

高等学校试用教材

沉积岩实验室 研究方法

刘岫峰

主编



地质出版社

高等学校试用教材

沉积岩实验室研究方法

成都地质学院 刘岫峰 主编

地质出版社

※ ※ ※

本书由何镜宇主审，经地质矿产部岩石学课程教学指导委员会沉积岩课程教学指导组于1990年4月主持召开审稿会议审稿，同意作为高等学校试用教材出版。

※ ※ ※

高等学校试用教材
沉积岩实验室研究方法
成都地质学院 刘岫峰 主编

责任编辑：赵俊昂

地质出版社出版

（北京和平里）

地质出版社印刷厂印刷

（北京海淀区学院路29号）

新华书店总店科技发行所发行

开本：787×1092¹/₃₂ 印张：19.125 字数：465000

1991年8月北京第一版·1991年8月北京第一次印刷

印数：1—1500册 定价：5.30元

ISBN 7-116-00822-5/P·794

序 言

《沉积岩实验室研究方法》是为高等院校地质类专业高年级学生及有关研究生编写的沉积岩石学配套试用教材，旨在向学生系统地介绍沉积岩实验室研究的测试技术、仪器原理、数据处理和应用分析方法，可同目前国内流行的几本《沉积岩石学》教材紧密配合，不仅可以加深学生理论学习，而且能够加强主课程的实践环节，使学生在运用实验室测试方法解决沉积岩石学问题方面能得到基本训练。

该书根据近年来国内外沉积岩石学实验室研究方法的发展和在教学方面对培养学生实验技能的需要，将沉积岩实验室研究方法系统化，并总结了经典方法的新进展，选编了一些行之有效的新方法，收集了许多宝贵的数据、图表和应用实例，内容充实，能满足当前一般教学需要。

该书内容安排比较合理，材料取舍适当，既便于教学之用，也有利于学生自学使用。

在阐述技术方法和应用分析的物理学、数学、化学和沉积岩石学有关原理时，力求做到简明、准确，深入浅出，融会贯通，避免了拼盘式的材料堆砌。在应用分析中着重阐述数据分析方法和地质应用效果，尽可能保持测试分析技术和数据的可靠性、客观性。

虽然沉积岩实验室研究方法涉及到许多现代测试技术和沉积岩石学的各方面内容，头绪纷繁，但该书能抓住重点，以目前最成熟、最实用的方法为主，兼顾地质效果较好但设备昂贵的其它测试手段，详细地介绍了主要沉积岩类型的基本测试分析方法，做到了测试技术—实际数据—应用分析三位一体，紧密结合，直接体现了测试分析的目的性及实用性。

虽然《沉积岩实验室研究方法》这门课程开设时间不长，教学经验积累还不够，目前这本教材可能还存在某些缺陷，但该书仍不失为一本系统的有价值的沉积岩实验室研究方法之教材。兹应广大师生及一般地质科技人员的需要，经沉积岩石学课程教学指导组审查通过，将该书推荐出版，并且希望该书能在教学和科研、生产实践中不断得到充实、完善和提高。

曾允孚

1990年7月

前 言

本书是为适应沉积岩石学的教学需要并根据地质矿产部岩石学课程教学指导委员会沉积岩学课程教学指导组 1987 年苏州会议的决定编写的沉积岩石学试用教材, 于 1990 年 4 月沉积岩石学课程教学指导组在徐州会议上, 由何镜宇教授主持, 陈景维教授、任磊夫教授、张国栋副教授和杨承运副教授参加, 对本教材进行了审查, 会后根据审查意见修改定稿。

本书约 40 万字, 同目前国内广泛使用的《沉积岩石学》教材紧密配合, 对沉积岩石学实验研究方法分为测试技术、数据处理和应用解释三部分进行了介绍和阐述。在编写过程中以科学性、系统性和实用性为准则, 精选内容, 合理安排, 尽可能有利于教学和学生自学。

全书共分技术方法和应用分析两大部分, 比例约 1:4, 两大部分以及各章节之间既相互联系, 又相对独立, 便于教学安排。教学时间需 30—40 学时。

本书适合地质、矿产、石油地质等地质类专业以及综合大学地质系的高年级学生及硕士研究生学习之用, 也可供有关地质工作者参考。

本书除前言、绪论和附录外, 共分六章 28 节, 其中绪论, 第一、二章, 第三章第 1、3、4、5、6 节, 第五章第 1、2、4 节, 第六章第 2 节和附录由刘岫峰编写; 第三章第 2 节, 第四章第 4 节, 第六章第 1 节由黄思静编写; 第四章第 1、2、3 节由刘文钧编写; 第三章第 6 节由宋振亚编写; 第五章第 4 节由董继芬编写; 第五章第 3 节由崔秉荃编写。全书由刘岫峰主编。任磊夫, 方郢森参加了大纲制定。

书稿由朱平、文竹、苏惠、顾笑苹抄写, 图件由王瑞琪、赵春、钟瑜绘制, 照片由黄少华和曹瑞雪拍摄。

曾允孚教授、余光明教授为本书编写提出了许多宝贵意见, 一些单位和个人提供了不少宝贵资料, 各级教学管理部门给予了大力支持, 在此一并致谢。

由于编者水平所限, 书中错误或欠妥之处在所难免, 衷心希望广大读者批评指正。

编 者

1990 年 7 月

目 录

绪论	1
第一章 样品制备	4
第一节 块状样品的预处理	4
第二节 粉粒状样品的制备	8
第三节 矿物分离和粘土矿物提纯	9
第四节 悬浮液制备	11
第五节 沉积有机质的抽提与分离	12
第二章 分析技术和仪器原理	14
第一节 阴极发光显微镜和显微图像分析及仪器	14
第二节 电子显微镜和电子探针X射线波谱和能谱分析及仪器	34
第三节 波谱技术及波谱分析仪器	41
第四节 质谱、色谱和中子活化分析技术及仪器	57
第五节 热分析技术和热分析仪器	63
第六节 粒度分析技术和筛析、沉降分析仪器	67
第七节 孔隙度和渗透率测量技术及仪器	80
第三章 沉积岩矿物成分和沉积有机质分析	86
第一节 粘土矿物分析	86
第二节 碳酸盐矿物分析	120
第三节 二氧化硅矿物分析	149
第四节 重矿物分析	157
第五节 砂岩碎屑成分定量分析	167
第六节 沉积有机质分析	171
第四章 沉积岩化学成分分析	198
第一节 主要元素分析	199
第二节 微量元素分析	206
第三节 稀土元素分析	213
第四节 稳定同位素分析	218
第五章 沉积岩的结构和组构分析	229
第一节 粒度分布参数及粒度分布规律分析	229
第二节 砂岩中砂粒组构和填集特征分析	241
第三节 石英颗粒表面结构特征分析	245
第四节 沉积岩孔隙特征分析	251
第六章 综合分析与研究实例	265
第一节 碳酸盐岩研究实例	265

第二节 碎屑岩研究实例.....	273
附录.....	282
I. $-10\phi(1023\text{mm})$ 至 $+10\phi(1\mu\text{m})$ 的 ϕ 值与 mm 或 μm 对照表.....	282
II. 各国试验筛筛孔尺寸现行标准表.....	287
III. 累积正态概率坐标纸.....	289
IV. 累积罗辛概率坐标纸.....	290
V. 双对数坐标纸.....	291
VI. 常用粒度分布图谱.....	292
VII. X 射线衍射的 $2\theta(^{\circ})-d(\text{\AA})$ 对照表 ($\text{CuK}\alpha$)	295
VIII. 石英面网间距表 ($\text{CuK}\alpha$)	297
IX. 沉积岩测试分析方法的技术经济评价表.....	298
主要参考文献.....	299

绪 论

沉积岩的实验室研究是野外地质工作的继续，其任务是利用各种仪器和技术方法在微观领域内对沉积岩进行观察、测试和分析，以提高地质研究的深度、广度、精确度和成效。野外研究是室内研究的基础。野外工作期间除了进行详细的宏观研究外，还必须采集足够的既符合地质要求又符合测试要求的样品，保证样品的随机性、代表性、目的性和经济性。样品的种类和数量取决于地质背景、研究任务和目的以及投资能力和完成任务的时限。

除特殊需要外，取样单元基本上和野外研究所确定的沉积岩的“层”或一个“单层”相当，并且以地层岩相分层取样法为主，配合少量等间距取样。从100次任意抽取的资料来看，若以

$$\text{样品间距} = \text{剖面厚度} / \text{样品数量}$$

来计算，不同取样间隔所占的比例如下：

<0.1m者占14%

0.1—0.5m者占45%

0.5—1.0m者占14%

>1.0m者占27%

参照上述数据，在已知岩层厚度的情况下可以估计样品间距或样品数量的合理程度。此外，有关地质工作规范也是沉积岩研究工作中的取样依据。

在充分整理野外地质资料的基础上，应对实验室研究提出明确的目的和项目，拟定合理的程序，选择切实可行、经济而有效的方法，切勿盲目使用高、精、尖的手段或不加选择的使用一切手段。对于应用效果把握不大或测试费用昂贵的项目，可先用少量典型样品试测之后，视其效果再确定是否采用。各种测试分析方法的应用评价详见各章节介绍，其技术经济评价见附录Ⅸ。

沉积岩研究方法较多，其中以薄片显微镜研究为基础，常量元素化学分析、微量元素发射光谱分析、粒度分析、矿物染色和阴极发光分析、粘土矿物和碳酸盐矿物的X射线衍射分析为常规项目；其它矿物的X射线衍射分析、扫描电子显微镜和电子探针分析、热分析、红外吸收光谱分析、原子吸收光谱分析为补充项目或扩展项目；孔隙测量、透射电子显微镜分析、稀土元素分析、稳定同位素分析、有机质分析等则属专项分析。研究程序一般应按基础—常规—扩展（补充）—专项分析的顺序进行，若目的或任务十分明确或单一，则可直接选用某一单项进行分析。

沉积岩研究中常用的测试项目和测试方法综合绘于图1中，对各种方法的应用评价详见各章节内容（表2-10，表2-12，表2-18，表2-37等），经济技术评价见附录Ⅸ。

从历史发展来看，沉积岩的实验室研究大体经历了以下四个阶段：

1. 初期阶段，约相当于本世纪前半期，主要是以显微镜观察、粒度分析、常量元素化学分析为主，X射线衍射分析初步应用。

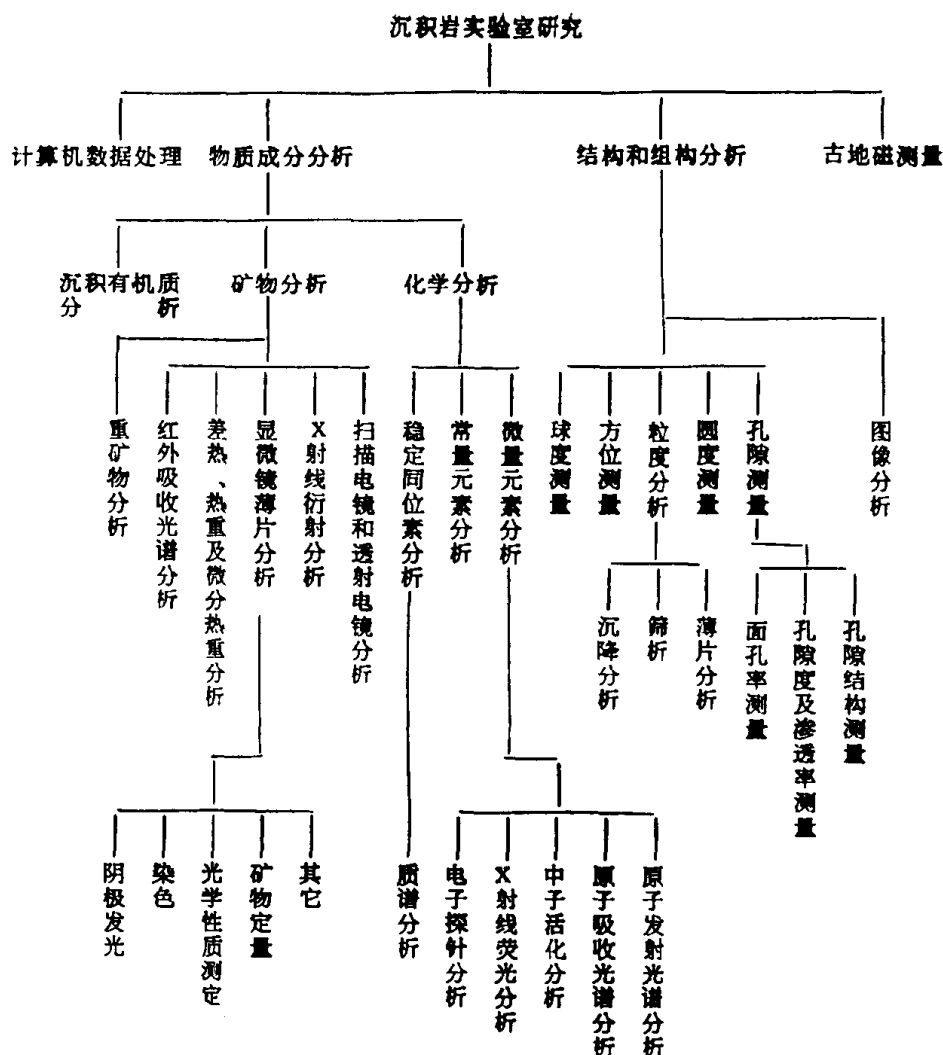


图 1 沉积岩实验室研究方法综合简图

2. 发展阶段，相当于本世纪50—60年代，以普遍引用各种现代测试技术对沉积岩进行广泛测试为特点，主要包括电子显微镜、电子探针、X射线衍射、高灵敏度化学分析（原子发射光谱、原子吸收光谱和中子活化分析等）、稳定同位素分析、阴极发光分析以及电子计算机技术等，大大地提高了沉积岩分析测试研究的深度、广度和精确度。

3. 综合性和专业化阶段，即本世纪80年代，以前期技术为基础，结合宏观研究，用微观的定性和定量资料对沉积岩和沉积学的各个方面进行综合分析，并逐步发展成为一系列的专门化测试，如粒度分析、孔隙分析、古温度分析、粘土矿物分析、碳酸盐矿物分析、沉积地球化学分析、沉积有机质分析、沉积学数据库等，它们在沉积矿产（特别是石油）地质及基础沉积学（如岩相古地理）研究方面发挥了巨大作用。

在我国，大约从本世纪70年代中期开始进入沉积岩测试的发展时期，至本世纪80年代中期，国内的主要地质科学研究中心和大学（学院）均系统地配置了现代化测试仪器，对沉积岩进行了相当多的测试工作，为沉积学发展提供了丰富的资料。本世纪80年代后期逐步进入综合发展和专门化测试时期，并且一般来说，有关石油地质科学研究中的沉积岩测试工作处于比较先进的水平。

仪器是人类感觉器官和四肢的延伸，电子计算机是人类大脑的扩展。沉积岩及沉积学工作者掌握必要的实验室测试手段和计算机技术，无疑将会大大促进本学科的发展并能提

高沉积学的研究水平。

本书着重介绍目前广泛应用而且业已成熟的沉积岩实验研究方法，包括仪器的基本结构和原理，测试数据的获得和解释，样品处理和送样，测试方法的评价和选择等，而对于具体的操作或计算步骤，无特殊需要，未作详细列举。因为现代仪器均配有电子计算机，可以按照人一机交互方式进行工作，自动处理、分析并打印出数据和图表，程序简单而明了，如粒度分析的操作、参数计算和图解，X射线衍射分析的操作、矿物的定性和定量分析，电子显微镜观察和电子探针分析等。这样省去许多繁琐的、重复性操作，大大增加了创造性思维的时间。

第一章 样品制备

在沉积岩实验室测试分析工作中样品制备是在样品采集以后和实施测试分析之前的关键性技术程序，其任务是为测试分析提供形状、尺寸、质量、纯度和粒度合适的样品，以保证测试分析工作的正确性、经济性、效率和精度。例如砂岩中粘土杂基矿物的X射线衍射分析时，若粘土矿物未经提纯，其含量很低或较低，不是达不到X射线衍射分析的检测灵敏度界线（一般 $\geq 5\%$ ）而显示不出来，就是由于长石和石英掩盖了粘土矿物的衍射峰而使分析效果极差。同时，对各种矿物进行X射线衍射分析时，只有粒度 $<2\mu\text{m}$ 的样品才能得到符合分析要求的衍射图谱（参考图2-43和表1-1）。又如微量元素和同位素分析，样品若受到污染，其分析结果将毫无意义，因为现代分析仪器的灵敏度可达 10^{-9}g ，参见表

表 1-1 粒度对石英X射线衍射定量分析的影响

粒 度 μm	15—50	5—50	5—15	<5
重复误差	18.2%	10.1%	2.1%	1.2%

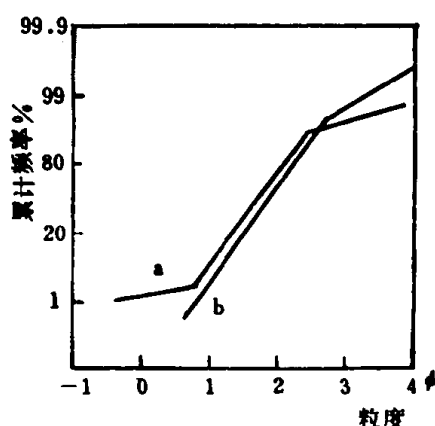


图 1-1 同一样品的筛析粒度分布曲线差异图
a. 样品未经酸洗处理；b. 酸洗（海滩沙）

2-16。在粒度分析中，颗粒是否清洗，也大大影响分析结果，如图1-1。

样品制备一般分两个阶段，第一阶段是样品预处理，一般由地质人员完成；第二阶段是进机样品制作，一般由专业测试人员完成或由地质人员按指定的操作规程完成。本书主要介绍预处理。

样品的预处理分两种情况，即块状样品预处理和粉粒状样品预处理。

第一节 块状样品的预处理

块状样品预处理的基本要求是必须保持沉积岩的原始结构状态，在处理中不能产生人工破碎或裂纹等。

一、弱固结或松散岩石的再胶结

岩石胶结很弱或很松散，无法切片或制片，如弱固结砂岩、粘土岩、煤等。为了使松软样品加强固结，可将样品放入树胶、岩矿胶或环氧树脂中浸泡使之再胶结。浸泡后的样品应放置24小时以后再磨制。环氧树脂胶结者应放置48小时后方可切割。要选用低粘度的胶结物质以使渗透深度最大，胶结牢靠。胶结物牌号较多时，可通过试验选择胶结剂。

二、清洗原油、沥青和有机质

为了测定岩石的孔隙度、渗透性和制阴极发光薄片，必须将岩石中的沥青等有机质清洗

干净，一般叫有机物抽提。其程序是先将岩样浸泡在有机溶剂中，使岩石中的油质、沥青充分溶解，然后加温使溶剂蒸馏而将溶解物带出。此法简单，操作容易，但抽提时间长，一般要3—8小时，对含高粘度沥青质原油的样品要24小时以上。此外，需加温至108℃，有可能破坏粘土矿物的结晶水。常用的溶剂有氯仿、四氯化碳、甲苯、酒精-苯以及二甲苯和丙酮等。

若岩样比较坚硬，不易松散，也可用以下方法加速清洗：

1. 含气溶剂驱替法

将含CO₂的溶剂在一定的压力下注入岩石，待含CO₂的溶剂与油水混合后再逐渐降低压力，此时CO₂发生膨胀即把溶解油质的溶剂和水驱替出来，再将样品烘干后即可把溶剂和油质除掉。一般溶剂中的CO₂压力为1418.55kPa，驱替压力7099.75kPa。循环清洗8次即可，共需时间约30分钟。

2. 高压溶液清洗

将溶剂在709—7099kPa压力和室温下压入岩块清洗。岩石越致密，使用的压力越高。

3. 离心清洗法

将岩样装入离心管内并淋入溶剂；开动离心机，溶剂在离心力作用下流过岩样时可把油质和有机质洗掉。此法因可同时清洗数块岩样而使清洗效率很高。离心转速依岩石的坚固程度而定，岩性越坚硬，转速越高。

三、灌注岩石孔隙空间

为了能够在薄片清晰地辨别孔隙以便对孔隙进行测量和分析，应将掺有颜料的低粘度环氧树脂浸染剂灌注到岩石孔隙中。国内生产的6828、672和ERL-4206环氧树脂较适合灌注，其特性列于表1-2中。颜料用油溶红（属醌蒽类染料）或苏丹Ⅲ（偶氮染料，桔红色）。有时用油溶蓝。环氧树脂浸染剂的配方及养护条件见表1-3。也可用苯乙烯或甲基丙烯酸甲酯作浸染剂。

表 1-2 6828、672和ERL-4206环氧树脂的性能

产品牌号	6828	672	ERL-4206
化学名称	对，对-二环氧丙基 二苯基丙烷	邻苯二甲酸二缩水 甘油酯	二氧化烯基环乙稀
外 观	淡黄色液体	黄色透明液体	无色液体
主要性质	这类树脂粘接性好，绝缘性好，耐化学性能优良，价格低，是较方便取得的品种。其缺点是质脆，耐冲击性差	具有极强的酯基，粘附性极好，耐热性亦好，在超低温条件下还有较好的粘结强度。耐酸性好	具有耐热、耐紫外光照及优良的电性能，适用于浸渍、浸铸及涂层方面，但固化温度高，固化后产物脆性大
国内生产单位	上海新华树脂厂	无锡树脂厂	津东化工厂曾试制，牌号为206

将直径为2cm、厚1cm的圆岩片或2×2cm的岩石片抽提后即可灌注。环氧树脂浸染剂的灌注装置如图1-2和图1-3所示。灌注分两步，即先真空灌注，后高压灌注。

1. 真空灌注

用图1-2的装置。首先将环氧树脂放入烧瓶（9）内，然后加入稀释剂、硬化剂和

表 1-3 6828、672环氧树脂浸染的配方和养护条件

浸染剂名称	浸染剂 用量 (g)	稀释剂(g)		硬化剂(g)		染料 (g)	聚合温度和固化时间
		6805	501	594	901		
672	50	10	10 10	4 4	2.5	油溶红或油溶蓝 0.5	0—100℃, 1小时; 100℃恒温, 1小时; 加压到设计压力
6828	50	10	10	4 4		油溶红或油溶蓝 0.5	100—160℃, 1.5小时; 160℃恒温, 3—4小时

注：表中6805为上海新华树脂厂所生产的水溶性环氧树脂稀释剂，501为上海树脂厂生产的活性稀释剂，化学名称为环氧丙烷丁基醚；594为上海树脂厂及嘉兴绝缘材料厂生产的硼胺类潜伏性固化剂，901为哈尔滨电机绝缘材料厂生产的硼胺类潜伏性固化剂。

染料即成浸染剂待用。岩样(7)放入烧杯(5)中，用凡士林密封真空干燥器(11)后开始抽真空，当真空度达266Pa且浸染剂不再冒泡时，立即将装有浸染剂(9)的烧瓶放入100℃烘炉(或沸水)中加热使其粘度达最低点。保持100℃，将浸染剂注入装有岩样(7)的烧杯(5)中。浸染剂靠毛细作用将渗入岩样。

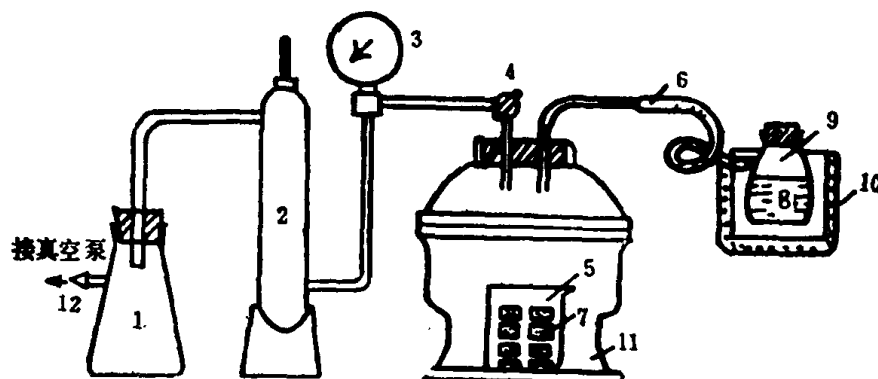


图 1-2 环氧树脂及其它树脂的真空灌注装置图

1.缓冲瓶；2.干燥塔；3.真空计；4.三通真空活塞；5.烧杯；6.塑料软管；7.岩样；8.环氧树脂；9.烧瓶；10.恒温炉；11.真空干燥器；12.接真空泵

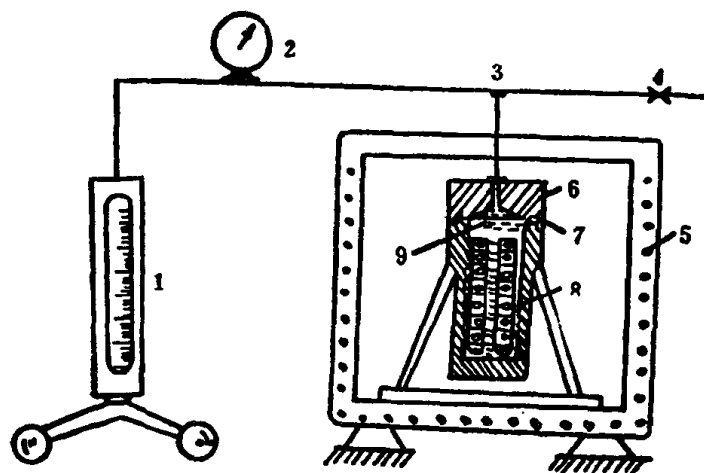


图 1-3 用环氧树脂浸染剂时的液压灌注流程

1.加压泵；2.压力表；3.三通；4.放气阀；5.恒温槽；6.高压岩心室；7.抗油耐温“O”型圈；8.岩心管（内装岩样）；9.变压器油或真空泵油

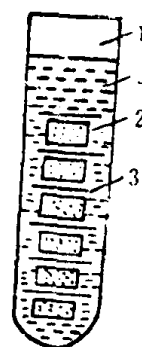


图 1-4 装岩样的试管

1.玻璃试管；2.岩样；3.云母片；4.浸染剂

2. 高压灌注

按图 1-4 将样放入玻璃管内，岩样之间用云母片隔开（便于固结后剥开），并用浸染剂将岩样淹没。按图 1-3 将岩样试管装入高压岩心室，并充入变压器油或真空泵油。密封岩心室，启动加压泵不断向岩石室泵油，使之压力升至 10000kPa。开启恒温箱使岩心室升温至 100℃，并恒温 1 小时。此时升压至 25000—30000kPa。在 160℃ 恒温 3—4 小时后停止加温，自然冷却，打破试管，取出岩样即获得灌注岩块。由灌注后的岩块可制铸体薄片。

灌注后的岩样中浸染剂可渗入到 0.1μm 的孔隙内。

四、镀膜

用于扫描电子显微镜的岩石样品必须镀金属导电膜使之导电以消除电荷积累效应。因为这种效应是由于岩石样品不导电所致，电子打在样品上不能传导出去而逐渐积累起来使电子束跳动，妨碍电子二次发射，降低图像质量；而且岩石样品导热性也差，电子束轰击样品后产生的热量亦无法散开，热量逐步积累，样品因此而被烧掉。若样品表面镀一层导电并导热的金属膜将大大提高图像质量并能保护样品。

在阴极发光薄片上镀上金属膜，也有同样的效果，特别是高压下大束流 (0.5—1mA) 观察时更需如此。

镀膜材料除碳外，多用纯度很高的 (光谱纯) 金、铝、银。有时也用金铅、铂铅合金等镀膜一般厚 20—30 Å。

目前常用离子溅射镀膜方法，其原理如图 1-5 所示，它和冷阴极发光 (第二章第一节) 的原理完全一样。这种方法是把镀膜材料作为阴极，样品置于阳极，抽至低真空 (约 10—1Pa)，两极加上 500—1500V 的电压使之辉光放电。辉光放电时气体电离产生的阳离子向阴极撞击使镀膜材料表面的原子溅射出来从各个方向溅落到阳极上的样品表面，这些溅落原子逐渐积累而成镀膜。

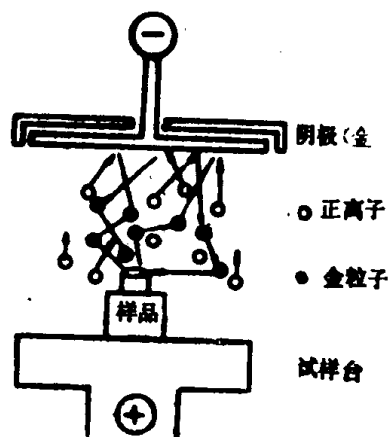


图 1-5 离子溅射镀膜的基本原理图

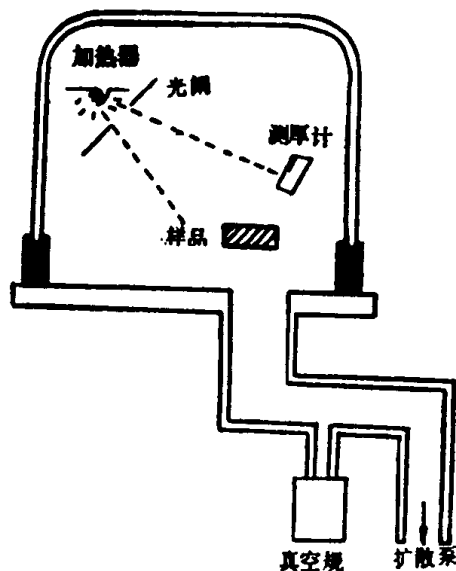


图 1-6 低真空镀膜装置

此外，尚有低真空镀膜方法，如图 1-6 所示。其原理是将镀膜材料在低真空下通电加热使其表面原子蒸发。蒸发的原子受到气体分子的碰撞而路径弯转曲折，最后从各个方向散落在样品上。低真空镀膜效率较低，用料较多，均匀性稍差，但目前仍广泛使用。

样品一次镀膜时间视镀膜材料而定，一般15—30分钟即可。

第二节 粉粒状样品的制备

粒度分析、单矿物分析、石英表面结构分析、化学分析样品均需制成颗粒状或粉末状样品并需对颗粒和粉末进行清洗。粉粒状样品制备一般包括解离、清洗和烘干。若需提纯矿物，则再加上挑选和分离程序。

一、解离

解离的任务是使坚固的块状岩石松散成颗粒状，松散后的粒度应同岩石的原始粒度相当，即既要充分解离，又不可破碎过度。因此，在解离前应做粒度测定，预计破碎程度（大致同平均粒度相当），而在解离后也应做解离度检验。解离分两步，即击碎样品和研磨或搅拌。

1. 破碎

用铁锤将岩样敲碎，过2mm的筛，将砾石筛选出来。若仍有岩石小团块，继续敲击使之破碎到砂一级。

2. 去碳酸盐、石膏和硅质胶结物

去碳酸盐时用30%的盐酸煮10—20分钟，或在10%的盐酸中浸泡一至两昼夜直至不再冒泡时即示溶掉了颗粒表面的碳酸盐包裹物。此法也可除去细粒石膏。若石膏较多，则用浓HCl加热溶之。对于硅质胶结物用5—10%的NaOH或KOH溶液常温下浸泡4—5昼夜或在70—80℃下加热5小时左右。

3. 水泡法去粘土

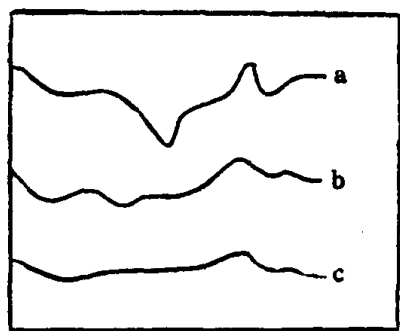


图 1-7 过度研磨对高岭石
差热曲线的影响

a. 原样(制备合适); b. 研磨40
分钟; c. 研磨60分钟

将酸洗后的松散样品在水中浸泡24—48小时，再搅拌或研磨使粘土脱离颗粒。

4. 搅拌

如果要制备粘土矿物分析样品，则将水泡样品装入烧杯中用电动搅拌器搅拌，使样品本身之颗粒互相碰撞，摩擦，使附着颗粒上的粘土彻底脱落。制备粘土分析样品切不可研磨，否则将破坏其结晶水，如图1-7，稍微过分的研磨将破坏掉高岭石差热曲线的特征吸热峰（详见第三章第一节）。

5. 研磨

将水泡样品烘干，用包有橡皮的木棒研磨样品，使粘土脱落，颗粒充分解离。

6. 解离度检验

研磨或搅拌烘干后的样品过0.063mm的筛子，抽取筛上样品（即粒度 $>0.063\text{mm}$ ）的砂粒100颗在双目镜下检验，若有5%以上的颗粒未解离，则需重新研磨或搅拌。若未解离者 $<5\%$ ，则视解离充分（有些人规定3%）。

二、清洗 Fe_2O_3

将解离的样品在氯化亚锡溶液中煮20分钟。用蒸馏水冲洗掉氯化亚锡溶液。

三、清洗有机质和黄铁矿

用双氧水或其他强氧化剂（1.5g高锰酸钾和1.5g重铬酸钾溶于20mL的浓硫酸中配制而成）浸泡样品。蒸馏水冲洗。

四、蒸馏水冲洗

这一步骤应反复进行，直至清洗后倾出之水清澈透明为止。

五、烘干

用烘箱或水浴烘干。温度控制如下：

粒度和微量元素分析样品 105℃

X射线衍射和红外分析样品 低于80℃

差热分析样品 低于60℃

裂变径迹分析 低于50℃（磷灰石）

通过以上步骤可获得充分解离而又清洗干净的粉粒状样品就可用于矿物提纯或粒度分析了。化学分析样品只需要粉碎和研磨至粒度0.075mm（过0.075mm的筛子）即可，低于60℃烘干。

第三节 矿物分离和粘土矿物提纯

沉积岩中矿物分离和提纯的任务主要是挑选石英颗粒供表面结构分析，挑选石英、长石、碳酸盐矿物等供同位素分析，分离重矿物供重矿物研究，提取粘土矿物供粘土矿物分析等。

一、石英碎屑挑选

用0.2mm的筛子筛取>0.2mm的砂粒。将>0.2mm的砂粒置双目镜下挑选100—200粒碎屑石英制扫描电镜样供颗粒表面结构分析。勿再用超声波清洗。

表 1-4 常用的几种重液

名 称	化学成分	相对密度	颜色	冰点	沸点	可溶（剂）性					回收法	挥发性	粘结性	分解性	臭味	毒性	价格	稀释剂
						水中	酒精中	汽油中	苯中	乙醚中								
三溴甲烷	CHBr_3	2.90	无色	9℃	151.20℃	少量溶	极易溶	溶	溶	极易溶	水洗	较大	很小	较大	很臭		较高	醋酸 丙酮 酒精
四溴乙烷	$\text{C}_2\text{H}_2\text{Br}_4$	2.96	无色	0.1℃		不溶	溶	溶	溶	溶	水洗	较小	小	较小	臭		很高	醋酸 丙酮 酒精
二碘甲烷	CH_2I_2	3.33	无色	5℃	180℃ 分解	不溶	少量溶	溶	溶	溶	蒸发	较小	较小	极大	极臭	强毒性	很高	苯或 酒精
杜列重液	$\text{HgI}_2 \cdot 2\text{KI}$	3.20	黄色			溶	不溶	不溶	不溶	不溶	蒸发	较小	较小	较大	极臭	毒性	很高	水
克列里奇液	$\text{CH}_2(\text{COOH})_2\text{Tl} + \text{HCOOTl}$	4.2	黄色				极易溶	不溶	不溶	不溶	蒸发	较小	较小	极大	无味		极高	蒸发

二、重液分离轻/重矿物

重液就是相对密度 >2.85 的液体，常用者如表 1-4 所示。重液不是奇臭就是剧毒，必须注意安全。利用矿物和重液的相对密度差使矿物沉浮而分离之。

重液分离矿物的步骤：

1. 称已离解的砂粒样品 2 g。
2. 磁选，选出强磁性矿物如磁铁矿、钛铁矿、磁黄铁矿。
3. 取 10—200 mL 的三溴甲烷（又叫溴仿）重液倾入漏斗内，漏斗及其放置方法如图 1-8 所示，漏斗口下部夹紧；将样品倾入重液中，用玻璃棒上下搅拌，搅匀后静置；每隔 1—2 分钟搅拌一次，每次搅拌约 5 分钟，共搅拌数次；盖上玻璃盖静置一至二小时。

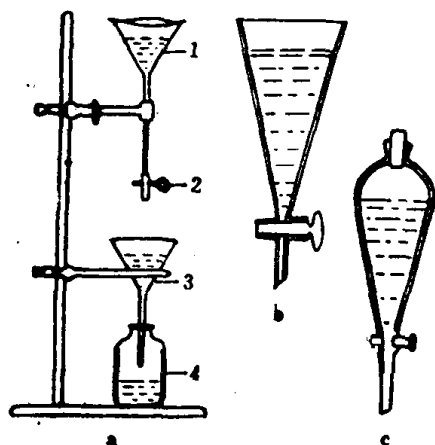


图 1-8 重液分离装置图

- a. 整体装置，其中 1. 装有重液的漏斗，
2. 带夹的橡皮管，3. 带滤纸的漏斗，
4. 收集重液的玻璃瓶；b 和 c 是带阀门的
分液漏斗

4. 静置足够时间后，再无颗粒上浮下沉的现象，矿物则分为三层：下沉的、悬浮的和漂浮的。打开漏斗夹子（图 1-8a 中的 2）分别将三层矿物漏入三张滤纸上（图 1-8a 中 3）移开。反复操作，直至完全分离。

三溴甲烷（溴仿）在 20°C 时相对密度（即比重之意）是 2.85，其变化率是 $0.023/^{\circ}\text{C}$ 。若用三溴甲烷分离， 20°C 条件下，漂浮层应是石英、长石、方解石、岩屑等，而悬浮层大部分是白云石、白云母、金云母、绿泥石等（相对密度 2.85—2.90），其中白云母相对密度在 2.8—3.1 之间（平均 2.95），可上可下。下沉部分则是相对密度大于白云母平均相对密度的重矿物。常见重矿物的相对密度列于表 1-5 中。

表 1-5 常见重矿物的相对密度值（矿物后的数字）

强磁性矿物	中磁性矿物	弱磁性矿物	无磁性矿物
磁铁矿 5.17 钛铁矿 4.65 磁黄铁矿 4.65	铁云母 3.1 阳起石 3.1 富铁闪石和辉石 3.2—3.6 黑榴石 3.7 铬铁矿 4.4 赤铁矿 5.2	角闪石、辉石、黑云母 3.4 电气石 3.0—3.52 橄榄石、十字石 3.65—3.75 石榴子石、独居石 5.0—5.3 绿帘石 3.4	磷灰石 3.1 夕线石 3.2 榍石、黄玉 3.5 蓝晶石 3.6 刚玉 4.0 锆石 4.7 铂 14.2—19.0 金 19.0—21.0

5. 用 20% 的盐酸反复冲洗分离出来的重矿物。洗净后烘干。烘干后的样品供重矿物鉴定和其它分析（裂变径迹等）用。

6. 按表 1-4 中提示的方法用水冲洗或用蒸发方法回收重液。