

РЕНТГЕНІВСЬКИЙ МІКРОАНАЛІЗ РЕЧОВИНИ

Мета: ознайомитися з роботою рентгенівського мікроаналізатора. Зробити якісне й кількісне визначення фазового складу евтектичного сплаву.

5.1. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Донедавна існуючі методи локального мікроаналізу хімічного складу речовин носили, в основному, якісний характер. Деякі методи кількісного аналізу (радіографія, локальний оптичний аналіз) мають обмежену «розрізняючу здатність» ~ 100 мікрон і, як правило, не можуть бути застосованими для аналізу багатокомпонентних складних матеріалів.

Порівняно недавно (1952 - 1953 рр.) був запропонований новий метод локального аналізу хімічного складу по рентгенівському характеристичному спектрові, який збуджується в мікрооб'ємі речовини. Цей метод одержав світове визнання й на цей час не можна назвати галузь науки й техніки, де б його з успіхом не застосовували.

5.2. Основи методу

Під рентгеноспектральним мікроаналізом розуміють визначення елементного складу мікрооб'ємів за збуджуванням у них характеристичним рентгенівським випромінюванням. Рентгеноспектральний мікроаналіз започаткований на тих же принципах, що й «звичайний» емісійний рентгеноспектральний аналіз. Для аналізу характеристичного спектра в рентгеноспектральному мікроаналізаторі (РСМА) використовують два типи спектрометрів (безкристальний або із кристалом-аналізатором). Відмінність РСМА в тім, що збудження первинного випромінювання здійснюється в порівняно малих об'ємах зразка дуже вузьким електронним зондом, подібним тому, який використовується в РЕМ. При взаємодії електронного зонда зі зразком (рис. 1) одним з можливих збуджуваних сигналів є рентгенівське випромінювання, яке можна розділити на гальмівне й характеристичне.

Гальмівне рентгенівське випромінювання виникає внаслідок гальмування первинних електронів в електричному (кулоновському) полі атомів матеріалу, що аналізується. Кінетична енергія первинних електронів у цьому випадку частково або повністю перетворюється в енергію рентгенівського випромінювання. Відповідно випромінювання має неперервний спектр із енергією від нуля до енергії падаючого електрона й тому його ще називають неперервним рентгенівським випромінюванням. При рентгеноспектральному мікроаналізі гальмівне випромінювання небажане, тому що воно вносить основний вклад у збільшення рівня фону й не може бути виключене. Це викликає необхідність оптимізації умов збудження випромінювання для одержання найбільш високого співвідношення сигнал/фон а, отже, збільшення чутливості приладу.

При проникненні первинних електронів у зразок вони гальмуються не тільки електричним полем атомів, але й безпосереднім зіткненням з електронами атомів матеріалу. В результаті цього первинні електрони можуть вибивати електрони із внутрішніх К-, L- або М-оболонки, залишаючи атом зразка в енергетично збудженому стані. Вакансії, що утворюються, заповнюються електронами, які переходять з більш високих енергетичних рівнів. У результаті, при переході атома в основний стан, надлишкова енергія виділяється у вигляді кванта рентгенівського випромінювання.

Оскільки енергія виникаючого кванта залежить тільки від енергії електронних рівнів, що беруть участь у процесі, а вони є характерними для кожного елемента, виникає характеристичне рентгенівське випромінювання. Так як кожний атом має цілком певну кінцеву кількість рівнів, між якими можливі переходи тільки певного типу, характеристичне

рентгенівське випромінювання дає дискретний лінійчатий спектр. У якості прикладу на рис. 2 наведено фрагмент подібного спектра. Рентгенівські лінії, що виникають при переходах електронів на однойменну оболонку, становлять одну спектральну серію (K-, L-, M-серії).

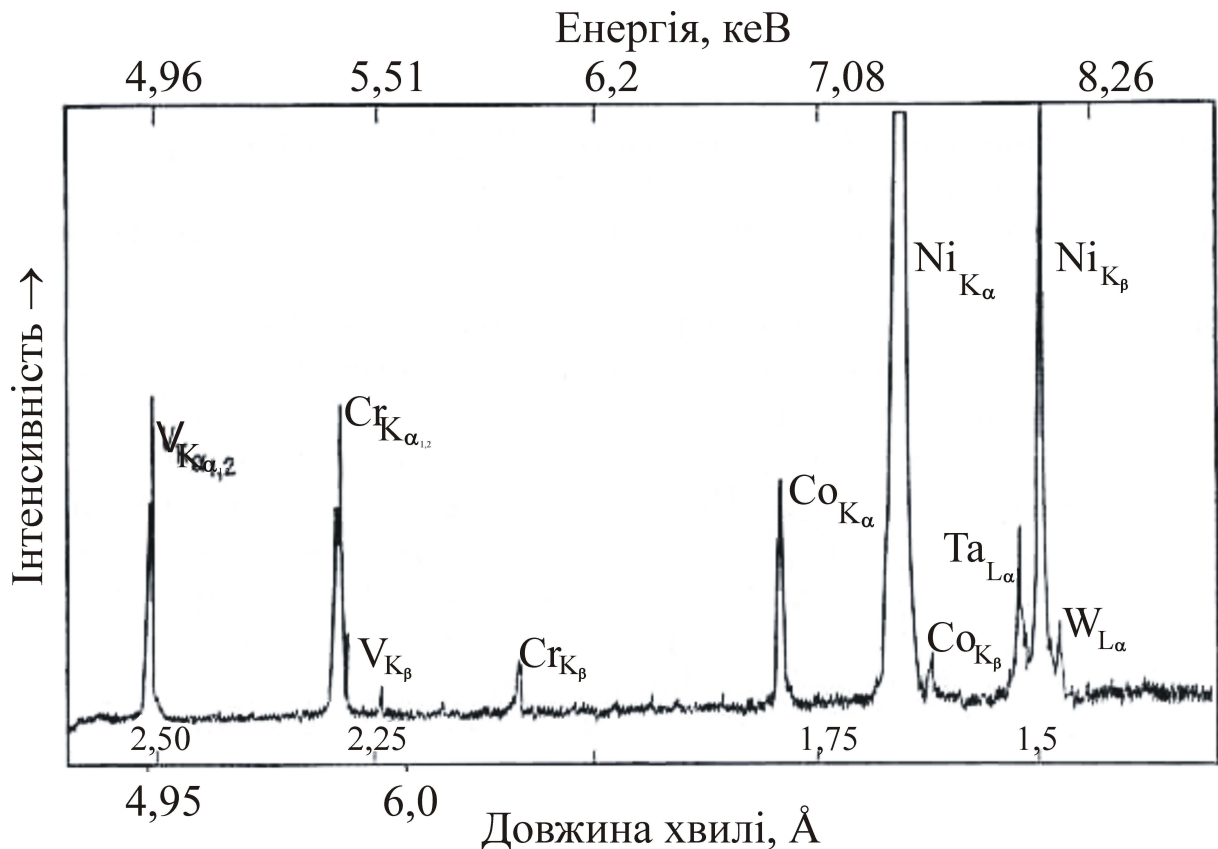


Рис.5.1. Фрагмент спектра при рентгеноспектральному мікроаналізі.

Аналіз рентгенівських спектрів, в основу якого закладені закон Мозлі $\lambda \approx \frac{1}{z^2}$ та формула Вульфа-Брегга $2d \sin \Theta = n\lambda$, де λ - довжина хвилі лінії характеристичного спектра, z - атомний номер елемента, d - міжплощинна відстань кристала-аналізатора, Θ - кут, під яким випромінювання падає на атомні площини кристала й відбивається від них, n - порядок відбиття, дозволяє за виділеними лініями визначити присутні в мікрооб'ємі хімічні елементи, тобто провести якісний рентгено-хімічний аналіз. Вимірювання інтенсивностей ліній спектра, які в першому наближенні пропорційні концентрації елементів у мікрооб'ємі, дозволяє проводити кількісний рентгено-хімічний аналіз.

5.3. Принцип дії рентгенівського мікроаналізатора

Рентгенівські спектрометри можуть бути різного типу. Якщо спектрометр визначає інтенсивність випромінювання J як функцію довжини хвилі λ , то він відноситься до типу спектрометрів хвильової дисперсії, а коли представляє J як функцію енергії E , то є енергетичним дисперсійним спектрометром.

У спектрометрах хвильової дисперсії (СХД) збуджене в зразку рентгенівське випромінювання попадає на кристал-аналізатор і «відбивається» від нього під різними

кутами θ залежно від довжини хвилі λ відповідно до закону Вульфа-Брегга. Відбите випромінювання реєструється пропорційним лічильником. За допомогою спектрометра можна визначити елементи з порядковими номерами від $Z = 4$ (Be) до $Z = 92$ (U). Це вимагає реєстрації випромінювань із великим інтервалом довжин хвиль і, відповідно, застосування легко замінного набору кристалів.

Основою енергетичного дисперсійного спектрометра (ЕДС) служить напівпровідниковий детектор. Сигнал з детектора подається в багатоканальний аналізатор, що дозволяє реєструвати й розглядати на екрані монітора спектр, що включає піки від усіх елементів, що входять у зразок.

Великою перевагою енергетичних дисперсійних спектрометрів є те, що енергія всіх падаючих квантів може бути оброблена одночасно. В результаті цього для зняття рентгенівського спектра потрібно лише кілька хвилин, у той час як при роботі зі спектрометрами хвильової дисперсії необхідно затратити на ту ж операцію одну або кілька годин. Недоліком ЕДС є приблизно на порядок менше енергетичне розрізнення у порівнянні з СХД і можливість ідентифікування елементів, які починаючи тільки з порядкового номера $Z = 11$ (Na).

Рентгенівський мікро аналізатор, який застосовуваний у даній роботі, є досить складним приладом. Робота приладу полягає у реєстрації інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання, збуджуваного в досліджуваному зразку під впливом електронного бомбардування.

Для формування електронного пучка (зонда) застосовується електронно-оптична система, що складається з електронної гармати й двох електромагнітних лінз. Призначення гармати – створення джерела електронів, призначення лінз – створення зменшеного до ~ 1 мкм зображення цього джерела. Електронний зонд направляється на досліджувану мікроділянку зразка. Зразок міститься на спеціальному столику в камері зразків. На цьому столику зразок може переміщатися під електронним пучком таким чином, щоб під пучок можна було підвести будь-яку ділянку аналізованої поверхні. Вибір такої ділянки здійснюється за допомогою світлового мікроскопа, вмонтованого в камеру зразків.

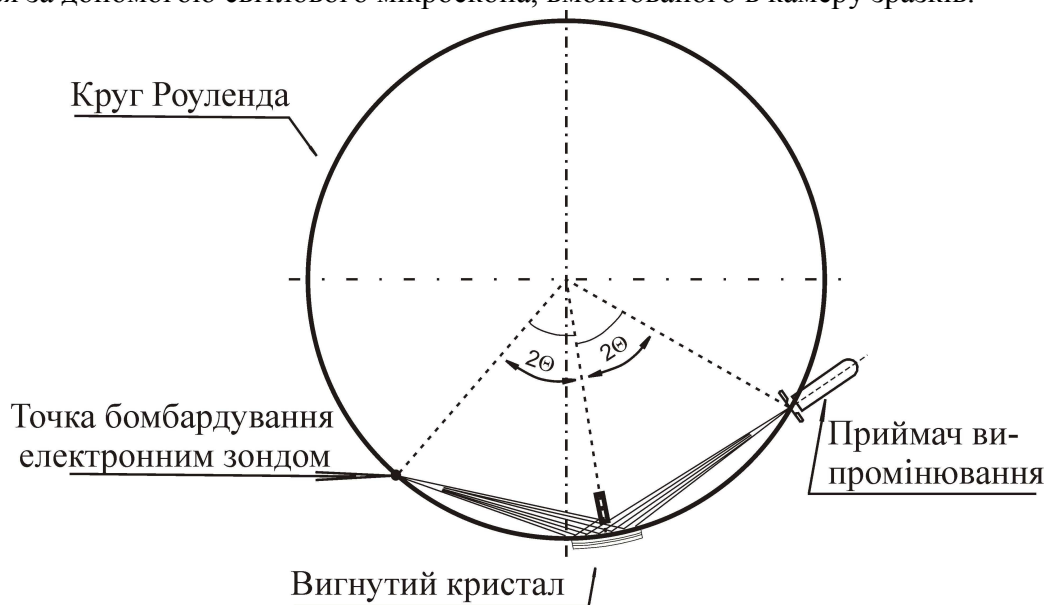


Рис.5.2. Принципіальна схема спектрометра

Розклад рентгенівського випромінювання, збуджуваного в мікроскопі, у спектр відбувається в рентгенівських спектрометрах, що включають у себе диспергуючий елемент і приймач рентгенівського випромінювання (рис.2). У якості диспергуючого елемента використовуються тонкі пластинки монокристалів з міжплощинними відстанями, які відповідають області довжин хвиль, або багатоплощинні плівкові аналізатори. У якості

приймачів випромінювання застосовується сцинтиляційний і пропорційний лічильники. Для виділення певної лінії кристал переміщається по колу фокусування - колу Роуланда (змінюється кут θ); синхронно з ним по колу з подвійною кутовою швидкістю переміщається приймач випромінювання. Камера зразків і спектрометри змонтовані так, що джерело рентгенівського випромінювання (точка влучення електронів на зразок) також перебуває на колі Роуланда. Сигнал із приймача випромінювання після підсилення надходить у лічильно-реєструючий пристрій, за допомогою якого можна підрахувати кількість рентгенівських квантів тієї або іншої лінії спектра, що імітуються за певної час. Порівнюючи цей сигнал із сигналом від еталона, можна визначити концентрацію елемента, яким цікавляться.

Переміщуючи зразок під електронним пучком, можна простежити за зміною концентрації (уздовж лінії переміщення) того елемента, на лінію якого настроєний спектрометр.

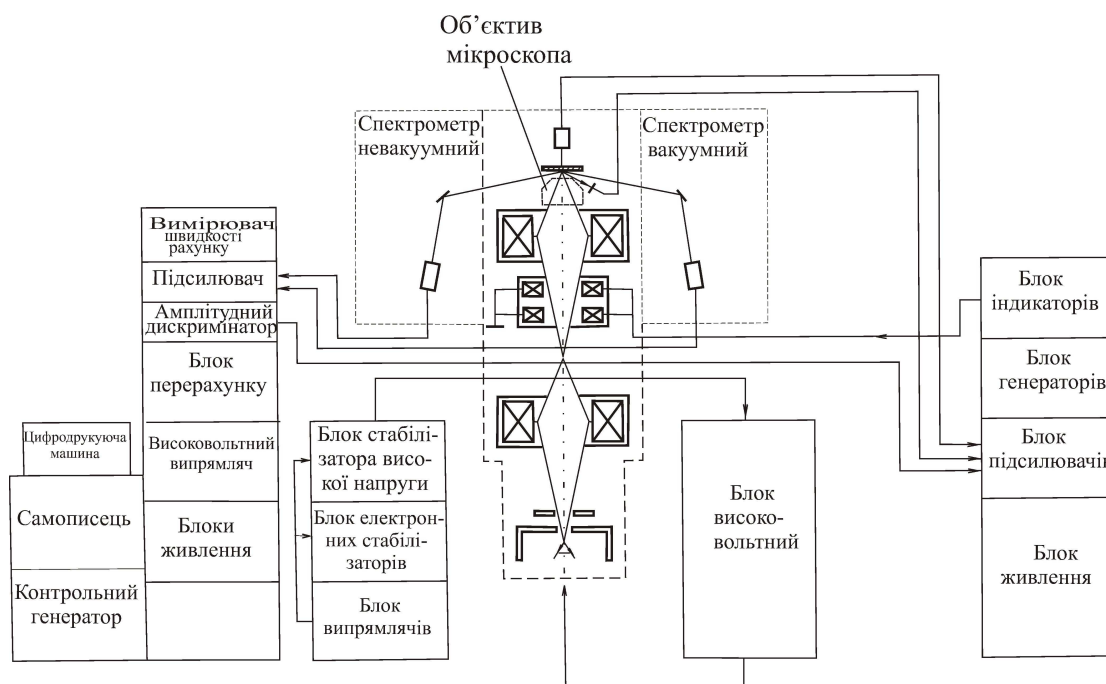


Рис.5.3. Функціональна блок-схема мікроаналізатора MAP 2.

На рис.3 показана функціональна блок-схема мікроаналізатора MAP-2. Перед початком вимірювання на мікроаналізаторі в ньому створюється високий вакуум, необхідний з декількох причин. Джерелом електронів служить вольфрамова нитка, розжарена до високої температури. При відсутності вакууму вона моментально б згоріла. На шляху електронного пучка до зразка також не повинно бути часток повітря. При аналізі легких елементів також необхідний вакуум, тому що м'яке рентгенівське випромінювання сильно поглинається частками повітря. Тому всі мікроаналізатори укомплектовані системою відкачки, куди входять форвакуумний і високовакуумний насоси.

5.4. Технічні можливості рентгеноспектрального мікроаналізатора

Рентгеноспектральним мікроаналізом не вдається визначити в складі сплаву легкі елементи з порядковим номером менше 4. Виникають такі труднощі й з виявленням елементів, коли на лінії К-серії одного елемента накладаються лінії L- або М-серій іншого елемента.

Наприклад, на лінію K_L азоту практично накладається лінія L_j титану. У цьому випадку прилад зареєструє сумарну інтенсивність випромінювання, що приведе до помилки у визначенні концентрації азоту в сплаві.

Важливою характеристикою рентгеноспектрального мікроаналізу є його локальність, тобто об'єм речовини, у якому збуджується характеристичне рентгенівське випромінювання. Він визначається в першу чергу діаметром електронного зонда на зразку й залежить від напруги прискорення й хімічного складу матеріалу. Діаметр зонда звичайно становить 0,1 до 0,5 мкм. Для одержання надійних результатів кількісного аналізу рекомендується, щоб досліджуваний об'єкт (фаза включення) мав розміри не менш 5 мкм.

Чутливість методу (границя виявлення) оцінюється як частка елемента в масових відсотках, що ще може бути виявлена в даній матриці. Вона залежить від відношення інтенсивності сигналу до рівня фону, тобто від обраної для аналізу серії рентгенівських ліній, тривалості вимірювання, величини напруги прискорення й, в істотній мірі, від хімічного складу матриці. Найкращий варіант аналізу, коли визначається вміст елемента з більшим порядковим номером Z у матриці з малим Z . У цілому можна вважати, що для елементів з $Z > 10$ досягається межа виявлення на рівні 0,01% (за масою) і нижче. Для елементів з меншим значенням Z вона становить тільки 0,1% (за масою). Точність кількісного аналізу визначається інструментальними помилками, а також точністю внесення поправок і становить 1-5%.

Помилка, що вноситься коректувальним розрахунком поправок, є систематичною помилкою, яка залишається постійною. Інструментальні помилки, що виникають безпосередньо в процесі вимірювання, будуть визначати ступінь відтворюваності аналізу. Зокрема, на помилки впливають наступні фактори: точність установки кута θ спектрометра, що відповідає максимуму інтенсивності рентгенівського випромінювання; стабільність роботи електроніки; статистика імпульсів; якість підготовки шліфа; процеси дифузії й випаровування при електронному бомбардуванні зразка; накладення ліній спектра; правильність установки рівня фону.

У залежності від задачі дослідження можна здійснювати аналіз матеріалу в точці, скануванням уздовж обраної лінії, або по площі ділянки мікрошліфа. Аналіз розподілу елементів може бути виконаний у якісному, напівкількісному й кількісному вигляді.

Кількісний аналіз здійснюється в точці. Для його проведення підбираються певні умови, що забезпечують високу чутливість і точність аналізу.

При якісному аналізі визначається тип елементів, що входять до складу досліджуваної ділянки зразка. Якщо зразок має кілька фаз (ділянок), хімічний склад яких невідомий, то виконується якісний аналіз кожної фази.

Якісний аналіз звичайно використовується для визначення характеру розподілу елементів по площі шліфа. Це реалізується шляхом одержання рентгенівського растрового зображення, аналогічно формуванню зображень у вторинних електронах РЕМ. У той момент, коли сигнал, що свідчить про наявність того або іншого елемента, надходить на кінескоп приладу, на екрані з'являється свіфон точка. Густина точок є орієнтовною мірою концентрації досліджуваного елемента. За цими даними можна приблизно судити про склад різних ділянок шліфа, зокрема, про розподіл елементів по границях зерен, склад інших фаз і т.д. Варто мати на увазі, *що малі кількості елементів цим методом виявити не можна*, тому що при скануванні тривалість реєстрації в кожній точці невелика, що приводить до помилки при підрахунку. Після якісного аналізу часто проводять кількісний аналіз в окремо обраних точках. За отриманими даними можна визначати тип фази, виходячи з її хімічного складу.

Напівкількісний аналіз реалізується, якщо потрібно визначити розподіл елементів уздовж ліній (лінійний аналіз). Він здійснюється скануванням поверхні зразка електронним променем у заданому напрямку з одночасним одержанням на екрані діаграми зміни інтенсивності рентгенівського випромінювання й, отже, концентрації елемента, що аналізується. При використанні відповідних еталонів можна задати масштаб концентрації, що дозволяє напівкількісно оцінити зміну концентрації. У сучасних мікрозондах лінійний

аналіз виконується майже виключно методом покрокового сканування, тобто шляхом послідовного проведення аналізу в окремих точках. У такий спосіб здійснюється кількісне визначення концентрації елементів із заданою точністю.

5.5. Підготовка зразків

Так як діаметр електронного зонда становить ~ 1 мкм, а об'єм випромінюючої області – декілька мкм, то дуже важливу роль при мікроаналізі грає якість зразка й стандарту. Для одержання надійних результатів необхідно готувати зразки з великою старанністю. Поверхня, яка аналізується, повинна бути зовсім плоскою й добре відполірованою. Такий результат найкраще виходить при поліруванні алмазною пастою, тому що інші види полірування (застосування окису алюмінію або електрополіровка) приводять до утворення нерівної поверхні. Травлення ж може змінити склад поверхневого шару.

Зразки також повинні мати провідність для запобігання нагромадження на них тепла й електричних зарядів. При аналізі непровідних зразків їхню поверхню покривають тонким (~ 200 Å) шаром металу (Al, Cu, C), напиленого на поверхню зразка термічним випаровуванням. Природно, що напилювання треба проводити одночасно на зразок і на стандарт, хоча плівка такої товщини вносить дуже малі огрішності при кількісному аналізі. Як стандарти на практиці звичайно застосовують дуже чисті хімічні елементи або сплави й з'єднання з відомим вмістом досліджуваного елемента. При цьому стандартний зразок повинен бути добре відполірований; гомогенним; не повинен змінювати свій склад у вакуумі й при електронному бомбардуванні.

У стандарті й зразку, що аналізується, не завжди має місце однаковий характер хімічного зв'язку між атомами. У подібних випадках можливі хімічні зміщення однойменних ліній того самого елемента в стандарті й аналізованому зразку.

При дослідженні ізоляторів напівпровідників і біологічних зразків необхідно також урахувати розігрів зразків під впливом електронного зонда. Дослідження показали, що навіть при напиленому шару металу, температура таких зразків під плівкою може підвищуватися на кілька сотень градусів. Чим товстіша напилена плівка, тим нижче температура зразка.

Якщо зразок містить воду, то його провідність буде достатньою для стікання заряду й у цьому випадку біологічні матеріали можна вивчати без нанесення покриттів.

5.6. Природний аналіз

Рентгеноспектральний мікроаналіз дозволяє визначити хімічний склад зразка в інтервалі концентрацій від 0,01 до 100 % з точністю ± 2 % за умови, що вимірювання інтенсивності рентгенівського випромінювання проводиться дуже ретельно та при переводі величин цієї інтенсивності у вагові відсотки вводяться відповідні поправки.

5.7. Техніка вимірювання

Для визначення концентрації елемента спектрометр настраюється на максимум інтенсивності випромінювання цього елемента в еталоні й вимірюється кількість імпульсів у цьому максимумі. Потім, не міняючи настройки спектрометра, під зонд підводиться досліджуваний зразок і також вимірюється кількість імпульсів від зразка. Після цього як від еталона, так і від зразка вимірюється кількість імпульсів фону. Інтенсивність фону визначається при зміщенні спектрометра на 1° від його положення, що відповідає максимуму інтенсивності характеристичної лінії. При цьому необхідно ретельно перевіряти, щоб новому положенню не відповідали максимуми інших близько лежачих рентгенівських ліній.

Для досягнення максимальної точності результату вимірювання інтенсивності рентгенівського випромінювання варто проводити аналіз по точках.

Найчастіше у якості еталонного зразка використовують чисті елементи. У деяких випадках використовуються калібровані криві, отримані від декількох стандартів із заздалегідь відомою концентрацією досліджуваного елемента.

Після таких процедур з вимірювання інтенсивності за винятком фону вагова концентрація елемента A буде пов'язана з амплітудним значенням інтенсивності лінії від зразка J_A й від еталона J_{100} наступним співвідношенням:

$$\frac{J_A}{J_{100}} = K_A = C_A \times \text{поправочні коефіцієнти}$$

У найпростішому випадку, якщо поправок не потрібно, тобто калібрована крива лінійна, $K_A = C_A$.

У загальному ж випадку в кількісному аналізі враховується поправки на атомний номер, на поглинання й на сенсibilізовану флуоресценцію.

5.7.1. Поправка на атомний номер

Ця поправка вводиться, коли номери основного й легуючого елементів розрізняються більш ніж на 4 одиниці. Коли вимірюється концентрація елемента з малим Z , вплив атомного номера проявляється в зменшенні інтенсивності рентгенівського випромінювання. Коли ж, навпаки, визначається вміст легкого елемента в матриці важкого, то інтенсивність рентгенівського випромінювання підвищується. При великому розходженні атомних номерів цей ефект може бути значним. Але звичайно поправка на атомний номер є найменш істотною із трьох можливих поправок.

При врахуванні цієї поправки зв'язок концентрації з інтенсивністю запишеться у вигляді

$$K_A = C_A \frac{F_A}{F_{100A}}.$$

5.7.2. Поправка на поглинання

Ця поправка є найбільш важливою. Рентгенівські промені, що генеруються всередині зразка, при проходженні через нього частково поглинаються. Якщо досліджуваний елемент перебуває в матриці з високим значенням коефіцієнта поглинання, то інтенсивність рентгенівського випромінювання буде нижчею, ніж тоді, коли він знаходиться у матриці з низьким значенням коефіцієнта поглинання, і відносна інтенсивність буде меншою, за ту, яка повинна була б бути при даному ваговому вмісті елемента. Концентрація з урахуванням цієї поправки буде мати вид:

$$K_A = C_A \frac{f_A}{f_{100A}}.$$

5.7.3. Сенсibilізована флуоресценція

У випадку, коли під впливом пучка електронів генерується характеристичне рентгенівське випромінювання відразу двох елементів A и B , що містяться в зразку, може спостерігатися сенсibilізована флуоресценція. Якщо випромінювання елемента B має достатню жорсткість, то при поглинанні квантів цього випромінювання атомами елемента A може виникати характеристичне випромінювання елемента A . У підсумку буде спостерігатися більш висока інтенсивність рентгенівського випромінювання елемента A .

Ця поправка дуже мала, якщо $Z_A - Z_B$ більше 10 або якщо Z_B менше 20. З урахуванням цієї поправки $K_A = C_A \left(1 + \frac{J_f}{J_A} \right)$.

Поєднуючи всі три поправки, одержимо загальну формулу, що зв'язує величину відносної інтенсивності рентгенівських променів з концентрацією елемента:

$$K_A = C_A \left(\frac{F_A}{F_{100A}} \right) \left(\frac{f_A}{f_{100A}} \right) \left(1 + \frac{J_f}{J_A} \right).$$

Всі три поправки, записані тут у спрощеній формі, насправді дуже громіздкі. Розрахунок C_A за приведеною формулою вручну неможливий. Для цього застосовується метод послідовних наближень і проводяться тільки з ЕОМ.

На даний час існує багато емпіричних методів урахування цих поправок, багато величин протабульовано, для розрахунків застосовуються, в основному, обчислення за допомогою ЕОМ.

Для напівкількісних розрахунків або, коли не потрібна дуже висока точність, користуються обчисленням C_A за простим співвідношенням:

$$C_A = \frac{J_A}{J_{100A}} = K_A.$$

5.11. Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи

У процесі виконання лабораторної роботи необхідно визначити концентрацію олова й свинцю в зразку сплаву PbSn.

Для цього необхідно в утримувач зразків помістити: флуоресціюючий екран для настройки електронного зонда (комірка №1); чистий елемент олова (комірка №2); чистий свинець (комірка №3) і зразок сплаву свинець-олово (комірка №4).

На мікроаналізаторі включити тумблер «включення приладу». На табло режимів робіт загориться середня лампочка. Ручкою режиму робіт перевести режим роботи (за годинниковою стрілкою) у положення, коли загориться лампочка «В». У колону зразків напустити повітря. Відкрити верхній блок колони й поставити утримувач зразків на столик зразків, закріпивши його гвинтом. Включити тумблер «механічний насос», відкрити воду дифузійного насоса й включити тумблер «диф». У цьому режимі вести відкачку 20-25 хв. Потім режим роботи перевести в положення «ПВК» - попередній вакуум у колоні. Перемикач вакуумметра поставити в положення «2». При показанні вакуумметра 2-3 мВ, перевести режим роботи в положення «ПВС» - попередній вакуум у спектрометрі. Відкачавши спектрометр до 2-3 мВ (положення перемикача вакуумметра поставити на «3»), перевести режим роботи в положення «ВВ» - високий вакуум. Перемикач вакуумметра поставити в положення «2».

Тумблер «шлюз» поставити вгору. При цьому відкриється шлюз, тобто віконце із целюлозної плівки, що з'єднує вакуумний спектрометр із камерою зразків. У цьому режимі установка відкачується до досягнення показань вакуумметра 10 мВ. На правому щитку включити тумблер «живлення колони». Відкрити вентиль газового балона для подачі аргонно-метанової суміші в газовий лічильник, включити рахункову стійку ССД.

Підвести під мікроскоп, вмонтований у камеру зразків флуоресцентний екран (комірка №1). Включити тумблер «підсвічування зразка» і навести на різкість поверхню флуорекрану. Включити тумблер «високе» і «розжарювання катода». На екрані з'явиться світна пляма електронного зонда. При необхідності підрегулювати його розмір ручкою «лінза II» «тонко».

Концентрацію свинцю визначається лівим невакуумним спектрометром - кристал кварцу ($13\bar{4}0$), а олово вакуумним спектрометром на диспергуючому елементі - кристалі кварцу ($10\bar{1}0$).

Свинець. Перемикач спектрометрів поставити в положення «лівий спектрометр». Підвести під мікроскоп комірку №3 зі свинцем. На шкалі «лівий спектрометр» виставити кут $29^\circ 58'$. Зі стійки ССД подати «високе» на детектор лівого спектрометра (порядка 2 кВ). На широкополосному підсилювачі УШ-1 поставити «підсилення грубо» в положення 1. На інтенсиметрі стрілка відхилиться на якесь значення шкали. Шляхом настройки кута домогтися максимального відхилення. У такому випадку прилад настроєний на максимум

лінії L_{α_1} свинцю. У такому положенні визначається кількість імпульсів за допомогою перерахункового пристрою ССД. За 2-3 значеннями обчислюється середнє. Не змінюючи положення кута, під зонд підводить сплав і робляться ті-ж 2-3 виміри інтенсивності. Після цього, змістившись уліво або вправо на один градус, визначається величина фону, також шляхом вимірювання 2-3 разів кількості імпульсів. Концентрація свинцю при цьому обчислюється із співвідношення

$$C_{Pb} = I_0/I_{Pb},$$

де I_0 – середнє значення інтенсивності на зразку за винятком фону;

I_{Pb} - середнє значення інтенсивності від свинцю за винятком фону.

Олово. На УШ-1 «посилення грубо» поставити в положення 0,1. Перемикач спектрометрів поставити в положення «правий спектрометр» - загоряється лампочка «кварц». На правому спектрометрі рукояткою «зміна кута» виставити кут $26^\circ 02'$, що відповідає положенню L_{α_1} лінії олова. Підвести під мікроскоп комірку №2 з оловом. І так же як із свинцем визначити спочатку інтенсивність рентгенівського випромінювання від олова, потім від зразка. Визначити фон від олова й зразка й визначити концентрацію олова в зразку.

Вимикання приладу. Виключити (“високе” і “розжарення катода”) зонд (правий пульт). Виключити “висока напруга”, що подається на детектор (стійка ССД). Ручкою режиму робіт перевести режим у ПВС проти годинникової стрілки. При цьому закриється шлюз і перемикач “шлюз” поставити в нижнє положення. Знову повернутися в режим “ВВ”. Виключити “диф” насос. Перекрити газ у балоні. Виключити ССД (спочатку “анод”, через хвилину “розжарення”). Форвакуумний насос качає до охолодження дифузійного насосу 20-25 хв. Перевести режим роботи за годинниковою стрілкою до загорання центральної лампочки. Виключити “живлення колони”. Ручку вакуумметра поставити в положення “0”. Виключити “механічний” насос. На задній стінці приладу кнопкою напустити повітря в цей насос. Закрити воду. Виключити прилад - поставити перемикач “вкл. приладу” вниз.

Контрольні запитання

1. Навіщо необхідний вакуум у колоні?
2. Навіщо в приладі передбачені невакуумний і вакуумний спектрометри?
3. Яке призначення кристал - аналізаторів?
4. Чому в даній роботі використовуються L лінії?
5. Які дослідження можна проводити за допомогою рентгенівського мікроаналізатора?

Література

1. Боровский И.Б., Водоватов Ф.Ф. и др. Локальные методы анализа материалов. М.: Металлургия, 1973.
2. Приборы и методы физического металловедения. В.2./Под ред. Вейнберга Ф. М.: Мир, 1974.
3. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Т.2./Под ред. Петрова В.И. М.: Мир, 1984.