

中国地质实验室

国土资源部西北矿产资源监督检测中心 Northwest China Supervision and Inspection Center of Mineral Resources, Ministry of Land and Resources

唐南安, 程秀花

(中国地质调查局西安地质调查中心, 陕西 西安 710054)

1 发展历史

国土资源部西北矿产资源监督检测中心(简称“中心”),前身是西安地质矿产研究所实验测试中心,隶属中国地质调查局西安地质调查中心。中心组建于1962年,1992年首次通过国家级计量认证,2003年通过国家级实验室认可,2004年经国土资源部认证批复挂牌成立国土资源部西北矿产资源监督检测中心,2005年取得国土资源部岩矿鉴定与岩矿测试甲级资质。经过几十年的发展,已成为一个集科研与检测为一体的专业实验室,尤其是在西北地区已具有一定的影响力,为高校、科研单位、商检、冶金、有色、环保、工矿企业等行业,提供了大量的技术服务。

2 定位及研究方向

中心自成立以来,主要围绕地质工作,开展服务于地质找矿、矿山环评、基础地质、能源开发等项目的测试任务。随着地质工作的蓬勃发展,中心实验测试工作也发生了变化。在保证完成地质大调查项目测试任务的同时,积极申请科研项目,拓展分析研究领域,建立完善的测试技术体系,注重对外交流与学习,坚持参加国内外能力验证,力争建设西北地区一流行业实验室。中心主要测试及研究方向为:①岩石、矿物、土壤、水质、植物等地质样品的成分分析(包括无机分析和有机分析);②岩矿鉴定与岩矿分析;③矿物物相分析;④珠宝玉石鉴定。

3 仪器设备

中心实验室拥有化学分析、岩矿分析、有机分析等方面仪器设备30多台(套)。

化学分析:Axios型X射线荧光光谱仪、X-Series II型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)、IRIS Intrepid II XSP型电感耦合等离子体光谱仪(ICP-AES)、novAA300型火焰原子吸收光谱

仪和ZEE nit 600型石墨炉原子吸收光谱仪、AFS-2202E型和XGY-1011A型原子荧光光谱仪、SPECORD S 600型紫外分光光度计、multi EA 2000型碳硫测定仪等现代先进仪器设备。

岩矿分析:JXA-8230型电子探针、inVia型激光拉曼光谱、D/max-2500型X射线衍射仪等仪器设备。

有机分析:Atomx 80-GC-MS Trace DSQ I型吹扫捕集浓缩仪-气相色谱-质谱仪、ASE200型加速溶剂萃取仪、MARS 5型微波消解仪、LC-20A型高效液相色谱仪、GC-2010 Plus型气相色谱仪等仪器设备。



图1 X-Series II型电感耦合等离子体质谱仪

4 专业技术特色

近年来,中心围绕地质大调查项目,积极开展分析技术体系研究,建立了与之配套的岩矿分析、无机化学分析以及有机化学分析方法技术体系。另一方面,在保证顺利完成中国地质大调查项目测试任务的同时,注重提高分析测试技术,积极参加国内外分析技术能力验证,申请科研项目,逐步发展形成了以下几个研究领域。



图 2 JXA-8230 型电子探针



图 3 inVia 型激光拉曼光谱仪



图 4 D/max-2500 型 X 射线衍射仪

4.1 岩石矿物分析技术研究

中心岩石矿物分析主要以 X 射线衍射仪、激光拉曼光谱仪、电子探针三台大型仪器为平台,通过多年的实验研究,在岩石矿物成分分析、矿物鉴定、矿物物相分析、微区分析以及结构分析等方面建立了一系列分析方法。

引进的 D/max-2500 型 X 射线衍射仪能够精确地对多晶样品进行成份分析及结构分析,尤其是在低含量、结晶程度较差或高吸收样品的分析方面具有明

显的优势。申请承担的国土资源部公益性行业科研专项“东天山一大黑山地区花岗岩中长石形成温压条件的测试方法研究”(2009~2012),对采自中天山地区的二长花岗岩、花岗闪长岩、花岗岩、碱长花岗岩、英云闪长岩中的条纹长石进行了晶格常数的精确测定,通过改善测试技术,借助 XRD 大功率的优势及分析软件功能,建立了一套条纹长石矿物晶格常数的计算方法,从而可以精确测定长石的结构参数、有序度等数据,经验证该方法计算结果与 X 衍射精修数据比较吻合,分析时间却大为缩减。该方法的建立不仅适用于各晶系单矿物晶格常数的测定,还适用于类似条纹长石这种混合相矿物晶格常数的测定;无需通过倒易晶格指标化到还原正晶胞得到晶格常数的繁复过程,也减少了因用几条衍射峰数据计算晶格常数带来的误差。

关于伊利石结晶度测试技术国外已经达到标准化程度,但在国内研究尚浅。1991 年 IGCP 294 项目“极低级变质作用”中国国家工作组会议首次在我国推介了伊利石“结晶度”作为划分高级成岩-极低级变质-近变质作用带标识的理论,这一理论被石油、地质、土壤、公路等行业广泛认可。正在进行的“伊利石结晶度测试技术方法研究”国土资源部公益性行业科研专项(2010~2012),建立了黏土矿物分离与定性、定量分析方法,以及伊利石结晶度的测试方法。滑石、黏土等矿物在化妆品与医药行业常用为主要辅料,这些矿物的形成过程中常常伴生有闪石石棉和蛇纹石石棉。中心研究人员在分析某产品过程中利用 XRD 检测出其含有有害物质闪石石棉、蛇纹石石棉,检出限为 0.5%,并在偏光显微镜下进行观察,测定了其长径比,进而加以确定。参与制定了制品中石棉含量测定方法的国家标准 GB/T23263—2009。

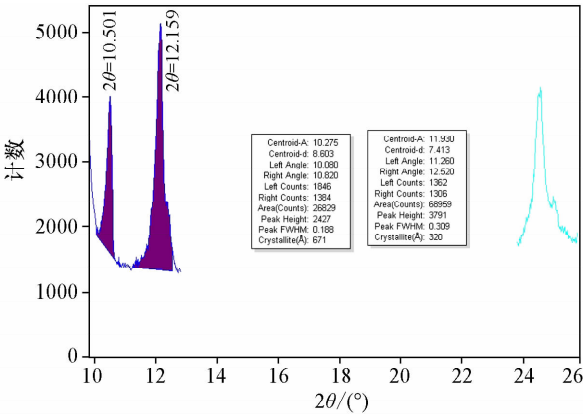


图 5 某产品中闪石石棉、蛇纹石石棉的 XRD 检测图谱

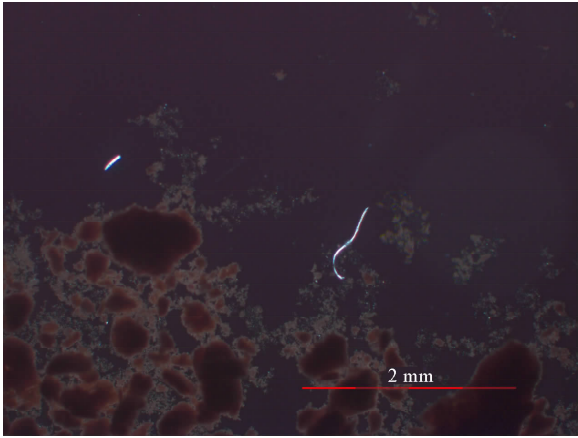


图 6 某产品中闪石石棉、蛇纹石石棉的偏光显微镜照片

电子探针分析技术具有高空间分辨率(约 $1\text{ }\mu\text{m}^3$)、简便快速、精度高、分析元素范围广($^4\text{Be} \sim ^{92}\text{U}$)、不破坏样品等特点,广泛用于稀土金属、贵金属、非金属等矿产资源物质组成研究。在地质领域的研究中,利用电子探针微区分析和面分析的优势,可以得到从宏观到微观元素分析的大量信息,从而为地质找矿提供了重要的依据。另一方面,电子探针也是发现新物质、新矿种并对矿物进行准确定名的重要手段之一。2011 年,中心利用电子探针对于某地铁矿样品进行分析时意外地发现样品中含有晶质铀矿,这是首次发现该铁矿含有晶质铀矿。铀矿作为一种重要的战略资源,此发现具有重要的意义。进一步研究表明,该晶质铀矿为古老的变质成因类型,形成年代为元古代时期,另外首次对晶质铀矿的环带年龄开展了研究工作,借此探讨其年龄的分段性,并找出成矿作用与后期热液蚀变作用有关的相关信息,为变质成因提供了另一证据。

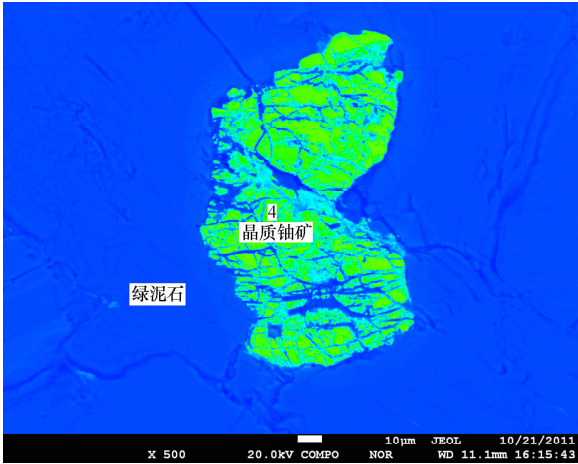


图 7 某地铁矿样品中晶质铀矿的电子探针图像

激光拉曼光谱仪是目前研究矿物及各种材料分子结构所必不可少的仪器之一。它具有快速、非破坏性等特点,被广泛应用于矿物结构分析、流体包裹体分析、珠宝玉石鉴定、材料分析,以及药物学分析等实验研究工作。中心在 1986 年引进了法国 J. Y. 公司生产的激光拉曼光谱仪,是原地质矿产部系统引进的第一台激光拉曼光谱仪。2006 年更新换代,引进英国 RENISHAW 公司 inVia 激光拉曼光谱仪,并配备有 Linkam 冷热台(温度区间 $-196 \sim 600^{\circ}\text{C}$)和数字图像采集与数据处理系统。多年来利用拉曼光谱为国内外高等学校和科研院所提供了大量的分析测试数据,先后承担多项科研项目,在国内核心期刊上发表论文 40 多篇,出版了《地学中的拉曼光谱》专著。其中承担的国家自然科学基金资助项目“气液包裹体分子成分、密度及其散射截面的拉曼光谱研究”,首次提出了拉曼散射截面标准化因子与分子振动轨道重叠积分变化成正比的理论模式及其计算方法,建立了气-液相流体包裹体分子成分、密度测定的激光拉曼探针定量计算方法。

2008 ~ 2010 年承担的中国地质调查局项目“引进现代分析测试设备配套方法研究——激光拉曼光谱现代微区分析技术及地质应用”,以人工配制盐水溶液和合成流体包裹体为研究对象,建立了常温 and 低温下盐水溶液阴离子浓度和含盐度拉曼光谱半定量测定方法,利用人工合成包裹体标样对盐水溶液拉曼光谱试验结果进行了压力校验,完成了流体包裹体挥发组分均一状态下拉曼光谱研究的初步探索,并编制了流体包裹体热力学参数计算应用软件。依据所建立的流体包裹体在常温、均一和低温冷冻状态下的拉曼光谱测定法、盐水溶液阴离子浓度、阳离子种类和含盐度的拉曼光谱半定量测定法以及编制的流体包裹体热力学参数计算应用软件,可以对不同产状、不同岩体类型中不同主矿物内的流体包裹体进行成分测定和相变研究,进而获取成岩成矿流体的温度、压力、密度和盐度等重要信息,为气流包裹体相变理论及其地质温压计的建立提供新的依据,为成岩成矿溶液的深入研究积累新的资料。

4.2 无机化学分析技术研究

随着地质分析测试技术的飞速发展,特别是随着“野战军”装备的相继到位,中心在无机元素化学分析及方法研究方面得到了快速的发展。目前已经建立各种岩石矿物化学分析方法、化探样品配套分析方法以及各类水质分析等一系列完整的检测技术体系,涉及 30 多类产品的 400 多个分析参数。

火法试金是我中心的发展较早的一项具有专业特色的分析技术,主要用于铅阳极泥等各种地质样品中金、银、铂族元素以及合质金的分析测试。此法由郭炳北等一批火试金专家在 20 世纪 60 年代组建,针对不同样品试金时的配料、温度和时间等参数做了大量的试验研究,建立了一系列火试金分析方法;70 年代由中心牵头国内 8 个科研单位共同承担了"甘肃金川特大型硫化铜镍矿床中铂族元素综合利用"科研项目,取得了两项成果:①在国内首次攻克了 Os、Ir、Ru、Rh 的分析方法;②利用化学物相法查明了铂族元素在硫化铜镍矿中的赋存状态,为其选冶工艺流程的制定提供了可靠的科学依据。近年来又发展了铈镍试金-ICP-MS 测定铂族元素的分析方法。2011 年与贵州锦丰矿业有限公司签定了烂泥沟金矿长期合作合同,承担了其合质金的分析任务,及时准确地为其提供可靠分析数据。2007 年,针对中心矿山环境评价调查项目中各种蔬菜、水果以及粮食等样品的检测需求,建立了微波消解样品 ICP-AES/MS 测定植物样品中主次量元素的分析方法,分析测试结果与项目调查地的周围环境、土壤背景以及水质分析结果相吻合。

为验证方法的准确性,坚持参加中国合格评定国家认可委员会(CNAS)组织的能力验证活动,同时注重与国际同行的交流学习。2007 年至今,累计参加了国际地质分析者协会组织的国际地球化学实验室的熟练度检验共 10 次,包含玄武岩、伟晶岩、杂砂岩、硅酸盐水泥、安山岩、锰结核等不同岩性的 11 件样品,涉及主量、微量以及稀土元素等 50 多个分析项目,比对结果均令人满意。几十年来,中心先后申请参加了多项科研项目的研究工作。其中“铬铁矿和超基性岩标准样品的研制及测试方法”获原地质矿产部科技成果一等奖,“超基性岩标准样品中痕量元素的分析定值”获原地质矿产部科技成果二等奖。研制的 2 个铬铁矿标准物质和 2 个超基性岩标准物质是国家一级标准物质,获得国家技术监督局颁发的“制造计量器具许可证”。出版了《铬铁矿石分析方法》和《高频等离子光源在光谱分析中的应用》两部专著。2011 年中心又承担了中国地质调查局项目“稀有稀散元素现代分析方法研究”,目前项目正在进行中。

4.3 有机地球化学分析技术研究

中心有机分析实验室筹建于 2005 年,目前已经

建立了适应于水体、土壤以及农产品等样品中各种挥发性、半挥发性有机污染物的检测方法。2010 年 11 月中心通过中国地质调查局审查批复,取得地下水有机污染物(37 项必测组分)分析测试资格;2011 年分析检测范围通过了国家级计量认证和实验室认可扩项审批,取得油气化探试样中酸解烃、溶解烃、稠环芳烃、芳烃及其衍生物的检测资格。所建立的油气化探样品分析方法,已顺利完成了中心的额济纳旗及其邻区综合物化探测量项目 1000 多件油气化探样品的测试任务。2012 年中心油气化探样品测试任务近 10000 件,同时还积极开展油气化探分析方法规范化研究、质量监控样品研制以及微生物指标测试技术相关研究。

4.4 物相分析技术研究

在地质研究工作中,物相分析对于矿石中矿物的种类、分布情况、赋存状态研究、矿床评价、矿产资源的综合利用以及选冶工艺等方面非常重要。中心早在 20 世纪 70 年代开始利用偏光显微镜鉴定、X 射线衍射结构分析等物理方法开展矿物物相分析,同时开展化学物相分析。近年来又发展了将岩矿鉴定分析方法和化学分析方法相结合的物相分析技术。

经过几十年的发展,中心在物相分析方面取得了一定的成果。利用 X 射线衍射仪对东疆某地石炭纪的火成岩进行了全岩及杏仁体的矿物物相分析,检测出了包括浊沸石、钙沸石等在内的 11 种沸石,为该地区火成岩流体的研究提供了物相依据。对中国最大的铍矿床——广东怀集泡铍矿进行了物相分析,结果表明铍除过以泡铍矿形式存在,还以碳铍钙石的形式存在。化学物相分析在原有化学物相分析方法的基础上,结合现代仪器 ICP-MS、ICP-AES 等仪器,建立了钛矿石、钼矿石、钨矿石等矿石的快速物相分析方法。2007 年开始,采用 X 射线衍射物相分析和化学物相分析相结合的分析方法,承担了陕西省新锐爆破公司烟囱腐蚀性样品中硫酸盐和氟化物物相的分析,为其提供了不同高度、不同位置烟囱的腐蚀程度,从而为烟囱的定位拆除爆破其提供了准确的相关信息。

目前,由中心牵头正在开展地质调查局“矿物物相分析技术研究”工作,主要进行磷灰石、碳酸盐等一些非金属矿物物相分析研究。