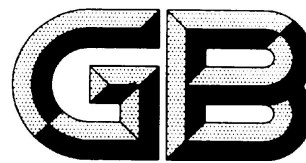


ICS 73.060.10

CSS XXX



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX-202X

钒钛磁铁矿 矿物定量检测方法

Quantitative determination of vanadium titanium magnetite minerals

文稿版次选择

(本稿完成日期:)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言.....	II
钒钛磁铁矿 矿物定量检测方法.....	1
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
3.1	1
钒钛磁铁矿石 vanadium titanium magnetite ore.....	1
3.2	1
钛磁铁矿 titanomagnetite.....	1
3.3	1
钛铁矿 ilmenite.....	1
3.4	1
矿物参数自动定量分析系统 automatic quantitative analysis system of mineral parameters..	2
4 一般要求.....	2
5 样品采集.....	2
5.1 矿石样品采集.....	2
5.2 粉状（颗粒状）样品采集.....	2
6 样品制备.....	2
6.1 粉末样品制备.....	2
6.2 矿物参数自动定量分析系统定量检测分析的样品制备.....	2
6.3 样品导电性处理.....	2
7 仪器准备和参数设置.....	3
7.1 扫描电镜参数设置.....	3
7.2 能谱仪参数设置.....	3
8 矿物含量测定流程.....	3
8.1 矿物参数自动定量分析系统亮度和衬度调节.....	3
8.2 矿物参数自动定量分析系统样品形式选择、测量参数读取、测量模式选择.....	3
8.3 数据采集和一般矿物数据库建立.....	4
8.4 复合型矿物数据库数据处理.....	4
9 数据校准.....	4
9.1 数据库校准.....	4
9.2 允许误差.....	4
附录 A（规范性） 钛磁铁矿、钛铁矿主客晶矿物定量检测结果报告.....	5
附录 B（规范性） 钛磁铁矿、钛铁矿复合型矿物定量检测结果报告.....	6
附录 C（资料性） 四川攀枝花-西昌地区 4 大矿区钛磁铁矿、钛铁矿研究成果.....	7
附录 D（资料性）	9

前 言

本文件参照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（TC 579）提出。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（TC 579）归口。

钒钛磁铁矿 矿物定量检测方法

警示-使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了钒钛磁铁矿矿物参数自动分析系统定量检测方法的一般要求、样品采集、样品制备、仪器准备和参数设置、矿物含量测定流程、数据校准等内容。

本文件适用于钒钛磁铁矿的矿物定量检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范 第9部分：岩石矿物样品鉴定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

钒钛磁铁矿石 vanadium titanium magnetite ore

是指一种以含铁、钒、钛为主的多金属元素共生的复合矿。其铁钛紧密共生，大部分钒与铁矿物以类质同象赋存于钛磁铁矿中。

3.2

钛磁铁矿 titanomagnetite

是指钒钛磁铁矿中主要的含铁工业矿物，亦是钛、钒、铬、锰、镓、钴等组分的主要载体，是固溶体分异作用形成的产物，是由主晶磁铁矿和客晶钛铁矿、钛铁晶石和镁铝尖晶石等组成的复合型矿物。

3.3

钛铁矿 ilmenite

理论化学式 FeTiO_3 ，本文件是指与钛磁铁矿密切共生的粒状钛铁矿，是固溶体分异作用形成的产物，是由主晶钛铁矿和客晶钛磁铁矿、镁铝尖晶石、赤铁矿和镁钛矿组成的复合型矿物。

3.4

矿物参数自动定量分析系统 automatic quantitative analysis system of mineral parameters

是指由高分辨率扫描电子显微镜和能谱仪等硬件，搭载矿物参数自动定量分析软件组成的分析系统。

4 一般要求

4.1 测试或鉴定的仪器的检定或校准、保养、适用应符合有关要求。

4.2 研究机构应具备开展钒钛磁铁矿矿物定量检测工作的工作条件，例如 AMICS、MLA 等矿物自动定量分析系统，以及相应的岩矿鉴定和岩矿测试资质。

5 样品采集

5.1 矿石样品采集

按照DZ/T 0130.9的规定进行钒钛磁铁矿石代表性块状样品的采集。

5.2 粉状（颗粒状）样品采集

显微定量样品和矿物参数自动定量分析系统定量检测样品宜从-2mm的选矿破磨后的样品或选矿产品中缩分获得。

6 样品制备

6.1 粉末样品制备

6.1.1 按照 DZ/T 0130.9 的规定进行岩矿样品的制备。用于显微镜下矿物定量的粉状样品应磨制砂光片、砂薄片，严格按四分法缩分样品，并根据粒度变化分级取样制备，被取出的样品应全部制片。

6.1.2 砂光片、砂薄片不能有脱粒、气泡和矿物偏析，不能出现轻、重，粗、细矿物颗粒分层，不能使矿物颗粒粘连或团聚，保证矿物颗粒在片中分布均匀。

6.2 矿物参数自动定量分析系统定量检测分析的样品制备

6.2.1 矿物参数自动定量分析系统定量检测分析的样品，应将样品放到合适的模具中，选择合适的包埋剂进行包埋，建议选择环氧树脂以及对应的固化剂混合后进行冷镶嵌，包埋时注意避免包裹有气泡，包埋后的样品常温固化或者加热固化。包埋后的样品形状由模具决定。取出彻底固化后的包埋样品，切割出观测面与对侧面，使观测面与对侧面平行；观测面为平方毫米级或者平方厘米级，观测面到样品托的厚度为毫米级，通常不超过 5mm。切割后应对样品进行二次包埋，最后进行抛光处理。

6.2.2 如样品粒度不均一、矿物颗粒密度、形状差异较大，则宜垂直观测面将其切割成两个对切面，将两个对切面做为新的观测面进行包埋。或将样品进行筛析分级，分级样品单独制样，最终将各筛级测定结果在数据显示软件（Dataview）中合并（Combine）为样品测定结果。

6.3 样品导电性处理

6.3.1 矿物参数自动定量分析系统定量检测分析的样品，在抛光后还需对样品进行观测面导电性处理。可以选择镀导电膜、粘贴导电胶带或者涂抹导电胶液等不同方式进行处理。

6.3.2 导电膜的种类有碳膜、金膜等，根据钒钛磁铁矿检测需求应选择镀碳膜，镀膜厚度宜为10nm~20nm。

6.3.3 使用导电胶带和导电胶液，粘贴或者涂抹在样品表面，不能覆盖观测面。

7 仪器准备和参数设置

7.1 扫描电镜参数设置

7.1.1 **加速电压**：根据需要检测的样品中主要元素种类选择加速电压，对于钒钛磁铁矿矿物定量检测，通常加速电压选择为20kV，粒度小于38 μ m的筛析分级样品通常加速电压选择为15kV~25kV。

7.1.2 **束流强度**：调节束斑大小保证每个X射线信号采集点有足够的信号量，通常为2nA~3nA。

7.1.3 **工作距离**：调节试样台Z轴，改变物镜极靴下表面与样品表面之间的距离，保证能谱仪在当前电镜参数条件下，接收到的X射线计数率最大，通常为5mm~12mm。

7.1.4 **聚焦**：对电子束聚焦，使电子汇聚，使图像清晰。

7.1.5 **像散调节**：打开消像散器并进行调节，使图像不产生拉伸变形。

7.1.6 **光阑调节**：打开光阑控制器并进行调节，使光阑居中，图像不出现左右晃动。

7.1.7 **亮度和衬度**：调节亮度和衬度控制器，使图像亮暗和对比度适中，能够很好区分不同矿物。

7.1.8 **单帧图像放大倍率**：根据测量视域大小及需要分析的最小矿物颗粒粒径选择适宜的放大倍率。

7.1.9 **图像分辨率**：图像分辨率宜选择为1024 \times 768，也可根据实际需求选择其他分辨率。

7.2 能谱仪参数设置

加速电压和扫描电镜设置的加速电压一致，通常为15kV~20kV，粒度小于38 μ m的筛析分级样品通常为15kV。计数率通道应高于能谱仪接收的计数率，将死时间控制在30%以内。

8 矿物含量测定流程

8.1 矿物参数自动定量分析系统亮度和衬度调节

打开矿物参数自动定量分析系统的tool软件，采集图像、查看测试结果，调节亮度和衬度控制器，使图像亮暗和对比度适中，能够准确的移除BSE背景，并区分出钒钛磁铁矿中不同的矿物（需特别注意复合型矿物中主客晶矿物是否已经区分）。

8.2 矿物参数自动定量分析系统样品形式选择、测量参数读取、测量模式选择

8.2.1 标准样品形式为块状样品和粉末样品。

8.2.2 根据实验需求，选择块样模式（Block 模式）或颗粒模式（Granulate 模式）进行矿物识别和定量分析。

8.2.3 添加样品测量，设置合理测量编号，应与样品编号保持一致。确认电镜和能谱状态稳定，视分析需要将放大倍数调至合理范围（通常每一帧图中矿物颗粒约为200颗），读取电镜和能谱数据并保存。

8.3 数据采集和一般矿物数据库建立

8.3.1 矿物参数自动定量分析系统软件自身携带有部分矿物理论数据库，由于钒钛磁铁矿复合型矿物定量检测的特殊性，每一批次样品都应由工作人员后期实测数据，建立的相对应的矿物数据库。

8.3.2 数据库建立：测量数据采集完成后，打开测量结果，寻找未知矿物，并驱动电镜至未知矿物颗粒的位置，在 STD 软件下采集该未知矿物的能谱数据，完成与已有数据库的比对，若不在已有数据库的范围内，则需作为新矿物数据存入 STD 软件数据库中。

8.4 复合型矿物数据库数据处理

8.4.1 钛磁铁矿和钛铁矿作为固溶体分离的复合型矿物，其矿物数据库数据必须经过人工后期处理。使用 Process 软件用实测的矿物数据库对测量结果进行分类和处理，将与钛磁铁矿共生的客晶矿物钛铁矿、钛铁晶石和镁铝尖晶石，以及与钛铁矿共生的客晶矿物钛磁铁矿、镁铝尖晶石、赤铁矿和镁钛矿的矿物含量、粒度、连生关系等测试数据导出并保存，若客晶矿物颗粒粒度小于矿物参数自动定量分析系统的检测下限，则应结合显微镜下矿物定量结果对客晶矿物含量校准，保存格式见附录 A 中附表 A1 和 A2。

8.4.2 利用 Process 软件中 Mineral Touch Up 功能将各类客晶矿物合并入主晶矿物颗粒（需根据测量情况，多次调整 Mineral Touch Up 参数，以将最多的客晶矿物合并入主晶矿物颗粒为原则），将合并后的钛磁铁矿、钛铁矿等矿物定量检测数据导出并保存，保存格式见附录 B 中附表 B1。

8.4.3 将矿物定量检测结果与文献数据比对，校正、完善和补充钒钛磁铁矿各大矿区复合型矿物定量数据，详情见附录 C 中附表 C1、C2 和 C3。

9 数据校准

9.1 数据库校准

9.1.1 将同一样品送电子探针分析，对样品中钛磁铁矿和钛铁矿的主客晶矿物，以及样品中其他矿物分别进行电子探针微区定量分析。每种矿物颗粒定量分析不应少于 10 个点，对于含量低的矿物，为了保证测定结果的可靠性，应适当增加测定样品点数。

9.1.2 将电子探针分析结果与矿物参数自动定量分析系统数据库数据比对，校准数据库中矿物元素组成测量数据。

9.2 允许误差

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次测试结果的相对误差，或在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对误差：测量矿物颗粒数量 ≥ 20000 颗时，钛磁铁矿、钛铁矿矿物相对体积含量 $At\% > 10\%$ 时，相对误差 $< 5\%$ ；钛磁铁矿、钛铁矿矿物相对体积含量 $5\% \leq At\% \leq 10\%$ 时，相对误差 $< 7\%$ ；钛磁铁矿、钛铁矿矿物相对体积含量 $1\% \leq At\% \leq 5\%$ 时，相对误差 $< 15\%$ ；钛磁铁矿、钛铁矿矿物相对体积含量 $0.5\% \leq At\% \leq 1\%$ 时，相对误差 $< 20\%$ ；钛磁铁矿、钛铁矿矿物相对体积含量 $0.1\% \leq At\% \leq 0.5\%$ 时，相对误差 $< 50\%$ 。

附录 A
(规范性)
钛磁铁矿、钛铁矿主客晶矿物定量检测结果报告

A.1 钛磁铁矿客晶矿物定量检测分析结果报告样例见表A.1。

表A.1 钛磁铁矿客晶矿物定量检测分析结果样例

含量% 矿物 名称	样品编号			
钛铁晶石				
钛铁矿				
镁铝尖晶石				
....				

A.2 钛铁矿客晶矿物定量检测分析结果报告样例见表A.2。

表A.2 钛铁矿客晶矿物定量检测分析结果样例

含量% 矿物 名称	样品编号			
钛磁铁矿				
镁铝尖晶石				
赤铁矿				
镁钛矿				
....				

附录 B
(规范性)
钛磁铁矿、钛铁矿复合型矿物定量检测结果报告

B.1 钛磁铁矿、钛铁矿矿物定量检测分析结果报告样例见表B.1

表B.1 钛磁铁矿、钛铁矿矿物定量检测分析结果

样品编号 含量% 矿物 名称			
钛磁铁矿			
钛铁矿			
黄铁矿			
磁黄铁矿			
.....			

附录 C
(资料性)

四川攀枝花-西昌地区 4 大矿区钛磁铁矿、钛铁矿研究成果

C.1 四川攀枝花-西昌地区4大矿区钛磁铁矿客晶矿物的种类见表 C.1。

表 C.1 四川攀枝花-西昌地区4大矿区钛磁铁矿客晶矿物的种类

主次 矿区	矿物名称	钛铁晶石	钛铁矿		镁铝尖晶石	
			板状片 晶	片晶	片晶	粒状
攀枝花		主要	少量	微量	次要	中等
白马		微量	少量	主要	次要	中等
太和		中等	少量	主要	微量	次要
红格		微量	中等	主要	次要	少量

C.2 四川攀枝花-西昌地区 4 大矿区钛磁铁矿中客晶矿物的含量见表 C.2。

表 C.2 四川攀枝花-西昌地区4大矿区钛磁铁矿中客晶矿物的含量

含量% 矿区	矿石品级	Fe1	Fe2	Fe3
		攀枝花	45	42
白马			32	28
太和		42	37	32
红格			38	30

C.3 四川攀枝花-西昌地区 4 大矿区钛铁矿主要成分见表 C.3。

表 C.3 四川攀枝花-西昌地区4大矿区钛铁矿主要成分

成分 含量%	矿区			
	攀枝花	白马	太和	红格
TiO ₂	51.41	51.14	51.68	51.20
FeO	35.50	38.39	37.92	38.54
Fe ₂ O ₃	6.68	4.94	5.15	4.14
MgO	4.63	2.89	3.54	3.94
MnO	0.57	0.79	0.62	0.80
CaO	0.24	0.34	0.54	0.27
Al ₂ O ₃	0.53	0.54	0.30	0.31
TFe	32.27	33.30	33.08	32.85

附录 D
(资料性)

本文件起草单位和主要起草人

本文件主要起草单位：中国地质科学院矿产综合利用研究所，攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司，广东省科学院资源利用与稀土开发研究所。

本文件主要起草人：李潇雨、史志新、李波、朱志敏、张裕书、陈超、汪波、王越。



参考文献

- [1] GB/T 13908 固体矿产地质勘查规范总则
- [2] GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则
- [3] GB/T 17359 微束分析 能谱法定量分析
- [4] GB/T 17366 矿物岩石的电子探针分析试样的制备方法
- [5] GB/T 17766 固体矿产资源/储量分类
- [6] DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范 第9部分：岩石矿物样品鉴定
- [7] DZ/T 0275.1 岩矿鉴定技术规范 第1部分：总则及一般规定
- [8] DZ/T 0275.2 岩矿鉴定技术规范 第2部分：岩石薄片制样
- [9] DZ/T 0275.3 岩矿鉴定技术规范 第3部分：矿石光片制样
- [10] DZ/T 0275.4 岩矿鉴定技术规范 第4部分：岩石薄片鉴定
- [11] DZ/T 0275.5 岩矿鉴定技术规范 第5部分：矿石光片鉴定
- [12] 吴本羨、孟长春等，攀枝花钒钛磁铁矿工艺矿物学[M]. 四川科学技术出版社. 1998
- [13] 李波、梁冬云等，自动矿物分析系统的统计误差分析[J]. 矿冶, 2018, 27 (4) :120-123