杨炳飞,冯安生.旋转载物台显微镜下矿物定量及其精确性研究[J]. 岩矿测试,2018,37(3):292-297. YANG Bing-fei, FENG An-sheng. Study on Accuracy of Quantitative Analysis of Minerals under Rotating Stage Microscopy[J]. Rock and Mineral Analysis,2018,37(3):292-297.

[DOI: 10.15898/j. cnki. 11 – 2131/td. 201709270156]

旋转载物台显微镜下矿物定量及其精确性研究

杨炳飞1,冯安生2,3*

(1.河北地质大学宝石与材料工艺学院,河北石家庄 050031;

2. 中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所, 河南 郑州 450006;

3. 国家非金属矿资源综合利用工程技术研究中心,河南郑州 450006)

摘要:光学显微镜矿物定量方法简单、结果可靠,被广泛应用于工艺矿物学和岩矿鉴定工作中。"线测法"测 试速度快,效率高,并且适用于细粒矿物颗粒,在应用中占有重要的地位。但是常规的测试线具有方向同一 性的特征,不能很好地处理待测矿物颗粒"择优取向"的问题。针对该问题,本文阐述了一种通过旋转载物 台进行镜下矿物定量的方法。主要工作原理为:系列圆周线穿切各待测矿物颗粒截线长度比等于其体积比。 主要测试过程为:转动载物台一周,测定待测矿物颗粒与视域周边相交的各段圆周截线所占的包含角之和 (ΔK) 。观测一定数量的视域(N),计算质量百分含量 $(W) = [\Sigma\Delta K/(N \times 360)] \cdot (\delta/\Delta) \times 100\%$ 。经理论分 析,并对方铅矿、闪锌矿和磁铁矿光片进行了检验,结果表明:旋转载物台矿物定量工作量低、简单易行、精度 较高,与传统"线测法"测试结果差值小于±5%,并且可以有效地解决待测矿物颗粒"择优取向"对测试结果 的不利影响。

关键词: 旋转载物台; 显微镜; 矿物定量; 精确性

要点:

(1) 通过旋转载物台进行镜下矿物定量。

(2)系列圆周测试线取代传统直线测试线。

(3) 消除了待测颗粒"择优取向"的影响。

中图分类号: P575; P575.2 文献标识码: B

在工艺矿物学和岩矿鉴定研究中,矿物定量是 一项重要的基础工作,其对查明组成矿物的种类和 数量及其工艺特征,用于研究矿石成因和指导矿石 分选具有重要的意义^[1-2]。根据原理不同,矿物定 量分为显微镜矿物定量、化学分析矿物定量、分离矿 物定量、仪器矿物定量等^[3-5]。其中,仪器矿物定量 在工作中的比重日益增多,如各种电子显微镜和目 前最先进的 MLA 矿物分析仪(Mineral Liberation Analyser)^[6-10]。但是采用普通光学显微镜进行矿 物定量方法简单、容易操作并且成本较低,是所有矿 物定量的基础,亦是国内外通行的工作方法,仍具有 重要的地位^[11-13]。

显微镜下矿物定量通常采用的方法分为三种, 即面测法、线测法和点测法,其基本原理源自"体视 学"。这些方法是把矿石磨制成光片或薄片,分别利 用待测矿物(或称第二相粒子)所占表面面积、线段 长度和点数来测定其体积含量,进而计算质量含量。 "面测法"、"线测法"和"点测法"分别由 Weibei (1963)、Rosiwal(1898)和 Thompson(1930)加以数 学证明,之后很多研究者亦对该项工作进行了多年

收稿日期: 2017-09-27;修回日期: 2018-01-11;接受日期: 2018-05-07

基金项目:中国地质调查局地质调查工作项目(12120114021901)

作者简介:杨炳飞,博士,副教授,主要从事工艺矿物学、矿相学及岩矿鉴定方面的研究。E-mail: u7758@126.com。

通信作者:冯安生,博士,研究员,主要从事矿产资源综合利用工作。E-mail: sinomines@163.com。

研究,取得了较多的学术成果。其中,"线测法"仅 依靠目镜中的测微尺即可完成操作,测试速度快,精 度高,并且适合观测细粒矿物颗粒,目前在实际工作 中应用较广。但是,传统的"线测法"不能有效解决 待测矿物颗粒在矿石中的"择优取向"问题。如果 待测矿物颗粒在矿石中的"择优取向"问题。如果 待测矿物颗粒在光片表面有明显的"择优取向",不 呈无规律分布时,采用该法得到的测试结果与实际 情况有较大差异。

为了解决"线测法"无法处理矿物颗粒"择优取 向"的问题,本项目组根据工作经验,在传统"线测 法"的基础上总结出一种通过旋转载物台进行矿物 定量的方法。该法通过测定镜下待测矿物颗粒与视 域周边相交的圆周截线所占圆周线的比例,统计计 算出待测矿物颗粒的质量百分含量。该方法简单方 便,工作量少,精度较高,可以有效解决矿物颗粒在 矿石中"择优取向"分布的问题。

1 实验部分

1.1 测试方法

实验仪器及样品:矿相显微镜,代表性矿物光片 或薄片。

图1为显微镜下观测视域示意图。以该图为 例,旋转载物台矿物定量基本测试过程如下。



图 1 显微镜下观测视域示意图

Fig. 1 The sketch of visual field under the microscope

指定目镜测微尺为水平方向(以*O*-O'表示)。 转动载物台使 0 刻度位于初始 O 位置。在合适的 放大倍数下,应有待测矿物颗粒与镜下视域周边相 交。设矿物颗粒轮廓与视域周边相交点为 A、B、C、 D、…。逆时针转动载物台,使点 A 转动至 O,记下 载物台的刻度数,如 K_a。依次转动载物台,使点 B、 $C \setminus D$ 、…依次转动至 O,分别记下刻度数,如 $K_{\rm b} \setminus K_{\rm c}$ 、 $K_{\rm d}$ 、…,一直转动一周为止。

一般情况下,每个矿物颗粒与视域周边有两个 相交点,如 $A = B, C = D, \dots$ 。分别计算A 点转动 到O 时与B 点转动到O 时载物台转动过的角度 ΔK_{ab} (即 $K_b - K_a$)。以此类推, $\Delta K_{cd} = K_d - K_c$,等等。 设定 $\Delta K_1 = \Delta K_{ab} + \Delta K_{cd} + \dots$ 。移动矿物光片,更换其 他视域,重复以上步骤。确定 ΔK_2 (第二个视域), ΔK_3 (第三个视域), ΔK_4 (第四个视域), $\dots, \Delta K_N$ (第 N 个视域)。

对所得的数据进行整理,按照下式进行计算。

$$W = \frac{\Sigma \Delta K}{N \times 360} \times \frac{\delta}{\rho} = \frac{\Delta K_1 + \Delta K_2 + \Delta K_3 + \dots + \Delta K_N}{N \times 360}$$
$$\times \frac{\delta}{\rho} \times 100\% \tag{1}$$

式中:W—待测矿物在矿石中的质量百分含量(%); δ, ρ —待测矿物的密度和矿石的密度(kg/m³或 g/cm³); $\Delta K_1, \Delta K_2, \Delta K_3, \dots, \Delta K_N$ —第1、2、3、…、N个 视域中,与视域周边相交的待测矿物所占包含角度 之和;N—观测的视域总数目。

如果矿片中含有多种矿物需要进行定量时,采 用下面公式进行计算。

$$W_{i} = \frac{(\Sigma \Delta K)_{i} \delta_{i}}{(2)}$$

 W_i^{-} (ΣΔ*K*)₁ δ_1 + (ΣΔ*K*)₂ δ_2 + … + (ΣΔ*K*)_n δ_n 式中: W_i —第 *i* 种矿物在矿石中的质量百分含量 (%); (ΣΔ*K*)_{*i*}—第 *i* 种矿物在所有测试视域中所占 的包含角之和; δ_i —第 *i* 种矿物的密度(kg/m³或 g/cm³)₀

1.2 测试主要原理

旋转载物台显微镜下矿物定量的主要特征是通 过观测二维测量值而获得三维参数,其原理基础来 自体视学^[14-15]。该法的基本原理为:系列圆周线穿 切各矿物的截线长度比等于各矿物的体积比,截线 长度比通过截线所占的包含角进行确定。该法与传 统"线测法"类似,不同的是该法用系列"圆周线"代 替传统"线测法"的系列平行线。由于圆周上各点 的线段取向各异,当测量有一定"择优取向"分布的 矿物时,"圆周线"测试系统可以提高随机性的效 果,从而保证测定的精确度。

2 结果与讨论

- 2.1 旋转载物台矿物定量精确性
- 2.1.1 待测矿物嵌布特征和观测视域的数量 矿物光片应能代表整个矿石样品的嵌布特征,

并且待测矿物颗粒呈无规律分布是显微镜下矿物定 量精确性的保证^[16]。对于"择优取向"明显的矿物 颗粒或组织,旋转载物台矿物定量可以满足测试线 的随机性,从而提高结果精确性。由于矿物光片体 积小,并且待测矿物的粒度大小和空间分布各异,因 此足够数量的光片亦是矿物定量精确性的保证。一 般的,应根据矿物的嵌布特征,对矿石样品不同的部 位分别制作若干光片分析观测,然后进行统计计算, 得出可供参考的结果。

此外,对同一块光片,亦应保证一定数量的圆周 观测线和观测视域。然而,如果在能够满足观测要 求的前提下,并不是观测的视域越多越好。过多的 观测视域只会增加工作量,而并不会明显提高观测 的精确度。观测视域的具体数量并没有固定的要 求,根据工作经验,对有代表性的光片来说,观察几 十个视域(一般查数100~300个待测矿物颗粒数) 就能满足精度要求。

2.1.2 物镜的放大倍数

图 2 是显微镜下同一观测中心在不同放大倍数 下的观测示意图。其中图 2a 的物镜放大倍数要高 于图 2b。可以看出,在同时测完一个视域(即载物 台转动一周)的情况下,图 2a 测试的颗粒数要少于 图 2b。此外,图 2b 的真实物方视场要大于图 2a,如 果要测试相同的矿物颗粒数,在图 2a 的物镜放大倍 数下需要移动更多的视域。根据测试原理,选择不 同的物镜放大倍数理论上不会影响最终的测试结 果。但是为了便于观察和避免过于频繁移动视域, 应根据待测矿物的嵌布特征选择合适的放大倍数。

2.1.3 视域移动方式

采用旋转载物台镜下定量时,一般从光片的某

一个基角开始观测。按照一定的移动规律,直至整 个光片观测完毕。因此,可以随机选择光片的任意 视域进行观测,然后进行统计计算。但是为了使观 测过程有章可循,推荐采用下面的观测方式。

如图 3 所示,图中每个圆代表一个观测视域。 实际观测时,从光片左上角的视域进行观测。该视 域观测完毕后,水平移动至相邻的另一个视域,移动 的距离为视域圆的半径。该行视域观测完毕后,进 行下面一行视域的观测(行间距仍为视域圆的半 径),直至整个光片观测完毕。实际移动视域时,可 借助矿物颗粒和目镜测微尺确定移动距离。

2.2 测试工作量与误差

对传统"线测法"和旋转载物台镜下矿物定量 的观测工作量进行了对比分析。"线测法"测试条 件:系列平行线的间距 $\Delta l = (1 - 1.5) d(d)$ 为待测矿 物颗粒的平均粒径);旋转载物台镜下矿物定量测 试条件:视域移动距离 $\Delta l = r(r)$ 为镜下视域圆的半 径)。经几何分析,测试相同的光片,旋转载物台矿 物定量总的测试圆周线长度要小于"线测法"测试 线长度,并且采用的物镜放大倍数越小,差距越大。 为了观测方便,视域中的矿物颗粒应避免过大或过 小。根据工作经验,一个视域中待测矿物颗粒数约 为几十个左右时,观测效果较好,这时两种观测方法 的观测工作量相近。此外,通过对比发现,采用图 3 所述的观测方式,不但工作量较少,而且可以保证较 高的精确度。

2.3 旋转载物台矿物定量与"线测法"矿物定量对比

为了进一步检验旋转载物台矿物定量的应用效 果,现列举三个实例进行说明。分别将一定量的方 铅矿、闪锌矿和磁铁矿颗粒与环氧树脂混匀,装模固



图 2 不同物镜放大倍数下的视域示意图

Fig. 2 The sketchs of visual field under different magnification of objective

(b) 物镜倍数较小





图 3 观测视域的移动方式

Moving way of the visual field under the microscope Fig. 3

化,定型,磨制光片,然后进行显微镜下观测,如图4 所示。其中(a)、(b)、(c)分别是方铅矿、闪锌矿和 磁铁矿颗粒在显微镜下的某一视域,深色的颗粒为 待测矿物,颗粒外为环氧树脂。

分别用传统"线测法"和旋转载物台矿物定量 法进行镜下观测并进行统计计算,其中质量百分比 根据公式(2)计算得出。两种方法观测视域均不少 于 50 个,观测统计结果列于表 1。有关数据: P 50 个, 观测统计结果列于表 1。有关数据: P 50 个 $=7.5 \text{ g/cm}^3, \rho_{(3)} \neq 0.2 \text{ g/cm}^3, \rho_{(3)} \neq 0.3 \text{ g/cm}^3,$ $\rho_{\mathrm{K}\mathrm{S}\mathrm{M}\mathrm{H}\mathrm{E}} = 1.2 \mathrm{g/cm}^3$

通过表1可以看出,不论是体积百分含量还是 质量百分含量,三种不同矿物颗粒用"线测法"和旋 转载物台镜下矿物定量法观测的结果较为接近,差 值均小于±5%,在显微镜矿物定量误差范围内。这 个结果说明旋转载物台显微镜下矿物定量是可行的。

显微镜下矿物定量观测统计结果 表 1

Table 1 Statistical results of mineral quantitative observation under the microscope

观测方法	方铅矿		闪锌矿		磁铁矿	
	体积	质量	体积	质量	体积	质量
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
线测法	36.2	78.0	16.8	41.4	55.5	84.6
旋物法	32.5	75.1	14.7	37.6	56.5	85.2
差值	3.7	2.9	2.1	3.8	-1.0	-0.6

3 结论

目前,矿物分析方法日益广泛,包括电子显微镜 和 MLA 矿物分析仪在内的各种大型仪器对深入了 解矿物的组成和工艺特征提供了方便。但是,光学 显微镜镜下分析仍是国内外研究岩矿不可缺少的工 作方法。本文提出的旋转载物台矿物定量方法与传 统"线测法"类似,依据观测到的二维参数得到三维 参数,其基本原理源自"体视学"。通过与传统"线 测法"矿物定量对比研究,结论如下。

(1)该法通讨统计系列圆周线穿切各矿物的截 线长度比得到各种矿物的体积比,进而得到质量比。 具有原理明确、方法简单实用、工作量小和精度较高 的特点。

(2)该法采用系列"圆周线"测试系统,该系统 测试线具有方向各异的特点,可以很好地解决待测 矿物颗粒"择优取向"的问题。

(3) 通过对方铅矿、闪锌矿和磁铁矿光片进行 测试,用旋转载物台矿物定量方法得到的结果与传 统"线测法"相比,差值小于±5%,均在显微镜矿物 定量误差范围内。



(a) 方铅矿

(b) 闪锌矿

(c) 磁铁矿



显微镜下矿物观测图 图 4

Fig. 4 Visual fields under the microscope

4 参考文献

- Baum W. Ore characterization, process mineralogy and lab automation a roadmap for future mining [J]. Minerals Engineering, 2014, 60:69-73.
- [2] Lotter N O, Kormos L J, Oliveira J, et al. Modern process mineralogy: Two case studies [J]. Minerals Engineering, 2011,24:638-650.
- [3] 黄凌云,杨波,童雄.贵州某铅锌尾矿工艺矿物学研究
 [J].昆明理工大学学报(自然科学版),2017,42(4): 25-37.

Huang L Y, Yang B, Tong X. Process mineralogy of leadzinc tailings in Guizhou Province [J]. Journal of Kunming University of Science and Technology (Natural Science Edition), 2017,42(4):25-37.

- [4] 蒋先强,熊文良,曾令熙. 国外某铁尾矿中稀土赋存状态研究[J].稀土,2016,37(6):32-38.
 Jiang X Q,Xiong W L,Zeng L X. Study on low grade rare earth occurrences in a foreign iron tailings[J]. Chinese Rare Earths,2016,37(6):32-38.
- [5] Zheng X, Yan L, Shuang L, et al. The characteristics study of sphalerite tailings by using MLA [J]. Procedia Engineering, 2015, 102;278 - 286.
- [6] 杜谷,王坤阳,冉敬,等.红外光谱/扫描电镜等现代大型仪器岩石矿物鉴定技术及其应用[J].岩矿测试, 2014,33(9):625-632.

Du G, Wang K Y, Ran J, et al. Application of IR/SEM and other modern instruments for mineral identification [J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33 (9): 625-632.

- [7] Dirk S. Method Development in Automated Mineralogy[D]. Freiberg: TU Bergakademie, 2015.
- [8] Lotter N O. Modern process mineralogy: An integrated multi-disciplined approach to flowsheeting [J]. Minerals Engineering, 2011, 24:1229 - 1237.
- [9] 赵海波,黄俊玮,马驰,等.河南某钨钼矿石工艺矿物
 学研究[J].金属矿山,2016(9):122-126.
 Zhao H B, Huang J W, Ma C, et al. Process mineralogy

research of tungsten-molybdenum ore in Henan [J]. Metal Mine, 2016(9): 122 - 126.

- [10] 马驰,王守敬,海东婧,等.内蒙古赵井沟钽铌矿工艺 矿物学研究[J].矿产保护与利用,2017(6):75-78.
 Ma C, Wang S J, Hai D J, et al. Process mineralogy of the Zhaojinggou tantalum-niobium ore deposit in Inner Mongolia Province [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources,2017(6):75-78.
- [11] 周姣花,汪建宇,顾茗心,等.利用 X 射线衍射和岩矿 鉴定等技术研究河南汤家坪钼矿区主要矿物标型特 征[J]. 岩矿测试,2015,34(1):82-90.
 Zhou J H, Wang J Y, Gu M X, et al. The main mineral typomorphic characteristics of the Henan Tangjiaping molybdenum district using X-ray diffraction and rock mineral identification technology[J]. Rock and Mineral Analysis,2015,34(1):82-90.
- [12] 彭艳华,彭光菊,贾利攀,等.湖南宝山铅锌矿西部矿带银的工艺矿物学研究[J]. 岩矿测试,2013,32(5): 729-737.

Peng Y H, Peng G J, Jia L P, et al. Technological mineralogy research of silver in the lead-zinc ore deposit in West Baoshan, Hunan Province [J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32(5):729-737.

- [13] Goodwin P C, Johnson B, Frevert C W. Microscopy, Immuno-histochemistry, Digital Imaging, and Quantitative Microscopy[M]. Elsevier Press, 2018:53-66.
- [14] Ueda T, Oki T, Koyanaka S. Stereological correction method based on sectional texture analysis for the liberation distribution of binary particle systems [J]. Advanced Powder Technology, 2017, 28:1391-1398.
- [15] Ueda T, Oki T, Koyanaka S. Stereological bias for spherical particles with various particle compositions [J]. Advanced Powder Technology, 2016, 27:1828 - 1838.
- [16] de Souza D S, da Silva Assis W L, Rios P R, et al. Stereological analysis of the microstructure of pure iron with random nucleation [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2014, 3(4):349 - 353.

Study on Accuracy of Quantitative Analysis of Minerals under Rotating Stage Microscopy

YANG Bing-fei¹, FENG An-sheng^{2,3}*

- (1. School of Gem and Material Technology, Hebei GEO University, Shijiazhuang 050031, China)
- 2. Zhengzhou Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, Chinese Academy of Geological Sciences, Zhengzhou 450006, China;
- 3. China National Engineering Research Center of Utilization of Industrial Minerals, Zhengzhou 450006, China)

HIGHLIGHTS

- (1) Mineral quantitative analysis was performed by rotating stage optical microscope.
- (2) The circumference test lines replaced traditional linear test lines.
- (3) The influence of 'preferential orientation' of the particles was eliminated.

ABSTRCAT: Mineral quantitative analysis by optical microscope is simple and reliable, and has been widely used in process mineralogy and rock-mineral determination. The line measurement method is fast and efficient, and is suitable for fine-grained mineral particles, which plays an important role in the application. However, the conventional test line has the characteristics of directional identity, and cannot deal with the problem of 'preferential orientation' of the analyzed mineral particles. To solve this problem, a new mineral quantitative method by rotating the platform of an optical microscope was conducted. The main principle is that the length ratio of the circular cutting lines of different mineral particles is equal to their volume ratio. The main test process of the method is as follows: rotating the objective table for a circle and testing the angles (ΔK) that the circular cutting line contained, which is intersected by the mineral particles and the visual field under the microscope. By testing a certain number of visual fields (N) and calculating weight percentage (W), the percent content is acquired by the equation $W = [\Sigma \Delta K/(N \times 360)] \cdot (\delta/\Delta) \times 100\%$. After theoretical analysis, the galena, sphalerite, and magnetite thin sections were examined. The results show that the new mineral quantitative method is simple, accurate, and the difference value of the test results is less than $\pm 5\%$ compared with the conventional line measurement method. In addition, this method can be used to effectively solve the negative effect of 'preferential orientation' on the test results.

KEY WORDS: rotate the objective table; microscope; mineral quantitation; accuracy