

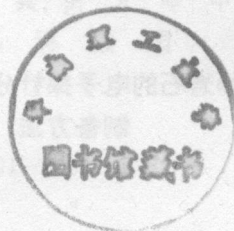


中华人民共和国国家标准

GB/T 17366—1998

矿物岩石的电子探针分析试样的 制备方法

Methods of mineral and rock specimen
preparation for EPMA



C9907082

1998-05-08 发布

1998-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
矿物岩石的电子探针分析试样的
制备方法

GB/T 17366—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

无锡富瓷快速印务有限公司印刷

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 1/2 字数 7 千字

1998 年 10 月第一版 1998 年 10 月第一次印刷

印数 1—800

*

书号: 155066·1-15247 定价 6.00 元

*

标 目 350—49

前 言

本标准尚无相应的国际标准参照,为首次制定的我国国家标准,本标准规定的各项准则,主要适用于矿物岩石等地质样品的电子探针分析前的试样制备,也适用于其他性质相近的样品,以保证电子探针分析结果的质量。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:地矿部矿床地质研究所。

本标准主要起草人:周剑雄。



中华人民共和国国家标准

矿物岩石的电子探针分析试样的 制备方法

GB/T 17366—1998

Methods of mineral and rock specimen
preparation for EPMA

1 范围

本标准规定了各类矿物岩石等地质样品的电子探针定量分析用的标准样品和试样的通用制备方法,其他性质相近的样品也可参照执行。

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本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

3 方法提要

本方法综合使用各种试样制备技术,包括切割、包埋、研磨和镀膜等磨制过程,制备适用于电子探针定量分析的光片、光薄片等试样。

4 仪器和材料

4.1 仪器

- 4.1.1 真空镀膜仪。
- 4.1.2 超声波清洗装置。
- 4.1.3 偏反光显微镜及刻样器附件。
- 4.1.4 金刚石切片机。
- 4.1.5 磨片机。
- 4.1.6 模压机。
- 4.1.7 恒温烘箱。
- 4.1.8 万用表。

4.2 材料

- 4.2.1 粘结材料:环氧树脂、三乙醇胺、电木粉、石墨粉、固体导电胶、双面胶等。
- 4.2.2 磨料,如 180 目、400 目、800 目、1 200 目刚玉粉,氧化铬、氧化镁和金刚石抛光粉或抛光膏。
- 4.2.3 各种类型的样品座:铜圈、载玻璃片、盖玻璃片等。
- 4.2.4 镀膜专用碳棒或碳纤维、银导电胶、碳导电胶。
- 4.2.5 无水乙醇、丙酮等试剂。

5 试样制备的基本要求

- 5.1 试样表面必须进行精细抛光,在 100 倍反光显微镜下观察时能比较容易找到 $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ 无麻坑或擦痕的区域。
- 5.2 试样的大小应适于装入所用电子探针的样品座内。常用的光片尺寸小于 $20\ \text{mm} \times 20\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$,常用的光薄片尺寸为 $26\ \text{mm} \times 500\ \text{mm}$ 。
- 5.3 试样表面应清洁,无磨料、尘埃等外来污染物质。
- 5.4 试样的导电性良好,不致影响分析结果,即试样吸收电流达到正常值。

6 试样的制备方法

用作电子探针分析的矿物岩石试样按其原始形态可分为块状试样、颗粒试样、微细试样(粒径小于 $10\ \mu\text{m}$),按制备后形状特点,可分为普通光片、普通光薄片、砂光片和粉末压片等几类,其制备方法有较多的差异。

6.1 光片的制备

6.1.1 主要适用于块状不透明矿物。

6.1.2 用金刚石切片机从样品上切下尺寸大小合适的块状试样,其通常大小为 $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ 或 $20\ \text{mm} \times 20\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ 。为保证样品大小一致,也可将上述试样装于铜圈内或用电木粉、树脂、固体导电胶等成型后进行研磨。

6.1.3 将上述试样进行粗磨、细磨、抛光,直至制备成光片。

6.1.3.1 用 180 目刚玉粉或砂光盘进行粗磨。

6.1.3.2 用 400 目刚玉粉或砂光盘进行细磨。

6.1.3.3 用 800 目和 1 200 目刚玉粉在玻璃板上进行精磨。

6.1.3.4 用粒度小于 $1\ \mu\text{m}$ 的金刚石研磨膏,或用 Cr_2O_3 和 MgO 微粉抛光数分钟,直至细微麻坑和擦痕基本消失为止。

6.1.3.5 研磨好的光片放入无水乙醇或丙酮溶液中,用超声波清洗装置进行清洗,清除诸如磨料等的污染。

6.1.4 对于松软和含水的块状试样,如粘土,大洋锰结核等,按以下步骤处理后,再按 6.1.2 加工。

6.1.4.1 在 60°C 恒温烘箱内烘烤 $1\sim 2\ \text{h}$,或者进行低真空处理,以除去水分。

6.1.4.2 用环氧树脂胶等浸泡,为使环氧树脂胶较好地充填于块状试样的空隙中,应加温至 $50\sim 60^\circ\text{C}$,或将其放入低真空容器内抽气。

6.1.4.3 将试样放在 60°C 恒温烘箱内烘烤约 $4\ \text{h}$,即可获得坚固的块状试样。

6.1.5 环氧树脂胶的配制:

6.1.5.1 配制比例:环氧树脂约 85%,三乙醇胺约 15%。

6.1.5.2 配制时必须将两者搅拌均匀,然后加温至 $50\sim 60^\circ\text{C}$,赶除气泡。或在加温后,将环氧树脂放入低真空容器内除去气泡。

6.1.5.3 环氧树脂胶的固结速度以在 60°C 恒温烘箱内烘烤约 $4\ \text{h}$ 为宜。

6.1.5.4 在需要制备导电环氧树脂胶时,应加入 20% 的石墨粉。

6.2 光薄片的制备

6.2.1 适用于透明矿物和岩石试样。

6.2.2 用金刚石切片机从块状试样上切下厚度约为 $1\sim 2\ \text{mm}$,大小约 $20\ \text{mm} \times 20\ \text{mm}$ 的薄片,然后将薄片按 6.1.3 的方法将薄片的一面磨平、抛光,并将此抛光面用 6.1.5 的方法配制的环氧树脂胶粘于载玻璃片上,送入烘箱,烘烤约 $4\ \text{h}$,使薄片固结于载玻璃片上。

6.2.3 将上述薄片的另一面用 6.1.3 的方法进行粗磨、细磨和抛光,使试样的厚度达到约 $30\ \mu\text{m}$ 厚,试

样表面光洁度达到光片的基本要求。

6.2.4 厚度可用试样本身的矿物干涉色来控制或用测厚仪直接测量。最常见矿物的干涉色:石英,一级灰;长石一级灰;云母,二级蓝绿。

6.3 颗粒试样的制备

6.3.1 适用于颗粒试样,包括形状各异的片状试样和纤维状试样。

6.3.2 颗粒试样可以制成光片或光薄片,即通常所称的砂光片或砂光薄片,其主要制备方法可参照6.1和6.2的有关步骤进行,但必须采用以下方法进行预处理。

6.3.2.1 对于粒度大小不尽相同的颗粒试样,应将试样置于同一平面上,如将颗粒试样先装于一很薄的盖玻璃片上(厚约0.2 mm),然后套上直径约10~25 mm的铜圈或塑料圈,并将铜圈内灌满环氧树脂,烘烤固化后磨去盖玻璃片,即可获得一个所有颗粒基本在同一表面的试样块,用于制备砂光片或砂光薄片。

6.3.2.2 为除去环氧树脂和颗粒样品中的吸附气体的影响,防止光薄片中出现气孔的大量出现,影响光薄片的质量,在制样过程中应对环氧树脂和试样同时加热至60℃或低真空抽气。

6.3.2.3 对于每个颗粒均要作分析的样品,在制样时应逐行分组编录。

6.4 微细试样的制备

6.4.1 对于粒度大小为微米级的微细颗粒试样,应采用直接压片法或熔融法。

6.4.2 直接压片法。

6.4.2.1 将微细颗粒试样在玛瑙研钵或其他研磨器械中研磨至300目以下,使其粒度小于10 μm,达到微米级。

6.4.2.2 利用红外光谱仪或X光荧光光谱仪的压片机制片。常用的压力为1500 kg/cm²。为使压片表面光滑,压头必需抛光。

6.4.3 熔融法,根据试样的性质和要求可分别选用真空熔融、空气中高温熔融,或用助熔剂熔融。

7 分析位置的标定

在分析前必须对已制备好的试样进行显微镜观察,选择最佳的分析微区。

7.1 分析微区的选择

7.1.1 被分析的矿物微区短径应大于5 μm。

7.1.2 分析的微区应选择在表面平坦、无细微包体和远离矿物晶界的部位。

7.1.3 确定分析要求,包括分析元素的种类、探测极限和分析精度。

7.2 分析位置的标定

7.2.1 使用显微刻样器,标记大小约1~3 mm。或使用其他不易污染试样的方法作上标记。

7.2.2 对试样上的标记应作素描图,必要时附显微照片。

7.3 将以上预观察结果进行认真编录。

8 试样的镀膜

8.1 用镀膜专用碳棒或碳纤维作导电膜材料。

8.2 镀膜前试样表面必须清洗干净。并作烘烤或较长时间的低真空下预抽真空处理。镀膜后的试样应在干燥器内保存,并尽快进行分析。

8.3 碳膜厚约为20 nm,即黄铜表面的干涉色显示为蓝紫色。

8.4 为了使各个标样和试样上的碳膜厚度达到要求并接近一致,应采取以下一些措施控制碳膜的厚度:

8.4.1 应使各个试样与蒸发源保持等距离。

8.4.2 标样与试样应同时镀膜,或在严格一致的条件下镀膜。

- 8.4.3 对不在同时镀膜的标样或试样,可用黄铜表面的干涉色达相同的蓝紫色来控制。
- 8.4.4 或选用白瓷色板上碳膜厚度已知的系列标准进行对比。
- 8.5 用万用电表检查镀膜导电性,在 $K\alpha$ 量级上应有导电显示。

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15247

定价: 6.00 元

*

标 目 350—49