



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112014185 B

(45) 授权公告日 2021.06.25

(21) 申请号 202010925086.4

(22) 申请日 2020.09.06

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112014185 A

(43) 申请公布日 2020.12.01

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 蒋子琦 尚林波 郭海浩

(74) 专利代理机构 贵阳易博皓专利代理事务所
(普通合伙) 52116

代理人 田常娟

(51) Int. Cl.
G01N 1/28 (2006.01) (续)

(56) 对比文件

FR 2869413 A1, 2005.10.28

CN 106482990 A, 2017.03.08

CN 110082174 A, 2019.08.02

CN 102928276 A, 2013.02.13

JP 2002029824 A, 2002.01.29

Haihao Guo et al.《Solubility of gold

in oxidized, sulfur-bearing fluids at 500-850 °C and 200-230 MPa: A synthetic fluid inclusion study》.《Science Direct》.2017,第222卷第655-670页.

Li Zhou et al. A synthetic fluid inclusion study of the solubility of monazite-(La) and xenotime-(Y) in H₂O-Na-K-Cl-F-CO₂ fluids at 800 °C and 0.5 GPa. 《Chemical Geology》.2016,第442卷第121-129页.

倪培等.人工合成包裹体的实验研究及其在激光拉曼探针测定方面的应用.《岩石学报》.2003,第19卷(第2期),第319-326页.

Thomas Pettke et al. Recent developments in element concentration and isotope ratio analysis of individual fluid inclusions by laser ablation single and multiple collector ICP-MS.《Ore Geology Reviews》.2011,第44卷第10-38页.

(续)

审查员 徐妍

权利要求书1页 说明书3页 附图4页

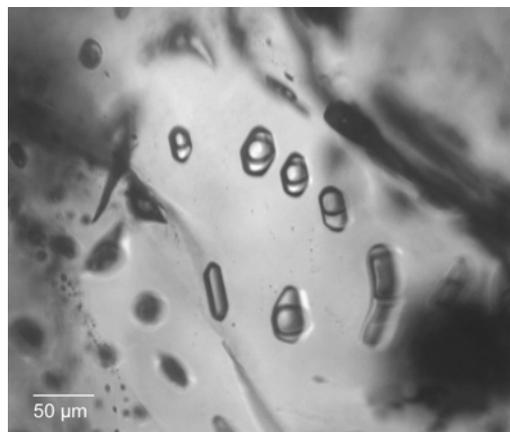
(54) 发明名称

一种石英中流体包裹体的人工合成方法

(57) 摘要

本发明公开了一种石英中流体包裹体的人工合成方法,首先将无包裹体的天然石英晶体切割成长方体石英柱;研磨10-15min,使其表面产生一些不规则的凹槽;将凹槽在碱性溶液中腐蚀;清洗,烘干,得到含流体包裹体的初始石英柱;然后将初始石英柱装入一端焊封的贵金属管,在贵金属管中放入石英砂和流体并放入液氮中冷冻后,焊封另一端;将两端焊封的贵金属管放入到冷封式高压釜中,在600-800°C、100MPa下保温保压3-6天;缓慢冷却至室温,取出石英柱沿着C轴切开,双面抛光在显微镜下观察可以发现,在距石英表面30 μm的深度范围内有很多浑圆状

的流体包裹体。包裹体大小为20-40 μm,非常适合LA-ICP-MS分析。



CN 112014185 B

[转续页]

[接上页]

(51) Int.Cl.

G01N 1/32 (2006.01)

G01N 1/34 (2006.01)

G01N 1/42 (2006.01)

G01N 1/44 (2006.01)

(56) 对比文件

詹秀春 等. 流体包裹体的合成方法及分析应用.《岩矿测试》.2000,第19卷(第3期),第193-198页.

张振亮 等. 流体包裹体的合成方法及其对矿床学研究的意义.《矿产与地质》.2003,第17卷(第95期),第167-169页.

蓝廷广 等. 流体包裹体及石英LA-ICP-MS分析方法的建立及其在矿床学中的应用.《岩石学报》.2017,第33卷(第10期),第3240-3262页.

管申进 等. NaCl-H₂O-CO₂体系人工合成流体包裹体实验研究.《矿物岩石地球化学通报》.2012,第31卷(第1期),第71-77页.

1. 一种石英中流体包裹体的人工合成方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一:将无包裹体的天然石英晶体,利用金刚石低速锯沿着石英晶体的生长方向切割成3mm*3mm*10mm的长方体,即为石英柱;

步骤二:将切割好的长方体石英柱在60目的金刚石研磨盘上研磨10-15min,使其表面产生不规则的凹槽;

步骤三:将步骤二中的长方体石英柱在碱性溶液中腐蚀;

步骤四:将步骤三中凹槽加深的石英柱用去离子水清洗,并在超声波清洗机中利用无水乙醇震荡清洗,放入110℃的烘箱烘干24小时,得到含流体包裹体的初始石英柱;

步骤五:将所述初始石英柱装入一端焊封的外径5mm,内径4.4mm的贵金属管,在贵金属管中放入石英砂50mg,然后向贵金属管倒入流体,将贵金属管放入液氮中冷冻后,焊封另一端;

步骤六:将两端焊封的贵金属管放入到冷封式高压釜中,在600-800℃、100MPa下保温保压3-6天;

步骤七:将冷封式高压釜缓慢冷却至室温,打开贵金属管,取出石英柱,而后用金刚石线锯将石英柱沿着C轴切开,双面抛光,即得适合于LA-ICP-MS分析的石英中流体包裹体。

2. 根据权利要求1中的一种石英中流体包裹体的人工合成方法,其特征在于,步骤三中的腐蚀方法为:配制55wt% NaOH溶液置于特氟龙衬套中,将步骤二中研磨后的石英柱置于NaOH溶液中,然后将特氟龙衬套置于不锈钢高压釜中,再将不锈钢高压釜置于160℃,压力为水饱和蒸汽压的烘箱中保温12h。

3. 根据权利要求1中的一种石英中流体包裹体的人工合成方法,其特征在于,步骤五中流体为纯水体系流体或水盐体系流体。

4. 根据权利要求1中的一种石英中流体包裹体的人工合成方法,其特征在于,步骤五中贵金属管为黄金管、铂金管或金钯管中的一种。

5. 根据权利要求1中的一种石英中流体包裹体的人工合成方法,其特征在于,步骤六中,冷封式高压釜保温保压工艺为700℃,100MPa下保温保压5天。

一种石英中流体包裹体的人工合成方法

技术领域

[0001] 本发明属于地球科学地质流体研究领域,具体涉及一种石英中流体包裹体的人工合成方法。

背景技术

[0002] 人工合成石英中流体包裹体的方法,自Bonder和Sterner 1984年利用巴西无包裹体的石英合成了纯水体系(H_2O)、水盐体系($NaCl-H_2O$ 、 $KCl-H_2O$ 、 $CaCl_2-H_2O$)的包裹体之后,前人利用该技术对微量元素在热液中的溶解行为、微量元素在岩浆热液过程中的分配行为、以及各种流体体系的压力-体积-温度-成分即P-V-T-X关系做了充足的研究。并且随着激光剥蚀电感耦合等离子体质谱仪(简称LA-ICP-MS)在人工合成石英中流体包裹体成分分析中的应用,对于人工合成石英中流体包裹体提出了新的技术要求。例如,适应于LA-ICP-MS的流体包裹体不能位于石英的深处,最好深度不超过石英表面20-30 μm 处,大小要在20 μm 以上,形状尽量是浑圆状有利于激光束斑的剥蚀。

[0003] 目前所使用的方法主要是Bonder 所描述的热冲击碎裂石英的方法,过程示意图见附图图2。通过将无包裹体的巴西石英加热到350 $^{\circ}C$ 保温数小时,然后将其倒入到冷水中,利用该方法在石英中产生很多的裂隙,并且该裂隙一般都是垂直于石英长轴方向的,这因为石英晶体生长的过程中是沿着c轴方向生长,因此沿着c轴方向的结构是最硬的,故在热冲击过程中裂隙都是垂直于c轴,也就是石英的长轴发生的,因为这个位置较为脆弱部位。而后将处理过的石英以及石英砂流体一起放入到金管中,在一定的温度压力条件下,保持3-5天,在此过程中会捕获部分的流体。但是利用该方法合成的石英中的流体包裹体,主要是沿着裂隙生长的长柱状的包裹体,非常容易形成卡脖子的包裹体,并且由于热冲击碎裂后石英中的裂隙都是垂直于石英长轴方向的,因此通过裂隙的愈合,合成的流体包裹体会在石英的内部,距离表面很深的位置,不利于LA-ICP-MS的分析。将石英双面抛光,将包裹体抛光到表面之后,包裹体数目少且体积小(见附图图1),很难满足LA-ICP-MS的分析要求,不利于利用LA-ICP-MS分析石英中人工合成的流体包裹体。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是:提供一种石英中流体包裹体的人工合成方法,以解决现有技术合成的石英中流体包裹体裂隙一般都是垂直于石英长轴方向容易闭合使得包裹体位于石英深处、将包裹体抛光到表面之后,包裹体的数目少,又小,且形状非浑圆状不利于激光束斑的剥蚀的问题。

[0005] 本发明的技术方案是:一种石英中流体包裹体的人工合成方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤一:将无包裹体的天然石英晶体,利用金刚石低速锯沿着石英晶体的生长方向切割成3mm*3mm*10mm的长方体,即为石英柱;

[0007] 步骤二:将切割好的长方体石英柱,在60目的金刚石研磨盘上研磨10-15min,使其表面产生一些不规则的凹槽;

- [0008] 步骤三:将步骤二中的长方体石英柱在碱性溶液中腐蚀;
- [0009] 步骤四:将步骤三中凹槽加深的石英柱用去离子水清洗,并在超声波清洗机中利用无水乙醇震荡清洗,最后放入110℃的烘箱烘干24小时,得到含流体包裹体的初始石英柱;
- [0010] 步骤五:将所述初始石英柱装入一端焊封的外径为5mm,内径4.4mm的贵金属管,在贵金属管中放入石英砂50mg,然后向贵金属管倒入流体,将贵金属管放入液氮中冷冻后,焊封另一端;
- [0011] 步骤六:将两端焊封的贵金属管放入到冷封式高压釜中,在600-800℃、100MPa下保温保压3-6天;
- [0012] 步骤七:将冷封式高压釜缓慢冷却至室温,打开贵金属管,取出石英柱,而后利用金刚石线锯将石英柱沿着C轴切开,双面抛光,即得适合于LA-ICP-MS分析的石英中流体包裹体,在显微镜下观察可以发现,在距石英表面30μm的深度范围内,有很多浑圆状的流体包裹体。包裹体大小为20-40μm,形状浑圆,非常适合LA-ICP-MS的分析。
- [0013] 进一步的,步骤三中的腐蚀方法为:配制55wt% NaOH溶液置于特氟龙衬套中,将步骤二中研磨后的石英柱置于NaOH溶液中,然后特氟龙衬套置于不锈钢高压釜中,再将不锈钢高压釜置于160℃,压力为水饱和蒸汽压的烘箱中保温12h,使得石英柱的凹槽加深。
- [0014] 进一步的,步骤五中流体为纯水体系流体或水盐体系流体。
- [0015] 进一步的,步骤五中贵金属管为黄金管、铂金管或金钯管中的一种。
- [0016] 进一步的,步骤六中,冷封式高压釜保温保压工艺为700℃,100MPa下保温保压5天。
- [0017] 本发明的有益效果是:
- [0018] 采用本发明的技术方案处理石英柱体,可以使得人工合成的流体包裹体集中在距石英柱表面30μm以内的位置,并且合成的流体包裹体形状浑圆、尺寸为20-40μm,非常适用于LA-ICP-MS的分析。

附图说明

- [0019] 图1:背景技术中传统方法合成流体包裹体石英柱双面抛光的光学显微镜图;
- [0020] 图2:背景技术中传统合成石英流体包裹体的方法示意图,a、切割之后的石英柱,b、热冲击淬火之后的石英柱,c、合成包裹体沿着热冲击裂隙排列;
- [0021] 图3:本发明步骤三中凹槽加深的石英柱表面形貌图;
- [0022] 图4:本发明方法合成的流体包裹体电镜形貌图。

具体实施方式

- [0023] 参考图1-4,一种石英中流体包裹体的人工合成方法,包括以下步骤:
- [0024] 步骤一:将无包裹体的天然石英晶体,利用金刚石低速锯沿着石英晶体的生长方向切割成3mm*3mm*10mm的长方体,即为石英柱;
- [0025] 步骤二:将切割好的长方体石英柱,在60目的金刚石研磨盘上研磨10-15min,使其表面产生一些不规则的凹槽;
- [0026] 步骤三:将步骤二中的长方体石英柱在碱性溶液中腐蚀,腐蚀方法为:配制55wt%

NaOH溶液置于特氟龙衬套中,将步骤二中研磨后的石英柱置于NaOH溶液中,然后特氟龙衬套置于不锈钢高压釜中,再将不锈钢高压釜置于160℃,压力为水饱和蒸汽压的烘箱中保温12h,使得石英柱的凹槽加深。在光学显微镜反射光下的石英柱表面形貌图如图3;

[0027] 步骤四:将步骤三中凹槽加深的石英柱用去离子水清洗,并在超声波清洗机中利用无水乙醇震荡清洗,最后放入110℃的烘箱烘干24小时,得到含流体包裹体的初始石英柱;

[0028] 步骤五:将所述初始石英柱装入一端焊封的外径为5mm,内径4.4mm的贵金属管,贵金属管为黄金管、铂金管或金钯管中的一种,在贵金属管中放入石英砂50mg,然后向贵金属管倒入流体,流体为纯水体系流体或水盐体系流体,将贵金属管放入液氮中冷冻后,焊封另一端;

[0029] 步骤六:将两端焊封的贵金属管放入到冷封式高压釜中,在700℃、100MPa下保温保压5天;

[0030] 步骤七:将冷封式高压釜缓慢冷却至室温,打开贵金属管,取出石英柱,而后利用金刚石线锯将石英柱沿着C轴切开,双面抛光,即得适合于LA-ICP-MS分析的石英中流体包裹体,在光学显微镜透射光下观察可以发现,见图4,在距石英表面30μm的深度范围内,有很多浑圆状的流体包裹体。包裹体大小为20-40μm,形状浑圆,非常适合LA-ICP-MS的分析。

[0031] 以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明所作的进一步详细说明,不能认定本发明的具体实施只局限于这些说明。对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干简单推演或替换,都应当视为属于本发明的保护范围。

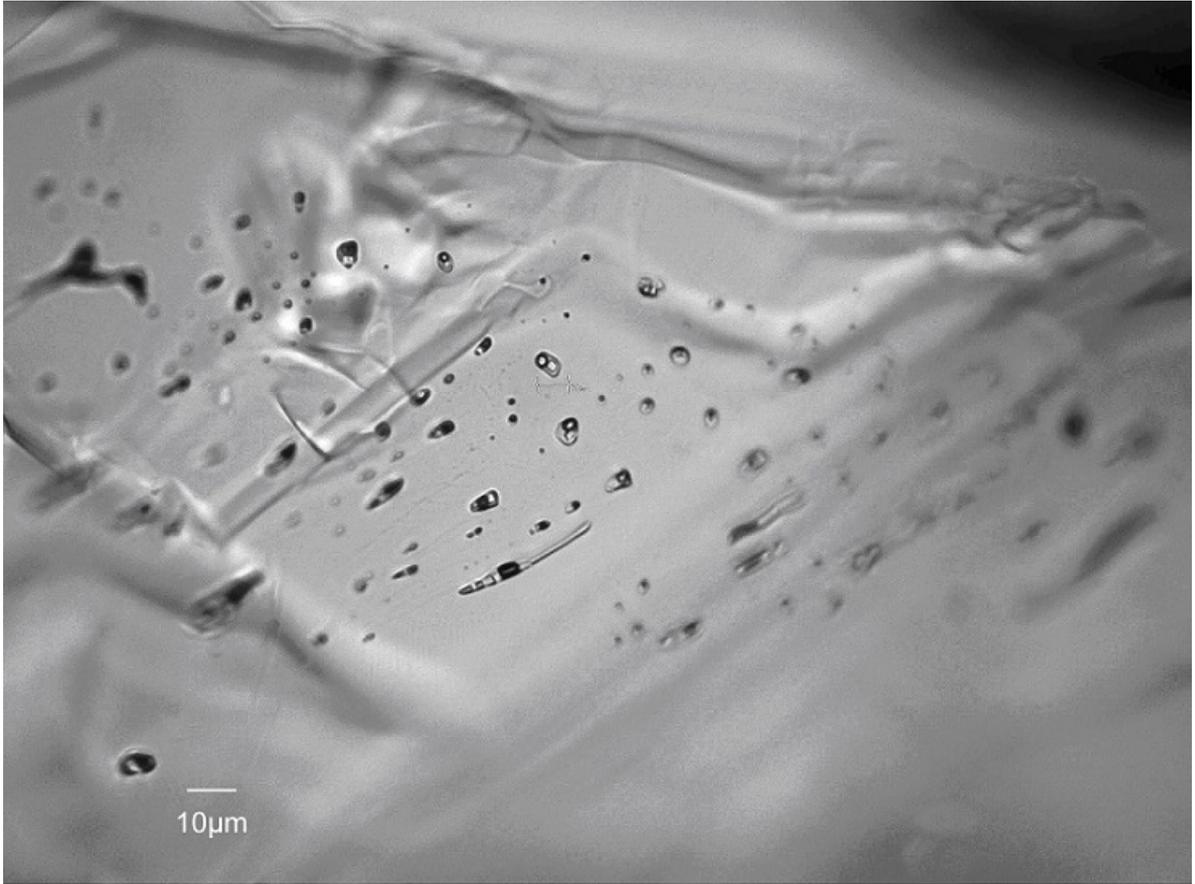


图 1

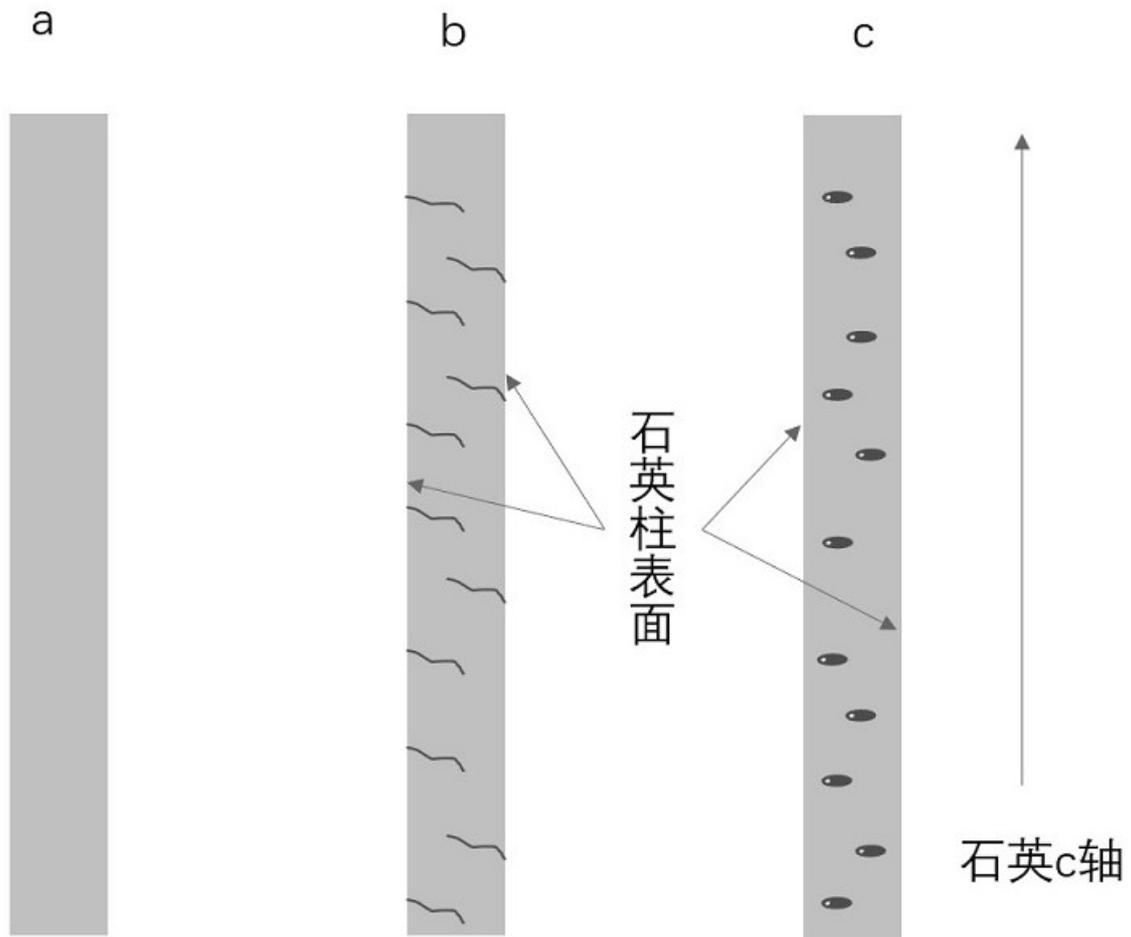


图 2

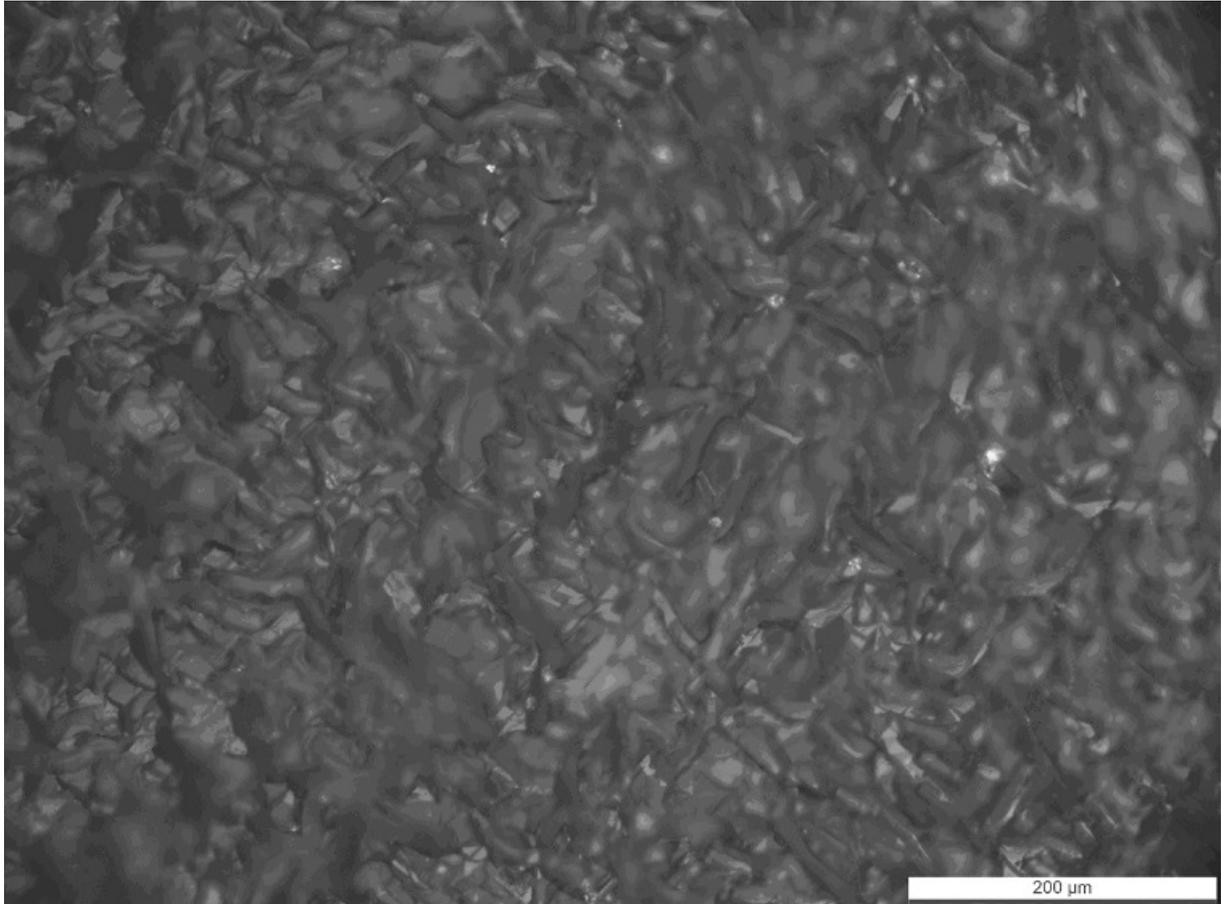


图 3

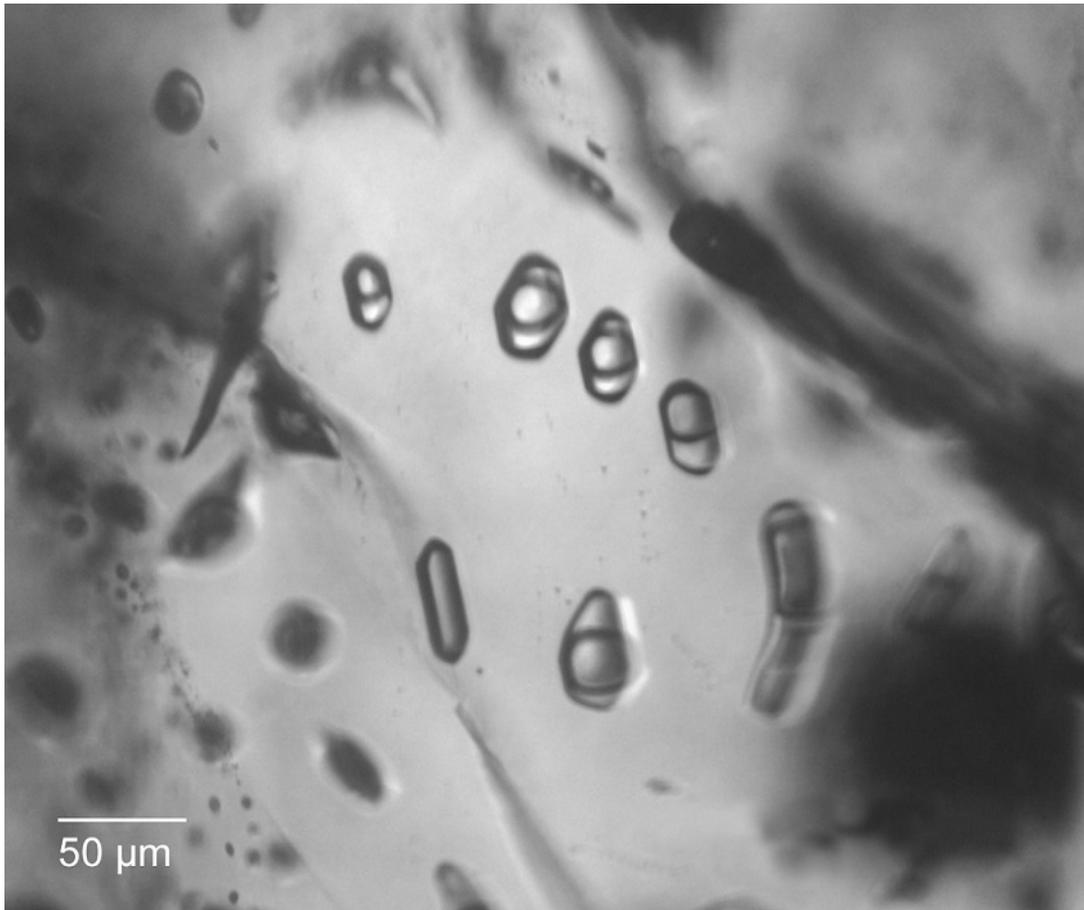


图 4