起, 糙面极显著, 干涉色极高达高级白, 光率体色散特别强, 呈交叉轴面色散, 是其重要特征, 与金红石区分时, 金红石(图 3b)为四方晶系, 有一组发育的解理, 且呈柱状、针状习性, 具备正极高突起、平行消光、正延性、极大双折射率等特征。锐钛矿(图 3c)以尖锐的双锥晶形、晶面上有横纹、正极高突起、高干涉色和一轴晶负光性为主要特征 [26, 28]。蓝晶石 ( $\text{Al}_2[\text{SiO}_4]\text{O}$ )、红柱石 ( $\text{AlAl}[\text{SiO}_4]\text{O}$ ) 和矽线石 ( $\text{Al}[\text{AlSiO}_5]$ ) 三种矿物的化学成分也完全相同, 但晶体光性特征区别明显。蓝晶石为三斜晶系, 晶体呈板柱状, 一级干涉色、正延性、二轴晶、负光性, 横切面上可见两组解理, 解理夹角 74°, 其中一组细长平直的解理近平行消光, 另一组解理稍粗、连续性稍差, 因此蓝晶石晶体颗粒具有挠性, 具备按压后弯折不断的显著特征(图 3d), 该特征是区别蓝晶石和其他同质多象矿物的重要标志。



(a)板钛矿; (b)金红石; (c)锐钛矿; (d)蓝晶石; (e)矽线石; (f)偏光镜下矽线石。

图3 部分同质多象矿物显微照片

Fig. 3 Microscopic photos of partially polymorphic minerals. (a) Brookite; (b) Rutile; (c) Anatase; (d) Kyanite; (e) Sillimanite; (f) Sillimanite under polarizing microscope.

之一<sup>[26,28]</sup>。红柱石为斜方晶系,晶体为淡红、玫瑰红色,呈柱状、杆状及不规则粒状,在近方形的横切面上有两组近直交的解理。矽线石晶体呈长柱状、针状、纤维状,集合体以呈束状、毛发状及放射状为特征(图3e),柱状晶体解理完全并有裂理,在纵切面上常见横向裂纹,状似手指(图3f),其干涉色较高、正延性和光轴角较小等特征不难与红柱石相区别<sup>[28]</sup>。又如,斜方晶系的文石 $[\text{Ca}(\text{CO}_3)_3]$ 、三方晶系的方解石 $[\text{Ca}(\text{CO}_3)_3]$ 等矿物都具有与其同质多象矿物相区别的光性特征,需要结合显微镜和偏光显微镜进行定名。

此外,黑云母、白云母和水云母等层状硅酸盐矿物由于其比重和形状结构特点,在制样过程中容易平铺在环氧树脂中,在磨抛过程中容易逐层磨蚀至脱落,可能是导致该类矿物使用X射线能谱-背散射

法检测结果含量偏低的原因。

### 3 结论

运用矿物特征自动分析系统,以自主建立的实测矿物数据库代替模拟数据库作为分类依据,识别结果与实体显微镜-偏光显微镜法所鉴定出的碎屑矿物种类基本相同,实现了对碎屑矿物样品进行定量研究。运用该系统识别碎屑矿物中氧化物、磷酸盐、硫酸盐、硫化物、碳酸盐和部分硅酸盐相对准确。

在实践工作中建立了碎屑矿物定量识别的新方法——X射线能谱-背散射法,但目前仅依靠矿物化学成分很难准确识别同质多象和类质同象系列碎屑矿物,层状硅酸盐矿物在实际制样工作中易逐层脱落遗失,这些是导致两种检测方法结果差异的重要原因,需要在今后的究工作中着重解决。

# Quantitative Identification of Detrital Minerals by Mineral Characteristic Automatic Analysis System and Error Analysis with Traditional Microscopic Identification

NING Ze<sup>1,2</sup>, XU Lei<sup>1,2\*</sup>, LIN Xuehui<sup>1,2</sup>, ZHANG Yuanyuan<sup>1,2</sup>, ZHANG Yong<sup>1,2</sup>

(1. Qingdao Institute of Marine Geology, China Geological Survey, Qingdao 266237, China;

2. Marine Geological Experimental Testing Center, Ministry of Natural Resources, Qingdao 266237, China)

## HIGHLIGHTS

- (1) In practical work, a standard mineral library was independently established based on measured detrital mineral spectra and chemical composition data, replacing the simulated spectra provided by the AMICS system.
- (2) Based on the independently established mineral database, the effective data such as contents of various detrital minerals were calculated by AMICS software to achieve quantitative analysis.
- (3) After comparing with the results of manual microscopic identification, AMICS is relatively accurate in identifying oxides, phosphates, sulfates, etc. in detrital minerals. However, it is difficult to accurately identify the detrital minerals of polymorphism and isomorphism series solely based on mineral chemical composition.

**ABSTRACT:** The analysis of detrital minerals is widely used in the study of sediment sources and material diffusion, and is of great significance in analyzing sedimentary dynamic environment and oceanic dynamic characteristics. However, for a long time, the acquisition of detrital mineral data has relied mainly on optical microscopes as tools and manual identification, which is labor-intensive and inefficient. In order to obtain scientific and effective mineral identification data in a timely fashion, a thermal field emission scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy attached and an automated mineral identification and characterization system (AMICS) were used. For the first sample, 25 mineral species were identified by the AMICS system and 25 mineral species were identified by artificial identification with stereomicroscope and polarizing microscope. For the second sample, 26 mineral species were identified by the AMICS system, and 27 mineral species were identified by artificial identification. The two methods identified similar types of detrital minerals, and the absolute error of each mineral content was less than 5%. The AMICS system can be used to identify oxides (limonite, chromite, etc.), phosphates (apatite, etc.), sulfates (barite, etc.), sulfides (pyrite, etc.), carbonates (calcite, dolomite, etc.), and some silicates (zircon, titanite, olivine, quartz, potassium feldspar, sodium feldspar, garnet group, etc.) accurately but it is difficult to accurately identify polymorphic and isomorphic detrital minerals based solely on mineral chemical composition. The problem of layered silicate minerals easily falling off layer by layer during sample preparation needs to be solved.

**KEY WORDS:** automated mineral identification and characterization system (AMICS); backscattered method; detrital mineral; scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectrometer

## 参考文献

[1] 高建华, 李军, 汪亚平, 等. 鸭绿江河口及近岸海域沉积物中重矿物组成、分布及其沉积动力学意义 [J]. *海洋学报*, 2009, 31(3): 84–94.

Gao J H, Li J, Wang Y P, et al. Heavy mineral distribution and their implications for sediment dynamics in the Yalu Estuary and its adjacent sea area [J]. *Acta Ceanoigica Sinica*, 2009, 31(3): 84–94.

[2] 李超, 杨守业, 毕磊, 等. “从源到汇”的时间尺度——根据U系同位素计算海洋沉积物的搬运时间 [J]. *海洋地质前沿*, 2015, 31(2): 26–31.

Li C, Yang S Y, Bi L, et al. Time scale of “south to sink” process-sediment transport time calculation based on U-series isotopes [J]. *Marine Geology Frontiers*, 2015, 31(2): 26–31.

[3] 范代读, 王扬扬, 吴伊婧. 长江沉积物源示踪研究进展 [J]. *地球科学进展*, 2012, 27(5): 515–528.

Fan D D, Wang Y Y, Wu Y J. Advances in provenance studies of Changjiang riverine sediments [J]. *Advances in Earth Science*, 2012, 27(5): 515–528.

[4] 董晋琨, 杨眉, 吴志远, 等. 系统矿物学数据特征分析及数据库建设 [J]. *吉林大学学报(地球科学版)*, 2019, 49(3): 727–736.

Dong J K, Yang M, Wu Z Y, et al. Systematic mineralogy data characteristics and database construction [J]. *Journal of Jilin University (Earth Science Edition)*, 2019, 49(3): 727–736.

[5] 张文, 田承涛, 翁孝卿, 等. 矿物解离分析系统在磷石膏工艺矿物学研究中的应用 [J]. *矿产综合利用*, 2022, 2(1): 205–210.

Zhang W, Tian C T, Weng X Q, et al. Research on the process mineralogy of phosphogypsum using mineral liberation analysis system [J]. *Multipurpose Utilization of Mineral Resources*, 2022, 2(1): 205–210.

[6] 温利刚, 贾木欣, 付强, 等. 基于扫描电子显微镜-X射线能谱的矿物自动分析系统(BPMA)测定高纯石英砂中杂质矿物 [J]. *中国无机分析化学*, 2023, 13(8): 845–850.

Wen L G, Jia M X, Fu Q, et al. Determination of impurity minerals high-purity quartz by SEM-EDS-based automated process mineralogy analyzing system (BPMA) [J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2023, 13(8): 845–850.

[7] 邓宇林, 郭绪磊, 罗明, 等. 基于扫描电镜和CT成像技术的碳酸盐岩溶蚀作用微观结构和变化规律研究 [J]. *中国岩溶*, 2022, 41(5): 698–707.

Deng Y L, Guo X L, Luo M M, et al. Study on the microstructure and variation law of carbonate rock dissolution based on scanning electron microscopy and CT imaging technology [J]. *Carsologica Sinica*, 2022, 41(5): 698–707.

[8] Gottlieb P, Wilkie G, Sutherland D, et al. Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications [J]. *JOM*, 2000, 52(4): 24–25.

[9] Ying G. Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis an introduction to JKMR/FEI mineral liberation analyser [J]. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2003, 2(1): 33–41.

[10] Fandrich R, Ying G, Burrows D, et al. Modern SEM-based mineral liberation analysis [J]. *International Journal of Mineral Processing*, 2007, 84(1–4): 310–320.

[11] Krolop P, Jantschke A, Gilbricht S, et al. Mineralogical imaging for characterization of the per Geijer apatite iron ores in the Kiruna district, Northern Sweden: A comparative study of mineral liberation analysis and Raman imaging [J]. *Multidisciplinary Digital Publishing Institute*, 2019, 9(9): 544.

[12] Hrstka T, Gottlieb P, Skála R, et al. Automated mineralogy and petrology—Applications of TESCAN integrated mineral analyzer (TIMA) [J]. *Journal of Geosciences*, 2018, 63(1): 47–63.

[13] 李秋杭, 谢远云, 康春国, 等. 基于人工和TIMA自动化方法的松花江水系重矿物组成: 对源-汇物源示踪的指示 [J]. *海洋地质与第四纪地质*, 2022, 42(3): 170–183.

Li Q H, Xie Y Y, Kang C G, et al. Heavy mineral composition of the Songhua River system identified by manual and TIMA automatic methods and implications for provenance tracing [J]. *Marine Geology & Quaternary Geology*, 2022, 42(3): 170–183.

[14] 陈倩, 宋文磊, 杨金昆, 等. 矿物自动定量分析系统的基本原理及其在岩矿研究中的应用——以捷克泰思肯公司TIMA为例 [J]. *矿床地质*, 2021, 40(2): 345–368.

Chen Q, Song W L, Yang J K, et al. Principle of automated mineral quantitative analysis system and its application in petrology and mineralogy: An example from TESCAN TIMA [J]. *Mineral Deposits*, 2021, 40(2): 345–368.

[15] 张涛, 宋文磊, 陈倩, 等. 矿物自动定量分析系统在低品位铜矿渣工艺矿物学研究中的应用 [J]. *岩矿测试*, 2023, 42(4): 748–759.

Zhang T, Song W L, Chen Q, et al. Application of automated quantitative mineral analysis system in process mineralogy of low-grade copper slag [J]. *Rock*

and Mineral Analysis, 2023, 42(4): 748–759.

[16] Keulen N, Malkki S N, Graham S. Automated quantitative mineralogy applied to metamorphic rocks [J]. *Minerals*, 2020, 10(1): 1–29.

[17] Graham S, Keulen N. Nanoscale automated quantitative mineralogy: A 200-nm quantitative mineralogy assessment of fault gouge using mineralogic [J]. *Minerals*, 2019, 9(11): 665.

[18] Hou X Z, Yang Z F, Wang Z J. The occurrence characteristics and recovery potential of middle-heavy rare earth elements in the Bayan Obo deposit, Northern China [J]. *Acta Geochim*, 2020, 39(1): 139–154.

[19] Zhou J, Gu Y. Geometallurgical characterization and automated mineralogy of gold ores [M]. Elsevier, 2016: 95–111.

[20] 朴海善, 杨勇, 唐云, 等. 低品位碳酸锰矿工艺矿物学研究 [J]. *矿物学报*, 2023, 43(2): 191–200.

Piao H S, Yang Y, Tang Y, et al. Process mineralogy of the low-grade manganese carbonate ore [J]. *Acta Mineralogica Sinica*, 2023, 43(2): 191–200.

[21] 张瀚之, 鹿化煜, 周亚利, 等. 渭河流域沉积矿物组合定量分析及示踪 [J]. *沉积学报*, 2022, 40(4): 944–956.

Zhang H Z, Lu H Y, Zhou Y L, et al. Quantitative analysis of the clastic mineral composition in sediments from the Weihe River Basin by scanning electron microscope and its implication for provenance [J]. *Acta Sedimentologica Sinica*, 2022, 40(4): 944–956.

[22] 朱丹, 桂博艺, 王芳, 等. AMICS 测试技术在铌矿中的应用——以竹溪铌矿为例 [J]. *有色金属 (选矿部分)*, 2021(3): 1–7.

Zhu D, Gui B Y, Wang F, et al. Application of the advanced mineral identification and characterization system (AMICS) in the Nb deposit: A case study of the Zhuxi Nb deposit [J]. *Nonferrous Metals (Mineral Processing Section)*, 2021(3): 1–7.

[23] 孙晓旭, 冯坚, 李超, 等. 自动矿物识别和表征系统在辽东吉祥峪稀土矿矿物鉴定和赋存状态研究中的应用 [J]. *岩矿测试*, 2023, 42(6): 1120–1131.

Sun X X, Feng J, Li C, et al. Application of automated mineral identification and characterization system to identify minerals and occurrences of elements in Jixiangyu rare earth deposit of Eastern Liaoning [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2023, 42(6): 1120–1131.

[24] 曹玉璐, 曾宇轲, 张元元. 基于扫描电子显微镜的重矿物物源分析方法对比 [J]. *现代地质*, 2023, 37(2): 475–485.

Cao Y L, Zeng Y K, Zhang Y Y. Comparison of heavy mineral provenance analysis methods based on SEM [J]. *Geoscience*, 2023, 37(2): 475–485.

[25] 邓刘敏, 葛祥坤, 范光, 等. 基于扫描电镜-能谱仪的矿物定量分析——以 AMICS 为例 [J]. *世界核地质科学*, 2023, 40(1): 98–105.

Deng L M, Ge X K, Fan G, et al. Quantitative analysis of minerals based on scanning electron microscopy and energy dispersive spectrometry [J]. *World Nuclear Geoscience*, 2023, 40(1): 98–105.

[26] 王濮, 潘兆橹, 翁玲宝. 系统矿物学 [M]. 北京: 地质出版社, 1982.

Wang P, Pan Z L, Weng L B. Systematic mineralogy [M]. Beijing: Geological Publishing House, 1982.

[27] 潘兆橹. 结晶学及矿物学 [M]. 北京: 地质出版社, 1993.

Pan Z L. Crystallography and mineralogy [M]. Beijing: Geological Publishing House, 1993.

[28] 常丽华, 陈曼云, 金巍. 透明矿物薄片鉴定手册 [M]. 北京: 地质出版社, 2006.

Chang L H, Chen M Y, Jin W. Manual for identification of transparent mineral thin slices [M]. Beijing: Geological Publishing House, 2006.

[29] 刘显凡, 汪灵, 李慧, 等. 角闪石族和辉石族矿物的系统矿物学分类命名 [J]. *矿物学报*, 2015, 35(1): 19–28.

Liu X F, Wang L, Li H, et al. Systematic mineralogical classifications and nomenclatures of amphibole and pyroxene group minerals [J]. *Acta Mineralogica Sinica*, 2015, 35(1): 19–28.