

电子探针在地质实验测试中的应用分析

郭龙燕 倪珺

江西核工业环境保护中心

[摘要]电子探针是一种利用电子束作用于样品后产生的特征X射线分析确定元素组成的技术,近几年随着技术不断优化,电子探针分析在地质实验检测中得到广泛应用,尤其是在矿石微量元素检测中体现了重要作用,基于此,本文通过电子探针分析原理、电子探针分析的特点、电子探针在地质上的应用实例三方面内容对电子探针在地质实验测试中的应用进行全面分析。

[关键词]电子探针;地质实验;应用

[DOI] 10.12252/j.issn.2096-6288.2020.04.708

引言:

现阶段随着电气自动化的不断发展,新一代的电子探针分析技术已经逐渐朝着数字化,智能化方向进步,同时分析程序更加高端,图像分辨率高,因此电子探针技术在地质学领域中应用广泛,已经成为矿物成分分析的主要手段。调查数据显示,电子探针发现和分析新矿物占总数的50%,甚至可达到70%以上,所以技术应用研究具有必要性。

一、电子探针分析原理

电子探针作为近几十年来发展迅速的一种显微分析测试技术,利用电子束对样品表面进行轰击,在特定尺寸区域内对组成元素所激发的射线进行分光,确定射线的波长和强度,从而完成微量元素分析。分析需要应用电子光学系统、X射线分光系统、计算机系统三个重要部分,具体如下:

(一) 电子光学系统

在微量元素检测时将产生电子束照射样品的部分称为电子光学系统。电子束的产生过程比较复杂,由灯丝,栅极帽,阳极板组成的电子枪中发射在样品表面,所发射的电子束直径在 $4\text{ nm}-100\text{ }\mu\text{ m}$ 。电子探针检测分析技术需要对整个样品的任意角度进行全面分析,如果电子束照射角度单一,那么将会影响检测工作的精度和准确性,所以为了确保任意分析点都处于可照射范围内,需要安装具有360度旋转功能的样品台,之后将样品放置在样品台上,通过控制扫描圈的方式,确保电子束可以在样品上进行全面扫描,最终得到与电子显微镜扫描相同的背散射电子或者二次电子像。分析发现电子束照射在样品表面进行扫描时,由于不同样品和电子之间的作用是有区别的,所以扫描所产生的各种信息也随着样品组成物质在不断改变,最终成品并不相同,同时还受到样品形状以及物理性质的影响。举例来讲,以背散射电子强度得到与平均原子系数有关的成分像;而利用二次电子强度得到样品的形貌像。

(二) X射线分光系统

X射线分光器主要用于电子束轰击后所产生的射线分光和检测。通过电子束,轰击所产生的X射线包括连续谱X射线和特征谱X射线,所以X射线分光系统也分为两种不同类型的分光器。其中一种是通过风光晶体衍射检测特征的波长色散型谱仪,在现阶段电子探针检测中应用非常广泛;另外一种则是通过半导体检测器

直接进行检测的一种色谱仪,在电子探针检测中应用并不多,基本作为辅助检测手段使用。X射线可以用来检测地质环境中的元素组成,主要是由于WDS可以通过分光晶体对X射线的波长进行检测,检测过程中需要满足相关的公式: $2d\sin\theta=n\lambda$,其中d是指晶体的晶面间距、角度则是指射线照射时分光晶体的入射角,n是指衍射级数,只有满足此公式的射线才能通过X射线检测器的检测,最终根据涉县的电信号确定特征X射线的波长。EDS通过半导体检测器对X射线的能量进行检测,正常情况下需要使用专用的检测设备,地质检测中常用Si(Li)检测器,此检测器所产生的电信号可以被波高分析器所鉴别,之后根据已知的能量值对元素组成进行判定。现阶段地质检测中,为了确定不同样品的组成元素类别和含量,需要使用计数器对经过检测的x信号进行强度计数,技术完成后还需要将结果输入显示器,经过计算机的修正处理。

(三) 计算机系统

计算机系统是现阶段地质检测中电子探针分析必不可少的重要组成部分。随着技术不断进步,电子探针分析也朝着智能化和自动化方向发展,X射线分光器运行系统,样品台驱动系统以及电磁透镜系统,检测系统等等都需要进行信号数据的采集和分析修正,人工处理难度系数高,且容易出现误差,此时计算机系统就体现了重要作用。算机可通过不同的图像处理软件和分析程序,对大量的数据进行全面整理,并完成连续的24小时自动监测与分析,节约人力物力资源。

二、电子探针分析的特点

电子探针分析和传统的地质分析技术相比检测精度更高,可以在更短时间内迅速获得地质元素的组成和含量,应用过程中通过聚焦到 $1\text{ }\mu\text{ m}$ 左右的高能电子束对检测样品进行轰击,处于照射区域范围内的样品会出现特征X射线,之后通过技术分析确定射线的波长和度,明确元素组成和含量。通过电子探针进行分析,可以进行不同形式和结构的元素组成分析,包括矿物当中素的共生状态,出溶结构等等。除此之外,电子探针分析还可以通过背散射电子像、二次电子像获得样品的表面形态以及晶体结构等信息,在具体应用中具有以下特点:

(一) 微区,微量

电子探针分析可以进行小范围的微量分析,例如可以直

接在薄片上进行矿物含量的测定,分析区域极小且具有高度灵敏,突破了传统技术在微量矿物分析当中的困难,显著提升测量精度。

(二) 不破坏样品

电子探针分析区域范围小,所以对样品几乎不产生任何破坏,而且探测过程中也不会污染样品,经过单次检测的样品可保存重复使用。这种特性帮助电子探针分析技术在稀有原石和珍贵岩石检测中得到广泛利用,例如月球岩石样品可通过电子探针技术进行多次分析。

(三) 快速,分析精度高

分析效率高,精度高是电子探针技术的显著特点之一。通过同一台仪器可以对矿物元素组成进行同时分析。另外,技术分析使用的分析程序步骤简单,速度快,成本低。而且轰击所产生的X射线光谱分析精准度更高,在个别稀土矿物分析中体现了重要作用。

(四) 缺陷与不足

随着技术发展,电子探针分析手段更加先进,在地质检测中体现了重要作用,但是由于技术发展本身存在缺陷,而且仪器也具有局限性,所以在实际检测中也存在不足:1.以超轻元素(B、C、F)为例,这些元素的测定受到特征X射线波长长、吸收效应大气容易受到污染等因素的影响,测量更加困难且敏感性低。2.地质检测所使用的大部分样品存在导电性差的问题,所以需要在正式检测之前进行镀膜处理,然而受到技术限制和导热性差等原因的影响,样品在受到电子束轰击的情况下会出现迅速温度升高,此时部分元素出现蒸发,例如磷酸盐,水矿物钠长石,硫化物等等,这些元素的蒸发导致地质样品分析结果不准确。3.电子探针在含有大量结晶水以及变价元素含量过高的地质分析过程中无法体现准确结果。

三、电子探针在地质上的应用实例

(一) 矿物的分析鉴定

地质环境分析以及矿物分析是地质评价中的重要环节,和矿产勘探开发有直接关系,同时也是研究某地区矿物组成以及矿床情况的基础,所以先进检测技术必不可少。检测发现大多数金银等贵金属元素以微量的形式存在于矿石当中,传统的检测技术通过光学显微镜进行矿石鉴定,物镜倍数最高可达到20倍,如果使用50倍的物镜,那么会存在井深过浅,聚焦困难的问题,所以高倍率物镜在矿物元素分析和检测中应用并不广泛,仅仅是在进一步确认矿物含量中使用,所以综合来看,以光学显微镜进行矿物元素组成和含量分析,只适用于大颗粒的金银矿物,微量元素检测困难。所以使用电子探针也就是放大倍数更高的电子显微镜,可以准确快速地分析小尺寸和小颗粒的金银矿物。同时,电子探针技术可以区分分光性相似的自然

金和金银矿,以新疆某热液成因金矿为例,金平均品位在3g/t左右,部分高达20~30g/t,矿石中黄铁矿褐铁矿化程度高。检测时经过多种技术分析都未找到自然金,最后通过电子探针技术确定自然金颗粒的存在,最大颗粒仅有3.29 μm,这是常规技术无法检测到的。

(二) 陨石矿物的研究

陨石作为最古老的岩石保留了原始特征,陨石组成元素和含量的研究有利于人类了解太阳系的形成和分布规律。新疆戈壁区域颜色背景单一,视野开阔,陨石含量大,是我国现存的最主要的陨石发现区,电子探针技术可对陨石样品进行全面检测,而且不会造成任何的样品破坏问题。

(三) 矿物中包裹体的研究

矿物包裹体被封闭在机体矿物当中,在地质研究当中对矿物包裹体进行全面检测,有利于了解不同区域的矿床成因以及岩石组成条件等内容,可以促进后续矿产开发。矿物包裹体贯穿整个地质过程,表现了各个阶段的物理化学特征,以新疆拜城产出的保红宝石固体包裹物电子探针分析为例,通过技术分析确定产物当中含有黄铁矿,闪锌矿等等,为后续矿床研究提供参考。

结束语:

综上所述,地质实验检测在矿产开发、岩石分析等方面具有重要作用,而传统的检测技术对一些细颗粒物以及微量元素的检定比较困难,电子探针显微技术具有微量微区检测效率高,精度高,且不破坏样品等等优势,所以在地质实验检测中应用广泛。本文通过分析电子探针检测技术的特点、研究具体应用对电子探针技术在地质实验检测中的作用进行了解,确定此技术的出现弥补了传统检测技术中对矿床备量元素检定困难的问题,为后续地质检测快速发展,提供技术支持。但是受到技术发展限制的影响,电子探针技术也存在不足,所以需要不断进行优化创新,逐步朝着自动化和自动化方向进步。

参考文献:

- [1]陈振宇,周剑雄.扫描电镜/电子探针中的阴极发光技术在地质学中的某些应用研究[J].电子显微学报,2004,23(4):463-463.
- [2]龚玉爽,胡斌,付山岭,等.电子探针分析技术(EPMA)在地质学中的应用综述[J].化学工程与装备,2011(6):166-168.
- [3]李小犁,张立飞,魏春景,等.俄罗斯白海地区太古代榴辉岩的金红石Zr温度计应用及其地质意义[J].岩石学报,2017,33(10):3263-3277.
- [4]何丽,徐翠,修迪,等.将X粉晶衍射法、电子探针分析与岩矿鉴定法应用于矿物分析[J].中国锰业,2016,34(3):159-160,163.