



岩矿工作

MPV 型显微镜光度仪使用的若干问题

冶金部北京冶金地质研究所 王静纯 冯建良

MPV 型显微镜光度仪是利用光电效应测定样品反射率、透射率、折光率等多项光学常数的仪器。由于采用了不同波长的单色光,以及测量光阑与视域光阑联合使用,从而提高了测量精度。为保证测量值的准确性,减少或避免可能产生的误差,必须对仪器调节和操作过程中的关键环节给予足够重视。本文简要介绍该仪器的使用要点及注意事项。

仪器间条件

仪器须置于干燥、恒温环境,以湿度小于70%、温度18~25℃为宜。因为光电流对震动极敏感,仪器须放在稳固的平台上。为确保输入电压严格稳定,须外接稳压源。

仪器的安装

各零部件要准确到位,切勿倒置、反转、扭曲,尤其是MPV 1.1 型光度仪,稍有扭曲就会影响测量光路的校正。

光源的调节

为保证测量精度,使光源均匀柔和,要仔细调节100 Z 灯室的中心。光源前方须放入散热板。钨卤灯灯丝图象与反映图象置于调节圆板中心,使两者对称而不重合,以防温度升高而引起爆炸。

光学系统的调节

1. 校正垂直照明器 其目的是使垂直照明器光路中心与显微镜光路中心严格重合。

(1) 孔径光阑校正: ①仪器位于低功率照明入射光光路; ②取下校正中心座; ③推出光度计小孔光阑; ④打开孔径光阑和视域光阑; ⑤推入勃氏镜或放入聚焦望远镜; ⑥对勃氏镜准焦,校正中心; ⑦稍微缩小孔径光阑,用垂直照明器右侧孔径光阑的校正旋钮校正中心,使与物镜十字丝中心和勃氏镜中心重合。

(2) 视域光阑校正: ①取下校正中心座; ②推出光度计小孔光阑; ③打开孔径光阑与视域光阑; ④推出勃氏镜; ⑤逐渐缩小视域光阑,使与视域所见的视野重合为一个中心。

2. 校正光度计测量光路 目的是使光度计测量光路中心与显微镜光路中心严格重合。

(1) 光度小孔光阑校正: ①仪器位于光度计测量入

射光光路; ②将校正中心座置于镜架中部; ③打开垂直照明器的孔径光阑和视域光阑; ④推出光度计小孔光阑; ⑤推入勃氏镜,并准焦,校正; ⑥推入光度计小孔光阑(任何一阶),用校正螺丝校正,使之位于视域中心。小孔光阑右侧螺丝校正该光阑的上下位置,左侧的螺丝校正左右位置(稍有移动)。

(2) 光度计视域光阑校正: ①使视域透镜(位于镜臂上)离开光路; ②打开垂直照明器孔径光阑与视域光阑; ③推入光度计小孔光阑; ④贝瑞补偿棱镜离开光路; ⑤用校正中心座上的一对螺丝校正光度计视域光阑,使之在视域中居中; ⑥将干涉滤光器置于光路中; ⑦用焦距校正螺丝(位于垂直照明器左侧)调节,使视域光阑准焦;对于MPV 1.1 型,须拉出镜筒左侧的分光棱镜拉杆,用校正中心座上的螺丝校正视域光阑,使中心与观察屏十字丝中心重合,再校正焦距。

(3) 光度计测量光阑校正: ①拉出光度计主体分棱镜拉杆; ②打开光度计测量光阑的照光源; ③校正测量光阑中心,以达到光度计测量光阑、视域光阑与显微镜光路同在一个中心上。

以上诸点是MPV 型显微镜光度仪正确调节的关键,缺一不可。

3. 校正定位台 它是保证测量光严格垂直入射的必备部件。定位台的校正是根据自动准直原理。在物镜、勃氏镜校正中心之后,将带十字丝的物镜座与镀膜玻璃(镀膜面朝上)置于光路中。用十字丝目镜观察。通过转动勃氏镜聚焦旋钮,使物镜座上的十字丝映象与目镜十字丝在同一个聚焦面上准焦,此时视域中出现两个十字丝(这是关键的步骤,需仔细操作)。转动物台时,若这两个十字丝中心不作相对运动,此位置被确认为定位台的校准位置。如果物镜座的十字丝映象围绕目镜十字丝作相对移动,则应用定位台校正螺丝缓慢调校。

测量条件的选择

1. 光阑: ①测量光阑控制测量面积,视域光阑控制照明面积。测量光阑的面积过大或过小,直接影响光电流的强弱和稳定性,使测量误差增大。视域光阑愈小,愈可以避免散射光的干扰。测量光阑与视域光阑的比例应为1:2(细颗粒),或2:3(粗颗粒)。选用固定光阑测定一组样品时,视域光阑的固定件

尺寸,以比测量光阑大一级为宜。(2)在测量光阑圈定的视域内,应充满磨光良好的待测样品。要避免麻点、擦痕或各种结晶界面,以免反射率值降低。视域光阑圈定的范围内,也应尽量避免上述磨光疵露。邻近视域光阑的区域也应远离邻近矿物的边缘,或只允许靠近与被测样品反射率相近的样品,以减小耀光,保证反射率值的准确。实践表明,不注意选择视域光阑圈定的样品情况,测量误差将成倍增大。(3)光度计小孔光阑,是控制测量光路光通量的部件,共分为八阶。为防止杂散光、斜射光进入光路,测量时,在保证具有一定光照度的前提下,应尽量使用小孔径。如果单纯地缩小孔径而不考虑光照度,势必影响样品的严格准焦,引起更大的误差。

2. 反射标准 它是用相对法测定反射率的依据。使用英国国家物理研究室用直接法标定的一级反射标准,可使相对平均误差 $<1\%$ 。测量时应选用与待测样品反射率相近的反射标准,以减小误差。但由国际矿相委员会推荐的一级反射标准还太少,当其反射率与待测样品反射率相差较大时,亦易产生测量误差。此时,常采用反射率值适宜的二级标准。此时要特别慎重,一定要选用化学成分稳定单一,表面平整易磨光的物质。对其反射率要进行严格标定。应采用单波段测定法,多台仪器联合标定。

3. 物镜 由于物镜的焦深与其放大倍数成反比,物镜放大倍数愈大,焦深愈小,超过焦深而引起的测量误差愈易出现。为此,应尽量使用低倍物镜;用倍数较高的物镜时,要特别注意严格准焦。通常使用10倍物镜,数值孔径小,可获得更多的垂直入射光,利于反射率的准确测定。

4. 平面玻璃反射器与贝瑞克补偿棱镜 位于垂直照明器前方的拉杆,用于选择平面玻璃反射器或贝瑞克补偿棱镜。应用贝瑞克补偿棱镜,可以使光路中光线增强,物象清晰,克服物镜上透镜向上反射的光,便于准焦,可减小耀光。但由于棱镜将造成光线斜射,影响反射率测定精度。在测定反射率时,应使用平面玻璃反射器。镀膜的平面玻璃反射器,已使它可能产生的内反射大为减小。更重要的是,它能保证测量光线与样品表面严格垂直,使测量结果准确。

5. 单色器 从理论上讲,单色器半波段宽度愈窄,测量中波长间隔愈小,测定结果就愈准确。但在实际应用中,选择单色光半波段宽度和波长时,要兼顾单色光的强度。强度太弱,将增大测量误差。在没有单色仪的情况下,对样品反射率较高的样品,可选用半波段宽度为10nm左右的干涉滤光器;样品反射率较低,则选用半波段宽度为20nm左右的干涉滤光器。只有半波段宽度相近的干涉滤光器才能配套使用,以免引起测量误差。

反射率测量要点

1. 测量方法的选择 为保证测量精度,一般采用单波段测定法,即分别测定反射标准和样品的反射率后再更换干涉滤光器。如需快速测量大批样品,可采用多波段一次测量法,即在依次更换干涉滤光器测定后,再更换被测物继续测定。此方法要注意严格准焦和稳压,才可得到较高精度的测量结果。

2. 操作程序 据了解,各单位利用MPV型显微光度仪测量反射率的操作程序很不一致。主要有两种:一是先将反射标准置于物台(或定位台)上,调节电压与电流,使仪器数字表显示出该反射标准一定波段的反射率值(反射标准卡片上所提供的数值),再将样品置于测量光路中,此时仪器数字表所显示的数值作为样品在这一波段的反射率值。这种方法看起来是用完全相同的条件进行反射标准与样品的反射率测量,但是有重要的一点却被忽略了,即在对样品进行测量时,仪器的零点没有校正,仪器表所显示的数值就不够精确。如果测量另一个样之前重新校正零点,则不能做到前后两次测量条件不变这一根本前提。尤其是电压稳定程度对测量结果影响很大,仪器重新校正零点后,再次将反射标准置于光路中,数字表已不显示原来的数值了。所以由该法测得的反射率值将产生较大的误差。另一种操作程序是,将样品或反射标准中反射率较大者置于光路中,调节电压、电流,使数字表的数值接近100。校正仪器零点,进行正式测量,每更换一次滤光器或样品,都要重新校正仪器的零点。测量完成后,用反射标准各波段的标定值与测量值之商,乘上各对应波段的样品测量值,即为所求的样品在各波段中的反射率值。这种操作程序,数值对比的基点可靠。

3. 耀光 耀光可以通过使用较小的孔径光阑,合理选用反射标准,正确调节视野光阑与测量光阑予以减小。物镜透镜反射与镜筒内壁反射造成的耀光,可由物台上的不反光物(黑绒布)测得的读数获得,用此值修正上述测量值。

4. 更换滤光器 务必轻取轻放,避免震动。每次更换后,都应对视域光阑重新准焦,否则测量误差将成倍增长。

5. 测量光阑照明 测量开始前,应尽量减少测量光阑的照明强度,刚好看到光阑即可,以防被测物被闪光所笼罩,影响测量效果。

6. 测量次数 电压的微小波动和样品表面磨光度的差异,都能影响测量值的准确性;为得到精确的反射率值,对同一个样品的同一个点应进行2~3次读数。对均质矿物,应进行3~4个颗粒的测量;对非均质矿物,如黄铜矿,要测 R_0 、 R_p 和 R_{45} ,应测量6~10个颗粒;对于低级晶族矿物,则需测量多个颗粒(15~20个),以求得 R_m 、 R_g 、 R_p 。

7. 光源 为得到稳定的光源,新的光电倍增管与钨卤灯使用10小时后再正式测量。每次测量应在仪

器开动半小时后进行,以克服光电倍增管的疲劳效应。每次测量应进行10秒钟以上,以保证电容器的充电时间。干涉滤光器置于测量光路后再启动测量开关,是防止光电倍增管功能减退,避免强照明的重要步骤。

8. 电压与电流 在选择高压大小与电流强弱时,应考虑光电倍增管的灵敏区与钨卤灯的最佳色温

范围。经验证明,电压0.6~0.75kV,电流6.5~7.5 A 测量效果最佳。

我们认为,应用MPV型显微镜光度仪测量样品的反射率,只要注意上述各环节,保持仪器高度稳定的实验条件,测量磨光程度合乎要求的样品,能得到精确的反射率值。



斑岩铜矿中的金红石是个值得重视的潜在资源

美国每年要花费8500万美元用于进口金红石,大部分来自澳大利亚古海岸砂矿。美国金红石资源很少(<500万吨),主要是开采钛铁矿砂矿的副产品。

金红石用于钛金属工业和油漆颜料业。近年来钛金属的短缺影响了飞机制造业的发展。

金红石在斑岩铜矿中是次生或蚀变矿物。在蚀变岩石中,形成金红石的钛原先是存在于其他原生矿物中(见表)。

据观察,金红石的丰度与颗粒大小是随铜品位的变化而变化的。钾化蚀变环境对金红石的结晶作用有利。斑岩的蚀变类型较之岩体中 TiO_2 的含量对金红石的富集更显重要。

成矿斑岩原生矿物中 TiO_2 的典型含量

矿 物	TiO_2 含量 (重量%)
黑 云 母	4.0~5.5
角 闪 石	0.8~2.0
榍 石	35~40
钛 铁 矿	40~52

黑云母是蚀变时形成金红石的一个重要钛来源。蚀变前,原生岩浆黑云母的 TiO_2 含量较高,犹他州的宾厄姆矿为4.2~5.5%,蒙大拿州的比尤特矿为4.58,蚀变后的次生或水热黑云母中分别减至1.6~2.6和1.99。

在斑岩矿中至少还有另外四种蚀变反应可形成金红石。①角闪石(与共生黑云母相比, TiO_2 含量只及其1/4);②榍石(分解后产生金红石、碳酸盐和石英);③榍石(形成钛铁矿+石英+赤铁矿+硬石膏+金红石);④原生钛铁矿与含钛磁铁矿反应,形成次生黄铁矿和金红石。

在所有研究过的矿床中,最粗的金红石是与黑云母—钾长石蚀变带伴生的,而石英绢云母化带或绿泥石化带则含金红石较细也较少。如果关于金红石的结晶作用在铜矿富集的黑云母—钾长石化带环境中有利的推断是正确的话,则可引出三点认识:①除非铜形成后又受到再活动,否则金红石的含量在一定的斑岩铜矿床内就与铜的富集密切相关;②当干枚岩化和青盘岩化集合体受到钾化作用的叠加时,也可形成金红石的良好富集;③研究金红石的含量、形态和颗粒大小对阐明受过叠加作用的蚀变集合体的时空次序是很有用的。

据统计,宾厄姆矿和亚利桑那州圣曼努埃尔矿的金红石平均大小分别为 58×31 和 57×35 微米²。宾厄姆矿金红石主要是一些粘附着的晶体,很大比例的金红石无需研磨即可分离。而圣曼努埃尔矿金红石以镶嵌集合体为主要特征,额外的研磨费用对回收起了阻碍作用。

关于斑岩矿中金红石的储量情况:宾厄姆矿400万吨,其中尾矿占一半;圣曼努埃尔矿350万吨,其中100万吨在尾矿中,亚利桑那州巴格达德矿估计50万吨。因此合计可分离的金红石共800万吨。这三个矿中,即使不把现有尾矿中潜在的可回收的金红石计算在内,每天也可提供约300吨金红石,这个数字相当于目前美国金红石消耗量的35%,相当于美国金红石资源的两倍。就现行的生产率来说,宾厄姆矿每天可回收130吨金红石,价值约为该矿铜产值的5%。

从斑岩铜矿中回收金红石有重要经济意义,不仅可满足本国金红石的需求,还可避免因开采滨岸砂矿而破坏海岸自然环境,并将促使钛金属得到广泛应用。

(李志峰摘译自《Economic Geology》, Vol. 76, No. 8, 1981年12月版)