

橄榄石位错构造的扫描 电子显微镜研究

金振民

H. W. Green II

Chen Xinhua

(中国地质大学, 武汉)

(University of California, Davis, CA 95616 USA)

主题词: 幔源包体; 橄榄石; 位错; 氧化缀饰法; 扫描电镜; 背散射电子图象

提 要: 利用扫描电镜的背散射电子图象 (BEI) 对玄武岩及金伯利岩所含幔源包体中橄榄石的缀饰位错进行了研究。实验结果表明, 位错类型和颗粒边界图象清晰, 又便于观察。这种观察位错的方法其分辨率比光学显微镜观察结果约高一个数量级。背散射电子图象位错方法特别适用于研究天然的和实验变形橄榄石的高位错密度和密集型边界, 对于确定显微构造的定量参数也十分有利。

一、引 言

上地幔橄榄石在高温低应力塑性流动过程中经历了复杂的蠕变, 从而形成了一系列能反映上地幔物质变形特征的构造信息, 即位错构造。国内外已经对橄榄石氧化缀饰的位错光学显微镜研究做了许多报导^[1-6]。尽管这种方法以它的观测视域大、成果代表性好, 制样方法简单等优点一向为地质学家所赏用, 然而到目前为止, 氧化缀饰法仅用于光学显微镜观察, 其分辨率一般被限制在 $1\mu\text{m}$ 左右。当位错密度超过 $10^8/\text{cm}^2$ 时(这个数值在金伯利岩包体、阿尔卑斯型橄榄岩、部分玄武岩中幔源包体和实验变形橄榄石中是很常见的), 用这种方法仔细观察位错组态和准确测定位错密度等显微构造定量参数是相当困难的。虽然用透射电子显微镜可大大提高位错观察分辨率, 但是透射电镜也有其观察视域过小的局限性, 制样程序复杂, 成本昂贵。如果以氧化缀饰的光学薄片为对象, 使用扫描电镜 (SEM) 的背散射电子图象 (BEI) 法进行研究, 则既能够提高位错观察分辨率, 又能够保持其方法的原有优点。Karato^[7]对背散射位错方法做了初次报导。笔者曾经于1987年也用背散射电子图象法对中国东部和国外若干地区的高位错密度的橄榄岩包体进行了详细研究, 取得了很好的效果。本文着重阐述扫描电镜的位错研究方法及其成果与光学显微镜观察结果的比较。

二、实验方法

实验样品 分别取自中国河北省万全县大麻坪、福建省明溪、台湾省澎湖列岛各地玄武岩中的幔源包体以及美国加利福尼亚州西部 Gilroy 地区玄武岩中包体和南非 Benfontein 金伯利岩中包体。岩石类型主要为尖晶石二辉橄榄岩和石榴石二辉橄榄岩。岩石矿物组成以橄榄石 (Fo₈₉₋₉₂) 为主, 一般具有粗粒结构和碎斑结构。

制样过程 先将橄榄岩标本磨成普通单面光片(一般为5—10mm),然后把光片放在具有恒温装置的高温炉中,在温度850—900℃条件下恒温氧化一小时,自然缓慢冷却。把氧化光面部分小心粘在载玻璃片上,磨成普通光学薄片,并用0.5μm金刚石粉或0.05μm氧化铝粉高度抛光样品表面。观察之前在抛光薄片表面喷上碳,以防止观察过程中出现电荷集中现象。实验采用JEOL-308型SEM电镜的背散射电子图象进行观察。

背散射位错图象特征 橄榄石位错是指晶体某一部分在应力作用下发生畸变,它具有高能量构造特征。在样品加温到900℃过程中,橄榄石($\text{Mg, Fe})_2[\text{SiO}_4]$ 中的部分FeO组份经氧化而生成棕红色赤铁矿或部分磁铁矿的细粒沉淀物,偏析聚集在位错空间之中。氧化产物与主矿物具有以下拓扑关系: $[0001]_h = [100]_{ol}$ (h为赤铁矿, ol为橄榄石)。扫描电镜背散射电子成象衬度主要与试样原子序数有关,即背散射电子强度随着原子序数增高而增加。经过氧化缀饰的位错核部(或颗粒边界)其平均原子序数比周围区域要高,因此,含有赤铁矿(或磁铁矿)沉淀物的自由位错和位错壁在背散射图象的黑色背景上呈现白色亮点或白色直线或不规则形态图象。

最佳实验条件 背散射位错图象分辨率主要取决于样品和电子束的相互作用。为了获得清晰的背散射电子图象,在实验中采用不同加速电压(10—40kV)和不同电子束电流($2 \times 10^{-8} - 2 \times 10^{-10} \text{A}$),并考察这些变量对图象分辨率的影响。通过实验对比结果,找出最佳位错图象的实验工作条件是:加速电压为20kV,电子束电流为 $2 \times 10^{-8} \text{A}$ 。加速电压越高,导致电子束穿透橄榄石氧化薄膜深度越大,位错图象分辨率就越低。从照片1、2、3对比可见,当电流固定为 10^{-8}A 时,电压为20kV的位错图象相对比较清晰(照片1)。当电压固定为20kV时,用不同电流拍摄位错图象(照片4、5、6),结果表明,电流为 10^{-8}A 时的位错图象效果较好(照片4)。由此可见,电子束电流太低,位错图象差。

三、实验结果和讨论

照片7为大麻坪地区橄榄石中不均匀分布的自由位错光学显微镜图象,照片中显示三个不同位错密度分布域,分别被两个(100)位错壁所隔开,其中以右侧域中的位错密集程度最高。利用光学显微镜明显可见的位错统计结果,其位错密度为 $4.5 \times 10^6/\text{cm}^2$ 。由于光学显微镜分辨率的限制,使那些隐约显示的自由位错无法进行统计,因此,难以准确测定真实的自由位错密度。照片8是照片7中A处的扫描电镜背散射电子位错图象。在照片7的A处隐约可见的自由位错在照片8中全部清晰可见。根据照片8的右侧域的位错统计结果,其位错密度为 $3.5 \times 10^7/\text{cm}^2$,比照片7右侧域中位错密度约高一个数量级。显然,扫描电镜背散射位错图象比光学显微镜图象具有较高分辨率,即使是在高位错密度分布域里也可以清楚地分辨出位错个体的存在,并且能进行准确统计和测量其位错密度。

照片9为明溪地区石榴石二辉橄榄岩包体中高密集型(100)橄榄石位错构造的光学显微镜图象。在明显可见的位错壁中间仍然存在许多难以分辨的更细间距的位错壁(照片9中箭头a和b处)。根据该样品(M-5号)类似的8张光学显微镜照片的位错壁间距统计结果,间距(d)大小呈现典型正偏斜分布状态,位错壁间距几何平均值(dg)为 $21.5 \mu\text{m}$ (图1-A)。照片10为照片9A处的背散射图象(即照片9左上角的对比图象)。在照片9中几乎无法识别的

所有密集型位错壁,在照片10的BEI图象中都清晰可见(照片10中的c, e处),而且还可以直接观察到狭窄位错壁之间一些残留游离位错分布等细节现象。根据同一样品的BEI图象中全部位错壁间距统计结果,它的几何平均值(d_g)为 $7.2\mu\text{m}$,比用光学显微镜图象求得的间距低得多。这种位错壁间距大小也呈现正偏斜分布特征(图1—B)。从图1—B明显可见, M-5号样品中位错壁间距大小分布状态和中国东部其他地区橄榄石位错间距大小分布模式是一致的^{(8),(9)}。橄榄石的位错壁是上地幔固态流动的典型稳态显微构造⁽¹⁰⁾,这与冶金物理学中大量金属变形实验结果是一致的。根据位错壁与流动应力的关系式⁽¹¹⁾计算结果,差异流动应力值分别为46MPa和234MPa。显然,后者应力值是根据背散射位错图象中位错壁而计算的,因而有比较好的代表性。从而说明明溪地区M-5号样品中特高差异流动应力值是上地幔底部体边缘强烈剪切变形流动的结果,与正常上地幔稳态流动应力值(20—30MPa)是有明显区别的。这种具有强烈剪切变形特征的密集型位错壁在其他地区(如:汪清、辉南、女山等地)包体、金伯利岩包体和阿尔卑斯型橄榄岩中都有出现。由于光学显微镜分辨率的限制,无法对其进行仔细观察和准确测量其间距大小,从而不可能得到比较有代表性的差异流动应力值。金伯利岩包体中的橄榄石具有十分复杂的位错组态和高位错密度分布。南非Benfontein金伯利岩包体中的橄榄石BEI图象就是很好的例子(照片11)。在照片11左上角位置,尽管具有高度密集的自由位错分布,但是图象十分清楚,有利于进行显微构造定量参数的准确测定。从照片12(澎湖列岛上地幔包体的橄榄石位错图象)看出,在橄榄石(Ol)的边界和位错核部明亮区域显示了氧化过程中铁质组份的化学扩散和富集偏聚现象,从而可以说明,利用背散射电子图象方法能够证实靠近位错核部和颗粒边界附近的组成比其周围的平均原子量有所增高。从该角度看,有效地控制恒温时间、氧化温度,防止铁质组份向位错核部(或颗粒边界)过多扩散迁移,可以避免造成缀饰位错之间过多的重叠。因为偏析沉淀物太多,位错重叠效应反而会使背散射电子图象分辨率减低。所以,在制样过程中应当注意这个不可忽视的问题。

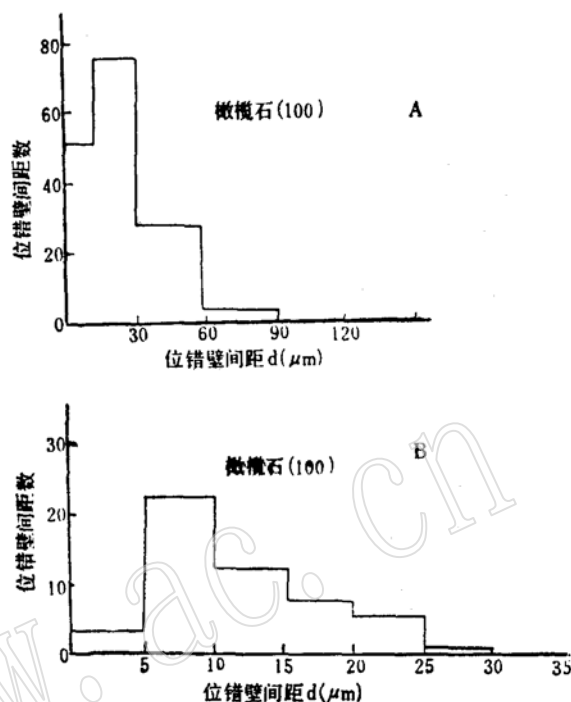


图1. 橄榄石(100)位错壁间距直方图(明溪)

Fig. 1. Histograms displaying number of observations versus dislocation spacing of olivine (100) from Mingxi

A—光学显微镜测定位错壁间距;

B—扫描电镜BEI图象测定位错壁间距

A. Spacing determined from optical microscope;

B. Spacing determined from SEM (BEI) image

四、几点结论

1. 氧化缀饰法是观察橄榄石位错十分有效的方法⁽¹²⁾。利用扫描电镜背散射电子图象法,

不仅可以把氧化镀膜法样品的位错观察分辨率提高一个数量级以上,同时,又能保持其原有方法的优点。这样,同一样品可以两用。尤其对于研究具有高位错密度和密集型位错间距的样品来说(即金伯利岩和人工变形样品),它是橄榄石位错图象观察的简易可靠方法,值得推广和应用。

2. 扫描电镜背散射电子图象的实验效果是取决于相邻点的平均原子序数的差异。因此,有效地控制橄榄石氧化条件是获得清晰位错图象的重要前提之一,一般以900℃、恒温一小时、再自然冷却的条件为最好。

3. 实验样品和电子束相互作用是决定背散射电子位错图象分辨率的关键因素,其最佳实验条件为:加速电压20kV,电子束电流 2×10^{-8} A。

最后,作者要感谢加利福尼亚大学(Davis分校)地质系技师 N. Winter,他为我们精心磨制了氧化法镀膜法薄片。扫描电镜背散射电子位错图象观察研究是“中国东部上地幔流动应力研究”项目中的一部分成果。本项目研究资金由中国地质大学(武汉)和美国自然科学基金会提供(INT-8612713)。同时,感谢 H. Y. Yang 教授为我们提供了台湾海峡澎湖列岛的幔源包体样品。

参考文献

- [1] Zeuch, D. H. and Green II, H. W., 1977. Naturally decorated dislocation in olivine from peridotite xenoliths. *Contrib. Mineral Petrol.*, vol. 62, 141—151.
- [2] Durham, W. D. et al., 1977. Plastic flow of oriented single crystals of olivine, 2. Observation and interpretations of dislocation structures. *J. Geophys. Res.*, vol. 82, 5755—5770.
- [3] Gueguen, Y., 1977. Dislocations in mantle peridotite nodules. *Tectonophysics*, vol. 37, 231—254.
- [4] Gueguen, Y., 1979. Dislocations in naturally deformed terrestrial olivine: classification, interpretation, application. *Bull. Mineral.*, vol. 102, 178—183.
- [5] 何永年等, 1983, 五台山东台沟深源包体橄榄石的位错研究. *岩石学研究*, 第三辑, 第67—76页, 地质出版社.
- [6] 金振民等, 1988, 橄榄石位错构造及其上地幔流变学意义. *地球科学*, 第13卷, 第4期, 第365—374页.
- [7] Karato, S., 1987. Scanning electron microscope observation of dislocations in olivine. *Phys. Chem. Minerals*, vol. 14, 245—248.
- [8] Jin, Zhenming et al., 1988. The olivine subgrain-size paleopiezometer and inferences of mantle stresses. *Transaction, American Geophysical Union*, vol. 69.
- [9] Jin, Zhenming et al., 1989. Microstructures of olivine and stresses in the upper mantle beneath Eastern China, *Tectonophysics*, vol. 169, 23—50.
- [10] Green II, H. W. and Jin, Zhenming, 1987. Subgrain-size distribution in olivine and differential stresses in the upper mantle beneath Eastern China. *Transaction, American Geophysical Union*, vol. 68.
- [11] Karato, S. and Toriumi, M., 1980. Dynamic recrystallization of olivine single crystals during high-temperature creep. *Geophys. Res. Lett.*, vol. 7, 649—652.
- [12] Kohlstedt, D. L. et al., 1976. New technique for decorating dislocation in olivine. *Science*, vol. 191, 1045—1046.

A Study of Dislocations in Olivine Using a Scanning Electron Microscope

Jin Zhenmin

(China University of Geosciences, Wuhan)

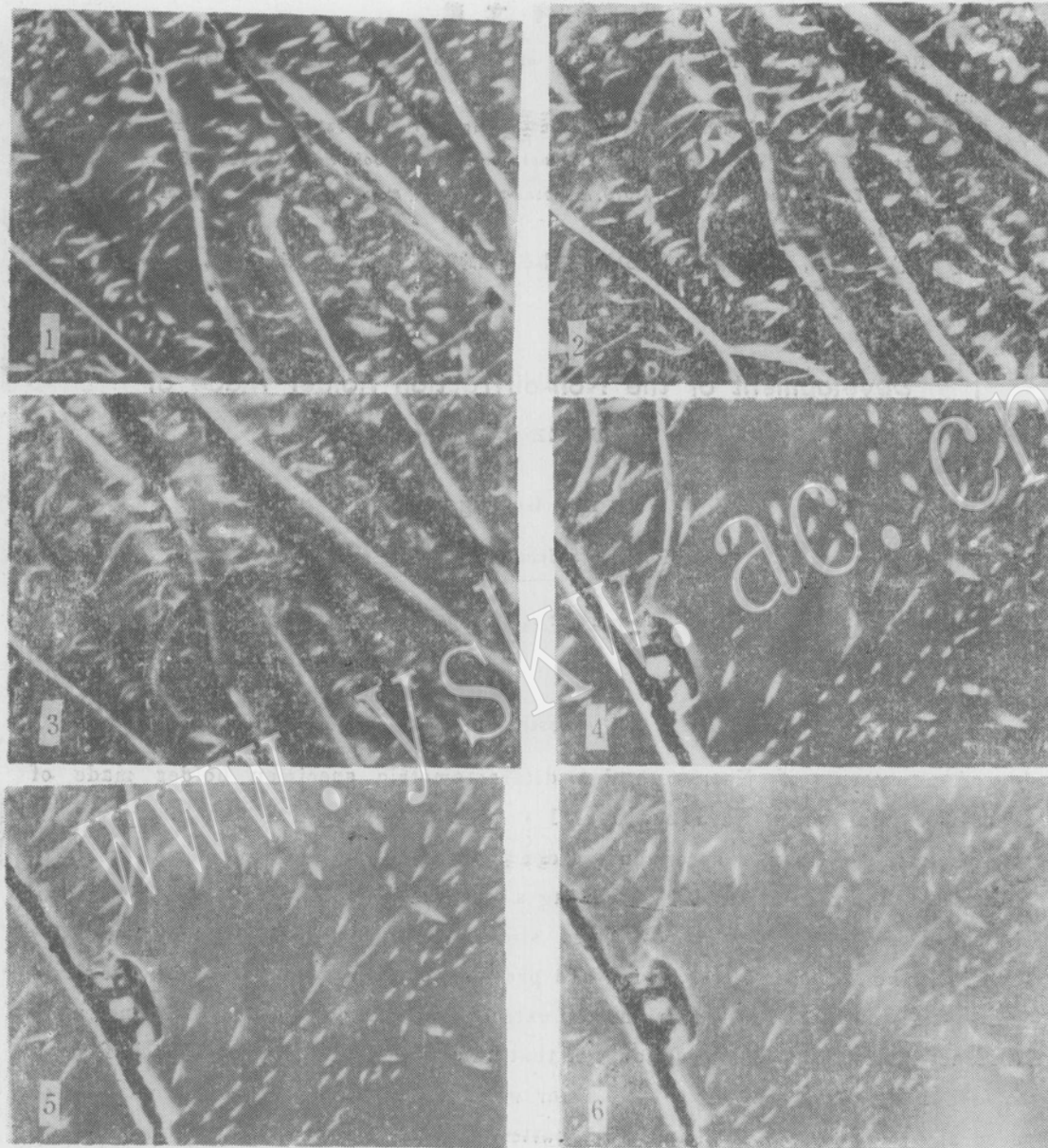
H. W. Green II, Chen Xinhua

(University of California, Davis, CA 95616, USA)

Key words: Mantle xenolith; olivine; dislocation; oxidation decoration technique; scanning electron microscope; backscattered electron image

Abstract

Decorated dislocations in olivine from the upper mantle xenoliths have been examined with a scanning electron microscope (SEM) using a backscattered electron image (BEI). Experimental results indicate that dislocation patterns and grain boundaries are a clear bright image and easily observable. The resolution of this method for dislocation observation is about an order of magnitude better than that of optical microscopic observation. The method of dislocation using a backscattered electron image is especially useful in the study of high dislocation density and dense dislocation boundary in naturally and experimentally deformed olivine and in the determination of quantitative parameters of microstructures.



图版 I 说明

照片1—3 扫描电镜BEI位错图象（橄榄石，样品取自加利福尼亚州Gilory地区）

电压与BEI图象关系：

照片1. $V=20\text{kV}$, $I=2\times 10^{-8}\text{A}$, $\times 1600$;

照片2. $V=30\text{kV}$, $I=2\times 10^{-8}\text{A}$, $\times 1600$;

照片3. $V=40\text{kV}$, $I=2\times 10^{-8}\text{A}$, $\times 1600$.

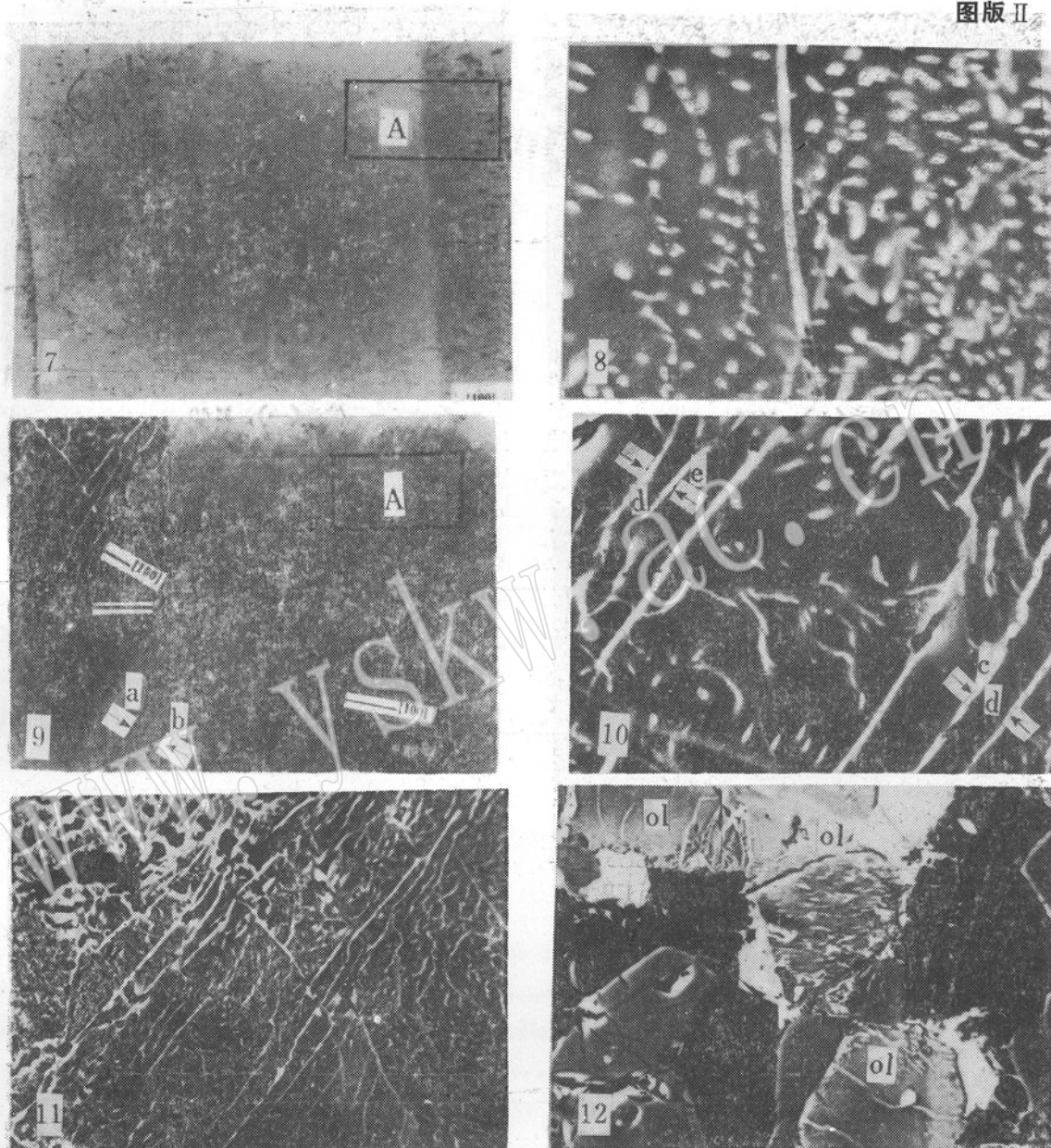
照片4—6 扫描电镜BEI位错图象（橄榄石，样品取自加利福尼亚州Gilory地区）

束电流与BEI图象关系：

照片4. $V=20\text{kV}$, $I=2\times 10^{-8}\text{A}$, $\times 1600$;

照片5. $V=20\text{kV}$, $I=2\times 10^{-8}\text{A}$, $\times 1600$;

照片6. $V=20\text{kV}$, $I=2\times 10^{-10}\text{A}$, $\times 1600$.



图版 II 说明

- 照片7. 橄榄石不均匀自由位错 (大麻坪, 氧化法, 单偏光, $\times 160$)
- 照片8. 照片7中A处橄榄石不均匀位错 (大麻坪, 氧化法, SEM—BEI, $\times 2000$)
- 照片9. 橄榄石密集型 (100) 位错壁 (石榴石二辉橄榄岩, 明溪, 氧化法, 单偏光, $\times 160$, 左上角为A处的SEM图象)
- 照片10. 照片9的A处橄榄石 (100) 位错壁 (明溪, 氧化法, SEM—BEI, $\times 3000$, 箭头附近d为位错壁间距)
- 照片11. 高自由位错密度和密集型橄榄石位错壁 (金伯利岩中石榴石二辉橄榄岩包体, 南非, Benfontein地区, 氧化法, SEM—BEI, $\times 1000$)
- 照片12. 橄榄石颗粒边界 (Ol) 和核部位错偏聚富集现象 (尖晶石二辉橄榄岩, 台湾省澎湖列岛, 氧化法, SEM—BEI, $\times 500$)