

# **Локальные методы исследований минералов**

Группа МГП-13

**Асс. Кургузова А.В.**

«local»=«местный»

## Локальные методы:

Позволяют анализировать небольшой участок образца (т.е. имеют высокое пространственное разрешение)

## Валовые методы:

Анализ навесок, штупов

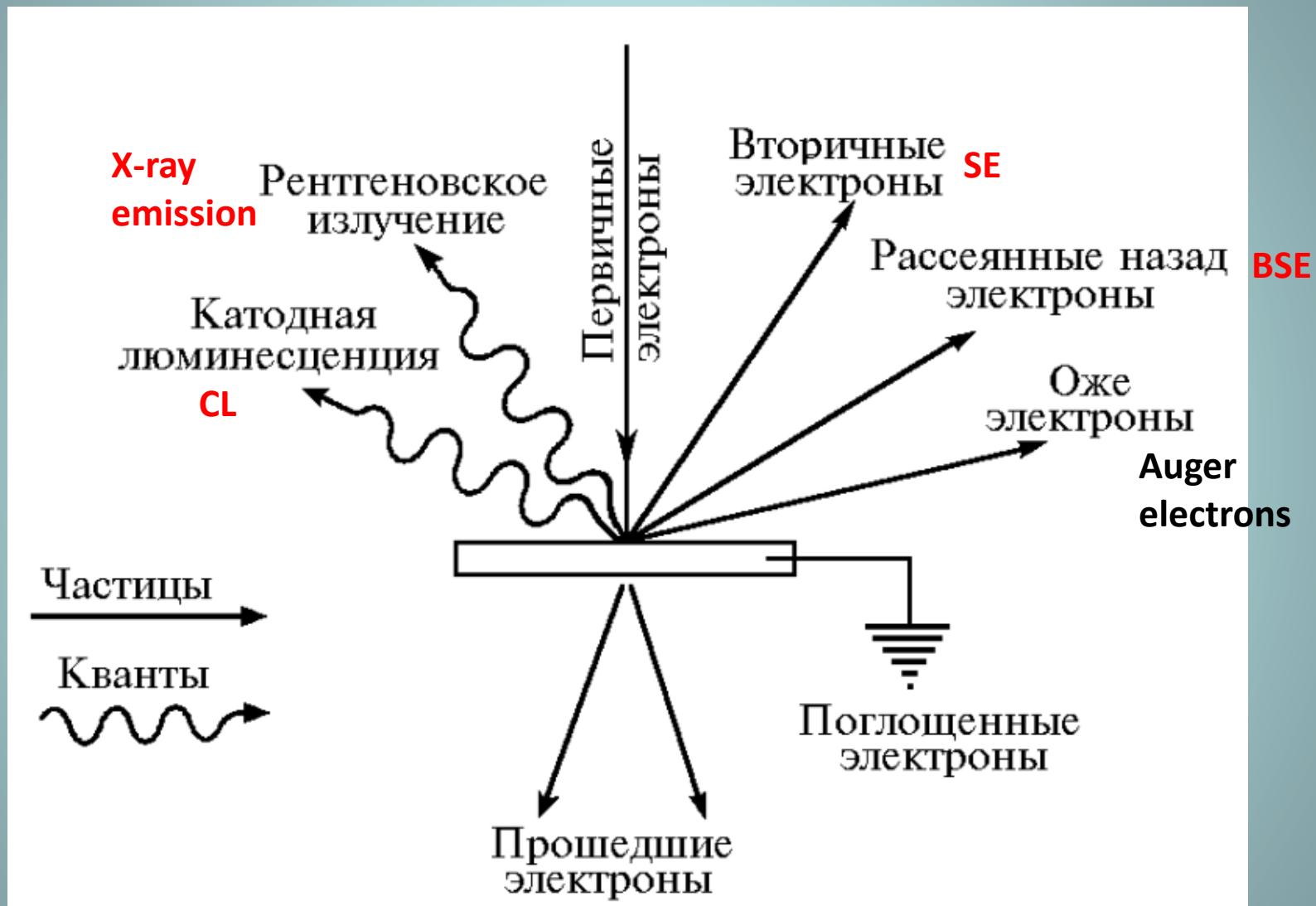
$$1 \text{ мкм} (1\mu\text{m}) = 10^{-6} \text{ м} = 0,001 \text{ мм} = 1000 \text{ нм}$$

$$1 \text{ нм} = 10^{-9} \text{ мкм} = 10^{-9} \text{ м}$$

## Разнообразие локальных методов

| Метод                                                                              | Задачи                                    | Пределы обнаружения      | Преимущества                                                                              | Недостатки                                            |
|------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| Оптическая микроскопия                                                             | Минералогический, петрографический состав | 0,1 мм                   | Дешевый, «оперативный»                                                                    | Нет возможности точного определения хим.состава       |
| Оптическая спектроскопия<br>-рамановская<br>-ИК-спектроскопия                      | Минералогический состав                   | > 1 вес.%<br>0,1-1 вес.% | Неразрушающие методы                                                                      | Нет возможности точного определения хим.состава       |
| Электронный зонд<br>-растровая микроскопия (REM)<br>-сканирующая микроскопия (SEM) | Элементный состав                         | 0,1%                     | Наиболее распространенный метод изучения состава, возможность комбинировать XFA+SE+BSE+CL | Элементы Be-U<br>Требуется пробоподготовка, напыление |
| Ионный зонд                                                                        | Элементный и изотопный анализ             | ppm                      | Возможность мерить легкие элементы (включая Li и H)                                       | Дорогой метод<br>Требуется пробоподготовка, напыление |
| Протонный зонд                                                                     | Элементный состав                         | ppm                      | Чувствителен с пикам с низкой интенсивностью (выше предел обнаружения)                    | Дорогой метод<br>Требуется пробоподготовка, напыление |

# Виды взаимодействия электронов и вещества



# Растровая электронная микроскопия

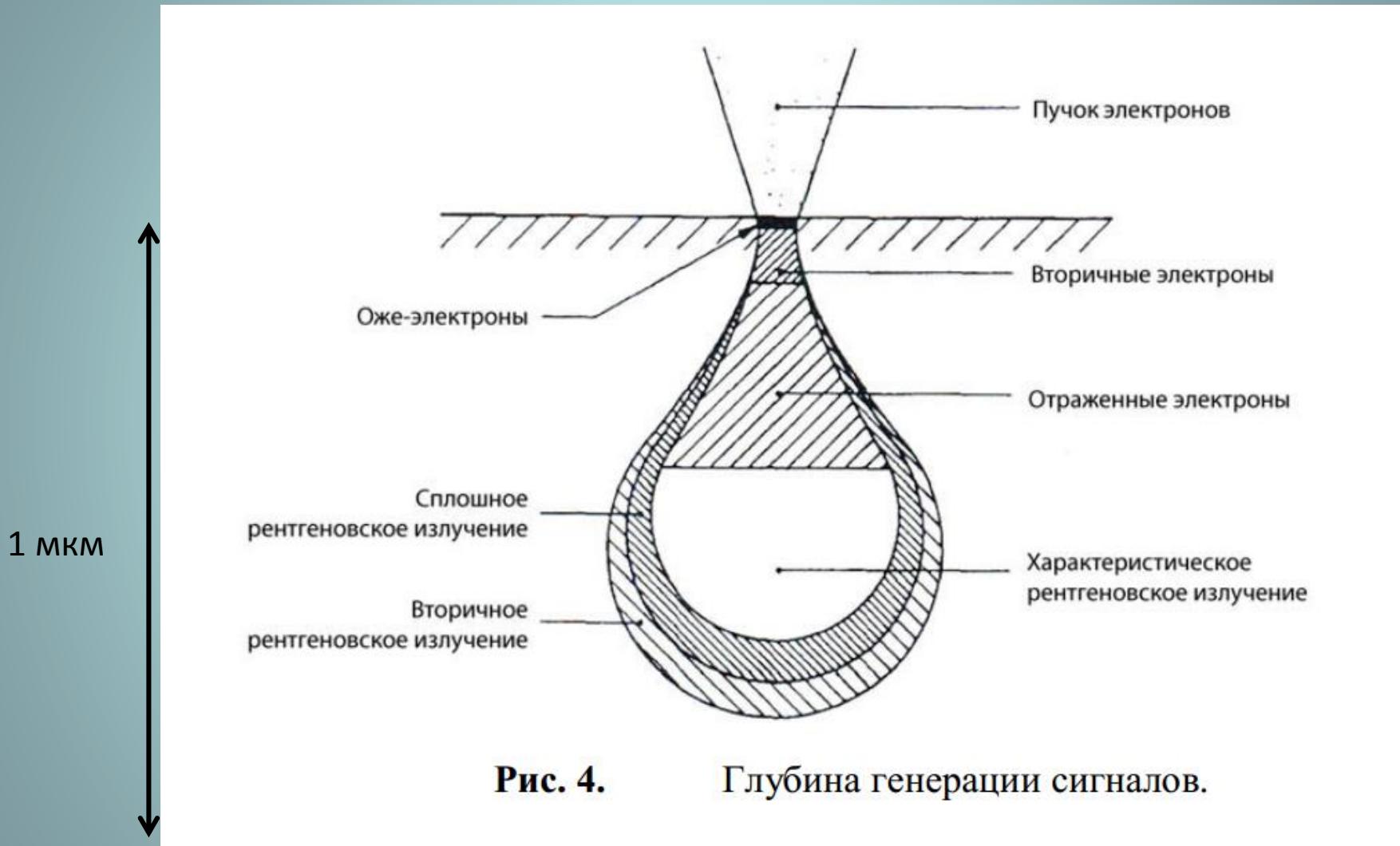
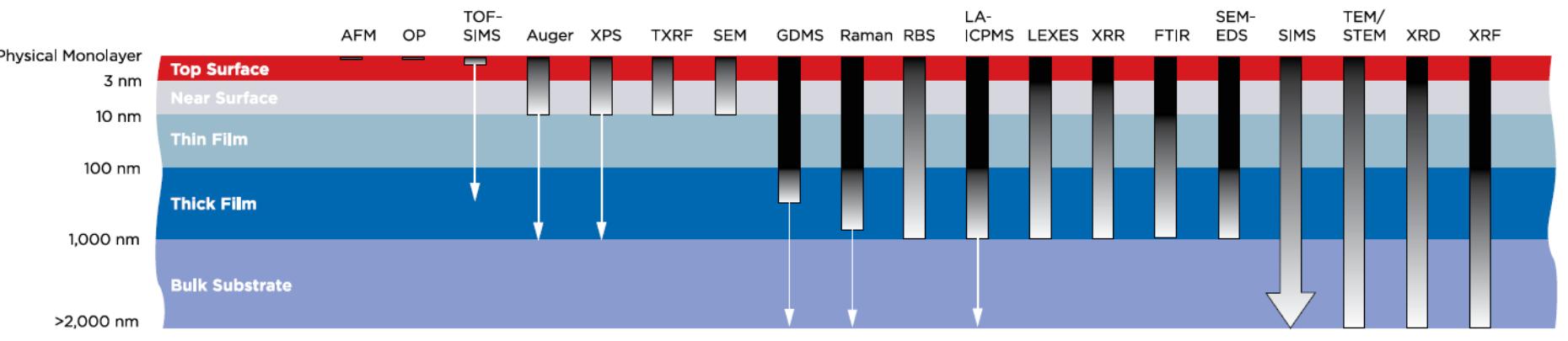


Рис. 4.

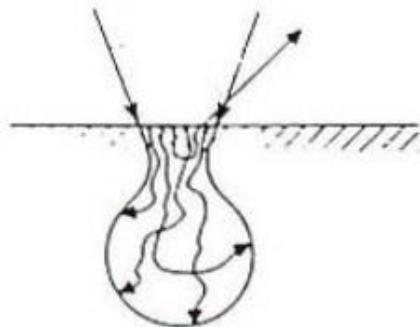
Глубина генерации сигналов.

## Typical Analysis Depths for Techniques

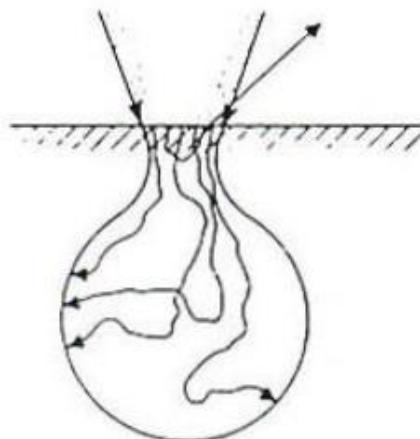


# Растровая электронная микроскопия

Пучок электронов

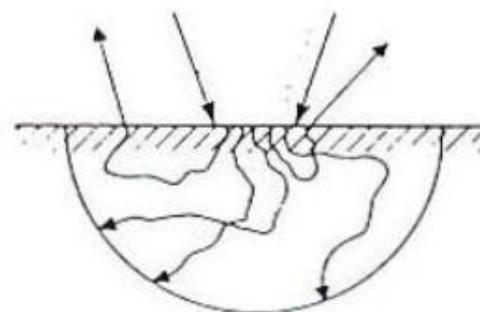
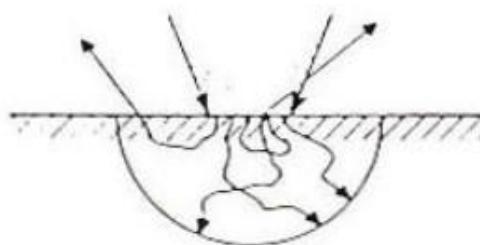


[Низкое ускоряющее напряжение]



[Низкий атомный номер]

Пучок электронов



[Высокий атомный номер]

Зависимость глубины проникновения электронов от атомного номера элемента

# Растровая электронная микроскопия.

## Вторичные электроны.

**Электронная микроскопия** – совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов микроструктуры тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъёмах тел электрических и магнитных полей (микрополей).

# **Основные виды электронной микроскопия:**

- Просвечающая электронная микроскопия (ПЭМ)
- Растворная электронная микроскопия (РЭМ)
- Электронно-зондовый микроанализ

В основе РЭМ лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны.

Принцип действия РЭМ основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов – зондом. В результате взаимодействия электронов с образцом (веществом) генерируются различные сигналы.

**С помощью электронно-зондового микроанализа** возможно определение элементного состава локального участка исследуемого вещества.

- Электронно-зондовый микроанализ позволяет обнаружить присутствие в объеме порядка  $0,1\text{--}2 \text{ мкм}^3$  практически всех элементов периодической системы в пределах 2–20 % их массового содержания.
- Абсолютная чувствительность электронно-зондового микроанализа гораздо меньше, чем чувствительность методов эмиссионного спектрального или рентгеновского флуоресцентного анализа.

Основные компоненты электронно-зондовых  
микроанализаторов

- ✓ электронно-оптическая система (электронная пушка и электромагнитные линзы)
- ✓ оптический микроскоп
- ✓ рентгеновский спектрометр (устройство для сканирования распределения элементов по поверхности объекта).

Рентгеновские спектрометры – улавливание  
рентгеновского излучения

Приставки - регистрация интенсивности линий и всех  
параметров процесса.



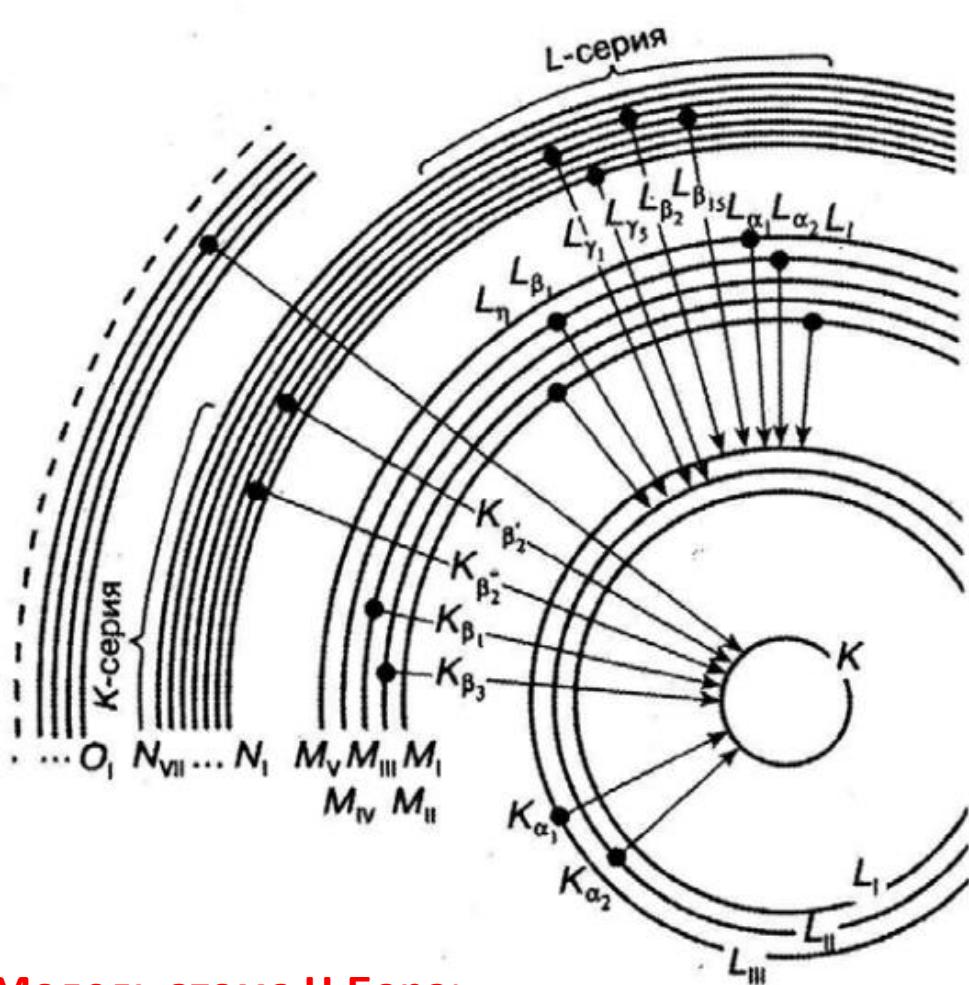
**Микроанализаторы  
(Oxford instruments)**

**Растровая электронная микроскопия.  
Рентгеноспектральный анализ.**

Рентгеноспектральный анализ (PCA) =  
рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) =  
Рентгенофлуоресцентная спектрометрия (РФСА) =  
рентгенофлуоресцентная спектрометрия (РФС) =  
X-ray fluorescence (XRF)

**Не путать с рентгенофазовым анализом!!!!**

# Растровая электронная микроскопия. Рентгеноспектральный анализ.



## Модель атома Н.Бора:

Первая оболочка (К) - один подуровень **1s**.

Вторая оболочка (L) - два подуровня **2s** и **2p**.

Третья оболочка (M) - три подуровня **3s**, **3p** и **3d**.

Английский физик Генри Мозли в 1913 году установил **закон**, названный его именем, связывающий **частоты линий** рентгеновского спектра с **атомным номером** испускающего их элемента Z:

$$\nu = R(Z - \sigma)^2 \left( \frac{1}{k^2} - \frac{1}{n^2} \right)$$

$R=3.29*10^{-15} \text{ } c^{-1}$  постоянная Ридберга;  $\sigma$  – постоянная, учитывающая роль окружающих ядро электронов. Чем дальше электрон от ядра, тем  $\sigma$  больше.  
 $k=3, 4, 5 \dots n=k+1, k+2, k+3 \dots$

# Рентгеноспектральный анализ.

Источник излучения (электронная пушка)

ДЕТЕКТОР (энергодисперсионный (ЕД=EDS=EDX или волновой (ВД=WDS=WDX)

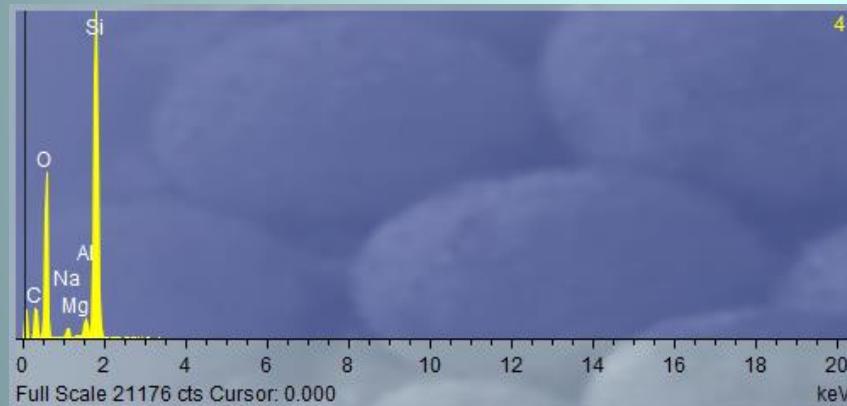
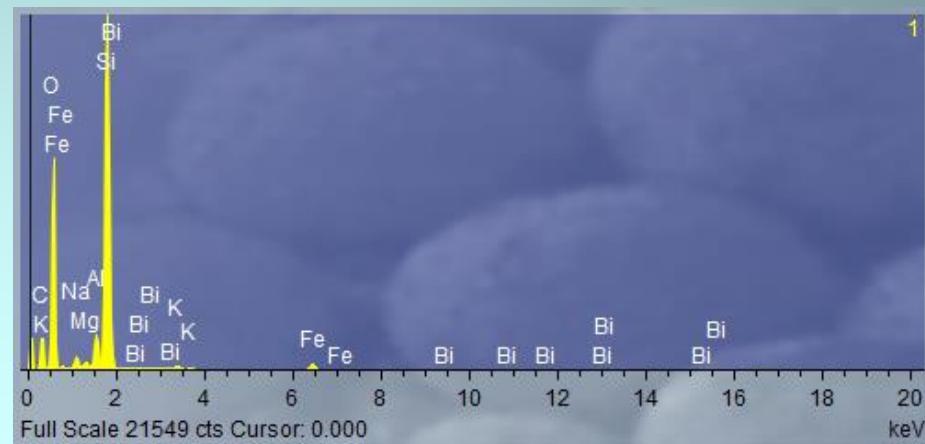
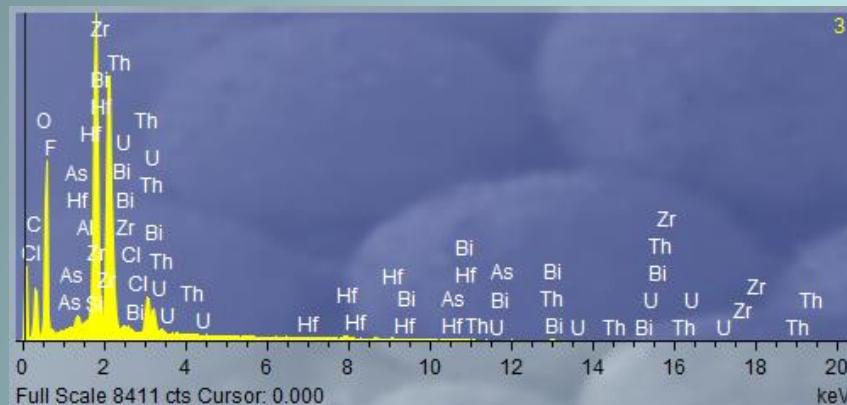
Первичное (тормозное) излучение

Образец

Вторичное излучение (рентгеновская флуоресценция = **характеристическое излучение**)

## Рентгеноспектральный анализ.

## Спектры характеристического рентгеновского излучения



**Интенсивность излучения, имп.сек**

Частота рентгеновского излучения (Гц) = энергия (кЭВ)

Сколько?

# Какой хим.элемент

## Рентгеноспектральный анализ.

Можно определять элементы таблицы Менделеева от бора!

|     |     |                                               |                                             |      |        |       |      |        |     |     |     |     |     |     |
|-----|-----|-----------------------------------------------|---------------------------------------------|------|--------|-------|------|--------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 1   | 1   | EDX-7000: $^{11}\text{Na}$ to $^{92}\text{U}$ |                                             |      |        |       |      |        |     |     |     |     |     | 18  |
| 2   | Li  | Be                                            | EDX-8000: $^{6}\text{C}$ to $^{92}\text{U}$ |      |        |       |      |        |     |     |     |     |     |     |
| 3   | 11  | 12                                            | Lower Detection Limits                      |      |        |       |      |        |     |     |     |     |     |     |
| 4   | Na  | Mg                                            | 10%                                         | 0.5% | 100ppm | 10ppm | 1ppm | 0.1ppm | 13  | 14  | 15  | 16  | 17  | 18  |
| 5   | K   | Ca                                            | Sc                                          | Ti   | V      | Cr    | Mn   | Fe     | Co  | Ni  | Cu  | Zn  | Ga  | Ge  |
| 6   | Rb  | Sr                                            | Y                                           | Zr   | Nb     | Mo    | Tc   | Ru     | Rh  | Pd  | Ag  | Cd  | In  | Sn  |
| 7   | Cs  | Ba                                            | *                                           | Hf   | Ta     | W     | Re   | Os     | Ir  | Pt  | Au  | Hg  | Tl  | Pb  |
| 8   | Fr  | Ra                                            | 89-103                                      | 104  | 105    | 106   | 107  | 108    | 109 | 110 | 111 | 112 | 113 | 114 |
| 9   | *   | La                                            | Ce                                          | Pr   | Nd     | Pm    | Sm   | Eu     | Gd  | Tb  | Dy  | Ho  | Er  | Tm  |
| 10  | **  | Ac                                            | Th                                          | Pa   | U      | Np    | Pu   | Am     | Cm  | Bk  | Cf  | Es  | Fm  | Md  |
| 11  | 12  | 13                                            | 14                                          | 15   | 16     | 17    | 18   | 19     | 20  | 21  | 22  | 23  | 24  | 25  |
| 12  | 13  | 14                                            | 15                                          | 16   | 17     | 18    | 19   | 20     | 21  | 22  | 23  | 24  | 25  | 26  |
| 13  | 14  | 15                                            | 16                                          | 17   | 18     | 19    | 20   | 21     | 22  | 23  | 24  | 25  | 26  | 27  |
| 14  | 15  | 16                                            | 17                                          | 18   | 19     | 20    | 21   | 22     | 23  | 24  | 25  | 26  | 27  | 28  |
| 15  | 16  | 17                                            | 18                                          | 19   | 20     | 21    | 22   | 23     | 24  | 25  | 26  | 27  | 28  | 29  |
| 16  | 17  | 18                                            | 19                                          | 20   | 21     | 22    | 23   | 24     | 25  | 26  | 27  | 28  | 29  | 30  |
| 17  | 18  | 19                                            | 20                                          | 21   | 22     | 23    | 24   | 25     | 26  | 27  | 28  | 29  | 30  | 31  |
| 18  | 19  | 20                                            | 21                                          | 22   | 23     | 24    | 25   | 26     | 27  | 28  | 29  | 30  | 31  | 32  |
| 19  | 20  | 21                                            | 22                                          | 23   | 24     | 25    | 26   | 27     | 28  | 29  | 30  | 31  | 32  | 33  |
| 20  | 21  | 22                                            | 23                                          | 24   | 25     | 26    | 27   | 28     | 29  | 30  | 31  | 32  | 33  | 34  |
| 21  | 22  | 23                                            | 24                                          | 25   | 26     | 27    | 28   | 29     | 30  | 31  | 32  | 33  | 34  | 35  |
| 22  | 23  | 24                                            | 25                                          | 26   | 27     | 28    | 29   | 30     | 31  | 32  | 33  | 34  | 35  | 36  |
| 23  | 24  | 25                                            | 26                                          | 27   | 28     | 29    | 30   | 31     | 32  | 33  | 34  | 35  | 36  | 37  |
| 24  | 25  | 26                                            | 27                                          | 28   | 29     | 30    | 31   | 32     | 33  | 34  | 35  | 36  | 37  | 38  |
| 25  | 26  | 27                                            | 28                                          | 29   | 30     | 31    | 32   | 33     | 34  | 35  | 36  | 37  | 38  | 39  |
| 26  | 27  | 28                                            | 29                                          | 30   | 31     | 32    | 33   | 34     | 35  | 36  | 37  | 38  | 39  | 40  |
| 27  | 28  | 29                                            | 30                                          | 31   | 32     | 33    | 34   | 35     | 36  | 37  | 38  | 39  | 40  | 41  |
| 28  | 29  | 30                                            | 31                                          | 32   | 33     | 34    | 35   | 36     | 37  | 38  | 39  | 40  | 41  | 42  |
| 29  | 30  | 31                                            | 32                                          | 33   | 34     | 35    | 36   | 37     | 38  | 39  | 40  | 41  | 42  | 43  |
| 30  | 31  | 32                                            | 33                                          | 34   | 35     | 36    | 37   | 38     | 39  | 40  | 41  | 42  | 43  | 44  |
| 31  | 32  | 33                                            | 34                                          | 35   | 36     | 37    | 38   | 39     | 40  | 41  | 42  | 43  | 44  | 45  |
| 32  | 33  | 34                                            | 35                                          | 36   | 37     | 38    | 39   | 40     | 41  | 42  | 43  | 44  | 45  | 46  |
| 33  | 34  | 35                                            | 36                                          | 37   | 38     | 39    | 40   | 41     | 42  | 43  | 44  | 45  | 46  | 47  |
| 34  | 35  | 36                                            | 37                                          | 38   | 39     | 40    | 41   | 42     | 43  | 44  | 45  | 46  | 47  | 48  |
| 35  | 36  | 37                                            | 38                                          | 39   | 40     | 41    | 42   | 43     | 44  | 45  | 46  | 47  | 48  | 49  |
| 36  | 37  | 38                                            | 39                                          | 40   | 41     | 42    | 43   | 44     | 45  | 46  | 47  | 48  | 49  | 50  |
| 37  | 38  | 39                                            | 40                                          | 41   | 42     | 43    | 44   | 45     | 46  | 47  | 48  | 49  | 50  | 51  |
| 38  | 39  | 40                                            | 41                                          | 42   | 43     | 44    | 45   | 46     | 47  | 48  | 49  | 50  | 51  | 52  |
| 39  | 40  | 41                                            | 42                                          | 43   | 44     | 45    | 46   | 47     | 48  | 49  | 50  | 51  | 52  | 53  |
| 40  | 41  | 42                                            | 43                                          | 44   | 45     | 46    | 47   | 48     | 49  | 50  | 51  | 52  | 53  | 54  |
| 41  | 42  | 43                                            | 44                                          | 45   | 46     | 47    | 48   | 49     | 50  | 51  | 52  | 53  | 54  | 55  |
| 42  | 43  | 44                                            | 45                                          | 46   | 47     | 48    | 49   | 50     | 51  | 52  | 53  | 54  | 55  | 56  |
| 43  | 44  | 45                                            | 46                                          | 47   | 48     | 49    | 50   | 51     | 52  | 53  | 54  | 55  | 56  | 57  |
| 44  | 45  | 46                                            | 47                                          | 48   | 49     | 50    | 51   | 52     | 53  | 54  | 55  | 56  | 57  | 58  |
| 45  | 46  | 47                                            | 48                                          | 49   | 50     | 51    | 52   | 53     | 54  | 55  | 56  | 57  | 58  | 59  |
| 46  | 47  | 48                                            | 49                                          | 50   | 51     | 52    | 53   | 54     | 55  | 56  | 57  | 58  | 59  | 60  |
| 47  | 48  | 49                                            | 50                                          | 51   | 52     | 53    | 54   | 55     | 56  | 57  | 58  | 59  | 60  | 61  |
| 48  | 49  | 50                                            | 51                                          | 52   | 53     | 54    | 55   | 56     | 57  | 58  | 59  | 60  | 61  | 62  |
| 49  | 50  | 51                                            | 52                                          | 53   | 54     | 55    | 56   | 57     | 58  | 59  | 60  | 61  | 62  | 63  |
| 50  | 51  | 52                                            | 53                                          | 54   | 55     | 56    | 57   | 58     | 59  | 60  | 61  | 62  | 63  | 64  |
| 51  | 52  | 53                                            | 54                                          | 55   | 56     | 57    | 58   | 59     | 60  | 61  | 62  | 63  | 64  | 65  |
| 52  | 53  | 54                                            | 55                                          | 56   | 57     | 58    | 59   | 60     | 61  | 62  | 63  | 64  | 65  | 66  |
| 53  | 54  | 55                                            | 56                                          | 57   | 58     | 59    | 60   | 61     | 62  | 63  | 64  | 65  | 66  | 67  |
| 54  | 55  | 56                                            | 57                                          | 58   | 59     | 60    | 61   | 62     | 63  | 64  | 65  | 66  | 67  | 68  |
| 55  | 56  | 57                                            | 58                                          | 59   | 60     | 61    | 62   | 63     | 64  | 65  | 66  | 67  | 68  | 69  |
| 56  | 57  | 58                                            | 59                                          | 60   | 61     | 62    | 63   | 64     | 65  | 66  | 67  | 68  | 69  | 70  |
| 57  | 58  | 59                                            | 60                                          | 61   | 62     | 63    | 64   | 65     | 66  | 67  | 68  | 69  | 70  | 71  |
| 58  | 59  | 60                                            | 61                                          | 62   | 63     | 64    | 65   | 66     | 67  | 68  | 69  | 70  | 71  | 72  |
| 59  | 60  | 61                                            | 62                                          | 63   | 64     | 65    | 66   | 67     | 68  | 69  | 70  | 71  | 72  | 73  |
| 60  | 61  | 62                                            | 63                                          | 64   | 65     | 66    | 67   | 68     | 69  | 70  | 71  | 72  | 73  | 74  |
| 61  | 62  | 63                                            | 64                                          | 65   | 66     | 67    | 68   | 69     | 70  | 71  | 72  | 73  | 74  | 75  |
| 62  | 63  | 64                                            | 65                                          | 66   | 67     | 68    | 69   | 70     | 71  | 72  | 73  | 74  | 75  | 76  |
| 63  | 64  | 65                                            | 66                                          | 67   | 68     | 69    | 70   | 71     | 72  | 73  | 74  | 75  | 76  | 77  |
| 64  | 65  | 66                                            | 67                                          | 68   | 69     | 70    | 71   | 72     | 73  | 74  | 75  | 76  | 77  | 78  |
| 65  | 66  | 67                                            | 68                                          | 69   | 70     | 71    | 72   | 73     | 74  | 75  | 76  | 77  | 78  | 79  |
| 66  | 67  | 68                                            | 69                                          | 70   | 71     | 72    | 73   | 74     | 75  | 76  | 77  | 78  | 79  | 80  |
| 67  | 68  | 69                                            | 70                                          | 71   | 72     | 73    | 74   | 75     | 76  | 77  | 78  | 79  | 80  | 81  |
| 68  | 69  | 70                                            | 71                                          | 72   | 73     | 74    | 75   | 76     | 77  | 78  | 79  | 80  | 81  | 82  |
| 69  | 70  | 71                                            | 72                                          | 73   | 74     | 75    | 76   | 77     | 78  | 79  | 80  | 81  | 82  | 83  |
| 70  | 71  | 72                                            | 73                                          | 74   | 75     | 76    | 77   | 78     | 79  | 80  | 81  | 82  | 83  | 84  |
| 71  | 72  | 73                                            | 74                                          | 75   | 76     | 77    | 78   | 79     | 80  | 81  | 82  | 83  | 84  | 85  |
| 72  | 73  | 74                                            | 75                                          | 76   | 77     | 78    | 79   | 80     | 81  | 82  | 83  | 84  | 85  | 86  |
| 73  | 74  | 75                                            | 76                                          | 77   | 78     | 79    | 80   | 81     | 82  | 83  | 84  | 85  | 86  | 87  |
| 74  | 75  | 76                                            | 77                                          | 78   | 79     | 80    | 81   | 82     | 83  | 84  | 85  | 86  | 87  | 88  |
| 75  | 76  | 77                                            | 78                                          | 79   | 80     | 81    | 82   | 83     | 84  | 85  | 86  | 87  | 88  | 89  |
| 76  | 77  | 78                                            | 79                                          | 80   | 81     | 82    | 83   | 84     | 85  | 86  | 87  | 88  | 89  | 90  |
| 77  | 78  | 79                                            | 80                                          | 81   | 82     | 83    | 84   | 85     | 86  | 87  | 88  | 89  | 90  | 91  |
| 78  | 79  | 80                                            | 81                                          | 82   | 83     | 84    | 85   | 86     | 87  | 88  | 89  | 90  | 91  | 92  |
| 79  | 80  | 81                                            | 82                                          | 83   | 84     | 85    | 86   | 87     | 88  | 89  | 90  | 91  | 92  | 93  |
| 80  | 81  | 82                                            | 83                                          | 84   | 85     | 86    | 87   | 88     | 89  | 90  | 91  | 92  | 93  | 94  |
| 81  | 82  | 83                                            | 84                                          | 85   | 86     | 87    | 88   | 89     | 90  | 91  | 92  | 93  | 94  | 95  |
| 82  | 83  | 84                                            | 85                                          | 86   | 87     | 88    | 89   | 90     | 91  | 92  | 93  | 94  | 95  | 96  |
| 83  | 84  | 85                                            | 86                                          | 87   | 88     | 89    | 90   | 91     | 92  | 93  | 94  | 95  | 96  | 97  |
| 84  | 85  | 86                                            | 87                                          | 88   | 89     | 90    | 91   | 92     | 93  | 94  | 95  | 96  | 97  | 98  |
| 85  | 86  | 87                                            | 88                                          | 89   | 90     | 91    | 92   | 93     | 94  | 95  | 96  | 97  | 98  | 99  |
| 86  | 87  | 88                                            | 89                                          | 90   | 91     | 92    | 93   | 94     | 95  | 96  | 97  | 98  | 99  | 100 |
| 87  | 88  | 89                                            | 90                                          | 91   | 92     | 93    | 94   | 95     | 96  | 97  | 98  | 99  | 100 | 101 |
| 88  | 89  | 90                                            | 91                                          | 92   | 93     | 94    | 95   | 96     | 97  | 98  | 99  | 100 | 101 | 102 |
| 89  | 90  | 91                                            | 92                                          | 93   | 94     | 95    | 96   | 97     | 98  | 99  | 100 | 101 | 102 | 103 |
| 90  | 91  | 92                                            | 93                                          | 94   | 95     | 96    | 97   | 98     | 99  | 100 | 101 | 102 | 103 | 104 |
| 91  | 92  | 93                                            | 94                                          | 95   | 96     | 97    | 98   | 99     | 100 | 101 | 102 | 103 | 104 | 105 |
| 92  | 93  | 94                                            | 95                                          | 96   | 97     | 98    | 99   | 100    | 101 | 102 | 103 | 104 | 105 | 106 |
| 93  | 94  | 95                                            | 96                                          | 97   | 98     | 99    | 100  | 101    | 102 | 103 | 104 | 105 | 106 | 107 |
| 94  | 95  | 96                                            | 97                                          | 98   | 99     | 100   | 101  | 102    | 103 | 104 | 105 | 106 | 107 | 108 |
| 95  | 96  | 97                                            | 98                                          | 99   | 100    | 101   | 102  | 103    | 104 | 105 | 106 | 107 | 108 | 109 |
| 96  | 97  | 98                                            | 99                                          | 100  | 101    | 102   | 103  | 104    | 105 | 106 | 107 | 108 | 109 | 110 |
| 97  | 98  | 99                                            | 100                                         | 101  | 102    | 103   | 104  | 105    | 106 | 107 | 108 | 109 | 108 | 111 |
| 98  | 99  | 100                                           | 101                                         | 102  | 103    | 104   | 105  | 106    | 107 | 108 | 109 | 108 | 111 | 112 |
| 99  | 100 | 101                                           | 102                                         | 103  | 104    | 105   | 106  | 107    | 108 | 109 | 108 | 111 | 112 | 113 |
| 100 | 101 | 102                                           | 103                                         | 104  | 105    | 106   | 107  | 108    | 109 | 108 | 111 | 112 | 113 | 114 |
| 101 | 102 | 103                                           | 104                                         | 105  | 106    | 107   | 108  | 109    | 108 | 111 | 112 | 113 | 114 | 115 |
| 102 | 103 | 104                                           | 105                                         | 106  | 107    | 108   | 109  | 108    | 111 | 112 | 113 | 114 | 115 | 116 |
| 103 | 104 | 105                                           | 106                                         | 107  | 108    | 109   | 108  | 111    | 112 | 113 | 114 | 115 | 116 | 117 |
| 104 | 105 | 106                                           | 107                                         | 108  | 109    | 108   | 111  | 112    | 113 | 114 | 115 | 116 | 117 | 118 |

Для разных групп элементов - различные значения силы тока и напряжения на трубке  
Для исследования лёгких элементов - **10 кВ**, для средних **20-30 кВ**, для тяжелых – **40-50 кВ**

# Рентгеноспектральный анализ.

## Детекторы рентгеновского излучения

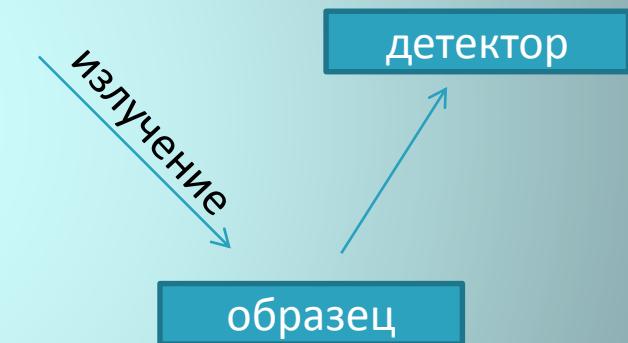
Энергодисперсионный детектор (**ЭД**) =Energy Dispersive Spectroscopy  
(**EDS**)= Energy-dispersive X-ray spectroscopy (**EDX**)

**Принцип работы:** характеристическое рентгеновское излучение (поток фотонов) превращается в электрические импульсы, генерирующие электрический ток.

Частота тока  $\sim$  энергия фотона

Интенсивность тока  $\sim$  количество фотонов

Т.е. получаем одновременно ВЕСЬ спектр



+

Один детектор на  
все элементы  
Быстрый анализ

-

Низкое  
разрешение  
Высокий предел  
обнаружения

# Рентгеноспектральный анализ.

## Детекторы рентгеновского излучения

Волнодисперсионный детектор (**ВД**) = Кристалл-дифракционный (**КД**)=Wave Dispersive Spectroscopy (**WDS**)= Wave-dispersive X-ray spectroscopy (**WDX**)

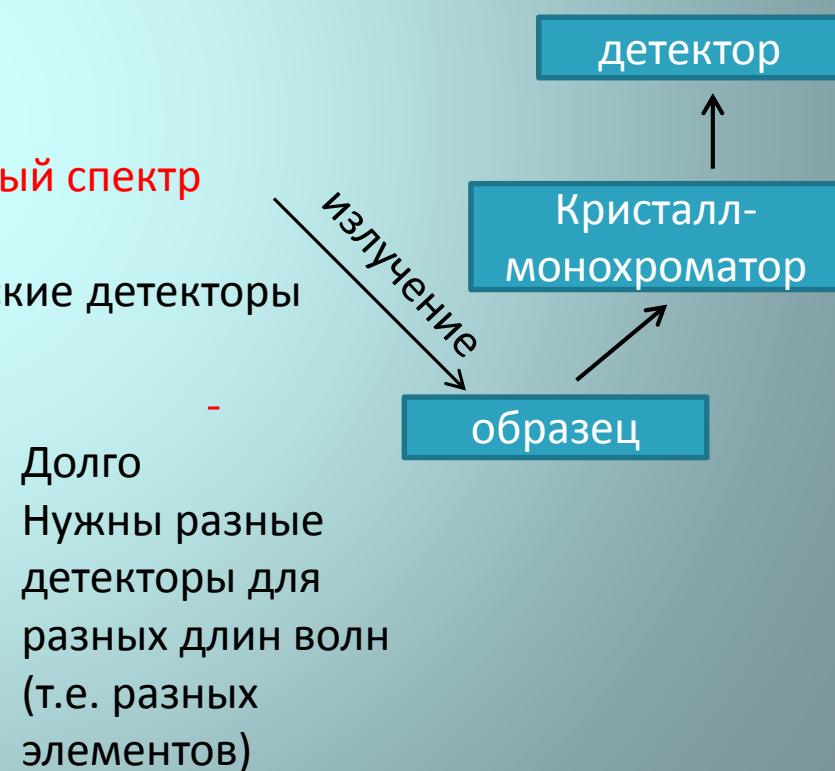
**Принцип работы:** характеристическое рентгеновское излучение (поток фотонов) попадает на кристалл-монохроматор, последовательно анализирующий каждую длину волны благодаря дифракции в соответствии с законом Брэгга-Вульфа:

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$

Т.е. **для каждой длины** волны снимаем **отдельный спектр**

Кристаллы-монохроматоры: LiF, Ge, синтетические детекторы

+  
Высокое  
разрешение  
Низкий предел  
обнаружения

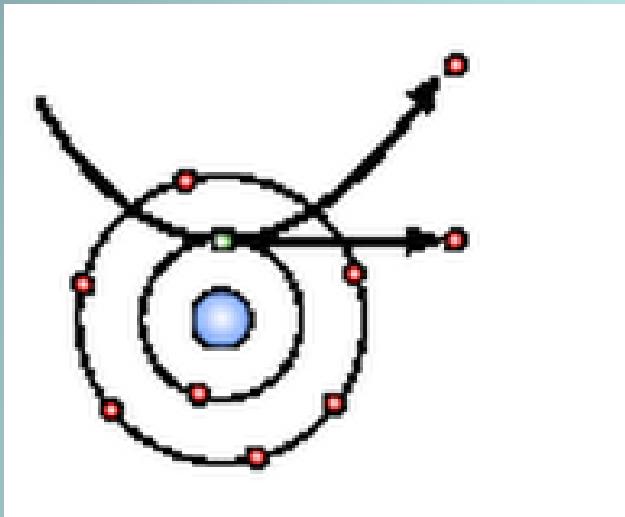


# Способы получения изображения в РЭМ

- Вторичные электроны
- Упруго-отраженные электроны
- Катодолюминесценция

# Растровая электронная микроскопия.

## Вторичные электроны.

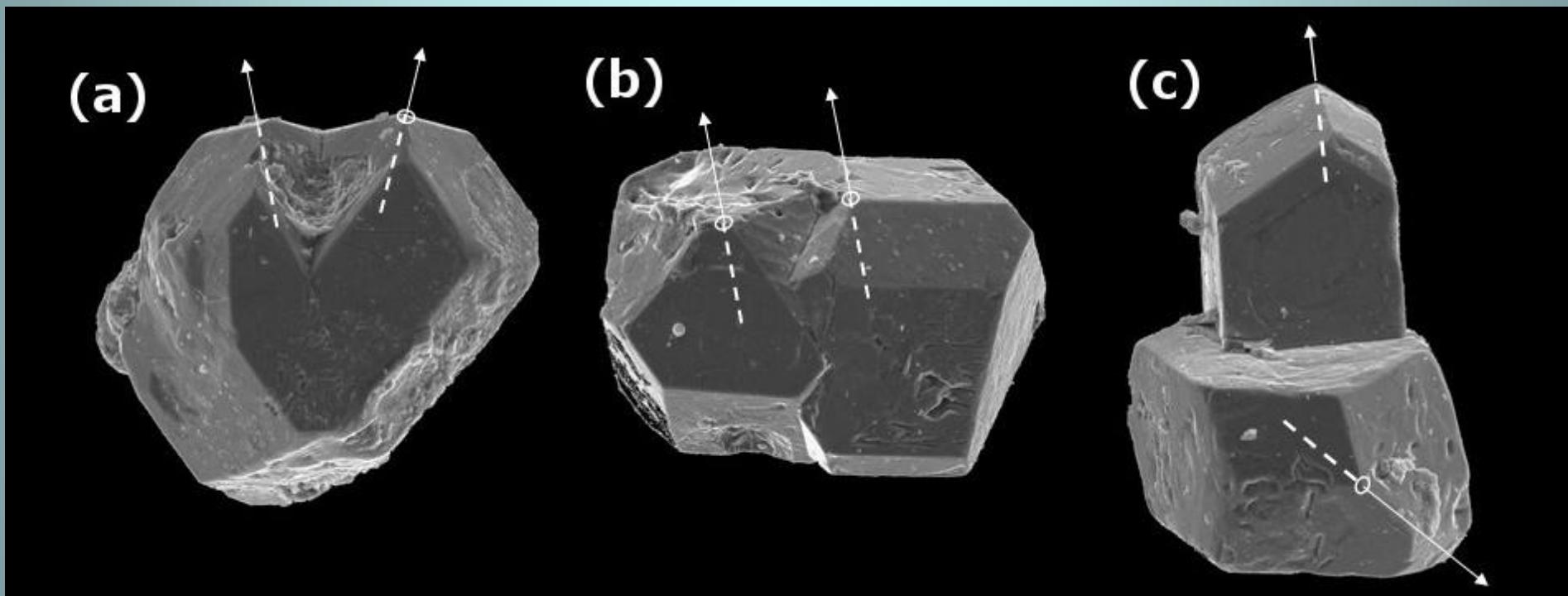


Первичные электроны выбивают электроны с внешних орбиталей образца, появляются вторичные электроны (Secondary Electrons, SE)

Вторичные электроны возникают лишь в поверхностном слое образца, т.е. интенсивность SE зависит от морфологии поверхности. Таким образом, SE изображения позволяют исследовать топографический контраст.

**Вторичные электроны** – рельеф поверхности («топографический контраст»).

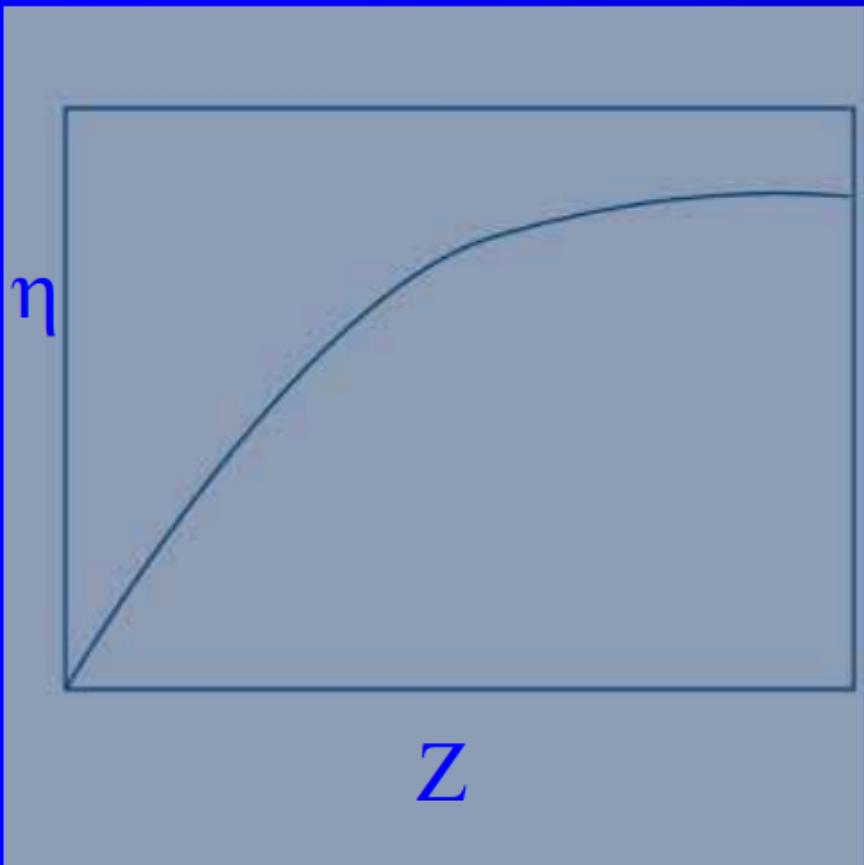
Применение: форма поверхности кристаллов и агрегатов



Двойники и срастания кристаллов циркона (с) М.М. Мачевариани

*Размеры кристаллов около 0,1-0,2 мм*

# Растровая электронная микроскопия. Отраженные электроны.



Зависимость коэффициента  
отражения электронов от  
среднего атомного номера  
вещества

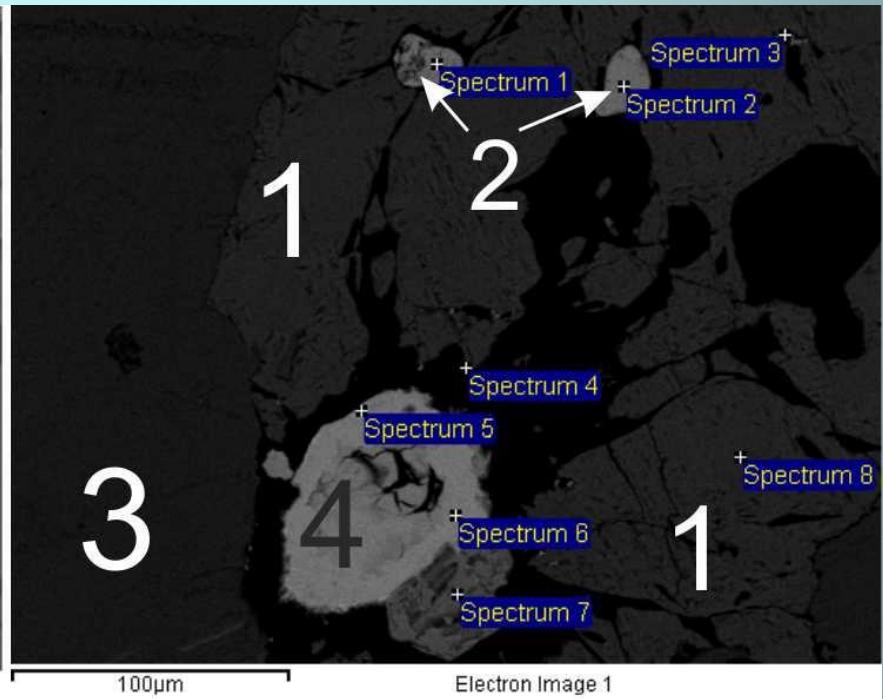
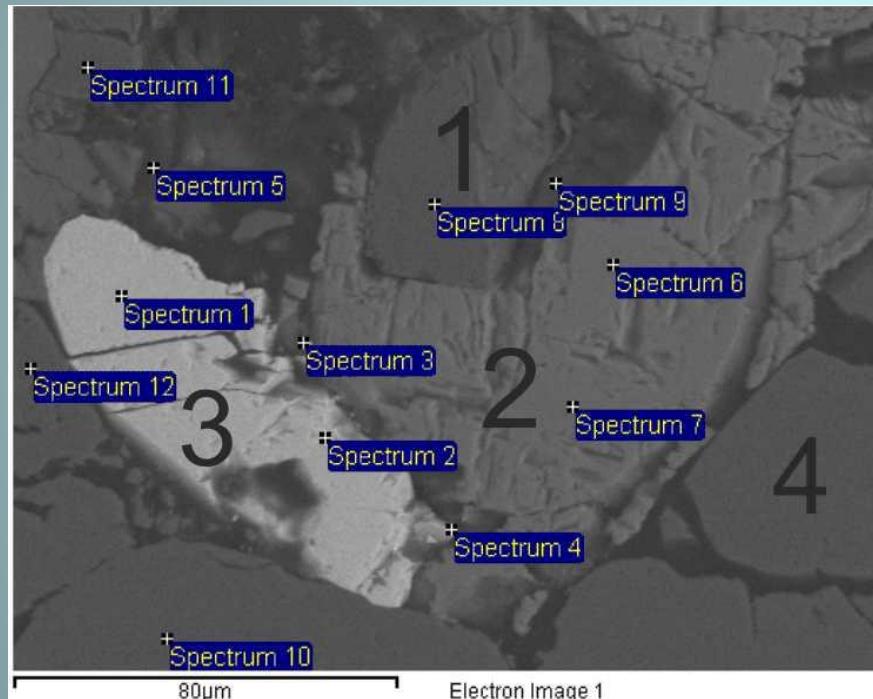
Часть первичных электронов  
отражается от ядер атомов,  
вследствие чего образуются  
**рассеянные назад электроны**  
(Back Scattered Electrons, **BSE**);

Коэффициент отражения  
электронов пропорционален  
атомному номеру элемента (т.е.  
количеству протонов в ядре, см.  
рисунок),  
построение  
изображений в режиме **BSE**  
позволяет производить  
**элементное и минералогическое  
картирование состава образца**.

# Растровая электронная микроскопия. Отраженные электроны.

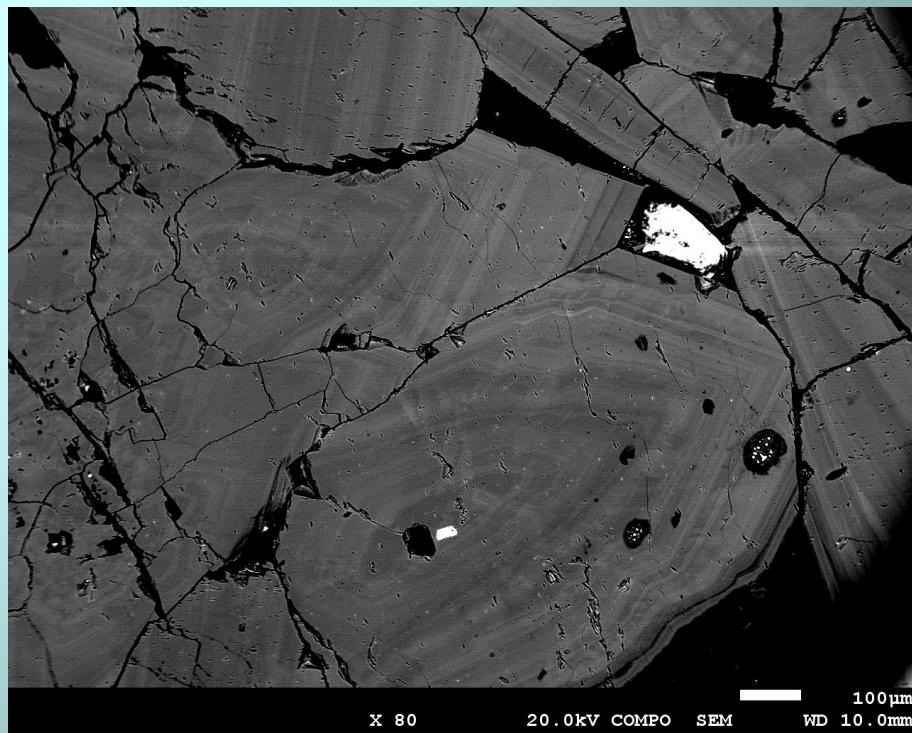
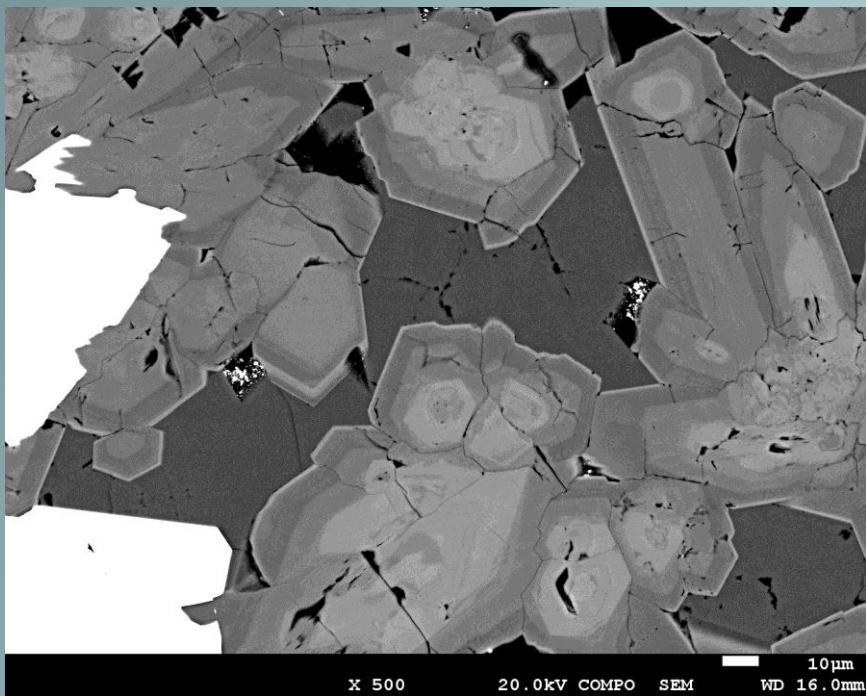
$\text{CaF}_2$ ;  
 $\text{Al}_2[\text{SiO}_4](\text{F},\text{OH})_2$ ;  
 $(\text{Ce}, \text{La}, \text{Nd}, \text{Th})[\text{PO}_4]$

$\text{CaF}_2$ ;  
 $\text{Al}_2[\text{SiO}_4](\text{F},\text{OH})_2$ ;  
 $(\text{Ce}, \text{La}, \text{Nd}, \text{Th})[\text{PO}_4]$ ;  
 $\text{SiO}_2$ ;  
 $\text{ZrSiO}_4$

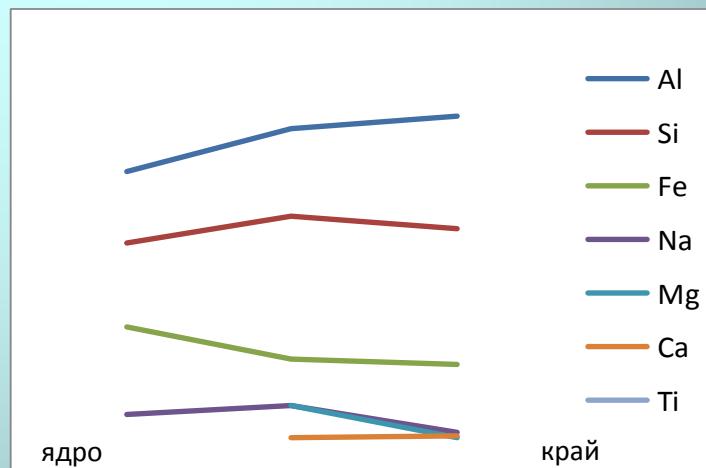
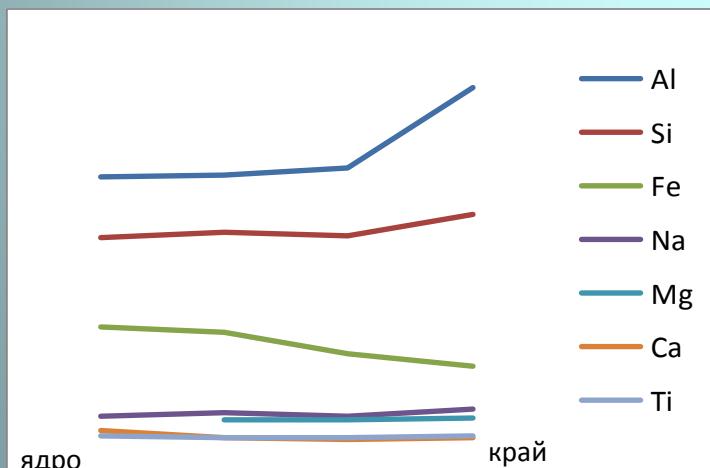
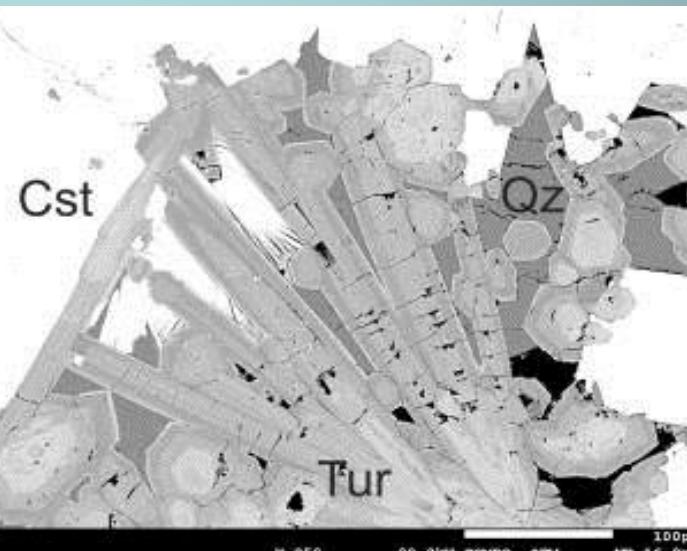
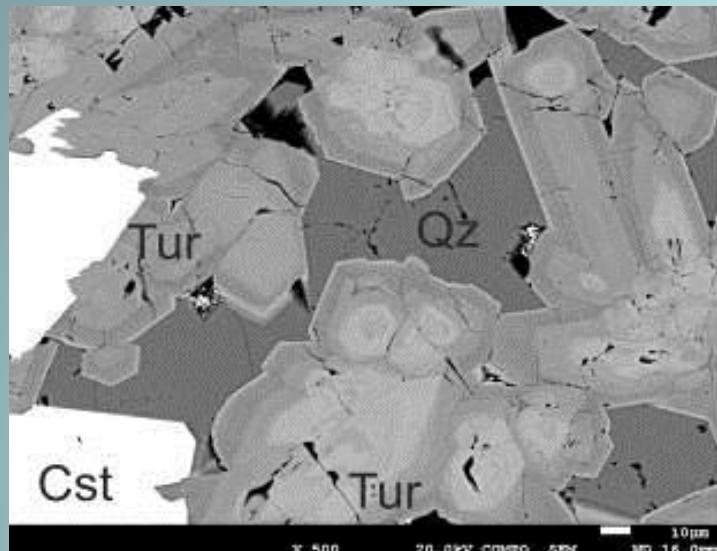


Правильный ответ:

Растровая электронная микроскопия.  
Отраженные электроны.



# Растровая электронная микроскопия. Отраженные электроны.



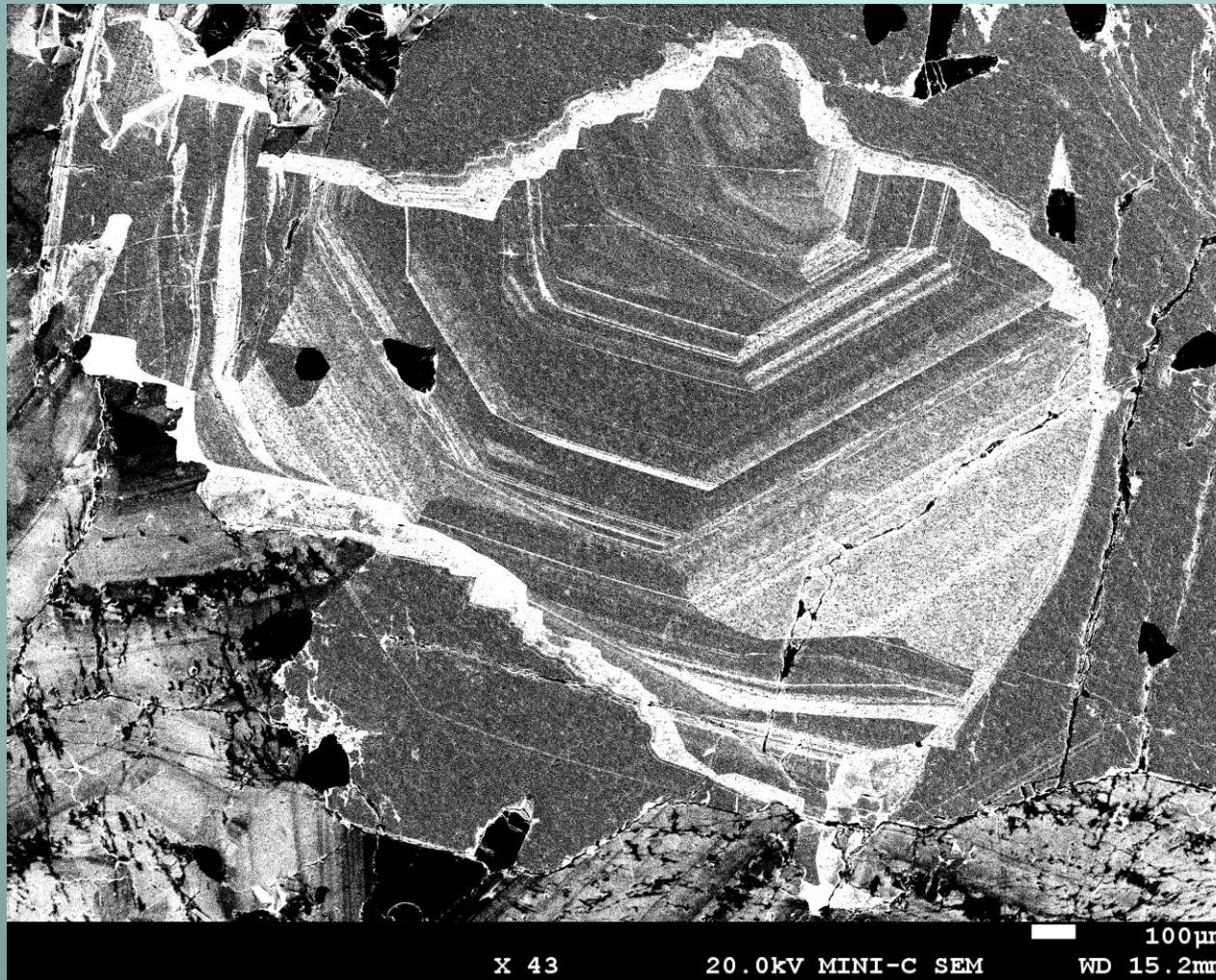
# Растровая электронная микроскопия. Катодолюминесценция.

**Катодолюминесценция (CL)** – свечение минералов под воздействием электронного луча (за счет примесей, дефектов структуры и т.д.).  
Применение: изучение внутреннего строения кристаллов

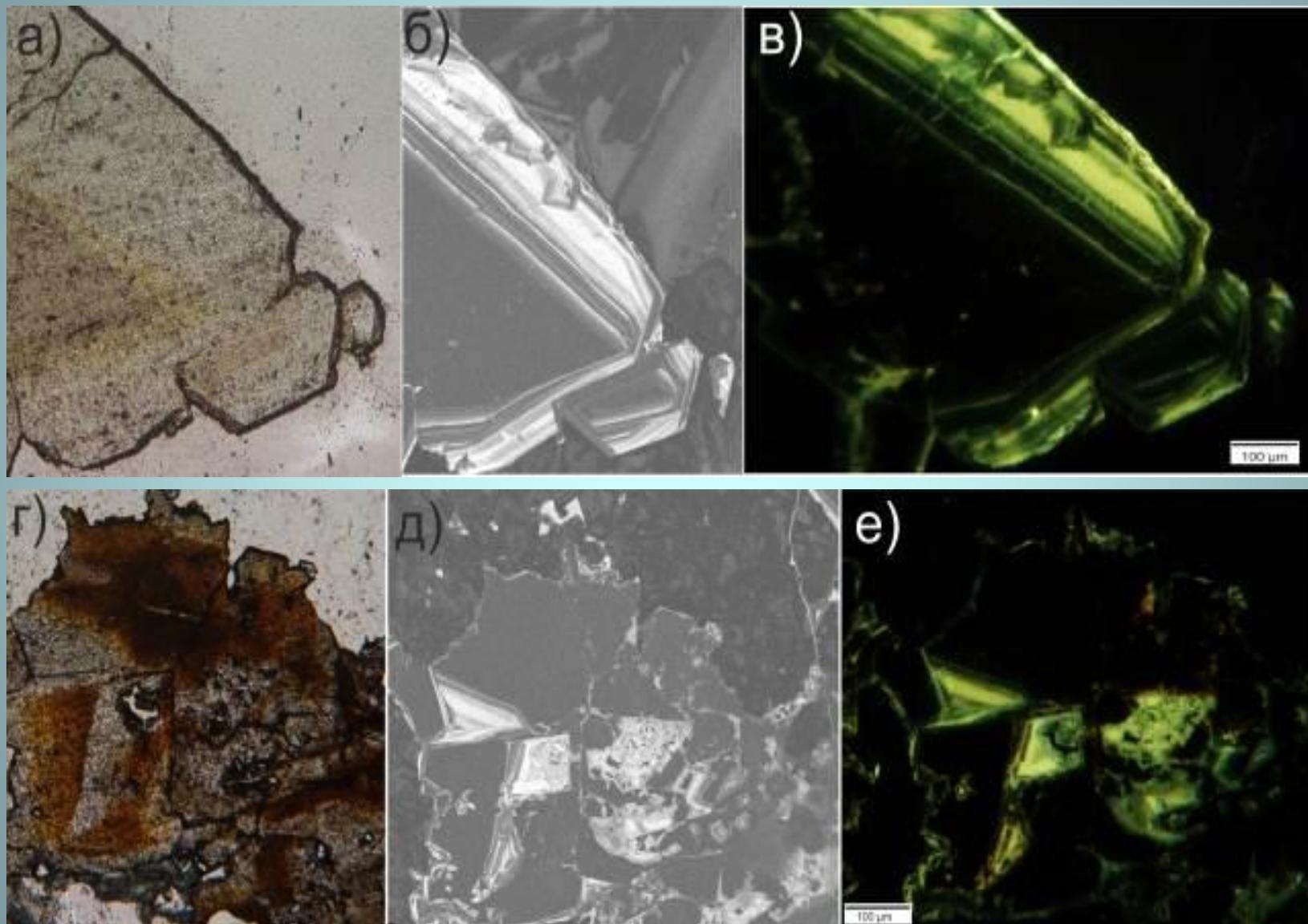


# Растровая электронная микроскопия. Катодолюминесценция.

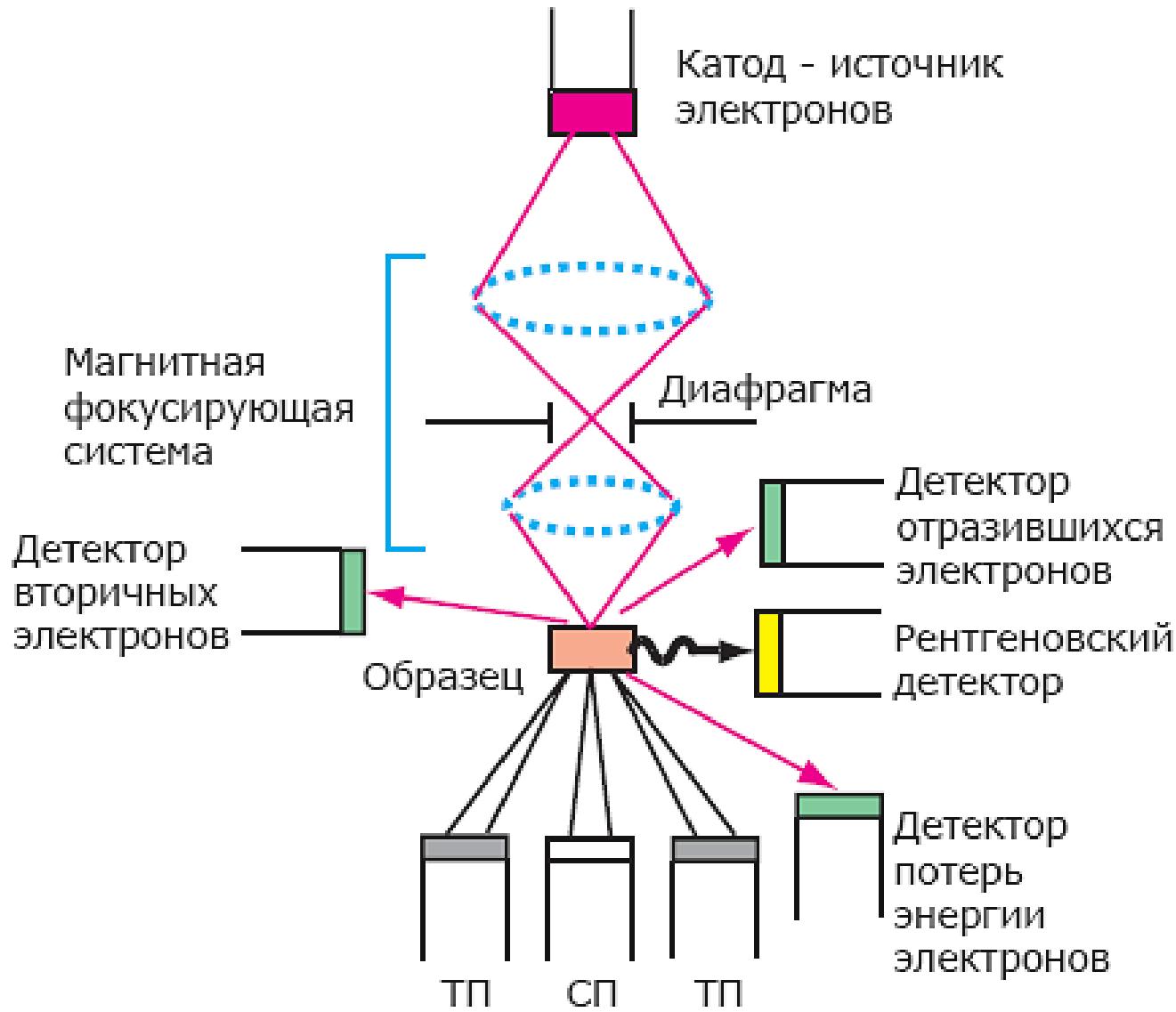
**Катодолюминесценция (CL)** – свечение минералов под воздействием электронного луча (за счет примесей, дефектов структуры и т.д.).  
Применение: изучение внутреннего строения кристаллов



Растровая электронная микроскопия.  
Катодолюминесценция.



# Устройство растрового электронного микроскопа



# Устройство растрового электронного микроскопа



JSM-7500F



**JSM-6510**

## Портативные рентгенофлуоресцентные спектрометры



## Подготовка образцов для ЭМ и микро-РСФА:

1. Типы проб (для количественного анализа нужна идеально ровная поверхность)
  1. Аншлифы
  2. Прозрачно-полированные пластиинки (ППШ)
  3. «Шайбы» - отдельные мелкие зерна, запрессованные в эпоксидную смолу и пришлифованные
2. Поверхность должна быть проводящей (напыление золотом или углеродом)
3. Предварительно нужно собрать максимально полную информацию об образце («валовый» химический анализ, оптическая микроскопия), чтобы корректно поставить задачу для ЭМ