

微X射线束荧光扫描成份分析研究 ——元素二维分布图

巢志瑜 吴应荣 刘功诤
中科院高能物理所, 北京, 100039

安庆骧^① 詹秀春 李国田^②
地矿部岩矿测试技术研究所, 北京, 100037

摘要 经过改进的微X射线扫描分析装置, 扩大了测量范围; 提高了位移精度; 处理数据及绘制二维(平面)元素分布图实现计算机化。测量并绘制出大洋锰结核中多元素平面分布图。

用于X射线荧光微区分析的仪器设计已有报导^[1,2]。它们使用普通靶X射线源, 平晶或弯晶光学, 对X射线荧光进行准直以获得小光斑, 使用盖革计数器、闪烁计数器或正比计数器采集数据。这样的仪器系统往往需要较长的测量时间, 单道测量方式、速度太慢。

前文^[3]叙述了微X射线荧光扫描分析(XRMF)的原理型装置及其初步实验结果, 并与扫描电子探针(SEM)、常规XRF进行了比较。

本文在先前工作^[3]的基础上, 对原理型实验装置及流程做了改进, 使之更趋完善、实用。其中包括提高X射线源的功率以扩大测量范围; 缩小光斑、提高样品位移装置的精度以改善测量精度、实现遥控; 编制数据处理及绘图程序、实现计算机化, 缩短了整个测量时间, 为实用化创造条件。

与原理性装置比较, 本实验装置是一个紧凑的X射线光学几何。是由较强的X射线源(12kW X光机)、精密自动样品位移装置和能进行多元素同时测定的EDXRF仪器组成的新分析系统。该系统可提供空间分辨率为100 μ m左右的元素二维(平面)分布图, 成为测试不均匀、微小材料特征性元素的新

技术^[4]。

实验部分

一、仪器及试验条件

本实验的仪器装置如图1。仪器装置主要由三部分组成: 光源(X射线源及准直狭

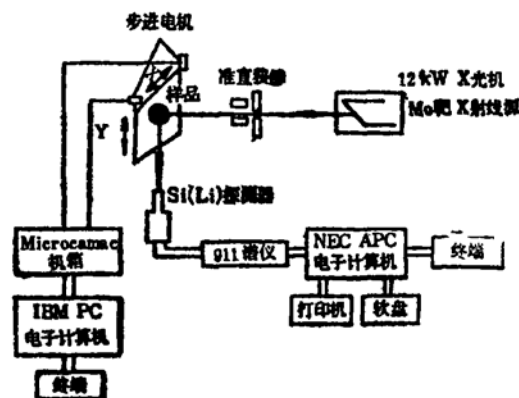


图1 微X射线束二维扫描系统示意图

缝); 样品位移装置(由计算机控制步进电机驱动的精密样品台); 测量系统(Si(Li)探测器、谱仪、计算机及其外围设备)。为提高信噪比, 应保持本装置是一个紧凑的几何光学系统。

① 执笔人。

② 长春地院1985级毕业生。

数据处理及绘图程序使用 Tower 1632 小型计算机; SPL—450绘图仪等等。

测量时,依据待测元素和实验要求的光斑尺寸确定X射线源的电压和电流。再根据谱线的强弱(CPS, Si(Li)探测器探测效率在3000—300CPS为最佳)考虑选择 Si(Li)探测器与样品的相对位置。曾使用过的实验条件如表所示。

表 实验条件

靶元素	电压 (kV)	电流 (mA)	光斑尺寸 (mm)	测量时间 (s)	位移/步 (mm)
Mo	30	40	0.2×0.2	180	2.0
Mo	30	80	0.15×0.3	60	1.5
Mo	30	60	0.3×0.3	100	2.0

二、精密度试验

为考察实验装置的精密度,以确定实验的可靠性。进行如下试验:1组,在样品上随意固定两点,移动样品使光斑往返于该两点间10次,反复测定其中一点的谱数据。2组,取样品上的任一点,固定样品不动,连续测定10个谱数据。分别处理这二组数据,计算它们的相对标准偏差:以Mn K α 计,1组的RSD=0.32%;2组的RSD=0.33%。

二者吻合,说明结果的误差在数据的统计涨落范围内。实验装置是可靠的。

结果和讨论

1. 用本法测量大洋锰结核样品,获取大量数据。绘制出试样中多元素(Ca、Ti、Mn、Fe、Ni、Cu和Zn)的二维(平面)分布图。它比原先工作^[3]的一维分布曲线图更全面、清晰地反映出被测样品的元素分布状况以及它们的相关关系(见图2—4)。

2. 由于X射线源是按 $\Omega/4\pi$ 立体角发射的,通过准直小孔的X射线有一定的发散度,投射在样靶上,在光斑外围形成一个弱的晕环。为减小这个晕环,又要保持光强,就要求X光源点至小准直孔距离与小准直孔至样品距离的比值要大。同时还要尽可能缩小X光源点至样品的总距离。

3. 从实验效果看,在微X射线束扫描装置中,即便是低功率(90W)光源^[3],在紧凑的几何配置下,以大立体角弥补也是可行的。这与文献记载的相符^[4]。

4. 本法是一种无破坏性、待测元素保持原位的测量,制样手续极简单的微区分析技术,应用范围广。由于本法在研究矿物组成及其变化,研究矿物岩石地球化学等方面所展

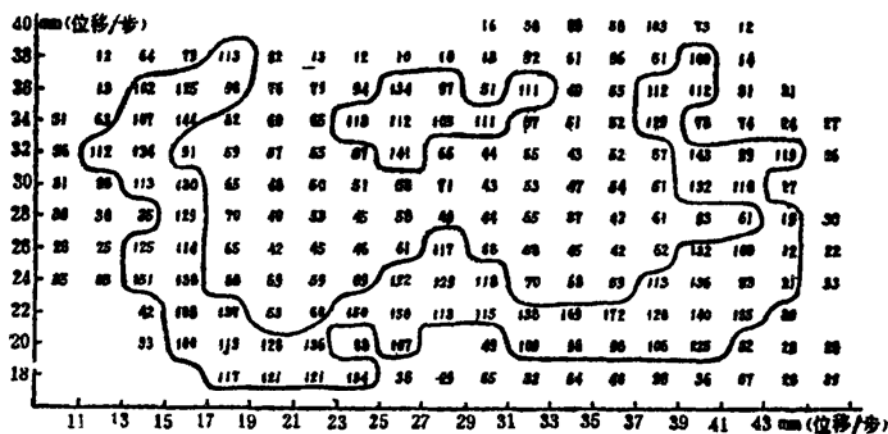


图2 大洋锰结核剖面的Cu二维分布图
(图中数据为Cu的含量, $\times 10^{-2}\%$)

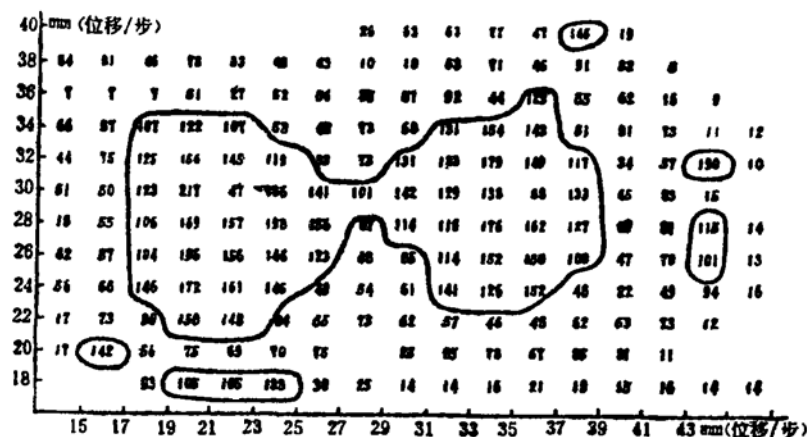


图3 大洋锰结核剖面的Fe二维分布图

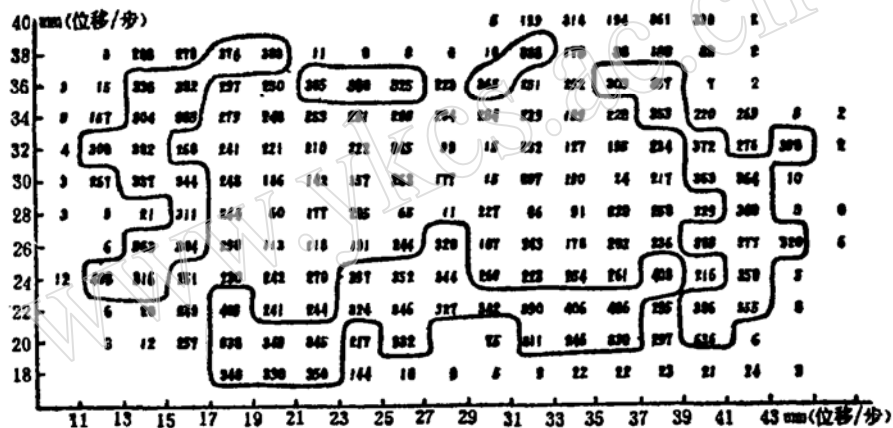
(图中数据为Fe含量, $\times 10^{-1}\%$)

图4 大洋锰结核剖面的Mn二维分布图

(图中数据为Mn含量, $\times 10^{-1}\%$)

现的潜力,引起了地质学家们的关注和兴趣。

5. 本装置尚可更进一步完善。例如:将样品扫描装置的控制和能谱数据采集实现联机操作,即可节约一台计算机,又可实现测量的自动化。又如光源部分与X射线聚焦透镜相配置,可以使亮度提高2—3个数量级。

致谢:编制数据处理及绘图程序中,承蒙吴晓军、李沁春同志的大力协助。在此深

表谢意。

参考文献

- [1] I. Adler and J. Axelrod., Advance in X-Ray Analysis. Vol. 2. 167—173, 1958.
- [2] K. H. J. Heinrich., Advance in X-Ray Analysis. vol. 5. 516—526, 1961.
- [3] 安庆晓,巢志瑜等《光谱与光谱学》5, 1990.
- [4] M. C. Nichols., Advance in X-Ray Analysis. Vol. 30. 45—60, 1987.

〈收稿日期:1989年12月30日〉

Study of Constituent Distribution by X-Ray Microfluorescence Scanning Analysis

Chao Zhiyu, Wu Yingrong and Liu Gongchun

(Institute of High Energy Physics Academy of Sciences of
China, Beijing, 100039)

An Qingxiang^①, Zhan Xiuchun and Li Guotian

(Institute of Rock and Mineral Analysis Ministry of
Geology and Mineral Resources China, Beijing, 100037)

The equipment of X-ray microfluorescence scanning analysis was developed by use of a high power X-ray source, a precision translator and a program for calculating data and mapping. The maps show a two-dimensional scan of manganese nodules collected from the bed of pacific ocean.

Key words: X-ray microfluorescence scanning analysis, manganese nodule