

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/ T 6027—94

含氧矿物电子探针定量分析方法

1995-01-18 发布

1995-07-01 实施

中国石油天然气总公司 发布

含氧矿物电子探针定量分析方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了含氧矿物的电子探针定量分析方法的技术要求。

本标准适用于在电子束轰击下相对稳定的含氧矿物的电子探针 X 射线波谱仪的定量分析。

2 引用标准

GB/T 4930 电子探针分析标准样品通用技术条件

GB/T 15074 电子探针定量分析标准方法通则

3 设备及材料

3.1 设备

- a. 电子探针分析仪;
- b. 样品成型器;
- c. 磨片机和抛光机;
- d. 切片机;
- e. 真空喷镀仪;
- f. 实体显微镜;
- g. 偏光显微镜;
- h. 恒温干燥箱。

3.2 材料

- a. 常用的抛光材料有氧化铝、氧化铬、白玉砂，粒度为 M1~M20;
- b. 专用喷镀碳棒;
- c. 导电胶;
- d. 抛光黄铜片（其厚度与分析样品厚度相同）。

4 标准样品

4.1 应首先采用国家颁布的标准样品。

4.2 在确无国家标准样品时，应采用研究标样，其技术指标应符合或接近 GB/T 4930。

4.3 根据 Bence-Albee 修正方法的要求，标准样品应尽量采用一元或二元氧化物。

5 试样

5.1 试样要求

5.1.1 试样尺寸：直径小于 25mm，高度 0.05~10mm。

5.1.2 试样表面光滑平整。

5.1.3 试样在电子束轰击下化学性能稳定。

5.1.4 试样表面要导电。

5.2 试样制备

- 5.2.1 含油样品必须洗油，洗油后荧光显示三级以下。
- 5.2.2 岩石块状样品一般制成光薄片，粒状样品制成砂光片。
- 5.2.3 样品抛光后在实体显微镜 200 倍下观察，应无明显磨痕。
- 5.2.4 将抛光后的试样放入烘箱，在 40~50℃ 下恒温 12h 后做镀膜处理。

5.3 试样镀膜

- 5.3.1 采用真空喷镀法镀膜。
- 5.3.2 喷镀材料应选用专用喷镀碳棒。
- 5.3.3 试样的镀膜厚度应与标样一致。通常条件下，碳膜厚度应控制在 20nm（以抛光黄铜表面的干涉色达到靛红色为准）。
- 5.3.4 镀膜后的样品应在干燥器内保存，并应尽快进行分析。

6 测试条件

标样和试样在测定过程中应始终保持测试条件的一致。

6.1 加速电压

加速电压选择 15kV。

6.2 样品电流

在分析之前和分析过程中，样品电流统一用铜桩的样品电流来标定。一般样品电流设定在 1×10^{-8} ~ 2×10^{-8} A 之间。但在测定热稳定性较差的试样时，应把样品电流限制在 0.5×10^{-8} ~ 1×10^{-8} A 之间。

6.3 电子束斑直径

为获得较好的空间分辨率，标样和试样束斑直径应为 5~10 μ m。在测定一些稳定性较差的矿物时（如碳酸盐矿物、长石等），束斑直径可选择 10~50 μ m。

6.4 分析谱线选择

原子序数小于 32 的元素通常选择 K_{α} 谱线，原子序数 32~72 的元素通常选择 L_{α} 谱线，原子序数大于 72 的元素选择 M_{α} 谱线。有干扰元素时，应选择没有干扰的其他谱线。

6.5 计数时间选择

常量元素选 10~20s 定时计数。相对含量小于 1% 的元素，可选择 30~50s 定时计数。

6.6 背景测量位置选择

在所测谱峰两侧选择测量背景值，应避开干扰峰。

7 分析步骤

7.1 仪器的稳定性

开机 1h 后，按 GB/T 15074 中的要求核对仪器稳定性。

7.2 标定试样分析位置

在光学显微镜下确定待测试样的坐标位置并作上标记。

7.3 定性分析

定量分析前需先对待测试样进行定性分析以确定试样中元素组成和选择相应的测量谱线和标样。

7.4 定量分析

7.4.1 根据定性分析结果，依次测量标样和试样中所含元素的特征 X 射线峰值和背景值。如含有钾、钠等不稳定元素，应首先测定该元素。

7.4.2 在正式分析样品前，应选择一二个成分与试样相近的标样作为实测样品进行测量，如果分析结果在允许误差内，即认为仪器稳定可靠，可进行试样分析。

7.4.3 在大批样品测定中，分析时间过长，在中途再重复 7.4.2 步骤，以保证分析结果的准确。