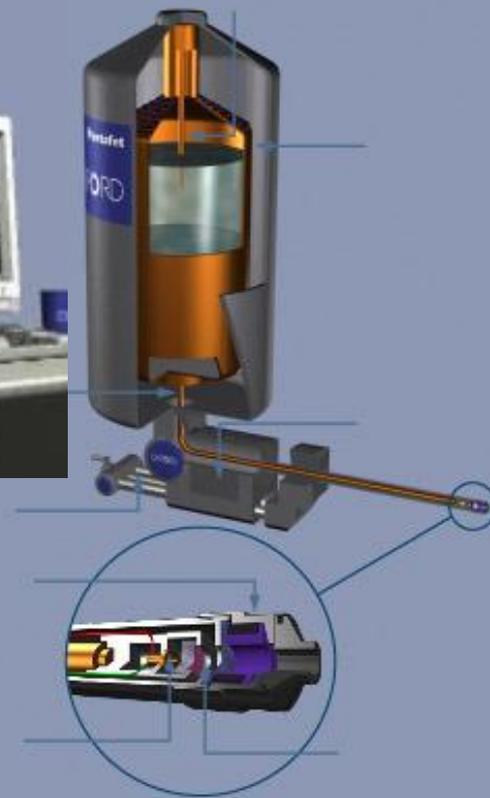
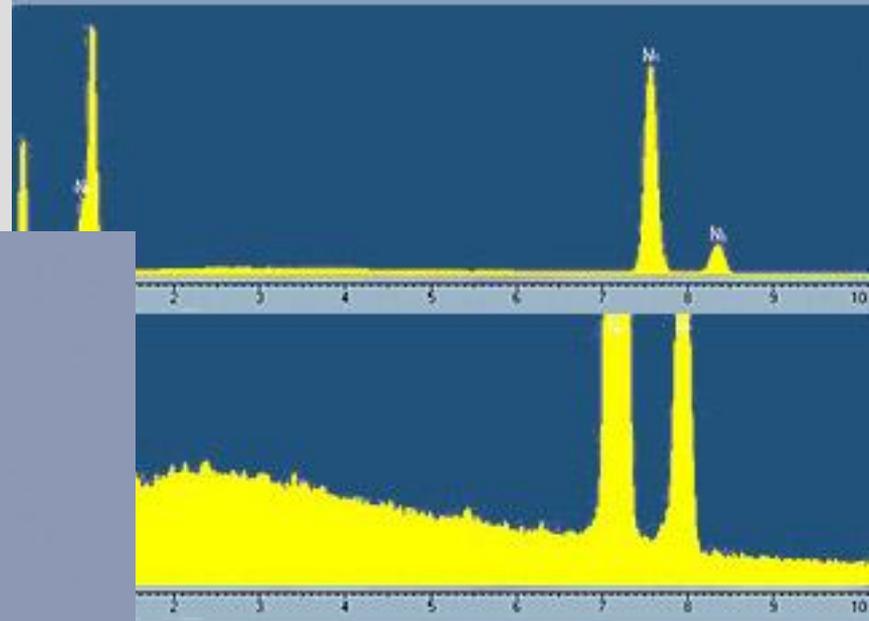
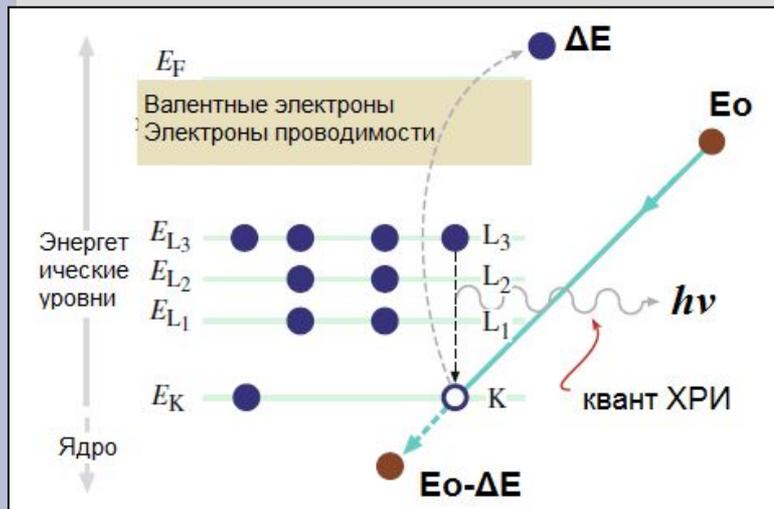


Исследование химического состава методом микрорентгеноспектрального анализа.

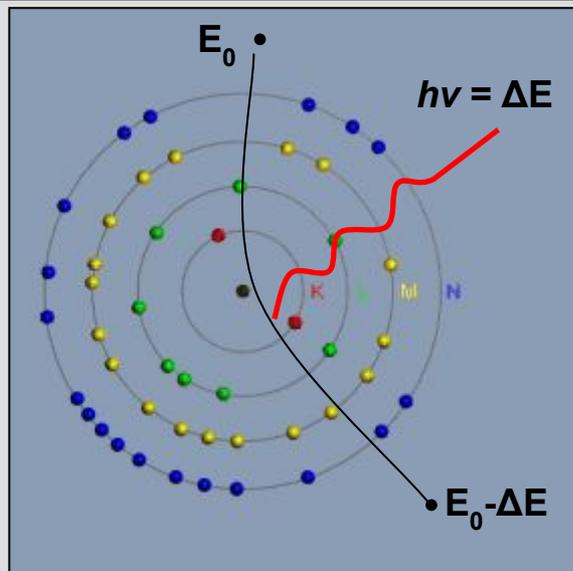


Характеристическое рентгеновское излучение

Электроны первичного пучка могут ионизировать (возбуждать) атомы образца, выбивая электроны с внутренних орбиталей атома. Вакансия может быть заполнена электроном с более высокой орбитали, при этом излишек энергии испускается в виде кванта характеристического рентгеновского излучения (ХРИ).

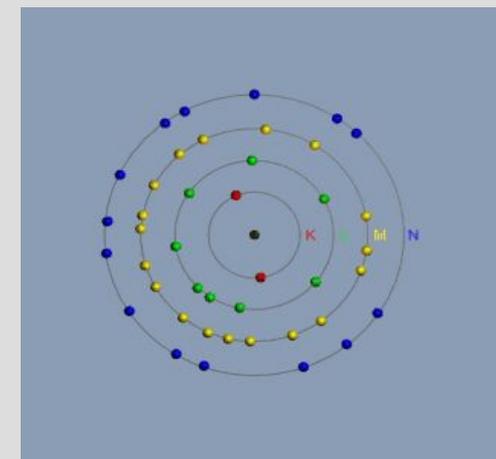
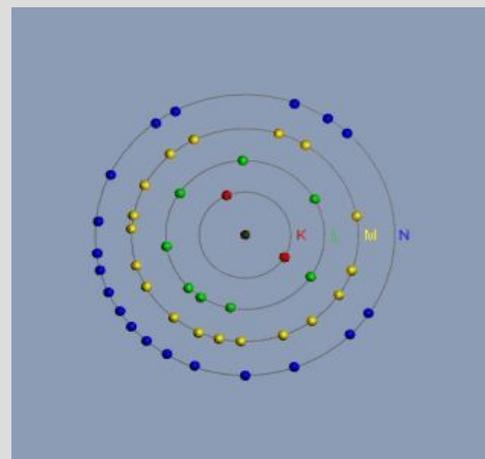
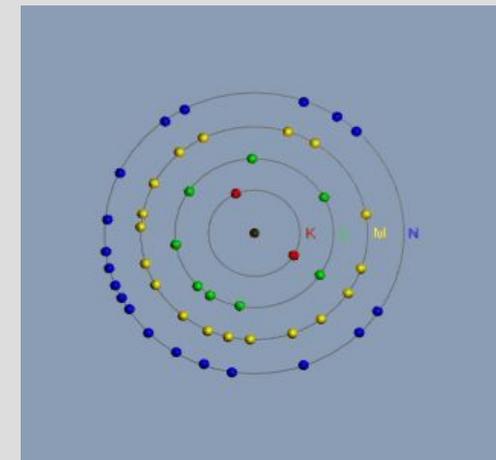
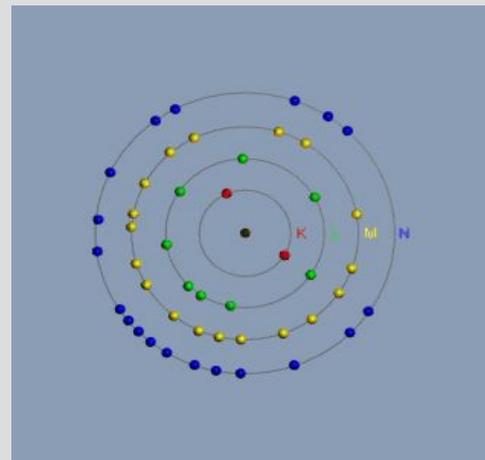
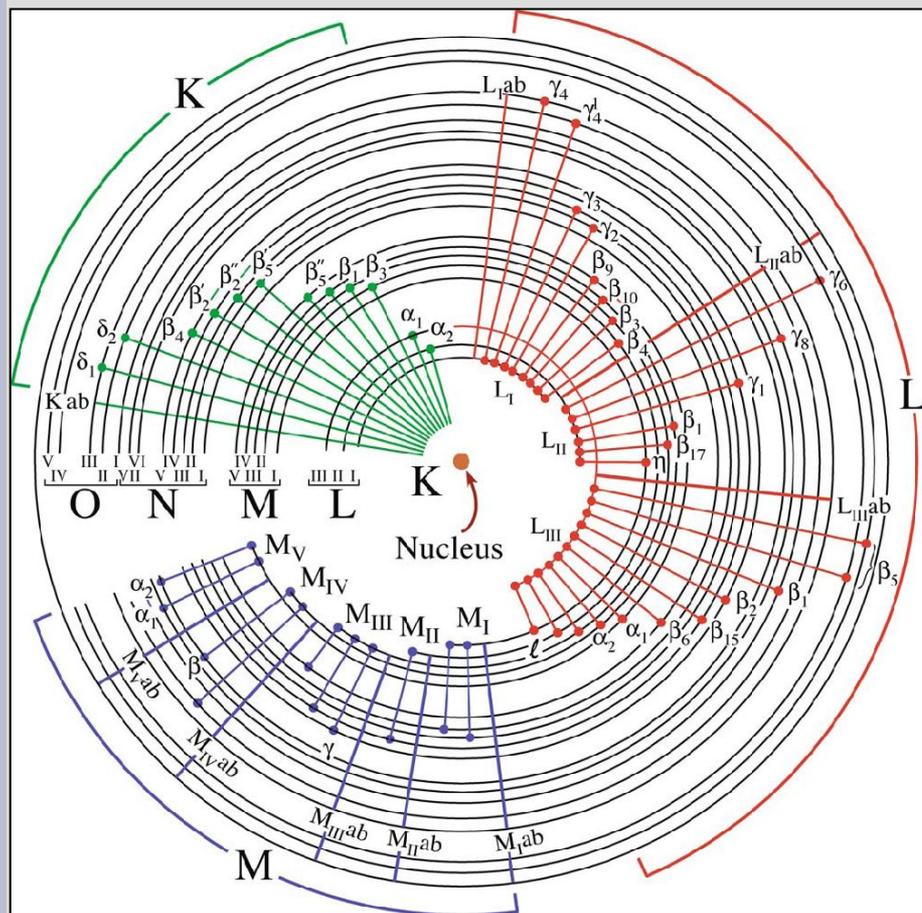


Набор возможных значений ΔE_{ij} определяется электронным строением атома и является уникальным для каждого химического элемента → **зная энергию кванта ХРИ, можно определить, каким химическим элементом данный квант был испущен**



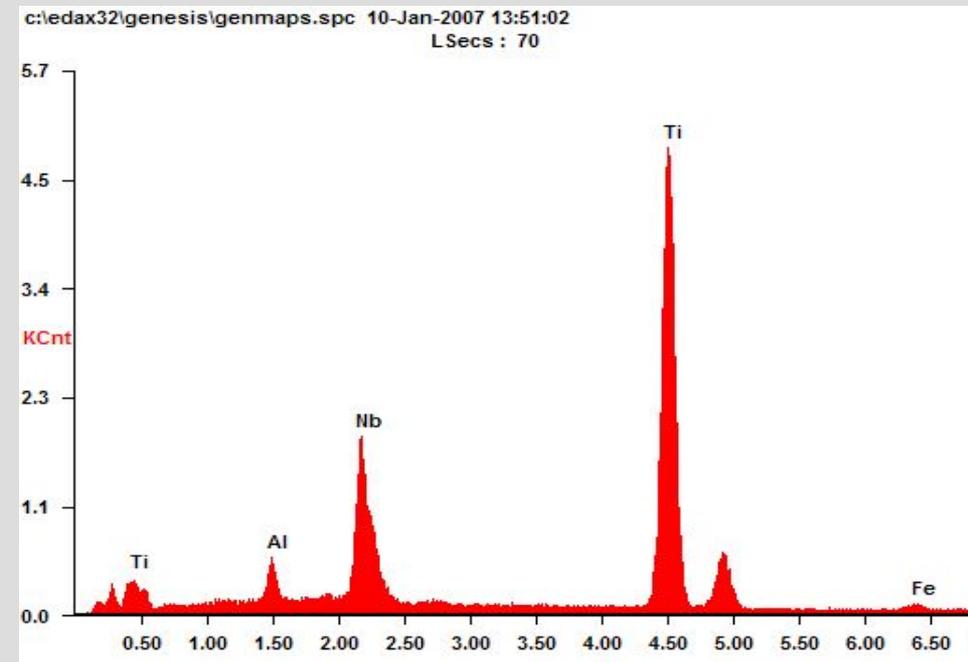
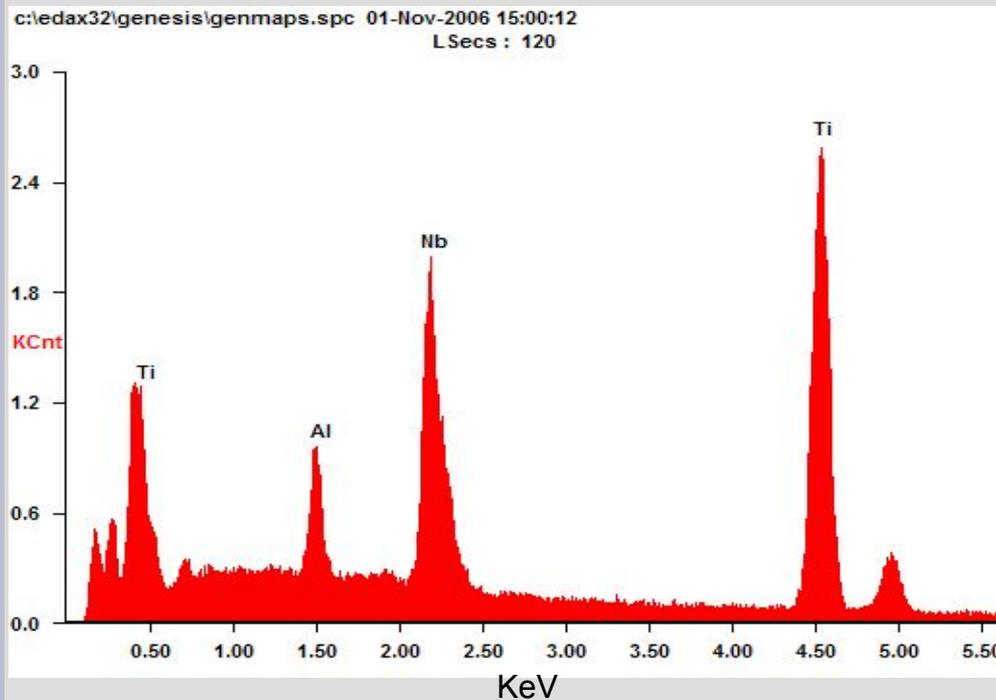
Электроны, сталкивающиеся с ядром атома образца, испытывают торможение в кулоновском поле ядра, что вызывает рентгеновское излучение, которое называют **тормозным (ТРИ)**.

Линии рентгеновского характеристического спектра Что такое $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, $L\beta$?..

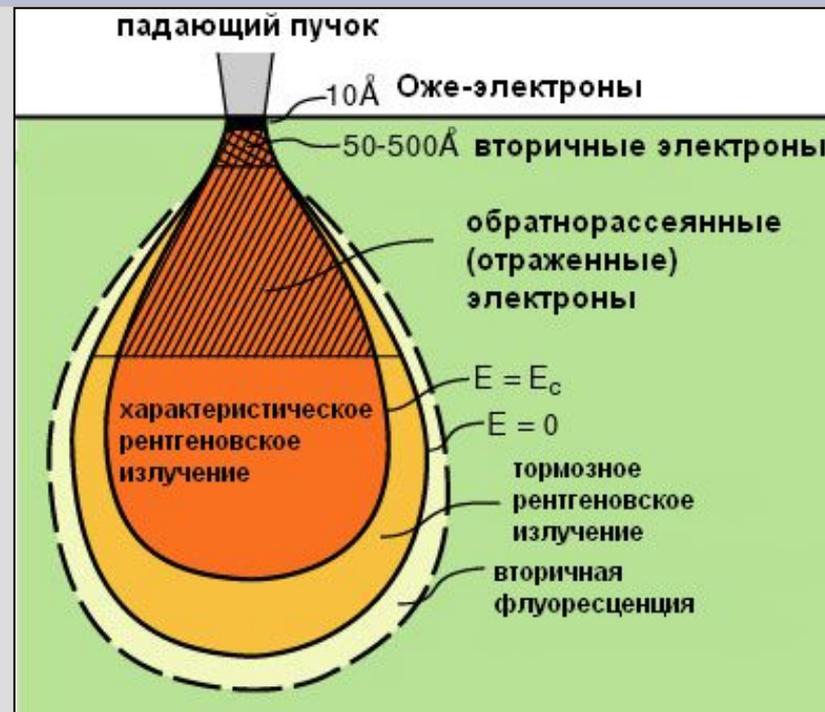
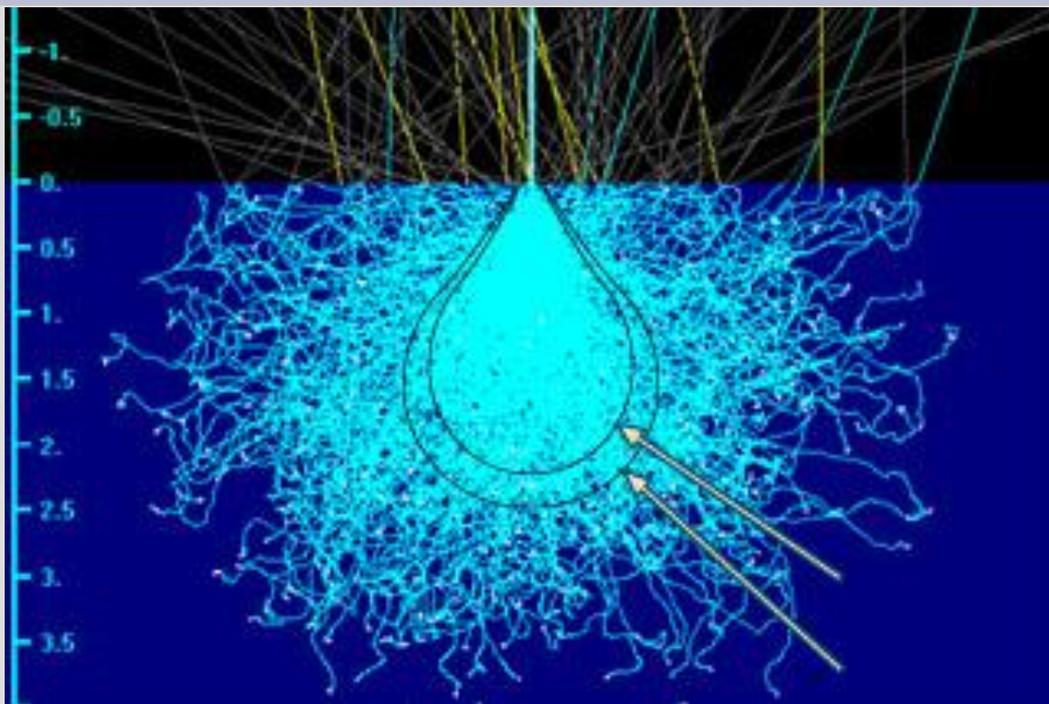


Примеры рентгеновских спектров

Совокупность распределений по энергиям квантов тормозного и характеристического излучения образует **энергетический спектр** рентгеновского излучения исследуемого образца, из анализа которого можно определить его качественный и количественный химический состав.



Зона генерации рентгеновского излучения



Зона возбуждения рентгеновского характеристического излучения, зависит от атомного номера элемента (Z) и ускоряющего напряжения на аноде электронной пушки (U).

Зона возбуждения рентгеновского характеристического излучения **НЕ ЗАВИСИТ** от увеличения.



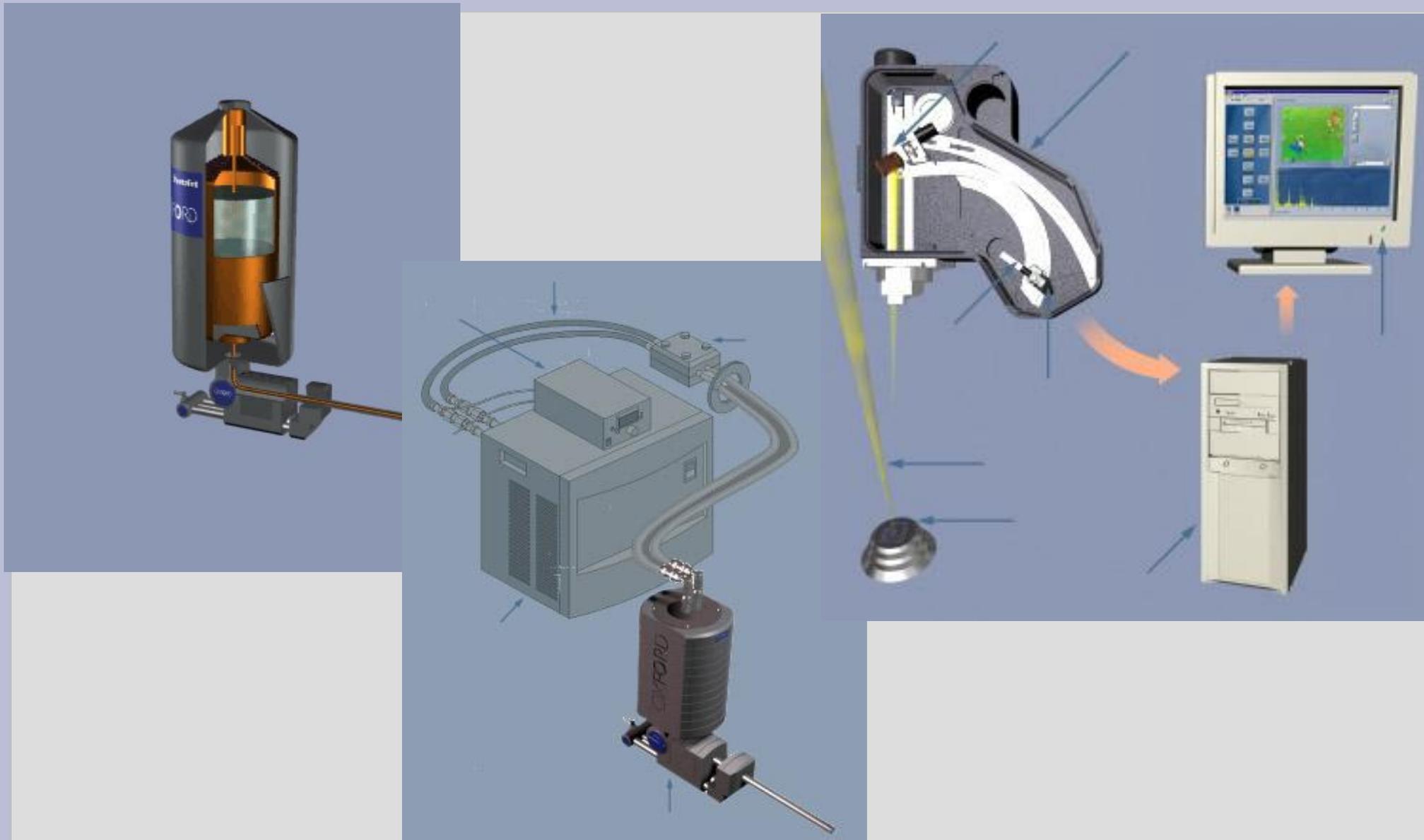
PM07_1.dcr

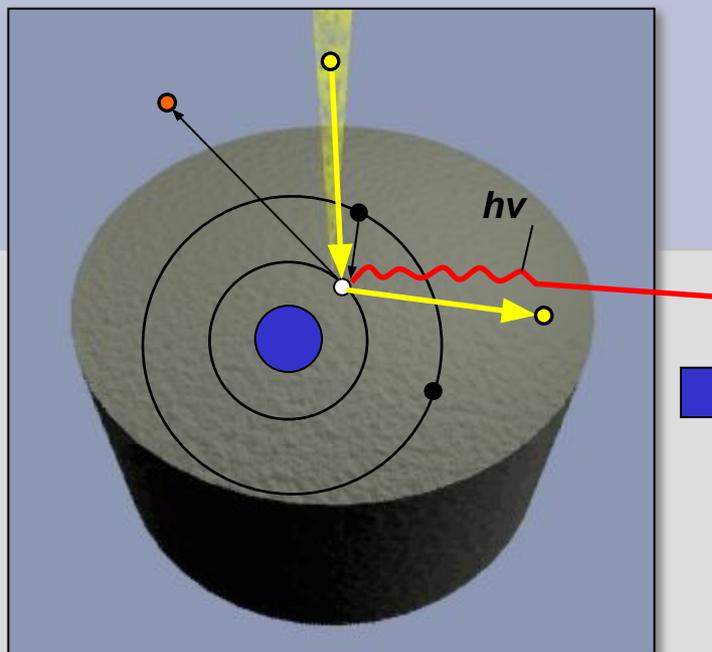


pm04_3.dcr

Чем мы исследуем?

Типы рентгеновских спектрометров

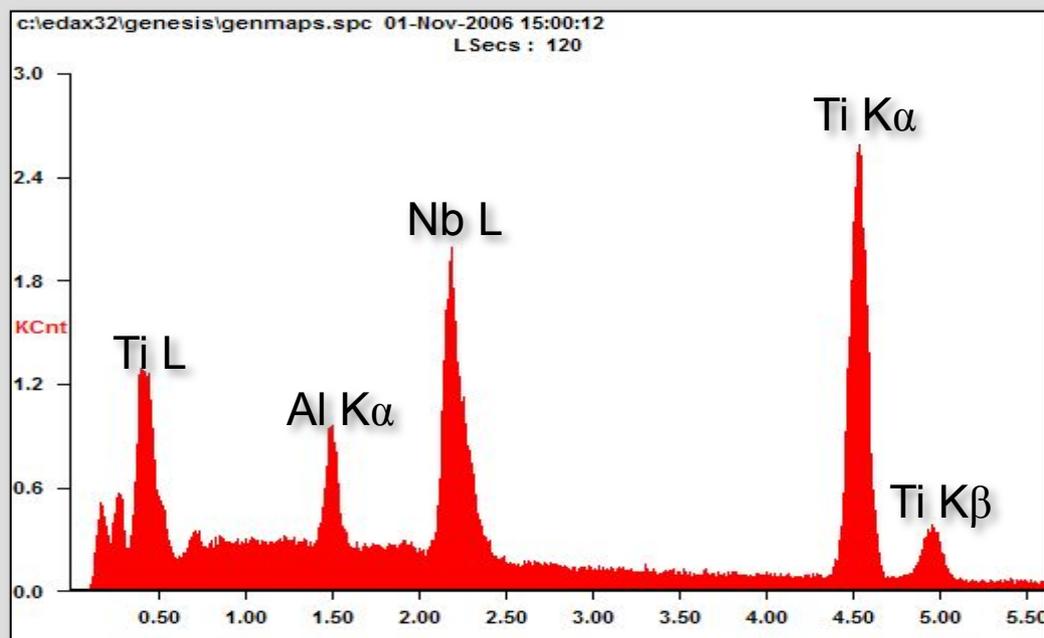




Задача детекторов рентгеновского излучения – определение числа рентгеновских квантов с данной энергией

Определение энергии квантов через длину волны рентгеновского излучения – *волнодисперсионные спектрометры (WDS)*

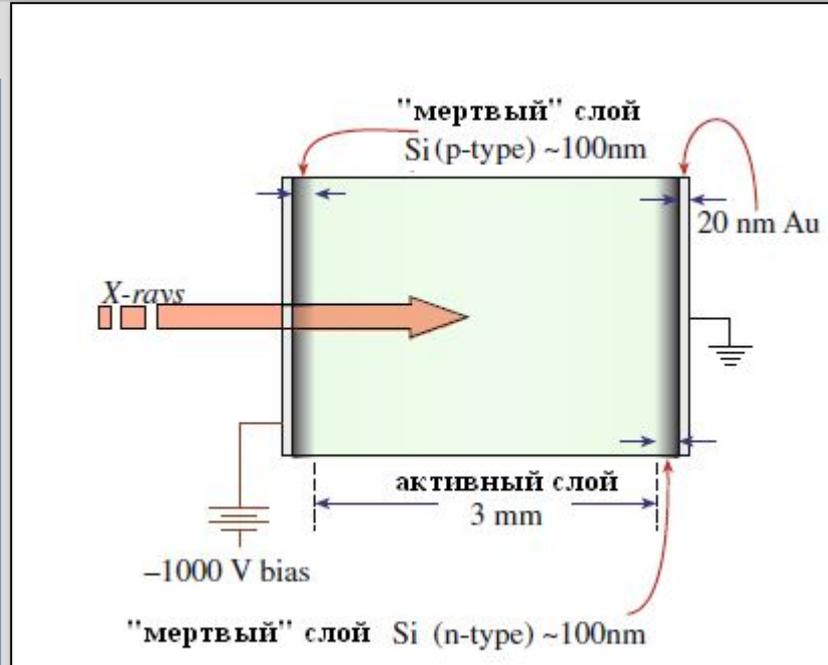
Прямое определение энергии квантов – *энергодисперсионные спектрометры (EDS)*



Энергодисперсионные спектрометры: Полупроводниковый Si(Li) детектор



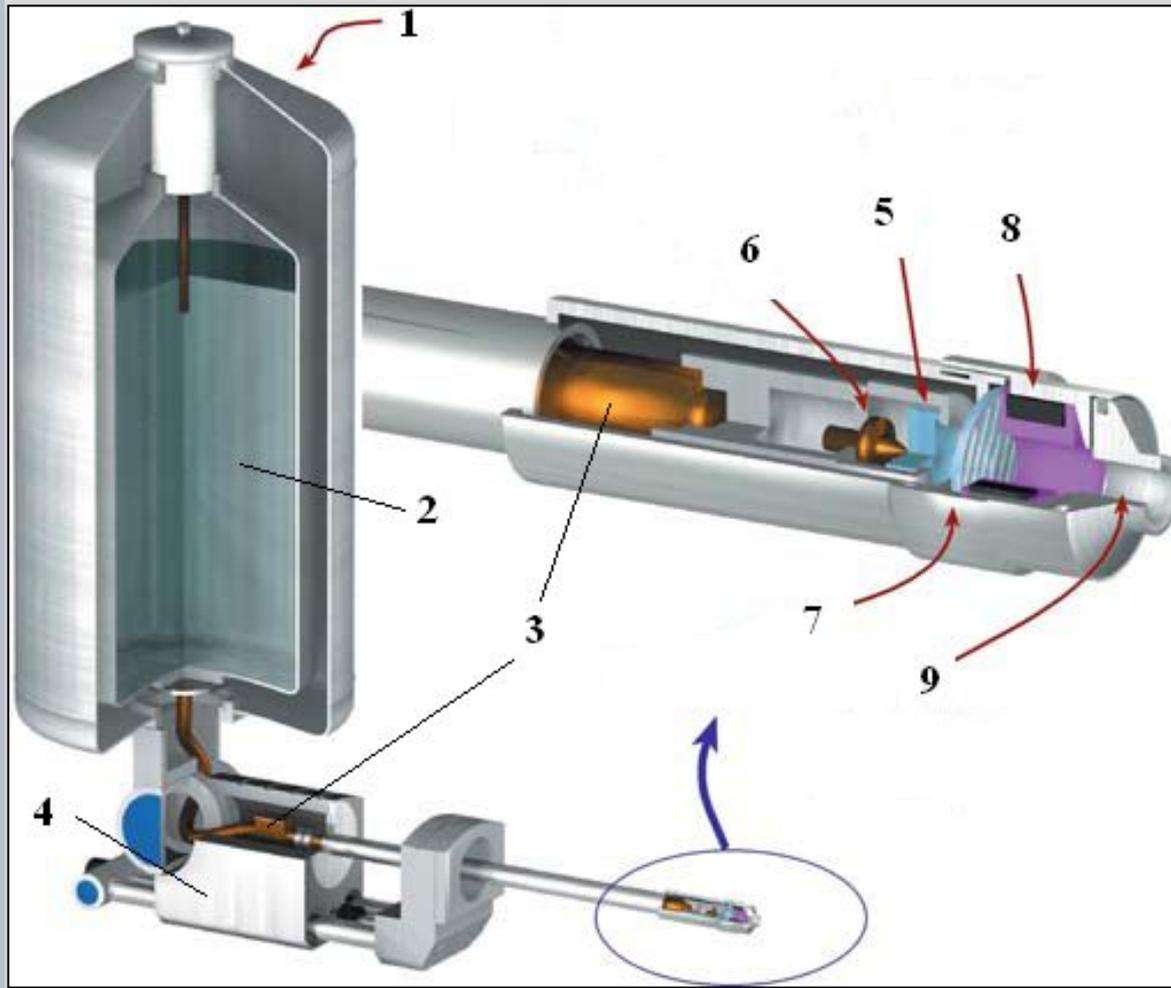
Самое лучшее разрешение не превышает 125eV



Si(Li) кристалл:
электронно-дырочные пары

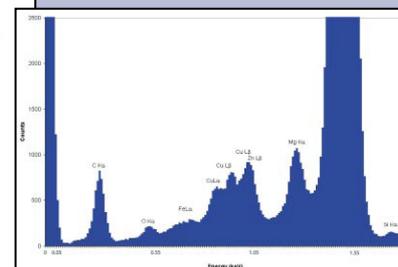
Количество возникающих в материале носителей заряда прямо пропорционально энергии γ -квантов

Энергодисперсионные спектрометры: Полупроводниковый Si(Li) детектор

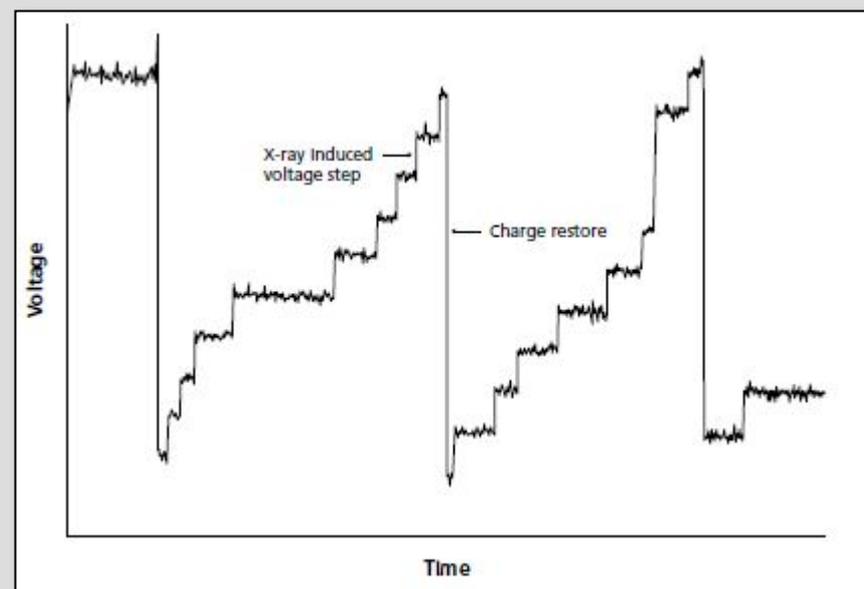
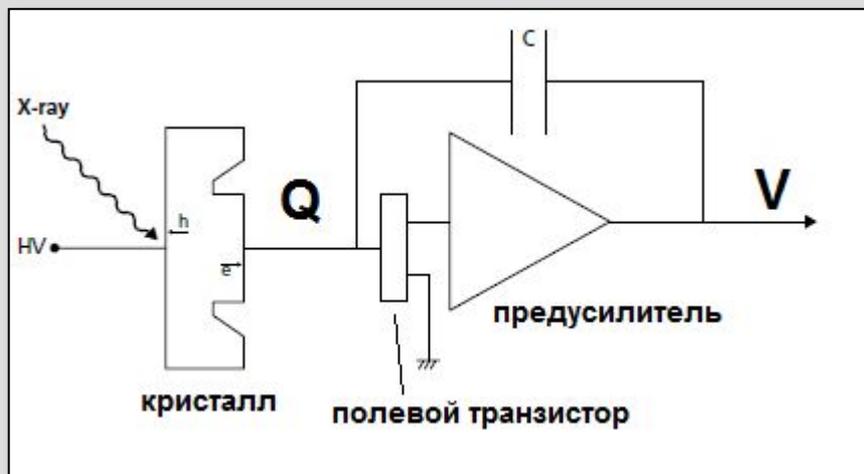


- 1 – криостат (сосуд Дьюара);
- 2 – жидкий азот;
- 3 - медный хладопровод;
- 4 – механизм перемещения, блок предусилителя;
- 5 – Si(Li) кристалл;
- 6 – полевой транзистор;
- 7 – защитное окно;
- 8 – магнитная ловушка;
- 9 - коллиматор

Система энергодисперсионного микроанализа



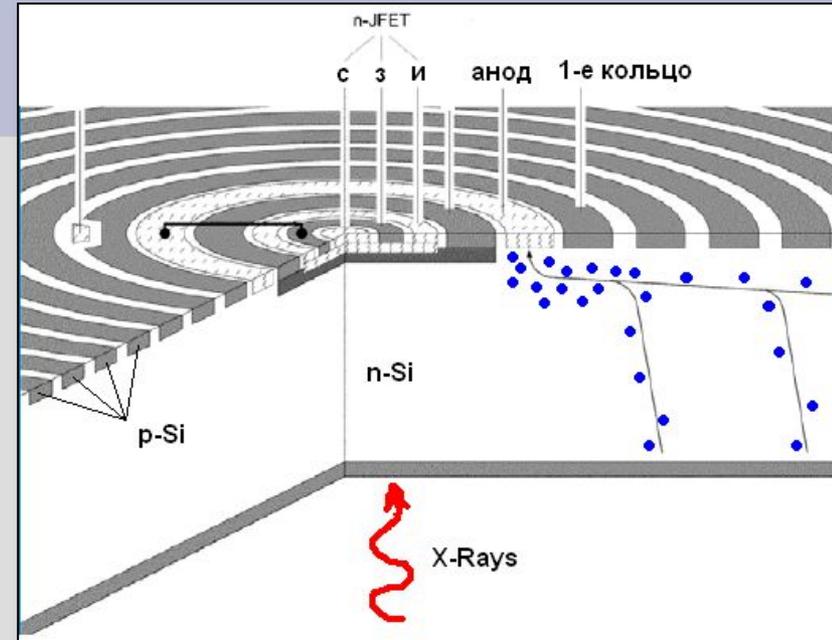
Mg	1.26 +/- 0.05	1.47
Al	89.63 +/- 0.22	94.20
Si	0.26 +/- 0.05	0.27
Mn	0.96 +/- 0.07	0.50
Fe	0.47 +/- 0.07	0.24
Ni	1.44 +/- 0.09	0.69
Cu	3.25 +/- 0.13	1.45
Zn	2.73 +/- 0.14	1.18
Totals	100.00	100.00



Полупроводниковые кремний-дрейфовые (SDD) детекторы

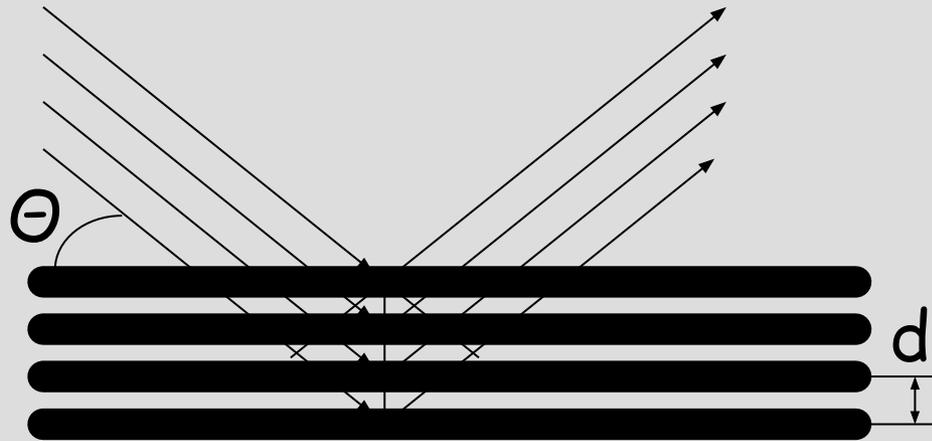
Преимущества:

- Более низкое напряжение смещения
- Высокая скорость счета и перегрузочная способность
- Полностью пассивная воздушная система охлаждения (нет вибрации и расходных материалов)



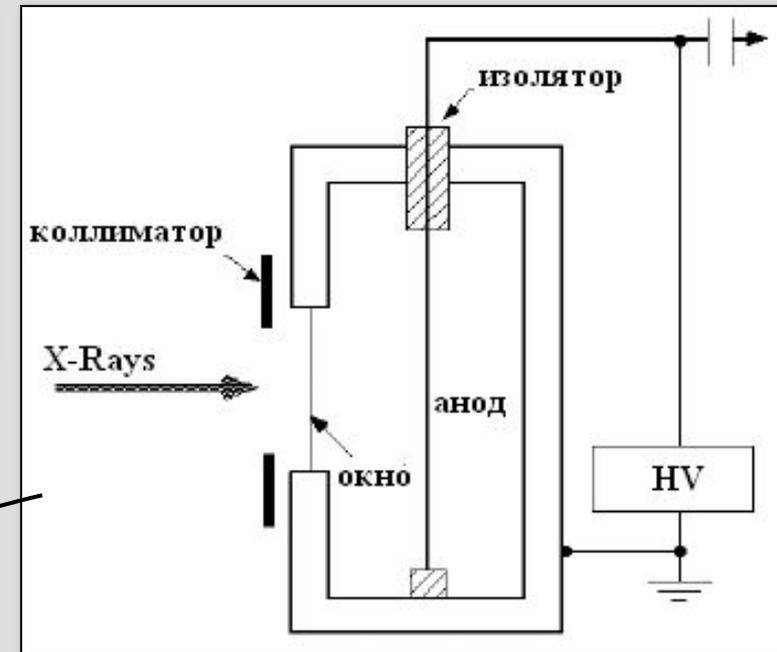
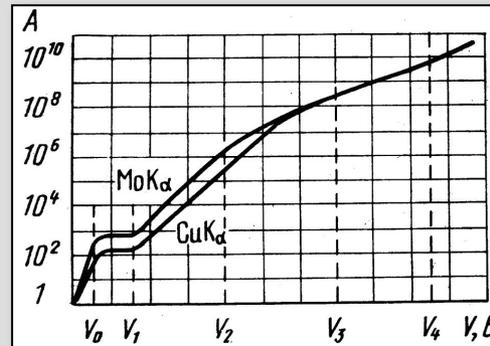
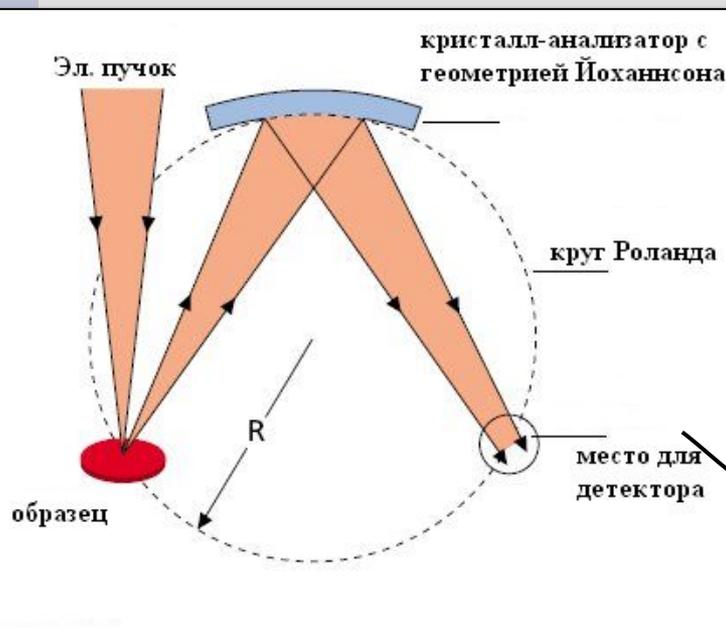
Волнодисперсионные спектрометры

Кристаллическая решетка является дифракционной для рентгеновского излучения. Используя кристалл с известным d и определив угол дифракции θ , можно установить длину волны излучения и энергию рентгеновских квантов

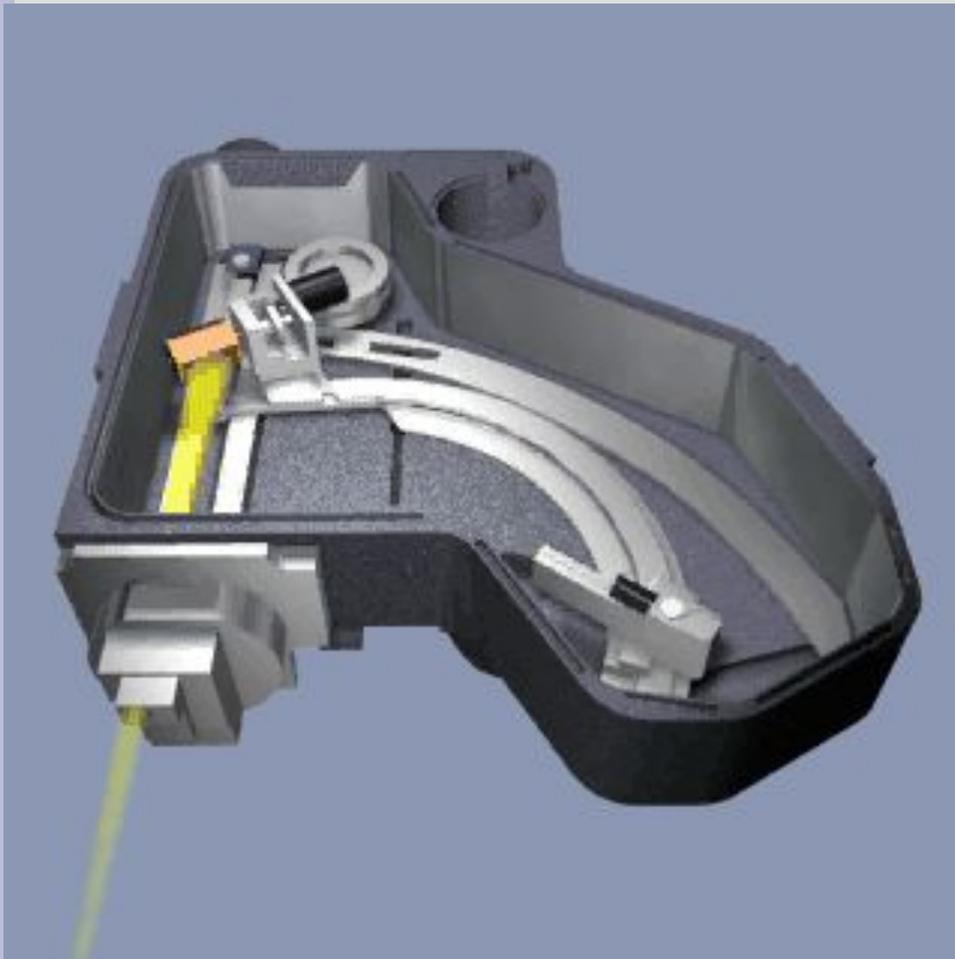


$$2d \sin \theta = n\lambda$$

$$E = h\nu = h \frac{c}{\lambda}$$



WDS спектрометр



*Самое лучшее разрешение
составляет 1-3eV*

Кристаллы детекторы для WDS спектрометра



Кристалл	Тип кристалла	2d, Å	Длины волн, Å	Энергии, eV	Элементы (Kα)
LiF(220)	Lithium Fluoride	2.8473	0.8087 - 2.6306	15330 - 4712	от V до Y
LiF(200)	Lithium Fluoride	4.0267	1.1436 - 3.7202	10841 - 3332	от Ca до Ge
PET	Pentaerythritol	8.74	2.4827 - 8.0765	4994 - 1535	от Si до Ti
TAP	Thallium acid phthalate	25.75	7.3130 - 23.79	1695 - 521.2	от O до Si
LSM-060	W-Si	~61	~17 - ~56	~729 - ~221	от C до F
LSM-080	Ni-C	~78	~22 - ~72	~564 - ~172	от B до O
LSM-200	Mo-B ₄ C	~204	~58 - ~190	~214 - ~65	Be и B

Что же лучше, EDS или WDS спектрометр?



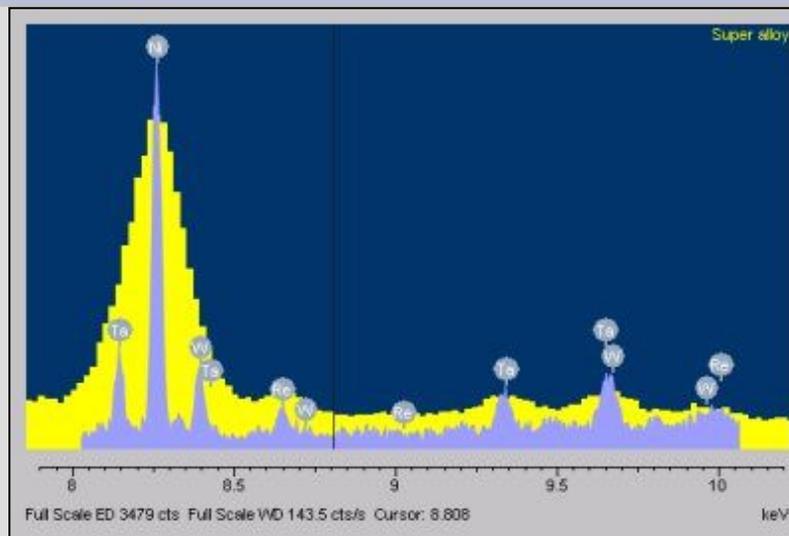


123 эВ

у лучших на данный
момент образцов

EDS или WDS ???

1. Разрешение по энергиям



5 - 10 эВ

стандартно

2. Скорость работы

Очень высокая – одновременный анализ всего
энергетического спектра

Очень низкая – последовательный анализ
энергетического спектра

EDS + WDS !!!

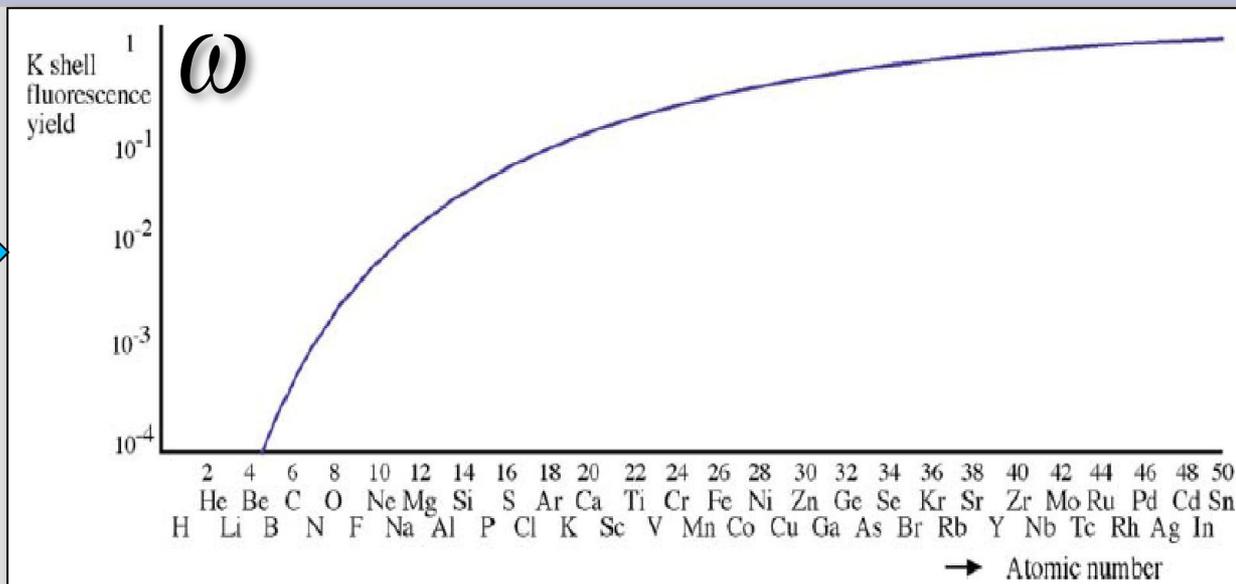
Современные системы позволяют сочетать достоинства обоих типов спектрометров. Например, анализ основных элементов сплава идёт на EDS, а примесных – на WDS.

Ограничения методики рентгеноспектрального анализа

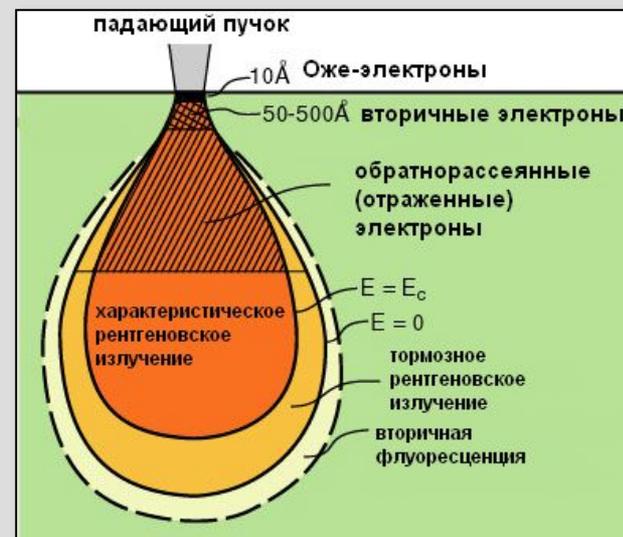
1. Низкая чувствительность и высокая погрешность при анализе легких элементов

2. **Очень высокая** погрешность при определении содержания углерода, т.к.:

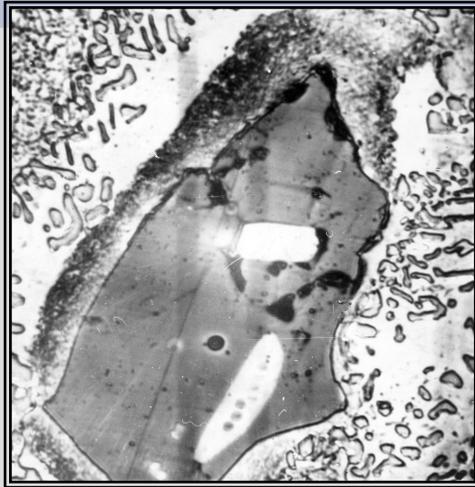
- выход флуоресценции
- наличие загрязнений на поверхности образца
- наличие остаточных паров гидрокарбонатов в камере микроскопа



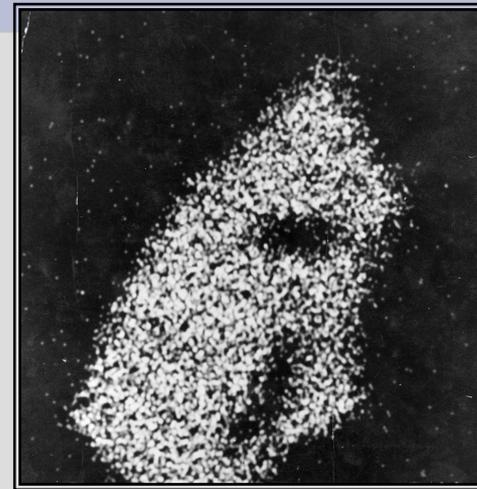
3. Усреднение химического состава по объёму области взаимодействия пучка с веществом (ограничение пространственного разрешения химанализа)



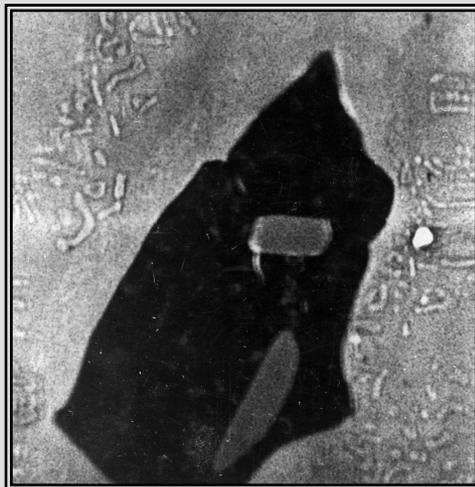
Какие результаты можно получить?



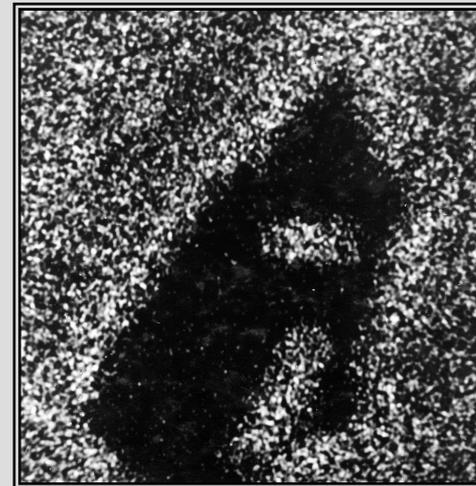
Оптическое изображение



Изображение в S-излучении

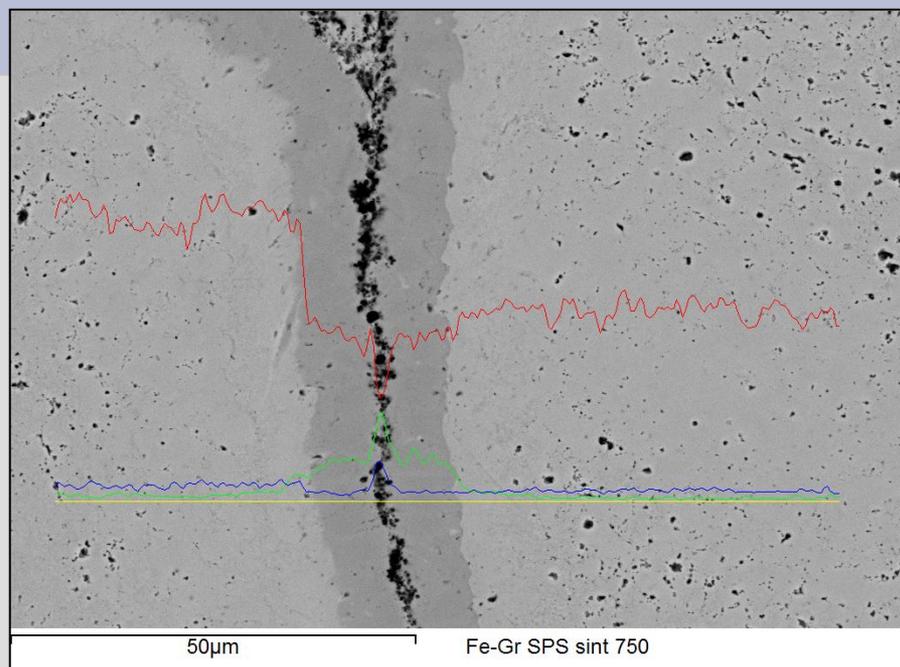


Электронное изображение

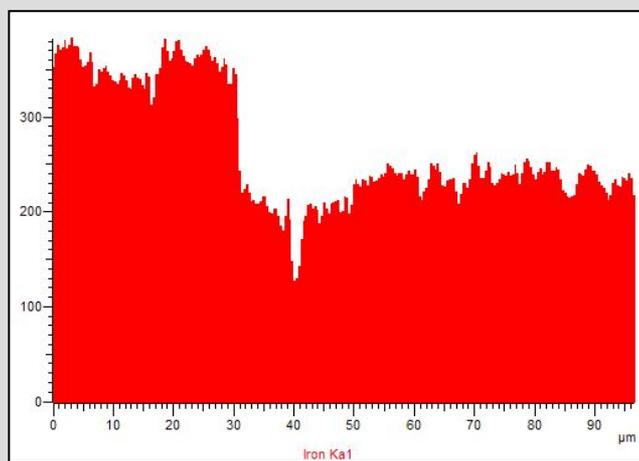


Изображение в Ni-излучении

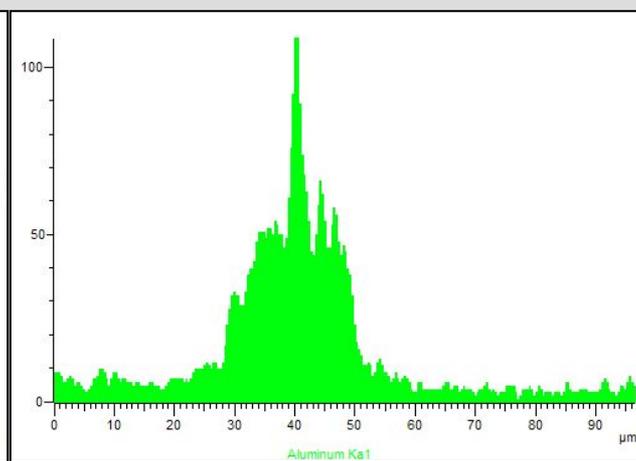
Какие результаты можно получить?



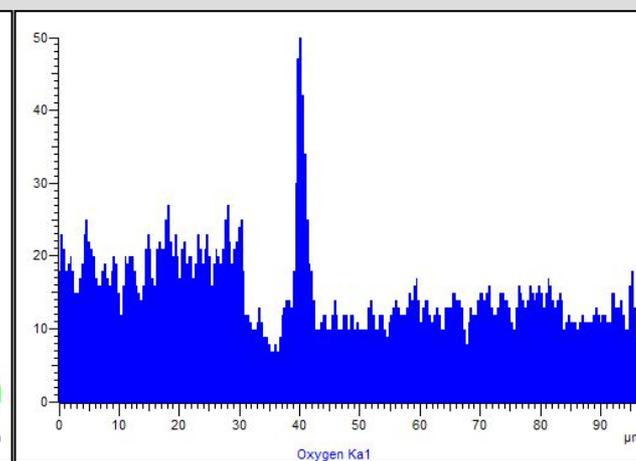
Построение концентрационных профилей при сканировании по линии



Fe



Al



O