

**Тема: Основы рентгеноспектрального
анализа и его применение для
определения структурных
характеристик молекул**

Проверила : Садыкова Г
Выполнила : Уахитова Д

Физические основы рентгеноспектрального микроанализа

Под рентгеноспектральным микроанализом понимают определение элементного состава микрообъемов по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению. Рентгеноспектральный микроанализ основан на тех же принципах, что и «обычный» эмиссионный рентгеноспектральный анализ. Для анализа характеристического спектра в рентгеноспектральном микроанализаторе (РСМА) также используют два типа спектрометров (бескристальный либо с кристаллом-анализатором). Отличие РСМА в том, что возбуждение первичного излучения осуществляется в сравнительно малых объемах образца очень узким электронным зондом, подобным используемому в РЭМ. Поэтому базой для рентгеновского микроанализа служит электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа.

Тормозное рентгеновское излучение возникает вследствие торможения первичных электронов в электрическом (кулоновском) поле атомов анализируемого материала.

Кинетическая энергия первичных электронов в этом случае частично или полностью преобразуется в энергию рентгеновского излучения. Соответственно излучение имеет непрерывный спектр с энергией от нуля до энергии падающего электрона и поэтому его еще называют непрерывным рентгеновским излучением. При рентгеноспектральном микроанализе тормозное излучение нежелательно, так как вносит основной вклад в увеличение уровня фона и не может быть исключено. Это вызывает необходимость оптимизации условий возбуждения излучения для получения наиболее высокого соотношения сигнал/фон и, следовательно, увеличения чувствительности прибора.

По закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует прямая зависимость энергии излучения и атомного номера химического элемента:

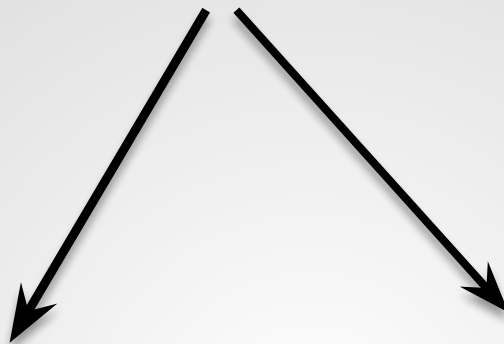
$$E = p (Z - q)^2,$$

где E – энергия, Z – атомный номер эмитирующего атома (q – константы). Если можно определить энергии или длины волн эмитированного спектра, то можно сделать выводы об элементах, содержащихся в образце. Это основа рентгеноспектрального анализа. Если по характеристическому спектру можно определить интенсивность линий участвующих элементов (как правило, α -линий) и измерить их интенсивность, то на этой основе можно выполнить количественный анализ элементов.

Рентгеноспектральные методы анализа имеют разнообразные области применения. В геологии, горном деле, металлургии и гидрометаллургии этим методом определяют состав минералов, руд, и продуктов их переработки — шлаков, концентратов и т. д., устанавливают состав легированных сталей и сплавов, в химических отраслях промышленности (электрохимии, нефтехимии и т. д.) анализируют исходное сырье и готовую продукцию, в ядерной технике контролируют изменения в составе замедлителей, теплоносителей и т. д. Широко используются рентгеноспектральные методы для анализа керамики, стекла, пластмасс, абразивов, катализаторов и других материалов сложного химии

- Методами рентгеноспектрального анализа определяют состав различных сплавов, руд, минералов, цементов, пластмасс, устанавливают характер загрязнений окружающей среды, анализируют космические объекты и т.д. Его используют для определения больших содержаний (десятки процентов) и небольших примесей (10^{-2} до 10^{-3} %).
- Предел обнаружения рентгеноспектральными методами, в общем, ограничивается величинами порядка 10^{-2} и 10^{-3} %. Сочетание с химическими методами обработки позволяет его значительно снизить. Средняя квадратичная погрешность методов составляет примерно 2-5%, при благоприятных условиях она снижается до ($\pm 0,5$).

Различают два типа излучения:



тормозное и характеристическое.

Что такое тормозное излучение?

Тормозное излучение возникает при торможении электронов антикатодом рентгеновской трубки. Оно разлагается в сплошной спектр, имеющий резкую границу со стороны малых длин волн. Положение этой границы определяется энергией падающих на вещество электронов и не зависит от природы вещества. Интенсивность тормозного спектра быстро растёт с уменьшением массы бомбардирующих частиц и достигает значительной величины при возбуждении электронами.

- Излучение с достаточно высокой энергией может «выбить» электрон из внутренних электронных оболочек атома. В этом случае говорят, что на внутренней электронной оболочке образуется вакансия. Такое состояние неустойчиво и электронная подсистема стремится минимизировать энергию за счёт заполнения вакансии электроном с одного из вышележащих уровней энергии атома. Выделяющаяся при переходе на нижележащий уровень энергия может быть испущена в виде кванта характеристического рентгеновского излучения, либо передана третьему электрону, который вынужденно покидает атом. Первый процесс более вероятен при энергии связи электрона, превышающей 1 кэВ, второй — для лёгких атомов и энергии связи электрона, не превышающей 1 кэВ.
- Второй процесс называют по имени его открывателя Пьера Оже — «эффектом Оже», а высвобождающийся при этом электрон, которому был передан избыток энергии, — Оже-электрон. Энергия Оже-электрона не зависит от энергии возбуждающего излучения, а определяется структурой энергетических уровней атома.

Что такое характеристическое излучение?

- Характеристические рентгеновские лучи образуются при выбивании одного электрона из внутренних слоёв атома с последующим переходом на освободившуюся орбиту электрона с какого-либо внешнего слоя. Они обладают линейчатым спектром, аналогичным оптическим спектрам газов. Однако между теми и другими спектрами имеется принципиальная разница: структура характеристического спектра рентгеновских лучей (число, относительное расположение и относительная яркость линий), в отличие от оптического спектра газов, не зависит от вещества (элемента), дающего этот спектр.