

电子探针微区紫外阴极荧光分析系统及在沉积碎屑岩分析中的应用

杨勇^{1,2}, 陈能松²

(1. 华中科技大学激光院, 湖北武汉 430074; 2. 中国地质大学地球科学学院, 湖北武汉 430074)

摘要: 在 JCXA-733 电子探针上采用一种实用的微区紫外—可见阴极荧光的探测方案, 可以分析样品表面微区的不可见和可见的荧光。荧光的波长和强度特性与物质的成分、结构、缺陷、物质的形成条件、经历、所处环境条件等密切相关。相对于常规的可见阴极荧光测试技术, 探测紫外和红外阴极荧光可以在更宽的波段上获取更多更新的样品内在信息。用此方法对河北唐山石英砂岩及其微小次生加大边进行阴极荧光分析, 发现它们具有不同的紫外荧光特征, 还有对应波长为 287 nm 的辐射损伤色心, 由此可以推测至少有两期胶结作用, 且石英碎屑来源复杂。这为分析胶结作用期次和碎屑物物源提供了新的技术方法, 对于沉积盆地分析和油气储集具有重要的实用意义。

关键词: 阴极荧光(CL); 微区分析; 紫外; 光谱。

中图分类号: P575.4; P588.21 **文献标识码:** A

文章编号: 1000-2383(2003)03-0357-04

作者简介: 杨勇(1963—), 男, 副研究员, 现在华中科技大学激光院做博士后工作, 主要从事与地质相关的测试技术研究。E-mail: yayo@public.wh.hb.cn

紫外至红外阴极荧光(CL)分析技术已在地质学、宝石学、晶体生长学、生物、考古、半导体材料、刑侦等领域得到广泛应用^[1~13]。然而, 由于人们认识上和探测技术上的局限, 至今仅有少数文献提到有紫外或红外 CL 存在, 真正关注紫外 CL 并有意识地进行样品微区紫外 CL 测试分析的很少^[12, 13], 至于紫外 CL 在地质学中的应用研究就更少了, 这样就限制了获取信息的范围和探索未知世界的途径。2 个与地质相关的紫外 CL 的研究例子分别是 Demars 等^[13]报道的砂岩中次生石英紫外 CL 的存在, 认为此 CL 与 Li 元素杂质或石英晶体缺陷有关, 并指出由此 CL 特征可推测 Li 元素的运输; Barbarand 等^[14]发表了磷灰石晶体的阴极发光光谱研究报告, 指出磷灰石有一近紫外—蓝色谱峰, 但并未强调其地质意义。可见紫外和红外 CL 在地学中的应用还相当有限, 急需开发。

在盆地分析中, 石英碎屑物的来源和胶结作用期次的识别是重要的研究内容之一, 常用的方法就

是常规 CL, 然而, 由于很多胶结物石英没有可见的阴极荧光, 用常规的可见阴极荧光方法^[3~9]分析次生石英的胶结期次十分困难, 为此, 本研究在电子探针上自行设计装配了宽谱 CL 光谱分析系统, 用此系统对河北唐山石英砂岩的碎屑石英和胶结物石英进行了分析, 收到了较好效果。本文对该宽谱 CL 光谱系统的特性和分析结果进行报道。

1 微区紫外 CL 光谱分析系统设计

由于电子探针结构复杂、精密、紧凑、可用空间极小、激发的微区 CL 光信号很弱, 因此需要对探测系统进行精心设计。本研究具体是在 JEOL 公司的 JCXA-733 电子探针上安装自制 CL 光谱附件, 其组成(图 1)和设计要点如下^[8]:

(1)信号弱, 要求光学系统尽量简单, CL 出射角尽量大, 减少信号损失和信号失真。为此, 本设计不采用椭圆或抛物面聚光方法, 也不采用光纤传导光信号^[2, 12, 13]。(2)窗口(兼聚光透镜)材料选用透光范围为 170~3500nm 的石英玻璃, 其厚度足以承

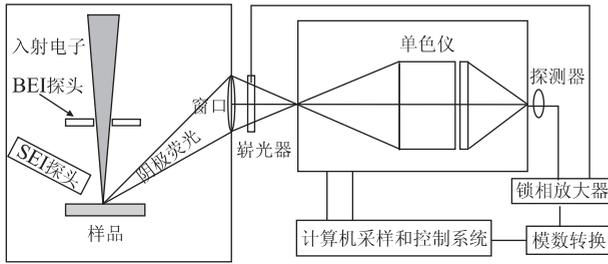


图 1 微区紫外 CL 探测原理示意图

Fig. 1 Sketch map showing the ultraviolet CL system

受大气压力,并保证电镜原有的真空度。(3)选用有效口径大、光损小的光栅单色仪进行分光,挑选对紫外波段敏感,且暗电流小的光电倍增管作为探测器,实际有效波长范围为 190~850 nm。(4)低噪声前置放大器设计,对超微弱 CL 采用锁相放大器。(5)信号采集、模数转换、单色仪的驱动控制。(6)控制和分析软件,可以准确控制单色仪的定位、扫描、采样;有定点光谱扫描、定波长样品线扫描、时间延续扫描等多种分析方式;可进行寻峰、峰形分析、峰拟合等数据处理;并可对探测器进行响应度修正,人眼视觉函数修正,颜色指数模拟及波长校正等。

目前所设计的仪器紫外至可见波段的总体性能是:有效分析波长范围为 190~850 nm,微弱光探测极限 10^{-15} W,CL 出射角 20° ,有效光口径 F/6,波长分辨率 0.1 nm。欲探测更短波长的紫外 CL 光谱,应选用更高档次的真空紫外单色仪、紫外探测器和紫外窗口材料。仪器改造后完全不影响电子探针原有的任何功能,CL 光谱分析、电子探针成分分析、电子显微图像分析可以同时进行,不需要任何转换。

2 微区紫外 CL 的主要分析对象

由于绝缘体晶体的禁带宽度大于 $3eV^{[1,2]}$,对应的本征波长一般小于 400 nm,属紫外波段,因此紫外 CL 分析仪主要的分析对象是人造或天然的纯净绝缘体晶体或禁带宽度很大但含有杂质或有结构缺陷(引入中间能级后导致对应近紫外的能级跃迁)的绝缘体晶体。这些特性使得此方法对晶体生长微环带、微条纹、微区不均匀性的研究,人工晶体粉末、陶瓷晶体、人工晶体薄膜和稀少样品的分析特别有利。在地质上,此方法适用于大多数低含 Fe 或不含 Fe 的矿物晶体(Fe 在很宽波段对荧光都有强烈吸收),在盆地分析中特别适合碎屑物来源、胶结作用多期

性或阶段性的鉴别,对分析油气储集有重要作用。此外,此方法对样品无损,有利于宝石和珍贵稀少样品的分析。

3 样品及分析方法

样品为采自河北唐山地区的海绿石石英砂岩,分析对象是其中的碎屑石英及其次生石英^[6,9,11,13],分析目的是查明碎屑石英是否存在多源性和胶结物的多期性。将分析样品按电子探针片要求切制,之后喷镀约 15 nm 碳导电薄膜。典型分析区域的镜下素描图如图 2 所示。在偏光镜下各碎屑石英基本没有区别,3 个次生石英之间也没有区别。整个视域除正中间接合部位有污染物外,其他都是干净的石英。在电子探针的偏光镜下石英加大边与碎屑石英间隐约可见淡褐分界线,因而可以明确地区分次生加大边与碎屑石英的边界(图 2 中虚线部分)。在光学显微镜下确定分析微区后,让电子束定点激发;设置分析阴极荧光的波长范围、步长、采样时间后由计算机自动控制获得 CL 光谱。电子探针的分析条件是:加速电压 20 kV,探针电流 50 nA,电子束斑直径约 $5 \mu m$,激发区直径约 $8 \mu m$ 。

4 结果与讨论

当电子束轰击样品时,在光学显微镜下用肉眼粗略观察,3 个石英加大边 Qo1、Qo2、Qo3 的 CL 为极弱的暗黄色,Qd1 为蓝色 CL,Qd2、Qd3 为黄色 CL。在

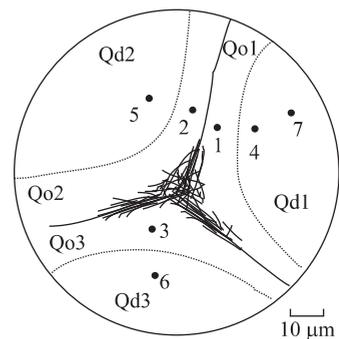


图 2 碎屑石英及次生加大边

Fig. 2 Drawing showing textural relationship between detrital quartz and cement quartz for analysis
Qd. 碎屑石英;Qo. 石英次生加大边;数字编号是分析位置号,对应 CL 图谱上的编号