

关键金属Be的电子探针分析

饶 灿

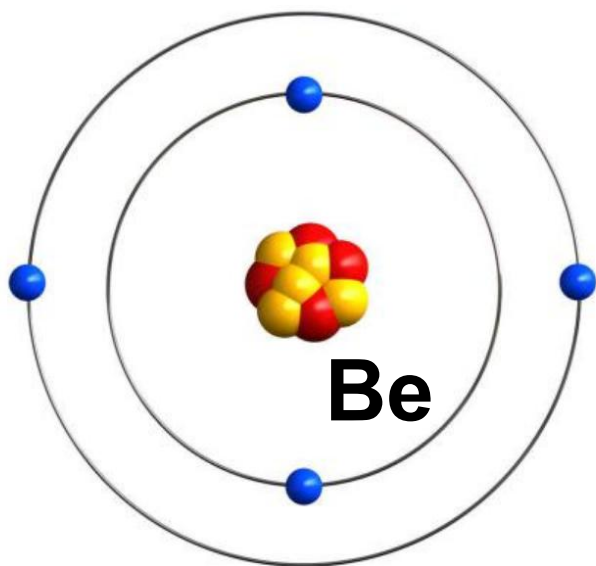
浙江大学 地球科学学院

Email: canrao@zju.edu.cn

铍 (Be) 关键金属



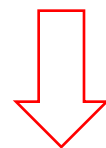
铍原子：外层电子 $1s^2 2s^2$



● 4 Protons ● 5 Neutrons ● 4 Electrons

Be^{2+} 半径：0.27Å

化学键：共价性电子构型



特性：高强度、耐高温、导热性高等

关键：其应用具有不可替代性

Be原位分析难



原位分析:

	LA-ICP-MS	EPMA	SIMS	X射线单晶衍射仪
优点	测定微量和同位素	简单快捷, 无损样品	灵敏度高, 测微量、同位素	分析Be的晶格位置, 无损
缺点	损样品, 包裹体影响等	必须配测Be分光晶体	损样品, 干扰因素较多	先知道?
标样	缺	缺	缺	

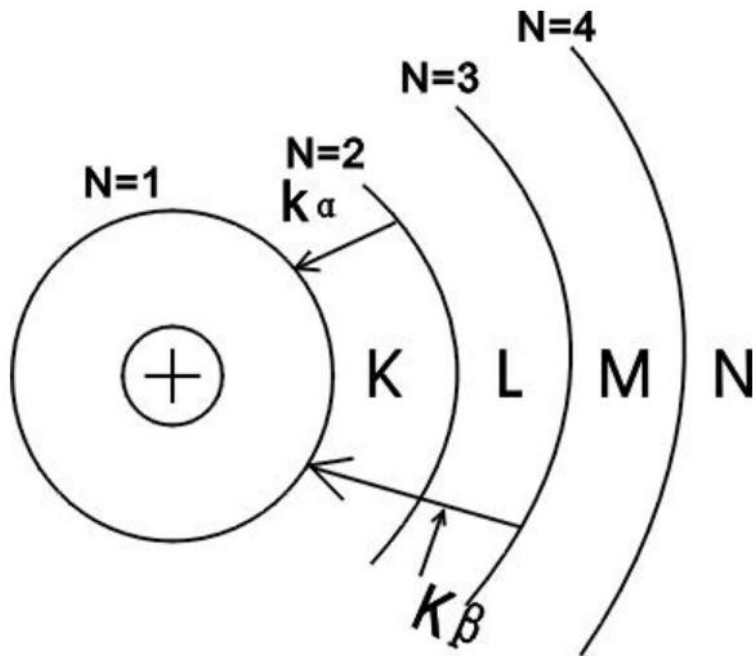
- 新型号电子探针 系统升级
- 脉冲高度分析器 (PHA) 避 干 扰
- 面网间距大的分光晶体 如 LSA300 武器升级

主量Be: 电子探针分析

Be原位分析难



特征X射线K α



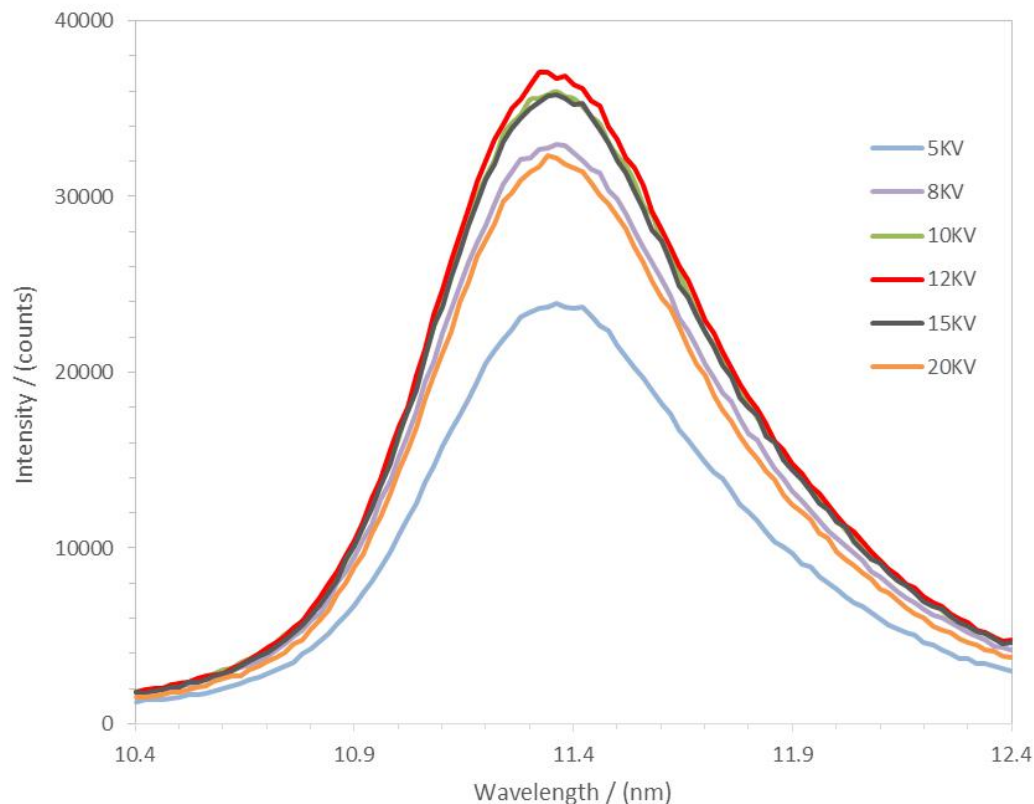
- K线系能量低 (小于1 keV)
- 波长长, 大于11 nm (Be)
- 2S²电子不能跃迁到1S²

K α 峰位与强度: 受周围原子影响

Be原位分析条件



分析电压



岛津电子探针

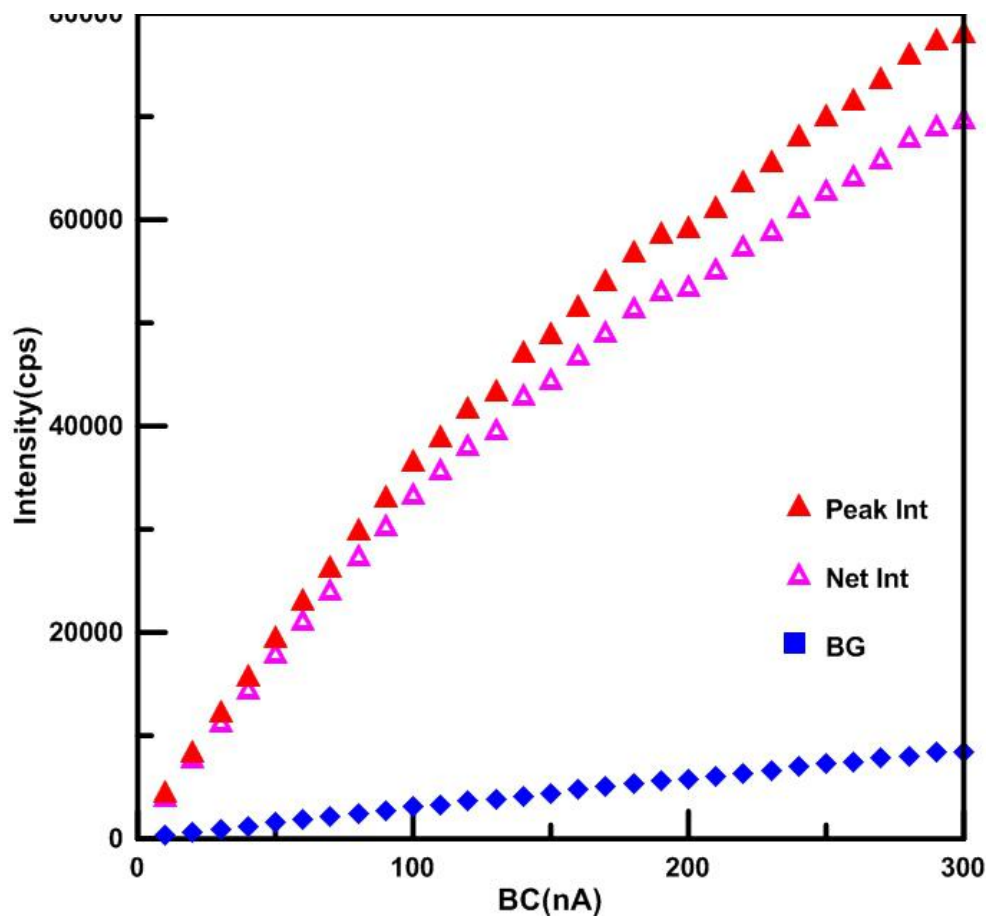
- 取出角 52.5°
- LSA 300 分光晶体

电流不变：100nA 标样：金属Be
理想电压：12kV

Be原位分析条件



分析电流



电流增大：**提高**

Be的测试精度

无水铍矿物

100-200nA

含水铍矿物

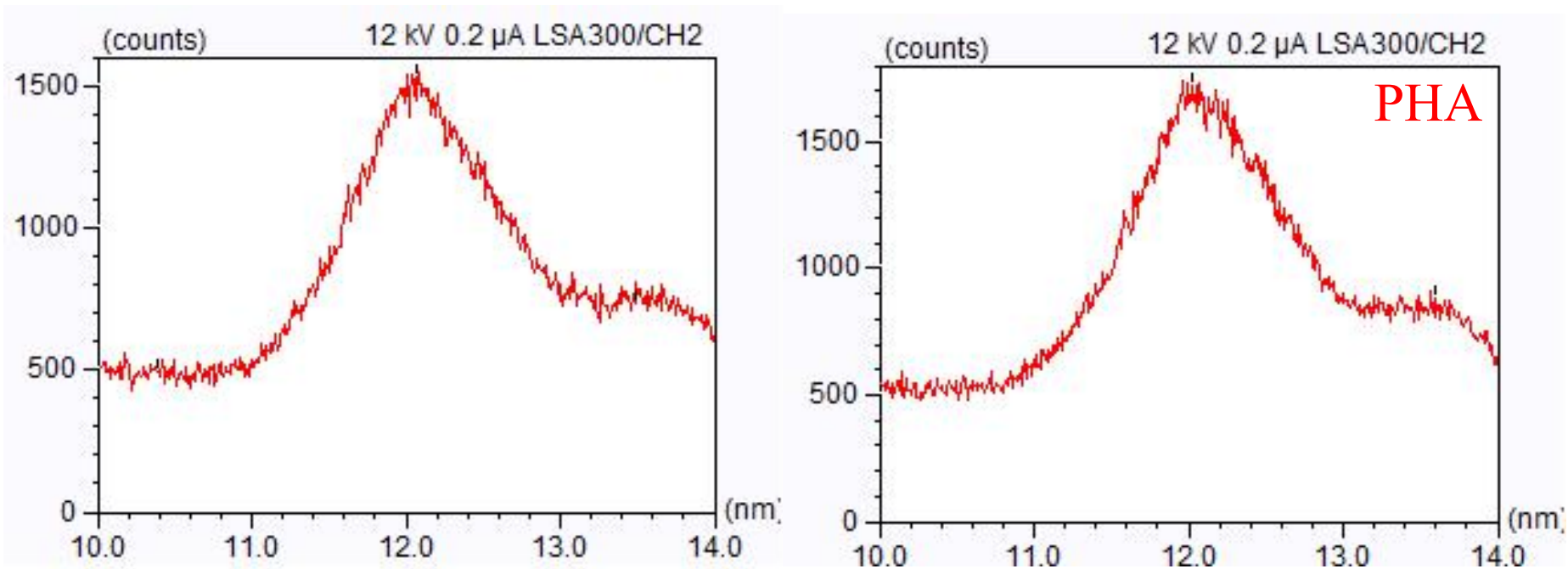
50-100nA

电压：**12kV** 标准样品：**金属Be**

Be原位分析条件



PHA: 避干扰



样品: 羟硅铍石, 12kV, 200nA, LSA300晶体

- Si的次级峰(11nm)未对Be造成干扰
- 强度提高↔精度提高?

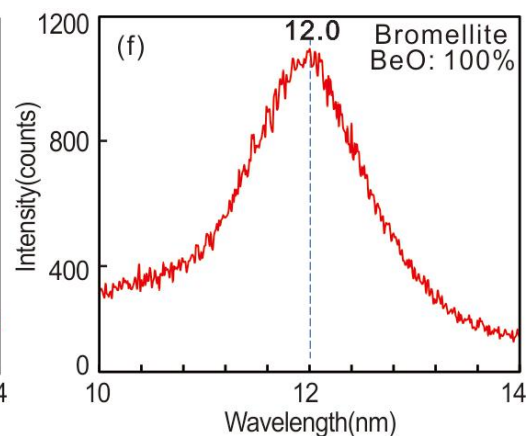
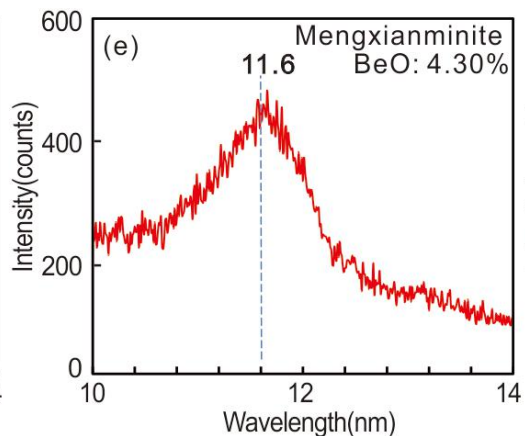
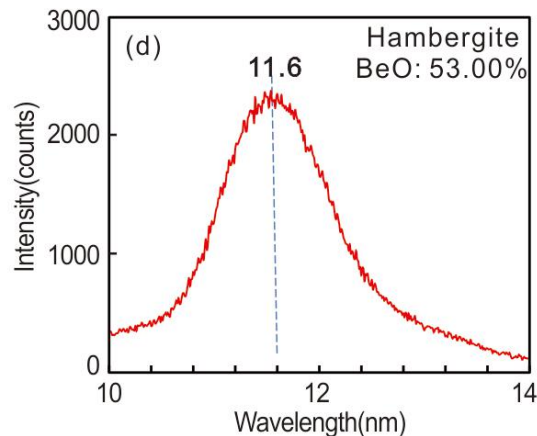
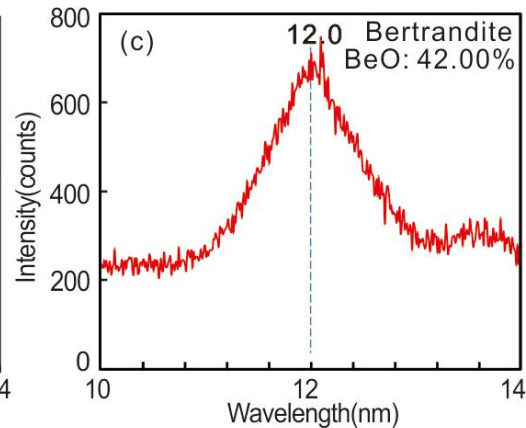
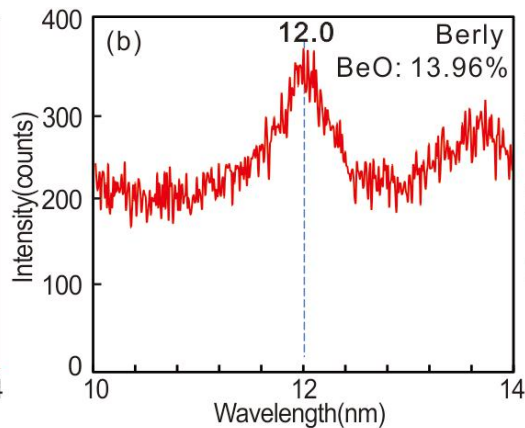
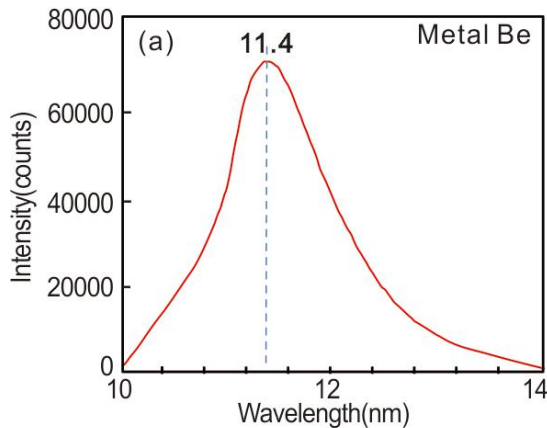
+ PHA

Be原位分析条件



峰位与强度

12 kV 200 nA 1 μm



峰位右移：外层电子能量减小(E_L') $\lambda=hc/E$ 增大
标样选择：相同、相似

Be矿物的电子探针分析



➤ 羟硅铍石 $\text{Be}_4\text{Si}_2\text{O}_7(\text{OH})_2$

标样：南平硅铍石 12kV 50 nA 1 μm

理论值：42.00 wt.% BeO



	1	2	3	4	5	6	7	8
SiO ₂	50.89	50.43	52.03	50.93	50.89	50.20	49.14	50.77
BeO	41.63	41.68	40.23	40.84	41.63	39.95	43.15	41.08
H ₂ O*	7.56	7.53	7.52	7.49	7.56	7.36	7.57	7.50
Total	100.08	99.64	99.78	99.26	100.08	97.51	99.86	99.35
以O=9计算								
Si	2.017	2.007	2.074	2.037	2.017	2.045	1.947	2.028
Be	3.965	3.986	3.852	3.925	3.965	3.910	4.107	3.943
OH	2.000	2.000	2.000	2.000	2.000	2.000	2.000	2.000

浙江青田火山岩型铍矿

Be矿物的电子探针分析



➤ 硅铍石



浙江青田火山岩型铍矿

	1	2	3	4	5	6	7	8
SiO ₂	54.43	53.76	53.84	54.01	53.02	53.60	53.56	53.71
BeO	45.33	46.03	45.68	46.21	46.03	46.97	47.08	45.92
Total	99.76	99.79	99.52	100.22	99.05	100.57	100.64	99.63
	以O=4计算							
Si	1.000	0.986	0.990	0.986	0.979	0.974	0.973	0.987
Be	2.000	2.028	2.019	2.027	2.042	2.051	2.054	2.027



标样：南平硅铍石

12kV 200 nA 1 μm

理论值：**45.43 wt.% BeO**

Be矿物的电子探针分析



➤ 绿柱石 $\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$

标样：平武绿柱石 12kV 200 nA 1 μm

理论值：13.96 wt.% BeO



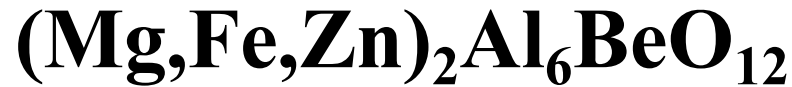
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
SiO ₂	66.39	65.74	64.90	65.91	65.37	67.44	66.89	66.22	67.21	67.22	67.57	67.26
Al ₂ O ₃	19.08	19.08	19.17	19.06	19.00	18.49	18.59	18.72	18.51	18.64	18.61	18.53
BeO	13.43	13.70	13.75	13.91	13.44	13.40	13.25	13.11	13.31	13.19	12.74	12.94
Na ₂ O	0.02	0.01	0.02	0.01	0.01	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	0.04
K ₂ O	0.05	0.06	0.04	0.05	0.01	0.04	0.04	0.05	0.04	0.05	0.04	0.03
FeO	0.47	0.25	0.53	0.47	0.48	0.45	0.43	0.43	0.38	0.54	0.46	0.65
CaO	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01
Cs ₂ O	0.08	0.05	0.13	0.09	0.14	0.09	0.08	0.08	0.08	0.14	0.18	0.11
Total	99.54	98.90	98.54	99.50	98.47	99.94	99.32	98.67	99.57	99.82	99.63	99.56

浙江临安大明山绿柱石

Be矿物的电子探针分析



➤ 塔菲石



Al ₂ O ₃	MgO	FeO	ZnO	BeO	Na ₂ O	SiO ₂	CaO	MnO	K ₂ O	Total
67.69	14.57	8.00	3.55	3.57	0.01	0.09	0.40	0.70	0.00	98.57
68.04	16.37	6.32	3.15	3.58	0.01	0.08	0.43	0.50	0.00	98.48
67.15	15.29	6.16	3.21	3.73	0.00	0.14	3.12	0.51	0.02	99.32
68.04	15.43	7.27	2.84	3.73	0.01	0.13	0.31	0.60	0.00	98.37
68.23	16.19	6.59	2.93	3.40	0.01	0.12	0.42	0.56	0.01	98.45
67.94	14.33	8.88	3.41	3.82	0.01	0.08	0.08	0.85	0.01	99.41
67.79	13.90	8.43	3.70	3.52	0.02	0.08	0.53	0.78	0.00	98.75
68.29	14.27	7.58	4.01	3.77	0.01	0.08	0.21	0.68	0.01	98.92
68.04	14.71	7.59	3.48	4.00	0.01	0.10	0.28	0.70	0.01	98.91
68.52	15.04	6.64	4.17	3.58	0.02	0.11	0.21	0.53	0.01	98.83
67.43	14.70	8.45	3.41	3.51	0.01	0.09	0.14	0.65	0.00	98.39
67.83	14.26	7.82	3.91	3.51	0.02	0.13	0.12	0.65	0.01	98.25
68.23	14.66	7.24	3.69	3.50	0.04	0.11	0.21	0.64	0.01	98.34
67.64	15.11	7.78	3.20	3.55	0.04	0.11	0.35	0.65	0.01	98.44
63.09	15.23	7.39	2.72	3.52	0.03	0.13	1.71	0.64	0.00	94.47

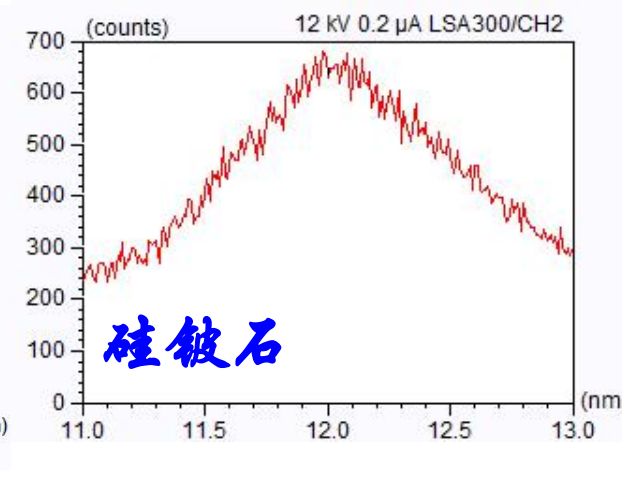
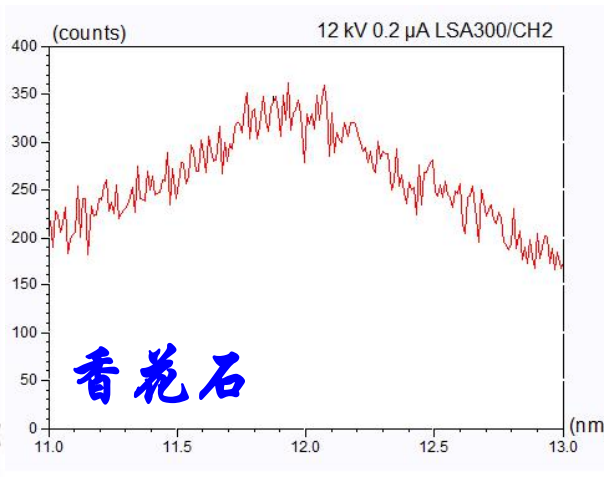
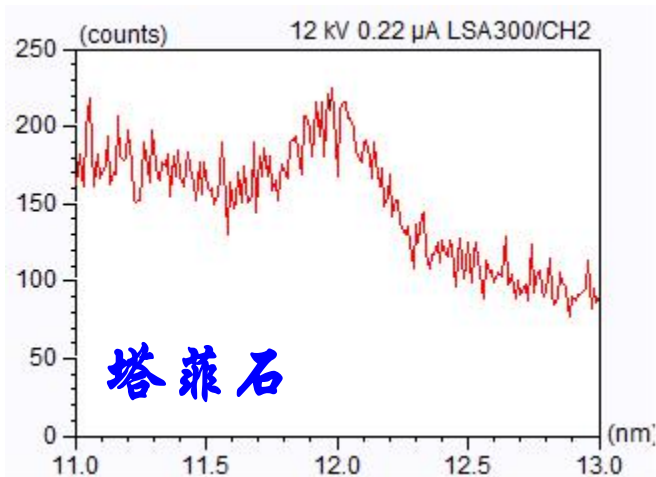
理论值:
**4.52 wt.%
BeO**

湖南香花岭矽卡岩 标样: Tugtupite 12kV 200 nA 1 μm

铍矿物原位分析挑战



➤ 标样



- ✓ 铍矿物标样少、缺、或不匹配
- ✓ 铍的硅酸盐矿物和氧化物的标样通用？
- ✓ 标准化、统一？

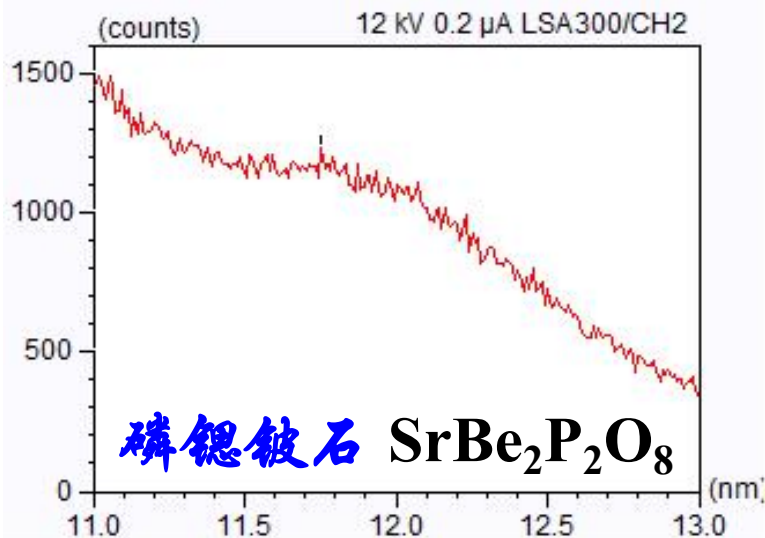
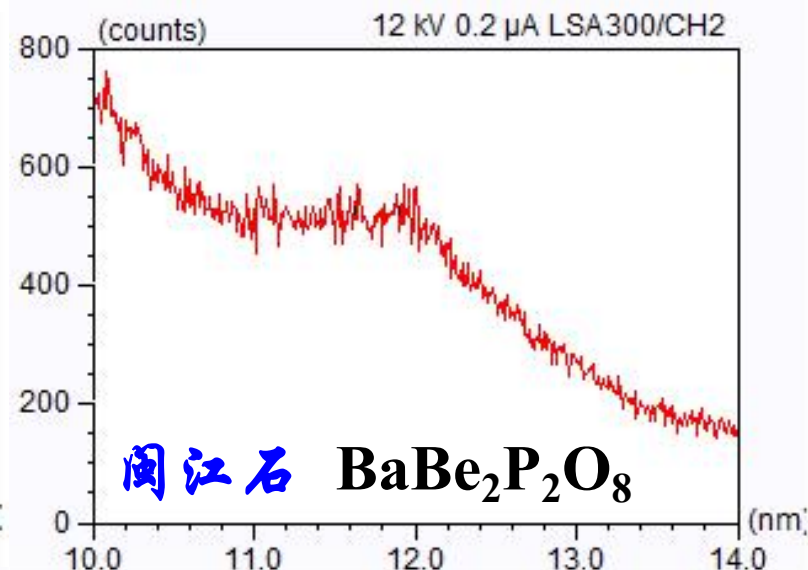
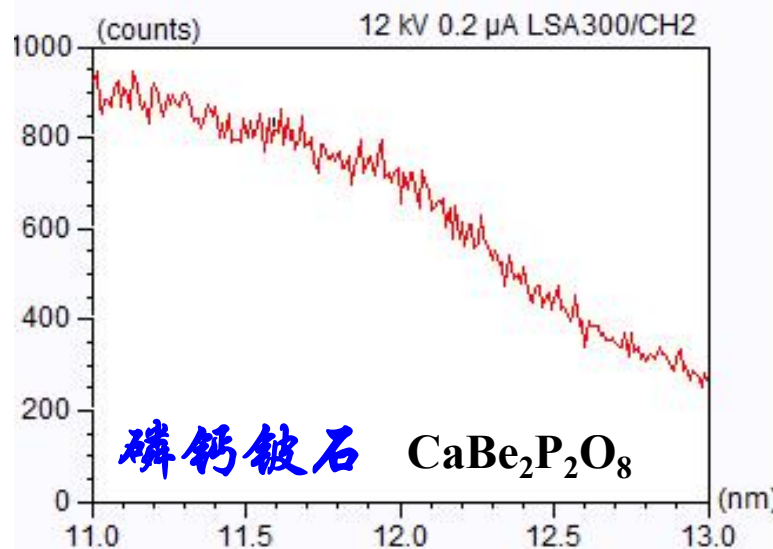
➤ 含水铍矿物分析

- ✓ 电流大小、矿物结构等

铍矿物原位分析挑战



➤ 铍磷酸盐矿物分析



✓ P的次级峰位干扰强烈
只选择背景(+)?

路还漫长.....



祝大家开心!