

# 稀土矿物独居石的岛津电子探针分析

## EPMA-049

**摘要：**独居石是一种较为常见的副矿物，可以进行地质定年。以独居石为代表的稀土矿物的元素测试在微束分析领域有自身的特点及难点。本文针对稀土矿物独居石的测试难点进行了探讨，并给出了相应的解决方案。最后使用岛津电子探针定量测试了某独居石矿物颗粒，得到了较为理想的测试结果，并通过其中的 U、Th、Pb 含量的计算得到独居石的矿物年龄。

**关键词：**稀土矿物 独居石 分辨率 灵敏度 电子探针

独居石，因经常呈单晶体而得名，是一种含有铈和镧的磷酸盐矿物，亦称磷铈镧矿，化学组成为  $(\text{Ce,La,Nd,Th})\text{PO}_4$ ，是提炼铈、镧的主要矿物，主要产于伟晶岩、花岗岩及与之有关的期后矿床中，共生矿物可有氟碳铈矿、磷钇矿、锂辉石、锆石、绿柱石、磷灰石、金红石、钛铁矿、萤石、重晶石或铌铁矿等。

独居石是一种较为常见的副矿物，可以进行同位素地质定年。相较于离子探针质谱仪等常规手段，电子探针具有空间分辨率好、成本低、方便快捷等系列优点，尤其适于矿物不均匀微区定年。独居石电子探

针测试定年法，U、Th、Pb 的含量直接影响定年的计算结果，所以独居石的定年关键是如何提升元素的测试准确性。

在微束分析领域，独居石这类含有稀土元素的测试有着其自身的特点和难点，突出表现在稀土元素的特征 X 射线谱线之间重叠干扰严重，对于仪器的分辨能力、测试灵敏度及人员经验要求甚高。

岛津电子探针通过配置兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，使得稀土元素的测试效果更为优异。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 EPMA-1720 电子探针显微分析仪

### 1.2 分析条件

加速电压：定量分析 15 kV

束流：定量测试 20 nA

束斑直径：30  $\mu\text{m}$

测试时间：定量测试 10 s

### 1.3 样品处理

选取矿物分拣的独居石颗粒，镶嵌、磨制、抛光后进行表面蒸镀碳膜处理。



## ■ 地质定年的典型方法及电子探针定年的特点

地质年代的测定是地质过程及动力学研究中的重要课题，离子探针质谱（SIMS）、激光显微探针等原位定年技术的引入，特别是高分辨 SHRIMP 以及激光剥蚀 LA-ICPMS 等测试技术的发展，极大地推动了地球动力学演化过程的研究。

相对于上述仪器，电子探针测年具有成本低、方便快捷、原位、无损等特点，由于电子探针电子束可以压缩至纳米级别，用于元素分析的特征 X 射线空间分辨率为微米级别，激发源比其它仪器高一个数量级，针对不均匀微区的定年，电子探针显然是更佳选择。

独居石定年的原理是以放射性核素衰变理论为基础，假设初始铅（非放射性成因铅）含量忽略不计，整个系统封闭，U、Th、Pb 不对外发生迁移（即所有的 Pb 均来自 U 和 Th 的衰变产生）。在一定条件下通过电子探针测试矿物中的 U、Th、Pb 含量，经过数据处理计算进而可得出矿物的年龄。

## ■ 稀土元素的测试难点和独居石微区测试面临的问题

矿物中稀土元素往往共生，而且稀土元素特征 X 射线谱线之间也是重叠严重、彼此干扰。表现在特征 X 射线的谱图上，就是密密麻麻的特征谱线彼此紧邻（图 1）。如果要把这些谱线区分开来，仪器必须具有良好的分辨率。此外，除主要元素外，稀土矿通常含有多种低含量的共生稀土元素，这对测试仪器的检测灵敏度也是极大的考验。

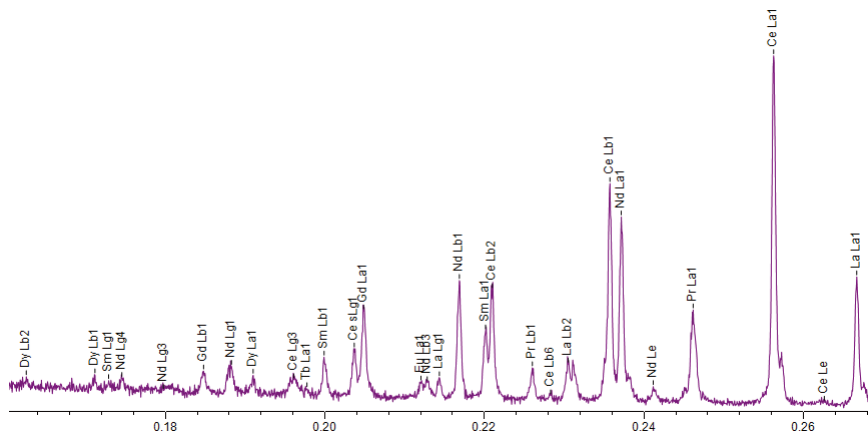


图 1 独居石稀土元素在 LiF 晶体上的峰形特征

针对主要的稀土元素，局部放大后，如图 2 所示，Gd L<sub>α</sub> 谱峰与 Ce L<sub>γ</sub>，以及 Pr L<sub>α</sub> 与 La L<sub>β</sub> 几乎完全重叠，故而无法使用常规的方法和默认的参数进行测试。

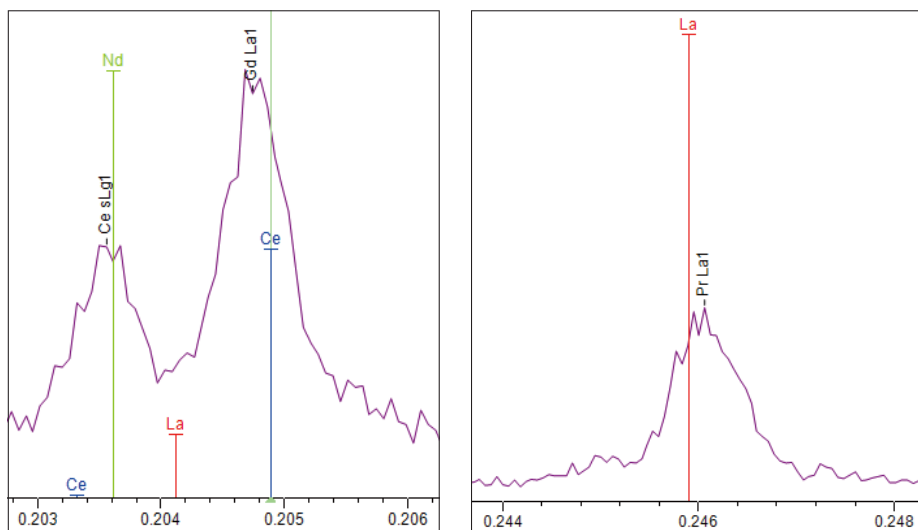


图 2 独居石中稀土元素峰位之间的相互干扰情况

## ■ 岛津电子探针测试独居石矿物的方法

一、高质量的定性测试及解析。定性分析测试时间可延长 10 至 15 min，照射束流 200 nA 以上，以获得更高灵敏度的元素测试谱图，并做好特征峰位的解析。针对 U、Th、Pb 三个元素需要进行精细谱的扫描（使用状态分析模式）。

二、特征线系的合理选择。针对每一个元素，确认其特征峰位和两个背景峰位，避开干扰。特征峰有干扰的处理方式，可以选择副峰，其峰位测试时间相应地延长，或者依据稀土标样进行等比例的扣除。稀土元素均选择 L 线系（L $\alpha$  或 L $\beta$ ），U、Th、Pb 使用 M 线系，测试时间可设置到 50 s 以上。

三、标准样品的合理选用。主量元素可选择独居石标样，U、Th、Pb 三元素推荐使用金属 U、金属 Th 和 PbS 等标样。其他参数可根据试样和仪器情况实验研究，以确认最佳的测试参数。

表 1 为某地采集的独居石试样，电子探针测试获得的微区定量结果。根据我国学者张昭明提出的拟合计算方程式： $t=7156 \text{ Pb}/(\text{U} + 0.315 \text{ Th})$ ，式中 Th、U 和 Pb 分布代表该元素的质量百分数，其中常数采用的是学者夏毓亮根据通用的衰变常数计算出的数据，年龄单位为 Ma。据此方法，可估算出上述独居石矿物颗粒的地质年龄约 894 Ma（百万年）。

表 1 独居石 EPMA 定量测试结果 (Wt%)

Position	SiO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ThO <sub>2</sub>	Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	PbO	UO <sub>2</sub>	Total
1	2.62	12.59	25.77	28.59	9.17	3.37	0.03	12.36	2.14	0.93	0.41	0.42	98.41
2	2.14	12.83	27.08	31.36	7.05	3.52	0.12	11.78	1.96	0.49	0.33	0.45	99.12
3	2.30	14.36	26.57	29.74	7.50	2.83	0.08	12.19	1.89	0.77	0.42	0.44	99.02

## ■ 结论

相对于常规的材料试样，稀土矿物的微区成分测试有其自身的特点和难点，突出表现为稀土元素的特征 X 射线谱线之间重叠干扰严重，对仪器的相关指标有着较高的要求。通过讨论相关的测试难点和对应的解决方案，给出了独居石稀土矿物的测试方法，并使用岛津电子探针显微分析仪验证了独居石微区的定量测试，得到了理想的结果。

岛津电子探针具有优异的谱峰分辨率及超高的灵敏度，可通过对独居石成分精确的定量分析得出矿物年龄，进而可对地球动力学演化过程的研究提供科学可靠的指导。

岛津应用云

