

9912011

ICS 37.020
N 33



中华人民共和国国家标准

GB/T 17361—1998

沉积岩中自生粘土矿物扫描电子 显微镜及 X 射线能谱鉴定方法

Identification method of authigenic clay mineral in
sedimentary rock by SEM and XEDS



1998-05-08 发布



C9912011

1998-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

扫描电子显微镜和 X 射线能谱仪相结合作为材料显微结构和化学成分分析的重要手段,近年来已广泛应用于金属、矿业、地质、材料、生物等领域。目前,石油系统引进此类仪器二十余台,已广泛应用于石油勘探开发研究中,并相应建立了各种造岩矿物和自生矿物鉴定方法。本标准主要规定了扫描电镜和能谱仪对沉积岩中自生粘土矿物的晶体形态和化学成分的鉴定方法。

本标准附录 A 和附录 B 为提示的附录。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出并负责技术归口。

本标准由中国石油天然气总公司石油勘探开发科学研究院负责起草。

本标准主要起草人:魏宝和、何锦发、周文宝、朱德升、朱毅秀。

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 引用标准	1
3 鉴定原理	1
4 仪器设备及材料	1
5 试样制备	2
6 标样	2
7 分析条件的选择	3
8 分析前的准备工作	3
9 分析步骤	3
10 自生粘土矿物鉴定	4
11 分析结果发布	5
附录 A(提示的附录) 几种常见粘土矿物元素成分特征参考表	6
附录 B(提示的附录) 图版 I 至图版 VI	6

中华人民共和国国家标准

沉积岩中自生粘土矿物扫描电子 显微镜及 X 射线能谱鉴定方法

GB/T 17361—1998

Identification method of authigenic clay
mineral in sedimentary rock by SEM and XEDS

1 范围

本标准规定了用扫描电子显微镜及 X 射线能谱仪对沉积岩自生粘土矿物的晶体形态及化学成分进行鉴定的方法。

本标准主要适用于石油地质沉积岩中常见自生粘土矿物鉴定分析。其他自生粘土矿物鉴定分析可参照执行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4930—93 电子探针分析标准样品通用技术条件

GB/T 15074—94 电子探针定量分析方法通则

JJG 550 扫描电子显微镜试行检定规程

3 鉴定原理

粘土矿物鉴定原理是利用扫描电子显微镜的二次电子像、背散射电子像分析粘土矿物的形态特征以确定其类型。而对于形态特征相似、难以区分的粘土矿物要利用能谱仪进行成分分析确定其类型。

4 仪器设备及材料

4.1 仪器设备

主要设备包括:

- a) 扫描电子显微镜;
- b) 能谱仪;
- c) 偏光显微镜;
- d) 真空镀膜仪;
- e) 干燥器;
- f) 超声波清洗器。

4.2 材料

主要材料包括:

- a) 镀膜专用碳棒或碳纤维;
- b) 导电胶;

- c) 双面胶带;
- d) 乳胶;
- e) 三氯甲烷(分析纯);
- f) 纯钴或纯铜。

5 试样制备

5.1 取样

从岩样上取一块直径不大于 10 mm 的块状试样。

5.2 洗油

含油试样需用三氯甲烷抽提 24 h 以上。

5.3 选择分析面

把有代表性的、平整的新鲜断面作为分析面。

5.4 装样

用乳胶或导电胶把试样粘在试样桩上,分析面与试样桩上表面保持平行。

5.5 干燥

试样在室温下自然干燥。

5.6 除尘

用洗耳球吹掉试样表面灰尘。

5.7 镀膜

岩石试样镀膜,在观察粘土形态特征时镀金,如需进一步作成分分析时镀碳。

6 标样

6.1 标样要求

优先选择国家标准化行政主管部门批准的标样,这类标样没有或不能满足需要时,要按照 GB/T 15074 关于标准样品选择方法选择其他标样。

6.2 标样种类

用于常见的沉积岩自生粘土矿物进行能谱成分分析时标样有:

6.2.1 国标

- a) 石英(SiO_2) GSBA70068—92;
- b) 刚玉(Al_2O_3) GSBA70015—86;
- c) 方镁石(MgO) GSBA70077—93;
- d) 钛氧磷酸钾单晶(KTiOPO_4) GSBA70030—88;
- e) 方钠石($\text{Na}_8(\text{AlSiO}_4)(\text{Cl})_2$) GSBA70023—87;
- f) 方锰矿(MnO_2) GSBA70040—89;
- g) 硅灰石(CaSiO_3) GSBA70015—86;
- h) 氧化铬(Cr_2O_3) GSBA70041。

6.2.2 研究标样

在无国标的情况下,推荐采用全国微束分析标准化技术委员会的下列研究标样:

- a) 赤铁矿(Fe_2O_3);
- b) 金红石(TiO_2);
- c) 重晶石(BaSO_4);
- d) 天青石(SrSO_4);
- e) 硬石膏(CaSO_4)等标样。

7 分析条件的选择

7.1 扫描电子显微镜

7.1.1 加速电压的选择

扫描电子显微镜加速电压选择为 20 kV 或 15 kV。

7.1.2 放大倍数的选择

根据粘土的形态特征,通常选择放大倍数为 500~1 000 倍。

7.2 能谱分析

7.2.1 电子束流的选择

采用纯铜上的样品电流进行监测。选择样品电流 1.0~1.5 nA,使计数率达到 1 000~3 000 cps。

7.2.2 采集时间的选择

采集时间选择活时间为 50 s 或 100 s。

7.2.3 束斑的选择

电子束束斑直径通常选择约为 1 μm 。对含 K、Na 可迁移离子的矿物,电子束斑可适当放大。

8 分析前的准备工作

8.1 扫描电子显微镜的准备

扫描电子显微镜开机后,按 JJG 550 检测仪器稳定性。

8.2 能谱仪的准备

能谱仪开机后,稳定 30 min 以上。

8.3 能谱仪校正

8.3.1 能谱仪的自动校正

采用计算机的校正程序进行自动校正。

8.3.2 能谱仪的手动校正

无自动校正功能的能谱仪,用纯钴或纯铜等样品校正能谱仪的零峰和增益,校正计数率大于 2 000 cps,死时间保证在 20% 以下。

8.4 建立标样数据库

在确定某一类样品分析条件后,建立一个相应的标样 X 射线谱数据库。

8.4.1 向数据库输入加速电压、工作距离、样品电流、X 射线出射角等工作参数。

8.4.2 收集标样的 X 射线能谱图。

8.4.3 编辑标样中的元素的标准 X 射线能谱图。

8.4.4 编辑标样的元素数据库。

9 分析步骤

9.1 扫描电子显微镜观察,确定要分析粘土矿物晶体的位置,通常要选择较平坦的聚合体。

9.1.1 在 300~500 倍下观察粘土矿物的赋存特征。

9.1.2 在 500~10 000 倍下,观察粘土矿物集合体形态特征或单个晶体特征并照相。

9.2 能谱分析:

9.2.1 采集试样 X 射线能谱图。

9.2.2 选择激发效率最高、无干扰的谱线作为各元素能谱的分析线。

9.2.3 鉴别各元素的谱峰。

9.2.4 确定成分分析元素清单。

9.2.5 选用所分析元素的标样数据库。



9.2.6 扣除背底。

9.2.7 根据分析原理,用 ZAF 法进行校正计算,得到粘土矿物成分分析数据。

9.3 分析结果的判断:

9.3.1 被测元素与标样元素 X 射线能谱图拟合良好。

9.3.2 能谱分析结果与附录 A 中相应矿物组分的量相近。

10 自生粘土矿物鉴定

根据矿物的形态特征和成分特点进行鉴定。

10.1 高岭石

10.1.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,沉积岩中自生高岭石呈蠕虫状(图版 I -b)、书页状(图版 I -c)集合体赋存于粒间。其单晶为六方板状(图版 I -a),常与自生石英、方解石等自生矿物共生。

10.1.2 成分特征

用能谱测定高岭石的化学成分,主要元素为硅(Si)、铝(Al),其 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 的比值为 1.1~1.3。

10.2 蒙皂石

10.2.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,沉积岩中自生蒙皂石呈蜂窝状(图版 II -a、b、c)赋存于粒表,呈棉絮状、片状赋存于粒间。

10.2.2 成分特征

用能谱测定其成分,主要成分为硅(Si)、铝(Al)、钙(Ca)、钠(Na),氧化钾(K_2O)含量低,通常小于 1.5%。

10.3 伊利石

10.3.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,自生伊利石呈片状(图版 III -a、c)或丝状(图版 III -b)集合体,赋存于粒表和粒间。

10.3.2 成分特征

用能谱测定伊利石成分,主要元素为硅(Si)、铝(Al)、钾(K),其氧化钾(K_2O)值通常大于 7.5%。

10.4 绿泥石

10.4.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,自生绿泥石呈绒球状(图版 IV -a)赋存于粒间,或以针叶状(图版 IV -b)赋存于粒表。其单晶结构为叶片状(图版 IV -c)。

10.4.2 成分特征

用能谱测定绿泥石成分,主要元素为硅(Si)、铝(Al)、铁(Fe)、镁(Mg)。除硅、铝外,富含铁、镁是其重要特征。

10.5 伊/蒙混层

10.5.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,伊/蒙混层呈丝状(图版 V -a、b、c),是蒙皂石向伊利石过渡期的粘土矿物。形态特征是蒙皂石特征逐渐消失,伊利石特征逐渐增强,赋存于粒表和粒间。

10.5.2 成分特征

用能谱测定伊/蒙混层成分,主要元素为硅(Si)、铝(Al)、钾(K)、钙(Ca)、钠(Na)。其成分特征主要反映在氧化钾(K_2O)含量为 1.5%~7.5%。确定为过渡期的混层粘土矿物。

10.6 绿/蒙混层

10.6.1 形态特征

用扫描电子显微镜观察,绿/蒙混层粘土矿物呈蜂窝状(图版Ⅵ-a、b)和丝状结构(图版Ⅵ-c),是蒙皂石向绿泥石过渡期的粘土矿物,具有蒙皂石和绿泥石的形态特征。

10.6.2 成分特征

用能谱测定绿/蒙混层成分,主要元素为硅(Si)、铝(Al)、铁(Fe)、镁(Mg)、钙(Ca)。其铁、镁含量较高是主要特征。

11 分析结果发布

11.1 鉴定粘土矿物的名称。

11.2 对于石油地质样品,要说明样品相应的地区、井号、层位、岩性。

11.3 说明粘土矿物的赋存状态及形态特征。

11.4 说明粘土矿物的元素成分特征及标样编号、名称。

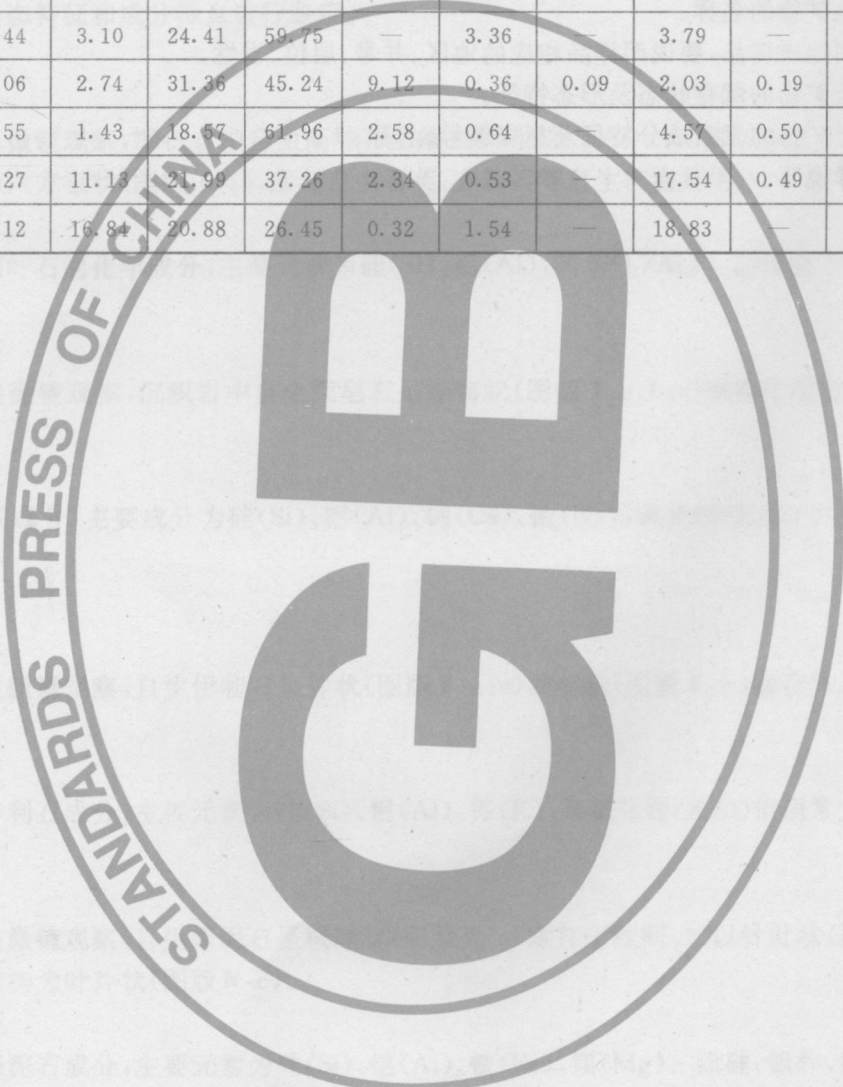
11.5 使用标样说明。

附录 A

(提示的附录)

几种常见粘土矿物元素成分特征参考表

矿物类型	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	MnO ₂	FeO	TiO	可测总量值, %
高岭石	—	0.14	39.55	45.80	0.03	0.41	—	0.75	—	86~88
蒙皂石	1.44	3.10	24.41	59.75	—	3.36	—	3.79	—	78~95
伊利石	1.06	2.74	31.36	45.24	9.12	0.36	0.09	2.03	0.19	90~95
伊/蒙混层	0.55	1.43	18.57	61.96	2.58	0.64	—	4.57	0.50	89~95
绿/蒙混层	1.27	11.13	21.99	37.26	2.34	0.53	—	17.54	0.49	84~93
绿泥石	0.12	16.84	20.88	26.45	0.32	1.54	—	18.83	—	87~90

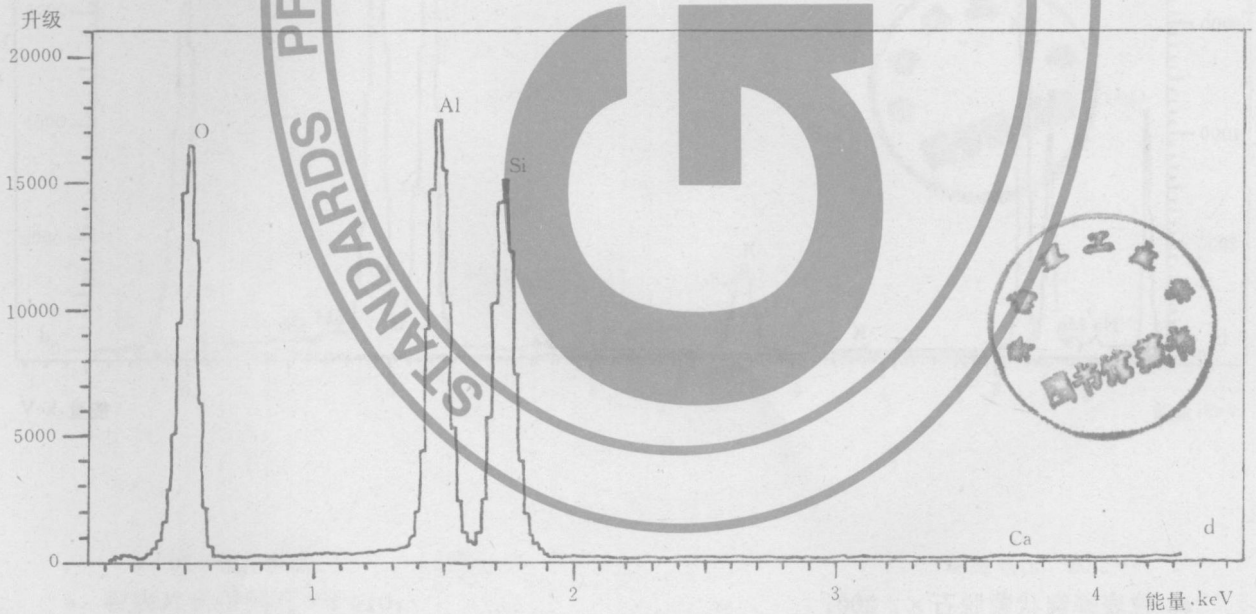
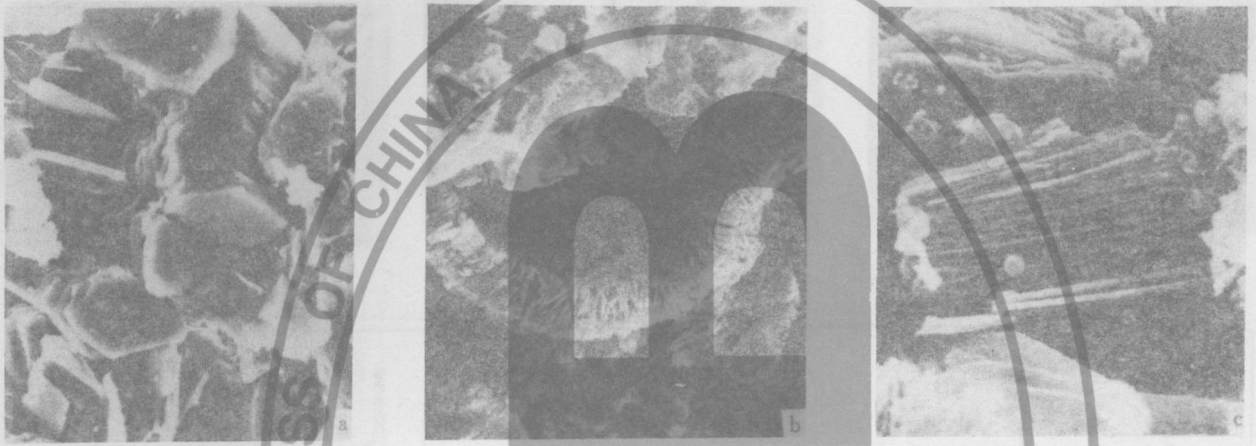


附录 B

(提示的附录)

图版 I 至图版 VI

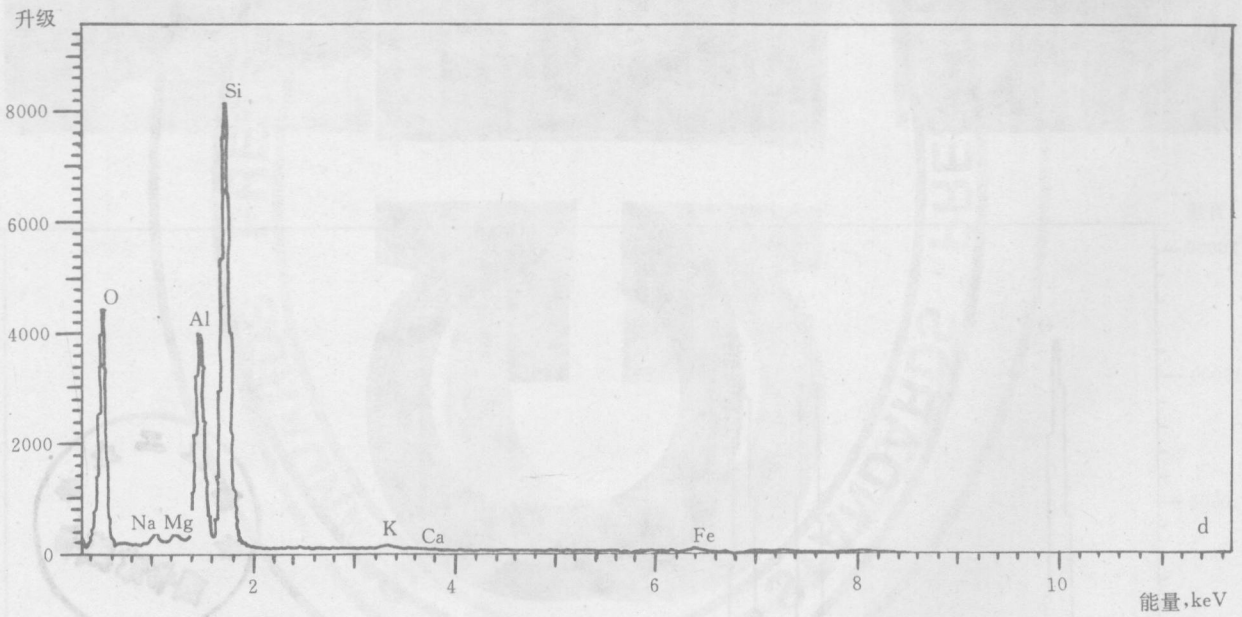
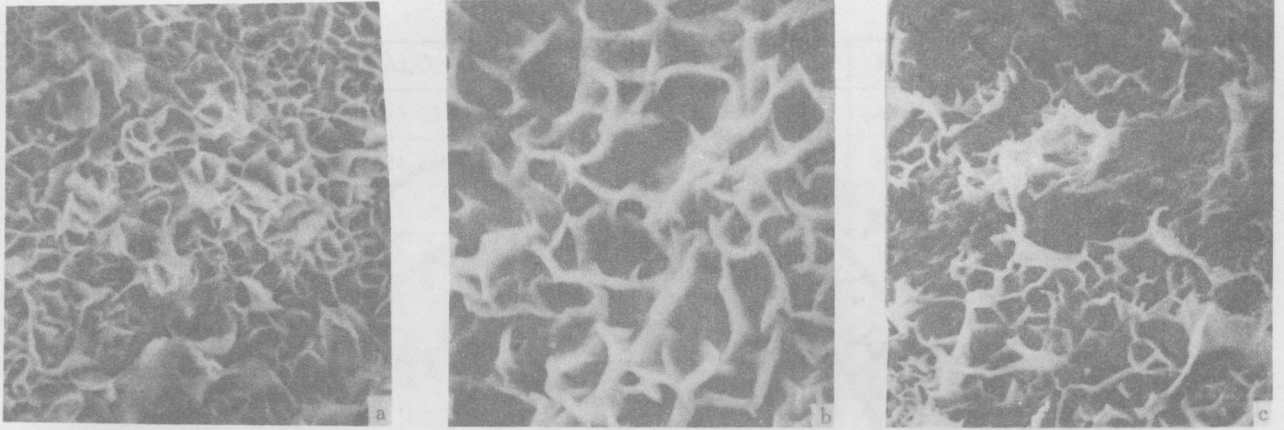
图版 I 高岭石



加速电压 20 kV

- a. 粒间书页状高岭石×3 000;
- b. 粒间蠕虫状高岭石×1 500;
- c. 粒表六方板状高岭石×2 500;
- d. 高岭石能谱图。

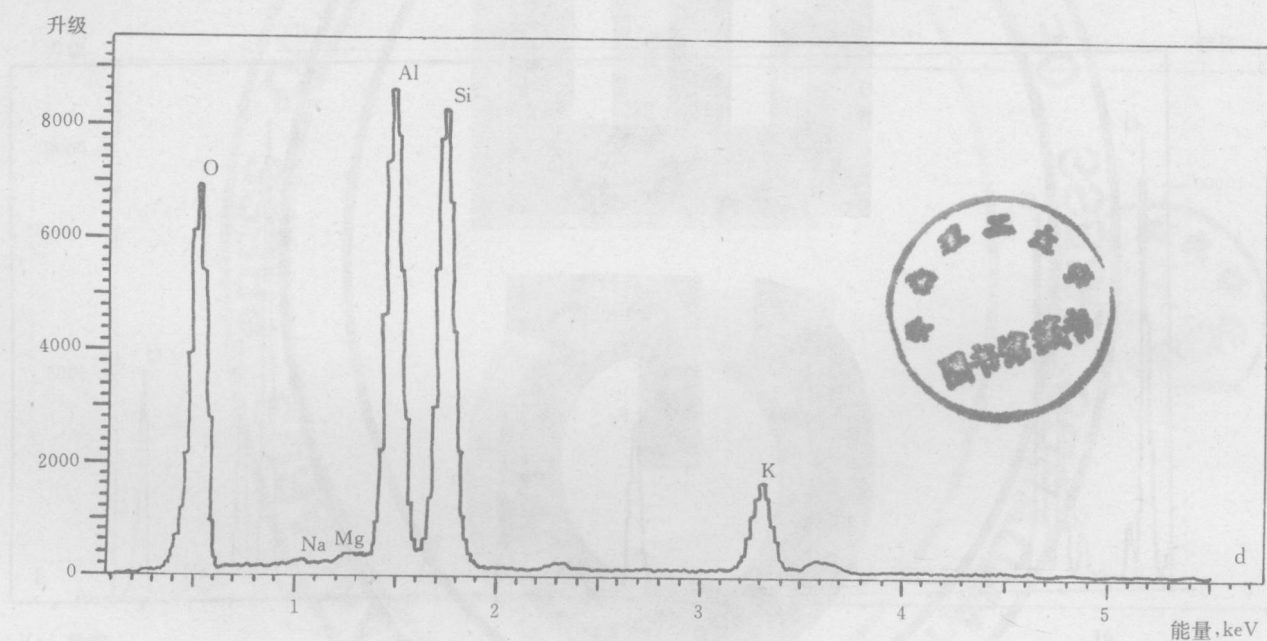
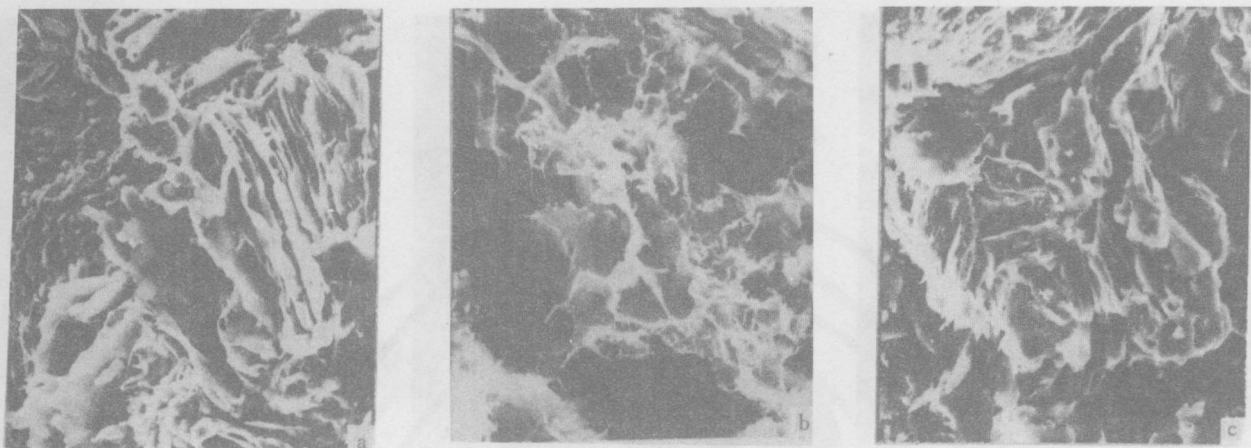
图版 II / 蒙脱石



加速电压 20 kV

- a. 粒表蜂窝状蒙脱石×2 200;
- b. 粒表蜂窝状蒙脱石×1 300;
- c. 粒表蜂窝状蒙脱石×1 500;
- d. 蒙脱石能谱图。

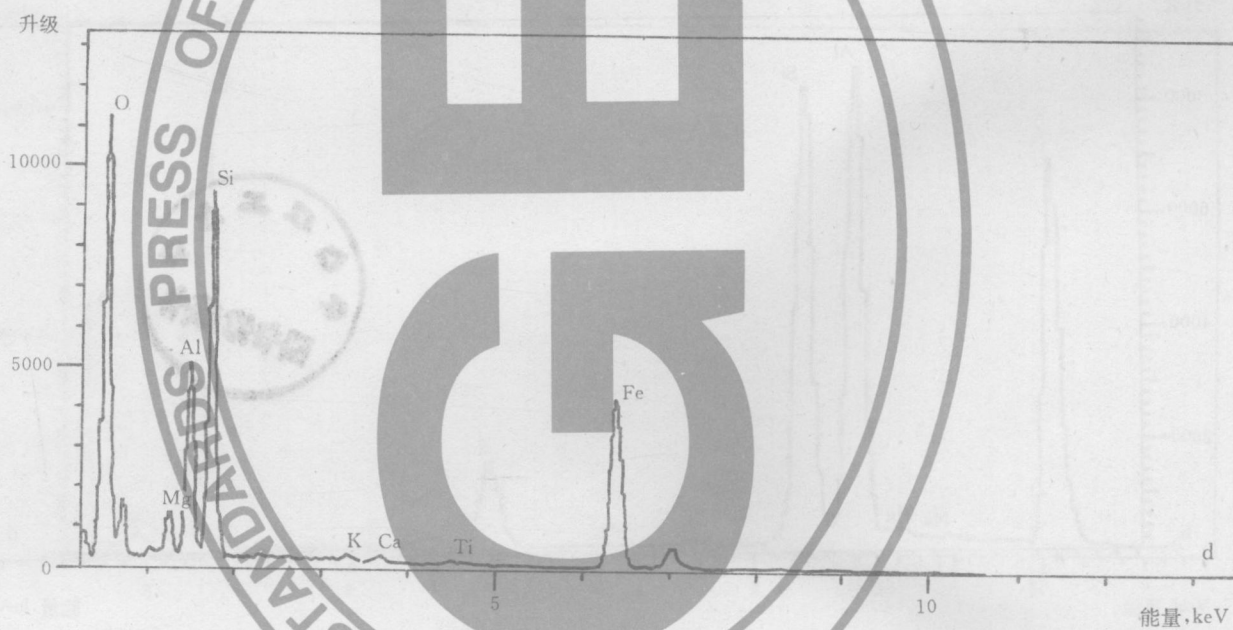
图版 III 伊利石



加速电压 20 kV

- a. 粒表片状伊利石×4 010;
- b. 粒间丝状伊利石×2 000;
- c. 粒表片状伊利石×2 500;
- d. 伊利石能谱图。

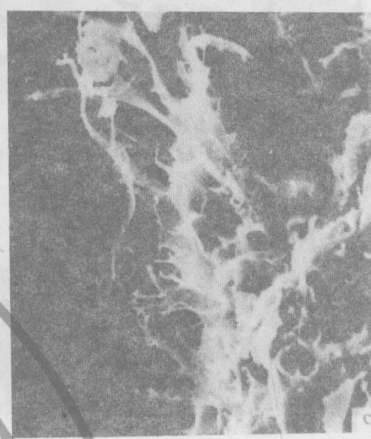
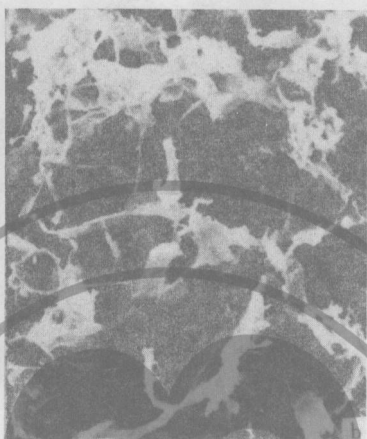
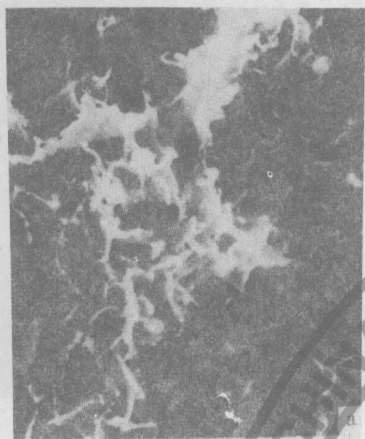
图版Ⅳ 绿泥石



加速电压 20 kV

- a. 粒间绒球状绿泥石×800；
- b. 粒间针叶状绿泥石×1 000；
- c. 粒表叶片状绿泥石×5 000；
- d. 绿泥石能谱图。

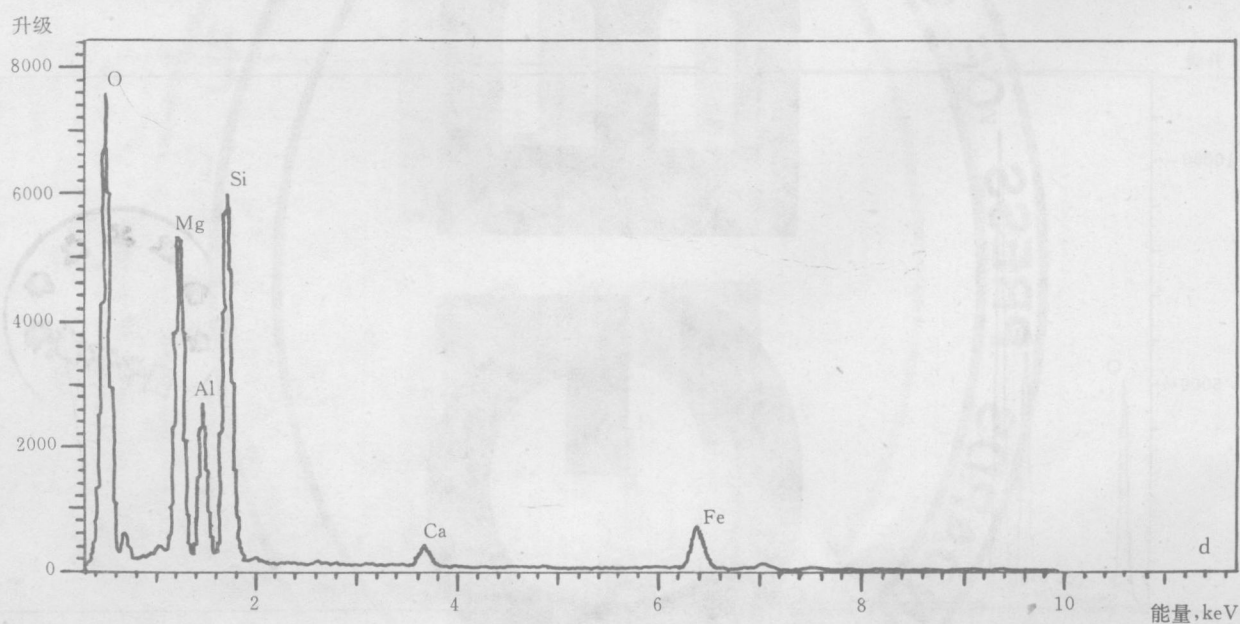
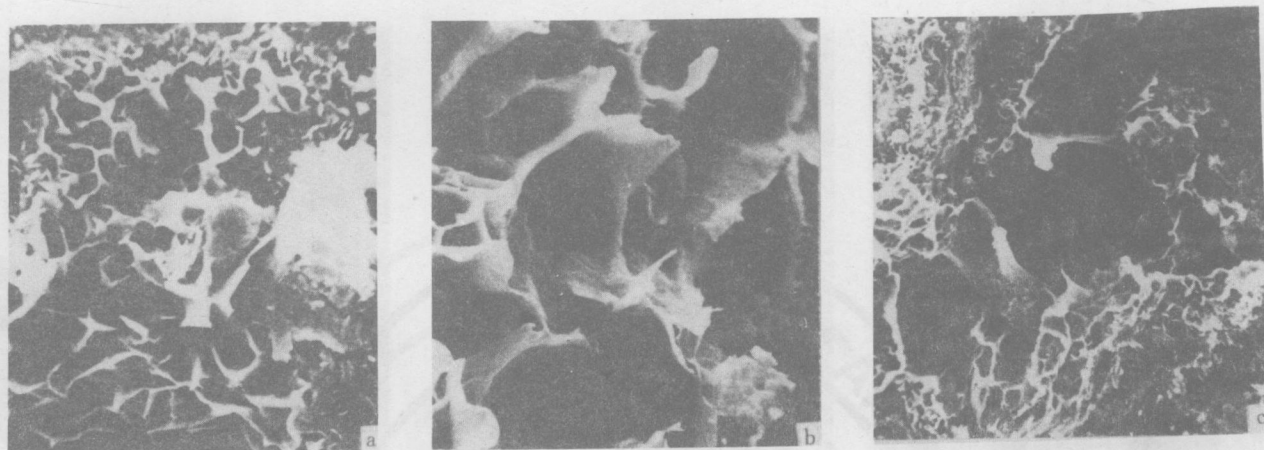
图版 V 伊/蒙混层



加速电压 20 kV

- a. 粒表丝状 I/S 混层×3 500;
- b. 粒间丝状 I/S 混层×3 000;
- c. 粒间丝状 I/S 混层×2 500;
- d. I/S 混层能谱图。

图版 VI 绿/蒙混层



加速电压 20 kV

- a. 粒表蜂窝状 C/S 混层 $\times 500$;
- b. 粒间蜂窝状 C/S 混层 $\times 2\ 000$;
- c. 粒间丝状 C/S 混层 $\times 1\ 000$;
- d. C/S 混层能谱图。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
沉积岩中自生粘土矿物扫描电子
显微镜及 X 射线能谱鉴定方法

GB/T 17361—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1¼ 字数 26 千字

1998 年 10 月第一版 1998 年 10 月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15246 定价 12.00 元

*

标 目 351—41