

# Introduction to Spectroscopy in Minerals Qualitative Identification Technology Development

Xinming Lv<sup>1</sup>, Dilibaier<sup>2</sup>, Dong Wang<sup>1</sup>, Cunyan Pan<sup>1</sup>, Xiujuan He<sup>1</sup>, Chunxiao Sun<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Comprehensive Technical Service Center of Alashankou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Alashankou Xinjiang

<sup>2</sup>Entry and Exit Inspection and Quarantine Bureau in Xinjiang, Urumqi Xinjiang  
Email: ciqlxm@163.com

Received: May 21<sup>st</sup>, 2017; accepted: Jun. 6<sup>th</sup>, 2017; published: Jun. 9<sup>th</sup>, 2017

---

## Abstract

The equipment can be used for the qualitative identification of mineral products included: X-ray diffraction, X fluorescence spectrometry, electron probe microanalysis, thermal analysis, scanning electron microscopy, infrared spectroscopy, etc. With the development of the spectral equipment technology and performance, the expansion of application scope, traditional qualitative mineral identification methods gradually have being replaced. Part of the instrument method's application is more widely and more adaptable while each device with their own priorities; but others are also limited by the range of the application, only applicable to special types of minerals. This paper emphasizes the principle and application in mineral identification via its characteristics.

## Keywords

Spectroscopy, Minerals, Qualitative Identification

---

# 浅谈光谱技术在矿产品定性鉴定中的 技术发展

吕新明<sup>1</sup>, 迪丽拜尔<sup>2</sup>, 王东<sup>1</sup>, 潘存燕<sup>1</sup>, 何秀娟<sup>1</sup>, 孙春晓<sup>1</sup>

<sup>1</sup>阿拉山口出入境检验检疫局综合技术服务中心, 新疆 阿拉山口

<sup>2</sup>新疆出入境检验检疫局, 新疆 乌鲁木齐

Email: ciqlxm@163.com

收稿日期: 2017年5月21日; 录用日期: 2017年6月6日; 发布日期: 2017年6月9日

文章引用: 吕新明, 迪丽拜尔, 王东, 潘存燕, 何秀娟, 孙春晓. 浅谈光谱技术在矿产品定性鉴定中的技术发展[J]. 仪器与设备, 2017, 5(2): 11-16. <https://doi.org/10.12677/iae.2017.52002>

## 摘要

现代可用于矿产品定性鉴定的方法主要有：X射线衍射法、X荧光光谱法、电子探针分析、热分析、扫描电镜法、红外光谱分析等。随着光谱类等设备技术的发展和性能的提高，应用范围的拓展，矿产品传统的定性鉴定方法也逐步被取代。但每种设备的应用侧重点不同，部分仪器方法应用范围比较广泛，适用于大部分矿产品；部分设备应用范围较窄，仅适用于特别类型的矿产品。本文针对仪器的不同特点，重点阐述了各种仪器的检测原理和在矿产品鉴定中的应用。

## 关键词

光谱技术，矿产品，定性鉴定

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

传统的矿产品鉴定方法主要是利用常规化学分析方法和电子显微镜进行鉴定，显微镜鉴定通过观察矿物的物理性质、矿物形态、矿物共生特征及矿物间相互关系来鉴别矿物种类和岩石类别，是岩矿鉴定的基本手段。但是自然界很多矿物存在类质同象现象，如黝铜矿和砷黝铜矿、方铅矿和硒铅矿、钨铁矿和钨锰矿等，这些矿物在显微镜下特征相似难以区分[1]。应用电子显微镜、电子探针分析、X衍射法等手段，以获取矿物的化学成分和结构，为矿物鉴别、命名和研究提供有用的信息。

随着仪器的发展，仪器联用成为分析测试常采用的手段，矿产品的鉴定可以微观世界和宏观世界相结合，形成新的分析测试方法及检测体系。随着仪器设备更新换代，大型仪器功能更加齐全和完善，将其应用于矿产品的鉴定工作是发展趋势，同时也是矿产品鉴定研究的主要内容。以X荧光光谱仪、红外光谱仪、X线衍射仪、扫描电镜为基础，建立的现代岩石矿物鉴定方法，能够全面、精准地提供岩石中矿物信息、准确的矿物含量、客观准确的成岩作用信息、清晰的矿物微观形貌及结构特征，而且仪器功能相互重叠，测试结果相互验证，保证了测试结果可靠性[2] [3]。

目前，在检验检疫(SN)和地质(DZ)的标准中可以查到应用现代大型光谱类仪器设备对部分矿产品及可利用物料定性鉴定的标准，基本是应用一种设备鉴定单一商品的标准。多种设备联合应用、鉴定复杂矿产品的标准还没有检索到。

## 2. 不同鉴定技术的应用

1) X射线荧光光谱仪用X射线(一次X射线)照射样品，激发产生二次X射线(荧光X射线)。检测此二次X射线进行元素的定性和定量分析。对样品施加比K层电子具有更高能量的粒子线光子后，K层电子会飞出，从而产生空隙。为了填补这个空隙，外层的电子进行跃迁时，就会产生等同于能量差值的特定元素X射线。X射线荧光光谱法分析的元素范围广，从4Be到92U均可测定；分析浓度范围较宽，从常量到微量都可分析。重元素的检测限可达ppm量级，轻元素稍差；分析样品不被破坏，分析快速，准确，便于自动化。近些年来，X荧光光谱法在研究领域涉及地矿、医学、材料科学、催化剂、化学价态、

天体物理、环境科学等领域。

利用 X 荧光光谱仪对矿产品、烧结物料等样品进行半定量分析时，首先建立半定量分析软件 IQ+ 工作，然后通过 PLD 法将块体样品制备成薄膜样品以消除基体效应给定量分析结果造成的干扰，最后通过一次 X 射线中的背景韧致辐射和元素原子的吸收曲线进一步修正定量分析结果以得到最终各元素的半定量分析结果，通过分析矿物质中各元素含量与实际矿物质各元素含量的符合性以达到鉴定矿产品目的[2] [4] [5] [6]。

2) X 射线衍射法：X 射线衍射仪将 X 射线照射到结晶性物质上时，X 射线因在结晶内遇到规则排列的原子或离子而发生散射，散射的 X 射线在某些方向上相位得到加强，从而显示与结晶结构相对应的特有的衍射现象。利用 x 射线在晶体内部所产成的衍射，产生衍射波长，用已知的衍射角  $\theta$  测定波长  $\lambda$ ，进一步对晶体的结构、物相的组成及含量进行分析。通过 X 射线衍射测定待测物的谱线与标准图谱的谱线对照分析，可以对试样进行物相定性和定量分析、结晶度的测定、宏观应力的测定、晶粒大小的测删以及晶体点阵参数的确定。X 射线衍射法的特点是测定准确、干扰小、对样品无损耗、快速以及重现性好等，目前应用的领域有物理、化学、生命和材料科学等领域。

利用 X 射线衍射法对矿产品、烧结物料等样品进行定性分析时，首先将样品过 300 目的筛子，必要时应用玛瑙研钵对待测样品进行充分研磨后使用。然后按照检测方法设置仪器条件，按方法要求测定样品。最后根据测试获得的待分析试样的衍射数据，包括衍射曲线、衍射图和 d 值(或 2q 值)、相对强度、衍射峰宽等数据，利用 MDI Jade 软件在计算机上进行 PDF 卡片的自动检索，确定样品中各元素其化合物存在的形式，达到针对矿产品鉴定的目的[7] [8] [9]。

3) 扫描电镜法：扫描电镜作为微区原位分析的主要测试仪器之一，主要原理是当一束极细的高能入射电子轰击扫描样品表面时，被激发的区域将产生二次电子、俄歇电子、特征 X 射线和连续谱 X 射线、背散射电子、透射电子，以及在可见、紫外、红外光区域产生的电磁辐射。特点是具有分辨率高、景深大、放大倍数大、图像立体感强等优点。主要用途应用在材料学、冶金学、地矿学、生物学、医学以及地质勘探，机械制造、生产工艺控制、产品质量控制等学科和领域中。

扫描电镜分辨率达到 1 nm，放大倍数达到数十万倍，扫描电镜二次电子图像可清晰地观察到纳米/微米级试样的微观形貌、确定样品中可检测的元素名称、矿物中元素的存在状态、空隙的形态及分布等特征，以便能够更全面、客观地进行判断分析。通过矿物的表面形貌特征、微孔隙的形态及分布等，进而为矿产品的分类、命名等提供依据。

4) 差热分析法：差热分析是指在程序控温下，测量物质和参比物的温度差与温度或者时间的关系的一种测试技术。物质在受热或冷却过程中，当达到某一温度时，会发生熔化、凝固、晶型转变、分解、化合、吸附、脱附等物理或化学变化，并伴随有焓的改变，因而产生热效应，其表现为样品与参比物之间有温度差。广泛应用于无机、硅酸盐、陶瓷、矿物金属、航天耐高温材料等领域，测定熔点、沸点、凝固点、气化热、纯度、熔化热、蒸气压、玻璃化温度、多晶转变等；还可究固相反应、脱水反应、热分解反应、异构化反应、催化剂性能、高聚物性能和反应动力学等方面，同时可进行定性和定量分析。

在矿产品鉴定工作中，将矿物粉末与中性体分别同置于一高温炉中，在加热过程中，矿物发生吸热或放热效应，而中性体则不发生此效应，借差热电流自动记录出差热曲线，线上明显的峰谷，分别代表矿物在加热过程中的放热和吸热效应。不同的矿物在不同的温度条件下有着不同的热效应。每一效应又分别反映矿物在不同的温度下所发生的脱水、分解、相变等一系列性质。由此可与已知矿物的标准曲线或物理特征进行对比分析，从而鉴定未知矿物。

5) 电子探针法：电子探针原理是利用聚焦的高能电子束轰击固体表面，使被轰击的元素激发出特征

X 射线, 利用电子束激发的 X 射线进行元素分析, 按其波长及强度对固体表面微区进行定性鉴定及定量分析。主要用来分析固体物质表面的细小颗粒或微小区域, 最小范围直径为  $1\ \mu\text{m}$  左右。分析元素从原子序数 3(锂)至 92(铀)。绝对感量可达  $10\sim 15\ \text{g}$ 。广泛应用于冶金、地质、电子材料、生物、医学、考古以及其它领域中, 是矿物测试分析和样品成分分析及研究的重要工具[3]。

电子探针分析技术在应用于矿产品、岩矿等鉴定优点在于电子探针能准确地测定矿物的化学成分从而准确地得出矿物化学式。而且不破坏样品能对光片或光薄片上的矿物一面用显微镜观察一面进行分析, 尤其是在鉴定铂族元素矿物和其他稀有元素矿物时, 由于矿物粒度

一般都很细微, 难以准确测定其光性和物性。所以, 要准确鉴定矿物, 必须对其化学成分和晶体结构等本质特征进行准确测定。因此, 电子探针的应用使得一些对极微量和样品特殊部分原来无法识别的矿物得到准确的鉴定。其缺点在于测试样品取样量极少, 样品的代表性不够, 不能全面反映实际样品的整体情况。

6) 红外光谱法: 其原理是当样品受到频率连续变化的红外光照射时, 分子吸收某些频率的辐射, 产生分子振动能级和转动能级从基态到激发态的跃迁, 使相应于这些吸收区域的透射光强度减弱。记录红外光的百分透射比与波数或波长关系曲线。红外光谱广泛的用于分子结构和物质化学组成的研究。红外光谱法已经成功地用于农产品、药物、食品、石油化学等领域, 是一种快速、无污染的分析鉴定技术[10][11][12][13]。

红外光谱仪对矿产品、烧结料等样品进行定性分析时, 首先通过对矿产品中无机分子吸收后得到谱带频率的位置、强度、形状以及吸收谱带等特征, 由特征吸收谱带频率的变化推测临近的基团或键, 进而确定分子的化学结构, 可获得矿产品精准的分子结构信息。然后通过仪器配备的矿产品数据库进行相识度比对, 寻找有关一组相关峰, 先识别特征区的第一强峰, 找出其相关峰, 并进行峰归属, 再识别特征区的第二强峰, 找出其相关峰, 并进行峰归属, 最后确定矿产品的种类。不足之处: 在定性分析中设备的图谱库有限, 及红外光谱对部分无机物吸收较弱, 矿产品中部分物质测定不出来, 因此需要针对不同矿区的样品需要不断丰富、完善矿产品、岩石及可利用废物原料的图谱库, 以增强红外光谱仪在矿产品鉴定中的应用范围。

7) 偏光显微镜法: 偏光显微镜是由于光线通过某一物质时, 光的速度、折射率、吸收性和光皮的振动性、振幅等因照射方向而有不同, 就是将普通光改变为偏振光进行镜检的方法, 以鉴别某一物质是单折射性或双折射性。偏光就是自然光经过反射、折射、双折射及吸收等作用, 可得到只在一个方向上振动的光波。偏光显微镜是用于研究所谓透明与不透明各向异性材料的一种显微镜。偏光显微镜被广泛地应用在矿物、化学等领域、化学聚合物的观察、高温下观察其融化和结晶、各种生物和非生物材料鉴定、生物领域、植物学方面、在植物病理上, 病菌的入侵引起组织内化学性质的改变、材料显微组织的各项同性和异性, 在人体及动物学方面来鉴别骨骼、牙齿、胆固醇、神经纤维、肿瘤细胞和毛发等。

偏光显微镜法主要是借助偏光显微镜对透明矿物的光学常数(如折射率、光性符号、光轴角、多色性、消光角等)进行观察和测定, 用于实验室鉴定、区别和研究岩矿和矿产品。该方法是将矿产品和岩矿磨制成薄片, 在偏光显微镜下观察。其中部分不透明金属矿物, 一些颗粒细小、反射色以灰白色调为主的不透明金属矿物做定性鉴定实验室仅依靠偏光显微镜进行鉴定存在很大难度。

### 3. 鉴定技术联用发展趋势

在实际应用中, 用 X 荧光光谱的半定量如 IQ+法对未知矿产品进行测定, 依据元素含量确定可能为某一类矿产品, 下一步通过 X 射线衍射测定待测物的谱线与标准图谱的谱线对照分析, 基本完成简单、常见矿产品的鉴定工作; 对于复杂的样品可以通过红外光谱仪或扫描电镜做进一步分析。必要时通过差



热分析仪对矿物中特有物质的热性能分解失重、物质的吸收和放热等参数的测定,和偏光显微镜法进行验证工作,比对分析出的物理指标与该矿产品文献中的指标是否相符。另外,现在红外光谱法有以前对有机物的检测扩展至无机物的检测,由于红外图谱库的矿产品图片数量有限,需要不断增加各类各地区的矿产品进一步完善;应用红外法鉴定的矿产品可用 X 衍射或 X 荧光法做进一步的验证。

综合应用现代大型设备进行定性鉴定分析时,首先应用 X 荧光光谱仪、ICP、电子探针等设备对未知物中元素进行半定量分析,初步确定主要含有元素的种类,初步确定分析方向;其次应用 X 衍射仪、扫描电镜、红外光谱仪其中一种或几种设备对未知物内部结构、元素结合形式等方面进一步分析[7],基本可确定未知物的名称;最后应用同步热分析仪或上述设备进行相互验证,为最终确定未知物的名称进行佐证。

所有的分析手段都不是万能的,在应用中存在的不足之处。在矿产品定性鉴定领域为更准确的鉴定未知物,需要两种及以上的先进设备同时进行鉴定工作。鉴定中需要半定量的元素分析,对于简单未知物再用一种对矿产品形态鉴定设备即可;对于复杂的未知矿产品样品,存在每种方法其鉴定的相似度不高的可能性,需要上述几种方法共同进行鉴定,依据数据有相关专家讨论确定商品的种类或名称。必要时需要进行不同设备方法相互佐证,最终完成未知矿产品的鉴定工作。

#### 4. 结束语

随着检测设备的不断发展、更新,其应用已经打破常规的应用范围向更多领域的应用发展,红外光谱由针对有机物的定性、定量分析扩展到无机物的分析,X 衍射仪、热重、差热分析仪由分析无机化工产品的特能延伸到矿产品的定性分析中,电子探针、偏光显微镜由检测微观世界跨界到宏观世界。

因此,针对进口矿产品及其可利用物料,存在样品来源地广、商品种类复杂,存在误报、瞒报等行为,以红外光谱仪、X 线衍射仪、扫描电镜等仪器为基础,建立的现代矿产品鉴定方法,能够全面、精准地提供矿产品的矿物信息、准确的元素含量、清晰的矿物微观形貌及结构特征,而且仪器功能相互重叠,测试结果相互验证,保证了测试结果可靠性,更好的为口岸把关、快速通关服务。

#### 基金项目

国家质量监督检验检疫总局科技计划项目“进口粗炼或烧结物料安全风险分析和定性鉴定技术的研究”(2015IK285)和新疆维吾尔自治区科技厅自然科学基金项目“进口中亚五国矿产品定性鉴定方法的研究及安全风险的建立”(2015211A001)。

#### 参考文献 (References)

- [1] 梁述廷,刘玉纯,等. X 射线荧光光谱微区分析在钨矿石鉴定中的应用[J]. 冶金分析, 2013, 33(11): 27-32.
- [2] 许乃岑,沈加林,张静. X 射线衍射 - X 射线荧光光谱 - 电子探针等分析测试技术在玄武岩矿物鉴定中的应用[J]. 岩矿测试, 2015(1): 75-81.
- [3] 杜谷. 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, 33(5): 625-633.
- [4] 吕新明,王东,王琳琳. 波长色散 x 荧光法测定进口粗炼或烧结物料[J]. 分析仪器, 2013(3): 22-25.
- [5] 刘玉纯. 岩矿鉴定新技术 - X 射线荧光光谱微区分析在有色金属矿石鉴定上的应用研究[D]: [硕士学位论文]. 北京: 中国地质大学, 2013.
- [6] 朱志秀,冯健,李晨,等. X 射线荧光光谱无标样分析技术在出入境矿产品检验中的应用[J]. 理化检验(化学分册), 2009(7): 832-835.
- [7] 马礼教. 衍射谱指标化和元素与组成分析在粉末衍射物相鉴定中的作用[J]. 帕纳科第十二届用户 X 射线分析仪器技术交流会论文集, 1-8.
- [8] 杨贯羽,朱路,李延虎,等. 天然沸石红外光谱 X 粉末衍射及扫描电镜分析[J]. 安阳师范学院学报, 2006: 77-78.

- 
- [9] Jones, E.J. and McBratney, A.B. (2016) *In Situ Analysis of Soil Mineral Composition through Conjoint Use of Visible, Near-Infrared and X-Ray Fluorescence Spectroscopy. Part of the Series Progress in Soil Science*, 51-62.
- [10] 张荣. 近红外光谱技术的定性和定量分析[J]. 化工时刊, 2011, 25(9): 36-38.
- [11] 万文标. 近红外光谱分析及其在药物原辅料分析中的应用[J]. 医药导报, 2012, 31(4): 165-470.
- [12] 江泽慧, 黄安民, 费本华, 等. 利用近红外光谱和 X 射线衍射技术分析木材微纤丝角[J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(7): 1230-1232.
- [13] 郭立鹤. 红外反射光谱方法的矿物学应用[J]. 岩石矿物学杂志, 2006, 25(3): 250-255.

**期刊投稿者将享受如下服务:**

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [iae@hanspub.org](mailto:iae@hanspub.org)