# 测试分析方法

## 矿物主量元素

矿物成分的电子探针定量分析是在武汉微束检测科技有限公司显微学与显微分析实验室配备有5道波谱仪的JEOL JXA-8230电子探针下完成的。样品在测试前按照Zhang和Yang（2016）提供的实验方法将样品镀上厚度均匀、约为20 nm的碳膜。详细的探针测试方法参照Yang et al.（2022）。测试条件为加速电压15 kV，加速电流10 nA，束斑直径10 μm。所有测试数据均进行了ZAF校正处理。Ca，K，Mg，Na，Si，Al，Fe，F，S，Cl素特征峰的测量时间为10 s，Ti，Mn元素特征峰的测量时间为20 s，上下背景的测量时间分别是元素特征峰测量时间的一半。方钠石所使用的标样如下：金红石(Ti)，透辉石(Ca,Mg)，微斜长石(K)，硬玉(Na,Si,Al)，铁铝榴石(Fe)，氟化钡(F)，氯化钠(Cl)，蔷薇辉石(Mn)，重晶石(S)。黝方石、蓝方石所使用的标样如下：金红石(Ti)，透辉石(Ca,Mg)，微斜长石(K)，硬玉(Na)，镁铝榴石(Al)，铁铝榴石(Fe)，橄榄石(Si)，氟化钡(F)，氯化钠(Cl)，蔷薇辉石(Mn)，重晶石(S)。

## 矿物微量元素

单矿物微区原位微量元素含量在武汉上谱分析科技有限责任公司利用LA-ICP-MS完成，详细的仪器参数和分析流程见Zong et al.（2017）。GeolasPro激光剥蚀系统由COMPexPro 102 ArF 193 nm准分子激光器和MicroLas光学系统组成，ICP-MS型号为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气作载气、氩气为补偿气以调节灵敏度，二者在进入ICP之前通过一个T型接头混合，激光剥蚀系统配置有信号平滑装置（Hu et al., 2015）。本次分析的激光束斑分别为32µm（敦比尔方钠石、黝方石）、44µm（坪河方钠石、娘娘山蓝方石）以及激光频率为5Hz。单矿物微量元素含量处理中采用玻璃标准物质BHVO-2G，BCR-2G和BIR-1G进行多外标无内标校正（Liu et al., 2008）。每个时间分辨分析数据包括大约20-30 s空白信号和50 s样品信号。对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正以及元素含量计算）采用软件ICPMSDataCal（Liu et al., 2008）完成。

## 3. TIMA

本文研究样品的矿物定量分析在中国地质大学（武汉）矿物自动定量分析实验室完成。所使用的仪器为TESCAN TIMA GMS（简称TIMA），该设备主体为一台高分辨率肖特基场发射扫描电子显微镜（FE-SEM，型号TESCAN MIRA3），在其基础上安装了4个不同方向的能谱（EDS）探测器、1个二次电子（SE）探测器、1个背散射电子（BSE）探测器和1个EBSD探测器，通过TESCAN数字脉冲处理器（DPP）使各个探测器协同工作，结合不同的信号实现矿物相的自动精确识别，获取相分布、丰度与结构关系的定量数据。该系统进行矿物自动定量分析的主要工作原理是通过软件控制SEM快速获取待测样品表面的BSE图像和EDS（特征X射线）数据，综合BSE图像灰度和EDS元素组成的差异来确定各矿物相的边界，随后通过对比所测EDS数据与数据库中的信息来匹配和确认样品中矿物的种类。通过先进的图像分析和数据处理算法，TIMA系统可以将样品形貌以及海量（可达百万级）能谱分析点进行统计和拟合计算，从而快速、准确获取矿物粒度与分布、组成与含量、元素赋存状态等定量数据（陈倩等，2021）。

样品经过镀金处理后，放置于TIMA专用样品台中。TIMA分析开始时，系统先运行自动校准程序，用铂法拉第杯校准电流和BSE信号强度，用Mn标样校准EDS信号。样品测试条件如下：高真空模式，加速电压25 kV，电流7-11 nA，工作距离15 mm。测试中使用解离分析的点阵模式，获取固定间距下BSE图、SE图和EDS数据，每个点的X射线计数为1000 kcps。BSE像素大小为1 μm，能谱分析步长为3 μm。数据处理及成图采用TIMA系统自带软件完成。

# References

Hu, Z.C., Zhang, W., Liu, Y.S., et al., 2015. “Wave” Signal-Smoothing and Mercury-Removing Device for Laser Ablation Quadrupole and Multiple Collector ICPMS Analysis: Application to Lead Isotope Analysis. *Analytical Chemistry*, 87(2), 1152–1157. [https://doi. org/10. 1021/ ac503749k](https://doi.org/10.1021/ac503749k%22%20%5Co%20%22DOI%20URL)

Liu, Y.S., Hu, Z.C., Gao, S., et al., 2008. In Situ Analysis of Major and Trace Elements of Anhydrous Minerals by LA-ICP-MS without Applying an Internal Standard. *Chemical Geology*, 257(1-2): 34-43. [https://doi. org/10. 1016/ j.chemgeo.2008.08.004](https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2008.08.004%22%20%5Ct%20%22https%3A//www.sciencedirect.com/science/article/pii/_blank%22%20%5Co%20%22Persistent%20link%20using%20digital%20object%20identifier)

Yang, S. Y.，Jiang, S. Y.，Mao, Q., et al., 2022. Electron Probe Microanalysis in Geosciences: Analytical Procedures and Recent Advances. *Atomic Spectroscopy.* 43(2): 186-200. <https://doi.> org/10. 46770/ AS.2021.912

Zhang, R.X., Yang, S.Y., 2016. A Mathematical Model for Determining Carbon Coating Thickness and its Application in Electron Probe Microanalysis. *Microscopy and Microanalysis*, 22: 1374-1380. [https://doi. org/10. 1017/ S143192761601182X](https://doi.org/10.1017/S143192761601182X)

Zong, K. Q., Klemd, R., Yuan, Y., et al., 2017. The Assembly of Rodinia: The Correlation of Early Neoproterozoic (ca. 900 Ma) High-grade Metamorphism and Continental arc Formation in the Southern Beishan Orogen, Southern Central Asian Orogenic Belt (CAOB). *Precambrian Research*, 290, 32–48. [https://doi. org/10. 1016/ j.precamres.2016.12.010](https://doi.org/10.1016/j.precamres.2016.12.010%22%20%5Ct%20%22https%3A//www.sciencedirect.com/science/article/pii/_blank%22%20%5Co%20%22Persistent%20link%20using%20digital%20object%20identifier)

**附中文参考文献**

陈倩, 宋文磊, 杨金昆, 等, 2021. 矿物自动定量分析系统的基本原理及其在岩矿研究中的应用——以捷克泰思肯公司TIMA为例. 矿床地质, 40(2): 345-368.