

36°角,观察突起消失情况,获得感性认识。在有了比较识别经验后再做未知矿物。

本法简易迅速,不需投影。测定的关键是切面定位(平行光轴)和判断突起消失要准确。

KBL—1型显微半导体冷台

黑龙江省地质实验室 敖立志*(执笔)

冷冻法是研究矿物中气液包裹体的一种重要方法。它是利用冷冻手段,通过对气液包裹体中液体冰点和水合物溶点的测定,以求其溶液的盐度、大致成分和密度,进而为研究成矿溶液的性质,划分矿床类型,探讨矿床成因,以及在地球化学找矿、人工合成矿物和热力学研究等方面提供科学的依据。

冷冻法自五十年代初期提出以来,在国外地质研究和找矿工作上得到广泛应用并有较大的发展。近年来,国内一些研究部门和高等院校已着手冷冻法的研究,并取得了一些成果。

此项测试技术的关键在于设计、加工冷台及其所采用的致冷方法。目前,国内开展此项研究的单位多数采用液氮致冷。实践表明,液氮致冷,成本高,效率低,降温速度不易控制,操作复杂且不够安全,尤其因受液氮供应条件所限,难以推广到野外地质队使用。近年来,随着半导体技术的发展,半导体作为一种致冷元件,在冷台上开始得到了应用。半导体冷台的优点是:冷却速率和温度均可得到有效的调节和控制,操作简便,准确可靠,便于在野外条件下广泛利用。

当前,半导体冷台的研制在国内尚处于摸索阶段,已有的致冷装置效果均不理想,一般仅能降至零下30℃左右,所见的进口产品如东德蔡司厂生产的半导体冷台,也只能降到零下30多度。这一降温指标远不能满足冷冻法研究的实际需要。

为了适应当前地质工作发展的需要,1980年,黑龙江省地质实验室和哈尔滨市电工仪器厂协作,研制成了KBL—1型显微半导体冷台。经试验,主要技术指标达到了设计要求,仪器性能稳定,测试精度较高,满足了当前冷冻法测试的实

际需要。

主要技术参数

温度范围: +60至-60℃(室温为+24℃,冷却水温+14℃)

电源: ~220 V (190~230V) 50HZ

工作电流: 0~30A, 连续可调

工作电压: 0~2.5V, 连续可调

最大功率: 75W

测温精度: 误差小于0.5℃

冷却方式: 水冷, 流量1.5公升/分

外形尺寸: 底盘直径 $\varnothing$ 135mm

高度54mm

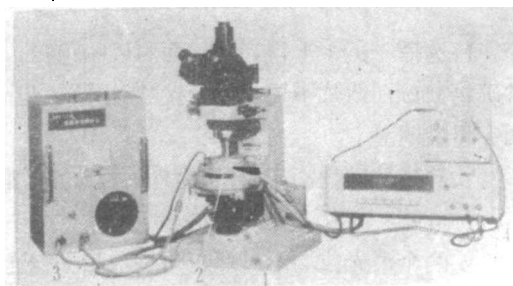
中心位移: 5mm

重量: 1.1kg

冷腔内附设液氮致冷装置, 测温范围0至-170℃

仪器结构

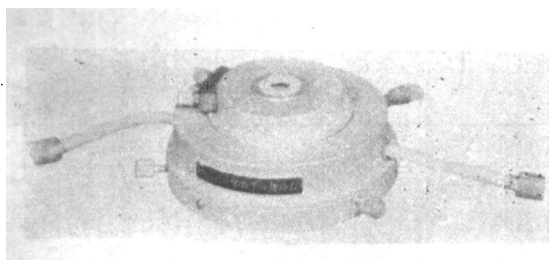
KBL—1型显微冷冻台由台体、温度显示和电源三部分组成(见照片1和照片2)。



照片1 冷台结构图

1—显微镜; 2—冷台; 3—电源; 4—温度显示

*参加工作的有: 石匡林、杨满贵、刘茂彬、敖立志。



照片2 冷台台体外形

1. 台体及工作原理 半导体致冷也叫温差电致冷, 是建立在珀尔帖效应的原理上。当一块N型半导体和一块P型半导体连接成的电偶对接入直流电源后(图1), 即发生能量转移, 在一个接面上放出热能, 另一个接面吸收热量。如果在放热的接面上使其不断散发并保持一定温度, 那么, 在另一个接面上就会不断降温。若按上述装置多级连接, 即可使冷端温度降至所要求的范围。

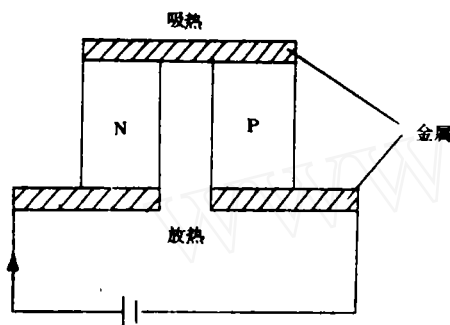


图1 半导体致冷原理示意图

KBL-1型显微半导体冷台的致冷元件选用碲铋合金, 其组成是:

N型: Te—6, Bi—3.5, Sb—0.5;

P型: Te—6, Bi—3.9, Se—0.1。

为使冷腔温度降到 -60°C , 采用三级致冷, 共用冷堆块76对, 其分配是: 一级60对, 二级12对, 三级4对。

台体结构见图2。

冷台工作时, 冷腔内常处于零下数十度的低温, 与室温相差很大, 为防止空气中的水蒸汽进入冷台或附在外壳上, 冷台的密封和去雾是一个技术关键。据有关资料介绍, 解决这一问题的办法是: 在玻璃窗上绕以电热丝, 以防止雾霜的产生; 有的在物镜上加绝热套, 用以隔绝外部的潮湿空气。上述措施虽能减少雾霜的凝结程度, 但实际工作中却很不方便, 效果也不理想。我们经

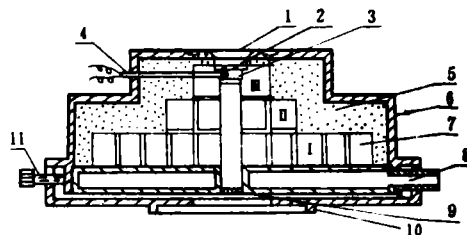


图2 冷台结构示意图

- 1 - 密封顶盖; 2 - 上玻璃窗; 3 - 样品台;
4 - 铂电阻; 5 - 保温层; 6 - 台体外壳; 7 - 冷堆块; 8 - 循环水管; 9 - 底玻璃窗; 10 - 定位环;
11 - 调中螺丝

过反复试验, 采用两种去雾法, 除了在冷台顶部装一层密封胶膜外, 观察时, 在玻璃窗表面涂一层酒精, 由于酒精挥发, 在玻璃窗的上部形成一层冷气流阻挡层, 去雾防霜效果好, 实际操作简便易行。

2. 温度显示 冷台采用数字式温度仪表指示温度, 测温精度高, 可以直读和打印, 并有温度显示锁定装置, 可随意锁定被测温度, 以供分析比较。数字测温仪表由哈尔滨无线电七厂配套生产, 型号为WSJ-1型数字温度计。温度显示范围为: $\pm 199.9^{\circ}\text{C}$, 分辨率为 0.1°C 。在 $\pm 40^{\circ}\text{C}$ 以内测温误差为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$; $\pm 40 \sim \pm 70^{\circ}\text{C}$ 测温误差小于 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。该测温仪表可输出8421码温度信息。

图3为WSJ-1型数字温度计的逻辑方框图。

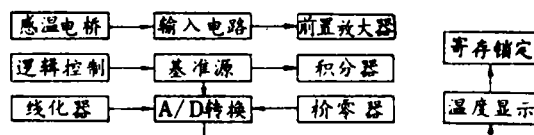


图3 WSJ-1型数字温度计方框图

测温的传感元件采用WZB-BA₁型铂热电阻。将被测热电阻接入感温电桥, 随着温度的变化, 热电阻的阻值也跟随变化, 因而电桥失去平衡, 出现不平衡电势。将这一电势经过放大后, 送入积分器, 并同基准源电压相比较, 经过A/D转换后, 被测温度用数码管显示出来。这种测量方式通常称为双积分测温, 其优点是测温精度高, 抗干扰能力强, 与冷台匹配性能好, 使用维修方便。

3. 电源 半导体致冷元件的电压为直流 $0 \sim 2.5\text{V}$, 电流 $0 \sim 30\text{A}$, 连续可调。直流供电电

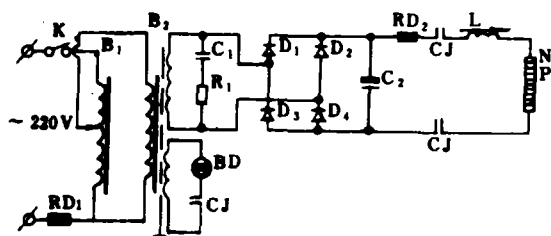


图 4 电源线路图

压由变压器 B_2 ，经 D_1-D_4 桥式整流和 C_2 、 L 滤波电路组成。为控制降温速度，由调压变压器 B_1 调整 B_2 的初级电压，改变通过致冷元件的电流，从而达到温度的调节。

BD 和 CJ 组成电流的指示装置，随着自耦变压器 B_1 输出电压由低变高，电流表指示由小到大，指示灯亮度也随之增强。

试验结果

1. 铂电阻校正 仪器中使用的 $WZB-BA_1$ 型铂电阻，经黑龙江省计量检定测试所检定，结果列如表 1 及图 5。

温度 ℃	电阻值 (欧姆)		误差	
	标准	测定值	电阻	相应温度℃
0	46.00	46.217	0.217	0.74
-10	44.18	44.233	0.053	0.26
-20	42.36	42.402	0.042	0.14
-30	40.53	40.539	0.009	0.07
-40	38.69	38.706	0.016	0.19
-50	36.85	36.904	0.054	0.50
-60	35.00	35.131	0.131	

从图表中可见，铂电阻实测数和标准值基本吻合，其误差一般均小于 0.5°C ，符合设计的精度要求。

2. 供电电流、电压和冷冻温度的关系 为便于调节和控制冷冻温度，我们对仪器不同大小的供电电流、电压与冷冻温度之间的关系进行了测试，其结果见图 6 和表 2。

从图表可见，供电电压、电流和升降温速率基本一致。

在 $0 \sim -50^\circ\text{C}$ 之间，供电电压、电流与冰冻温度的关系为线性关系，低于 -50°C 时，供电电

流的变化较为突出。

电流 (A)	3	5	10	15	20	25	30
电压 (V)	0.25	0.45	1	1.5	1.85	2.3	2.5
温度 (℃)	-5.6	-16.5	-36.1	-48.2	-57.1	-62.1	-62.8
时间 (分)	4	6	8	10	15	17	20

3. 不同浓度氯化钠溶液的冰点温度 见图 7、表 3。

NaCl Wt %	冰点测定值℃				标准值 ℃	误差 ℃
	1	2	3	平均		
5	-3.1	-3.2	-3.0	-3.1	-2.9	-0.2
10	-7.6	-7.8	-8.0	-7.8	-7.5	-0.3
15	-11.2	-11.4	-11.6	-11.4	-11.1	-0.3
20	-16.2	-16.2	-16.5	-16.3	-16.3	0
23.3	-20.5	-20.8	-21.0	-20.8	-21.1	+0.3

西林水晶矿中包裹体的冰点测试结果列表 4。

样 号	1		2		3		
	冻结 ℃	解冻 ℃	冻结 ℃	解冻 ℃	冻结 ℃	解冻 ℃	
测试 结果	1	-34	-5.5	-37	-6.1	-36	-5.8
	2	35	5.7	-35	-6.2	-36	-5.7
	3	-35.4	-5.3	-34.2	-6	-36.6	-6.1
平 均	-34.8	-5.5	35.4	-6.1	36.2	-5.9	

从上述各种不同浓度的氯化钠溶液及包裹体的测试结果表明，仪器性能稳定，重现性好，三次重复性测试，误差均在 0.3°C 以内，氯化钠溶液的实测冰点和标准值相比，最大误差也在 0.5°C 以内。

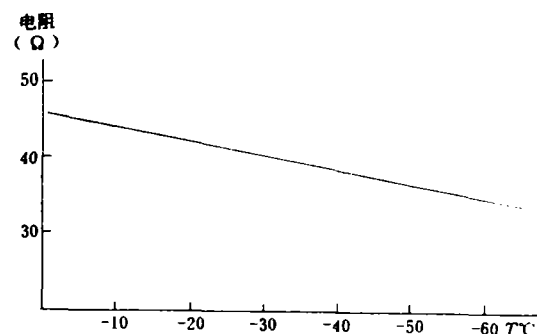


图 5 铂电阻--温度关系曲线

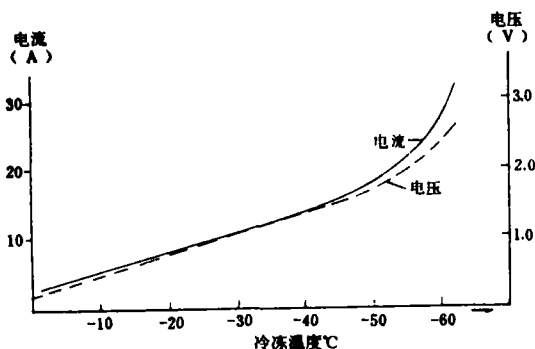


图6 供电电流、电压和冷冻温度的关系

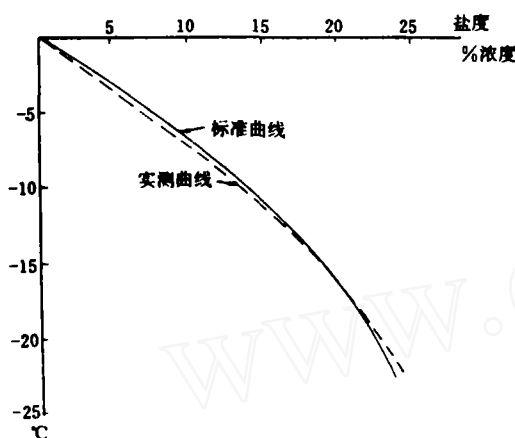


图7 氯化钠溶液盐度冷冻温度曲线

参考文献

- [1] 中国科学院贵阳地球化学研究所包裹体实验室, 1977, 矿物中包裹体及其在地质上的应用, 地质出版社
- [2] 《国防电子工程》编辑部, 1981, 现代电子工程, 科学出版社
- [3] 全国矿物中包裹体和成矿实验学术会议论文选集, 1981, 矿物中包裹体研究, 科学出版社

超声波分选法分离蚀变绢云母

黑龙江地质局实验室 李贺臣

绢云母化是斑岩铜矿床常见的一种围岩蚀变。绢云母呈细小的鳞片状, 颗粒微细 (<0.05 毫米), 采用常规方法或镜下挑选都难以分选出单矿物。为了同位素年龄测定的需要, 我们试用超声波进行分选, 取得较好的效果。分选步骤和方法是:

1. 岩石破碎脱泥 将矿样碎至 -2 毫米, 取 1 ~ 2 毫米级作试验样品。试样用清水反复冲洗, 至无悬浮物为止。

2. 分选操作 取 5 ~ 10 克脱泥后的矿样置于烧杯中, 加入适量清水 (浸没样品), 将烧杯放在超声波清洗槽中 (一次可放 8 个 300 毫升烧杯)。按仪器使用规程操作仪器。在超声波作用下, 烧杯中浸泡矿样的清水逐渐浑浊, 约 10 分钟后取出烧杯, 并将悬浮液倾出收集起来, 如此反复 3 ~ 4 次, 将杯内矿样弃去, 换上新样, 按上述程序继续分选。

悬浮液静止沉淀数小时后, 将清水倾出, 沉淀物在低温下烘干, 即得绢云母单矿物。

上述方法是超声波解离和粒度沉析的联合选别过程。分选效率, 每天可回收绢云母 40 ~ 50 克左右。用上述方法分选四个绢云母样品, 经有关单位测定样品年龄, 其中三个基本一致, 另一样品年龄偏低, 后一种绢云母可能为次生风化产物。证明结果是可靠的。

此方法也适用其他细小鳞片状矿物 (如绿泥石、粘土矿物等) 的分离。

与新英格兰块状硫化物矿床伴生的电气石

J·F·Slack 进行的野外调查、文献研究和岩石学工作表明, 电气石可能是变质贱金属块状硫化物矿床中一种常见副矿物。在产于近源沉积物的矿床中 (不列颠哥伦比亚的沙利文矿山, 滨海美茵的布莱克霍克矿山), 以及在混有沉积岩和镁铁质火山岩环境中 (佛蒙特铜矿带的伊利沙白矿山), 电气石似乎特别丰富。

变质作用对电气石影响强烈, 往往使之显著地重结晶和再活动。受变质而重结晶的电气石与铁—铜—锌矿床中最活动的硫化物——磁黄铁矿和黄铜矿呈定向互

生。佛蒙特州奥林奇县伊利沙白矿山的野外踏勘发现电气石与变形的、受变质的硫化物伴生, 那里再活动产生的侧向位移至少距矿体 10 米。横切南部矿体的同生 (?) 变质裂隙为电气石壳和斑块所充填。因此, 重结晶电气石可以用作隐伏块状硫化物矿床的找矿标志。此外, 研究结果表明, 岩石、土壤和 (或) 河流沉积物中的硼异常可在某些受变质的硫化物矿体周围形成特征的地球化学晕。

怀沙译自: Geological Survey Research, 1980, P. 7