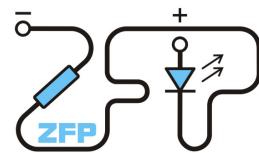


Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF



Fyzikální praktikum ...

Úloha č.

Název úlohy:

Jméno: Obor: FOF FAF FMUZV

Datum měření: Datum odevzdání:

Připomínky opravujícího:

	Možný počet bodů	Udělený počet bodů
Práce při měření	0 - 5	
Teoretická část	0 - 1	
Výsledky měření	0 - 8	
Diskuse výsledků	0 - 4	
Závěr	0 - 1	
Seznam použité literatury	0 - 1	
Celkem	max. 20	

Posuzoval:.....

dne:

Pracovní úkoly

1. Seznámení se základní obsluhou elektronového mikroskopu.
2. Studium vlivu korekčních členů na výsledky chemických analýz pomocí EDX.
 - (a) Určete prvkové složení vzorků na základě analýzy jejich RTG spekter změrených pomocí EDX detektoru. Naměřte kalibrační závislost intenzity charakteristických K čar těchto prvků na hodnotě budícího proudu svazku.
 - (b) Vypočtěte chemické složení sloučenin z intenzit pozorovaných charakteristických rentgenových čar.
 - (c) Porovnejte výsledek výpočtu s vyhodnocením ze softwaru detektora a diskutujte pozorovaný rozdíl.
3. Demonstrace chemických analytických metod elektronového mikroskopu.
 - (a) Pomocí softwaru EDX detektora určete kvalitativní a kvantitativní složení zkoumaných (přinesených) vzorků.

Teoretická část

Skenovací elektronový mikroskop používá ke studiu vzorku zaostřený svazek elektronů. V detektoru Augerových a sekundárních elektronů (SE) vidíme topografický povrch vzorku. Sekundární elektrony jsou elektrony vyražené ze vzorku a od primárních elektronů (PE) je poznáme tak, že mají mnohem menší energii (do cca 50 eV). V detektoru zpětně odražených vzorků (BSE) vidíme Z-kontrast (atomové číslo), tedy kontrast mezi oblastmi prvků s velmi odlišným atomovým číslem. Vyšší Z znamená vyšší intenzitu BSE (tedy světlejší barvu na snímku). BSE mají energii srovnatelnou s energií PE.

Po dopadu PE na vzorek vzniká RTG záření dvojitého druhu. Za prvé je to bzdné záření se spojitým spektrem, které budeme v našem experimentu filtrovat a nijak ho nevyužijeme, a za druhé je to charakteristické záření přítomných prvků s diskrétním spektrem. Každý prvek má charakteristické spektrum, které odpovídá energetickým přechodům při deexcitaci. Podle tohoto spektra dokážeme prvek ve vzorku identifikovat a určit jeho koncentraci.

Při kvantitativní analýze RTG spektra musíme brát v úvahu různé jevy, které se projeví na intenzitě spektrálních čar (korekce na atomové číslo, absorbce, fluorescence) [1]. Naštěstí software dodávaný s mikroskopem tyto korekce provádí za nás.

Výsledky měření

PE byly urychlené napětím $U = 20\text{ kV}$. de Broglieho vlnová délka je

$$\lambda_{\text{PE}} = \frac{h}{\sqrt{2MUq}} = 8,7\text{ pm}.$$

Pozorovali jsme tři vzorky:

1. slovenská mince
2. neznámý vzorek
3. česká mince

budeme je důsledně nazývat těmito čísly.

Na snímcích z mikroskopu je vždy levá část z detektoru SE a pravá z BSE.

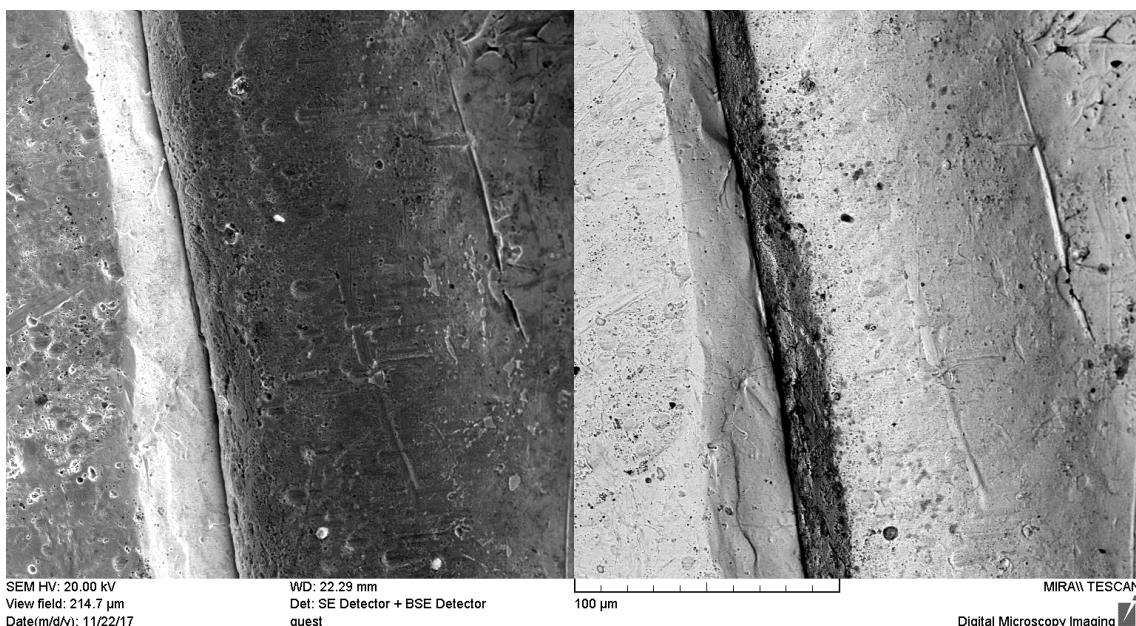
Snímky vzorku 1 při různém zvětšení jsou na obrázcích 1 a 2.

U vzorku 2 (viz obrázek 3) pozorujeme kompoziční kontrast, zřejmě se skládá ze dvou fází. Vybrali jsme dvě místa na vzorku, bod A ve světlé oblasti BSE snímku a bod B v tmavé. V obou místech jsme provedli kvantitativní analýzu RTG spektra a určili chemické složení (viz tabulky 1 a 2 a obrázky 4 a 5). V bodě A je narozdíl od bodu B kromě hliníku přítomna těžší měď, což odpovídá tomu, že těžší prvky mají vyšší intenzitu zpětně odražených elektronů. Dále jsme provedli lineární sken, který zde neuvádíme, a 2D sken (obrázek 6).

Snímky vzorku 3 jsou na obrázcích 7 a 8. Je zde patrný kompoziční kontrast. Na obrázku 9 jsou vyznačené body, ve kterých jsme prováděli kvantitativní analýzu RTG spektra. Výsledky jsou v tabulkách 3, 4, 5 a obrázcích 10, 11, 12. Také jsme provedli lineární a 2D sken přechodu (obrázek 13)



Obrázek 1: Vzorek 1

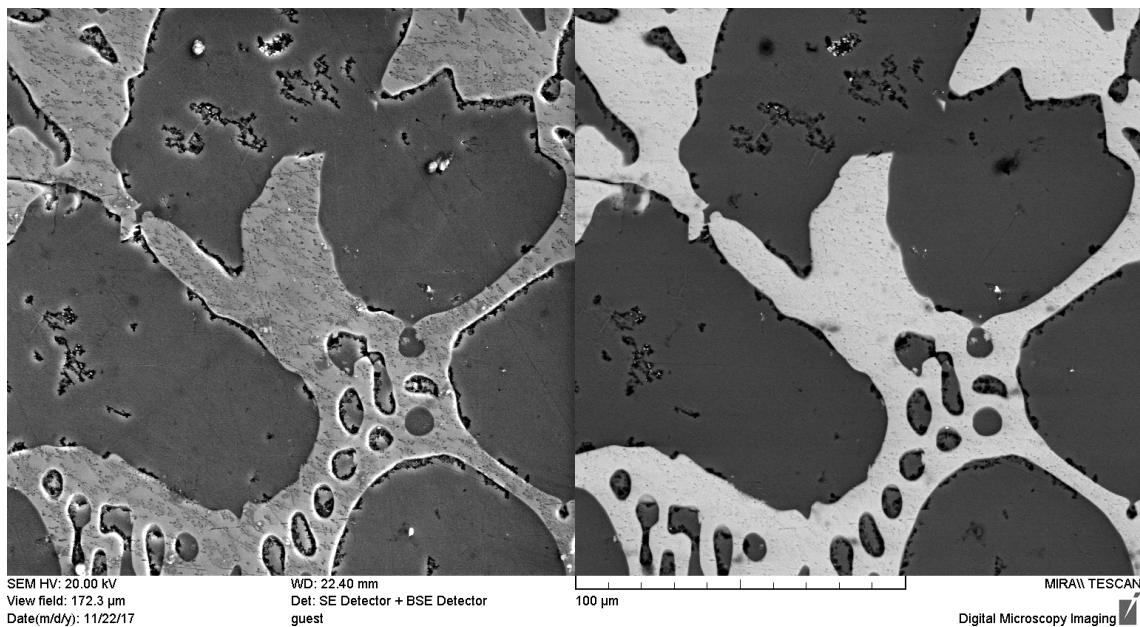


Obrázek 2: Vzorek 1

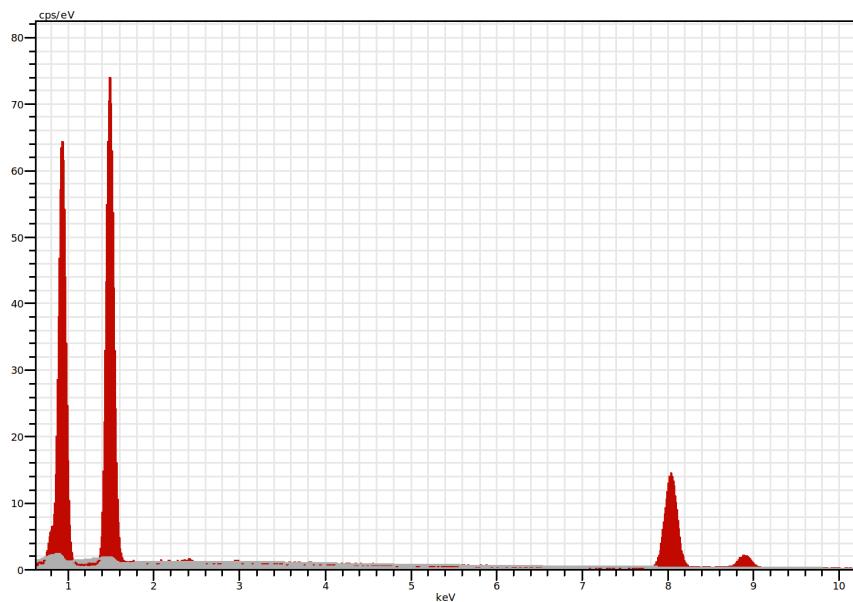
Spectrum: Ti_Gl_1 13

Element	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error
		[wt.-%]	[wt.-%]	[at.-%]	[%]
Aluminium	K-series	46,62	47,37	67,95	2,3
Copper	K-series	51,80	52,63	32,05	1,4
Total:		98,42	100,00	100,00	

Tabulka 1: Chemické složení vzorku 2 v místě A



Obrázek 3: Vzorek 2



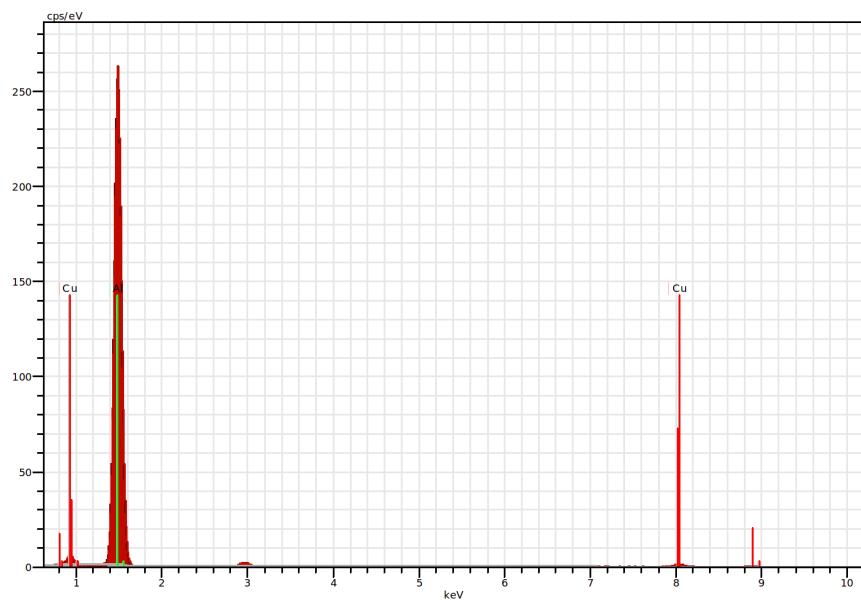
Obrázek 4: Spektrum vzorku 2 v místě A

Spectrum: Ti_Gl_1 14

Element	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error
		[wt.-%]	[wt.-%]	[at.-%]	[%]
Copper	K-series	5,30	4,99	2,18	0,2
Aluminium	K-series	101,04	95,01	97,82	4,8

Total:		106,34	100,00	100,00	

Tabulka 2: Chemické složení vzorku 2 v místě B



Obrázek 5: Spektrum vzorku 2 v místě B

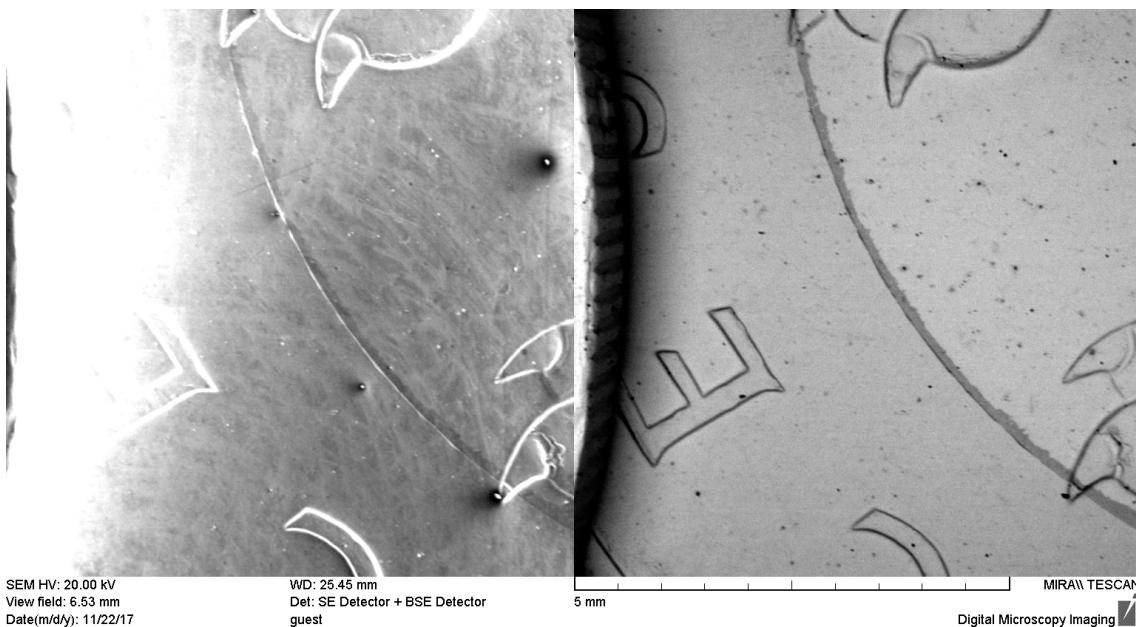


Obrázek 6: 2D sken vzorku 2

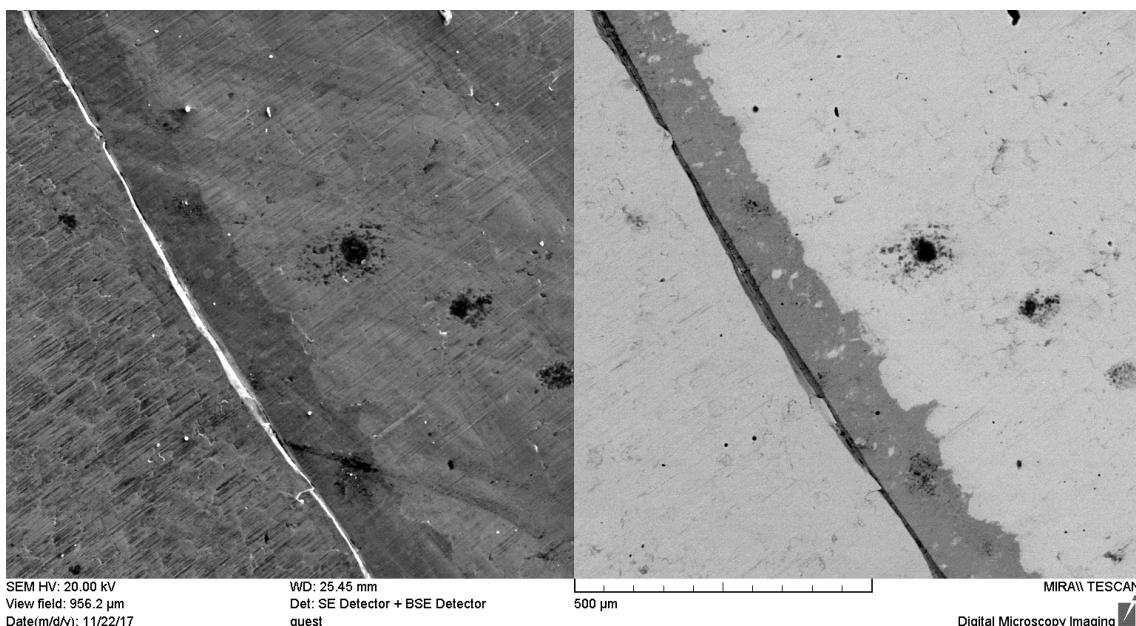
Spectrum: Ti_G1_1 15

Element	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
		[wt.-%]	[wt.-%]	[at.-%]	[%]
Copper	K-series	89,51	100,00	100,00	2,4
Total:		89,51	100,00	100,00	

Tabulka 3: Chemické složení vzorku 3 v místě X



Obrázek 7: Vzorek 3

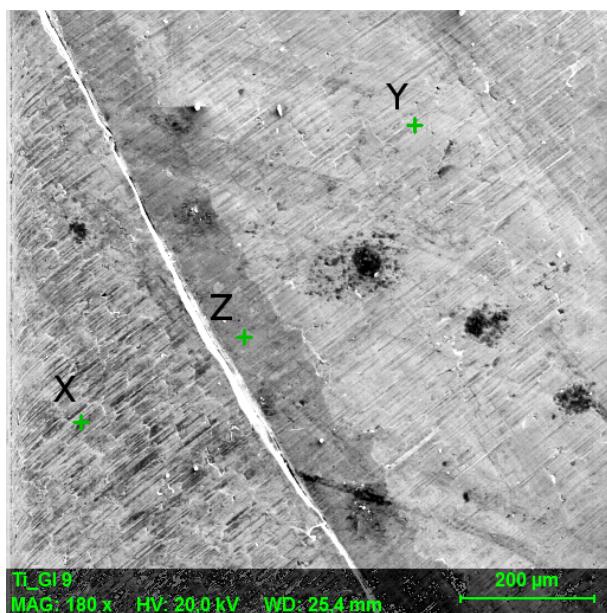


Obrázek 8: Vzorek 3

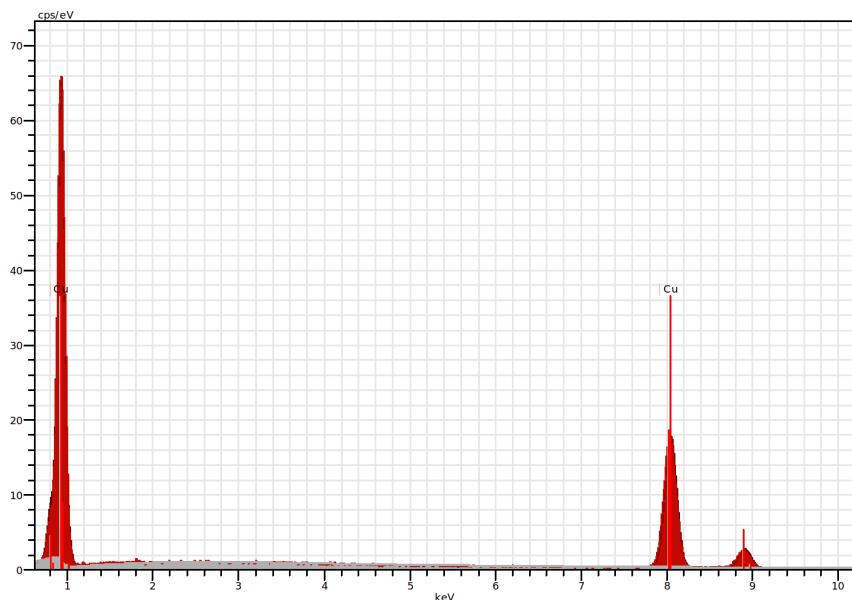
Spectrum: Ti_G1_1 16

Element	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error
		[wt.-%]	[wt.-%]	[at.-%]	[%]
Copper	K-series	66,32	74,57	75,11	1,8
Zinc	K-series	22,61	25,43	24,89	0,7
Total:		88,93	100,00	100,00	

Tabulka 4: Chemické složení vzorku 3 v místě Y



Obrázek 9: Body, ve kterých jsme pozorovali RTG spektrum



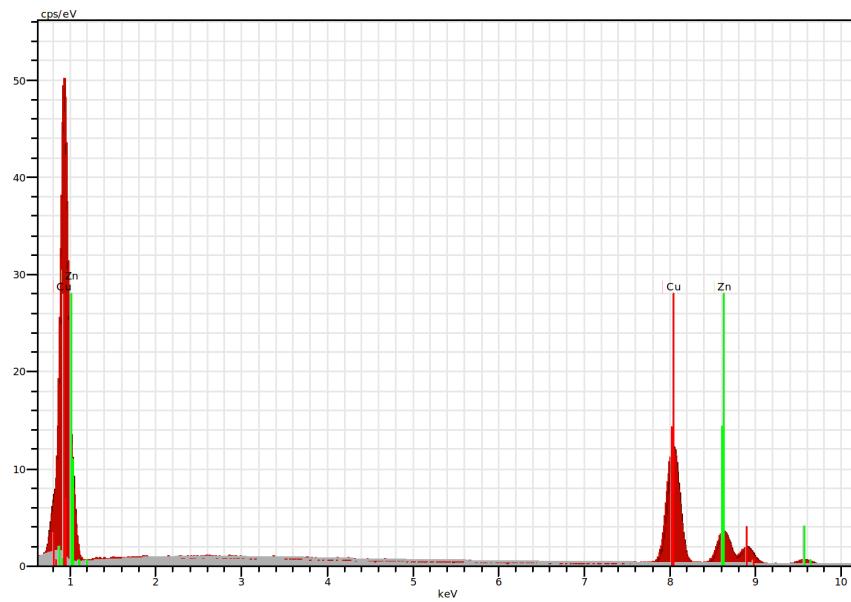
Obrázek 10: Spektrum vzorku 3 v místě X

Spectrum: Ti_Gl_1 17

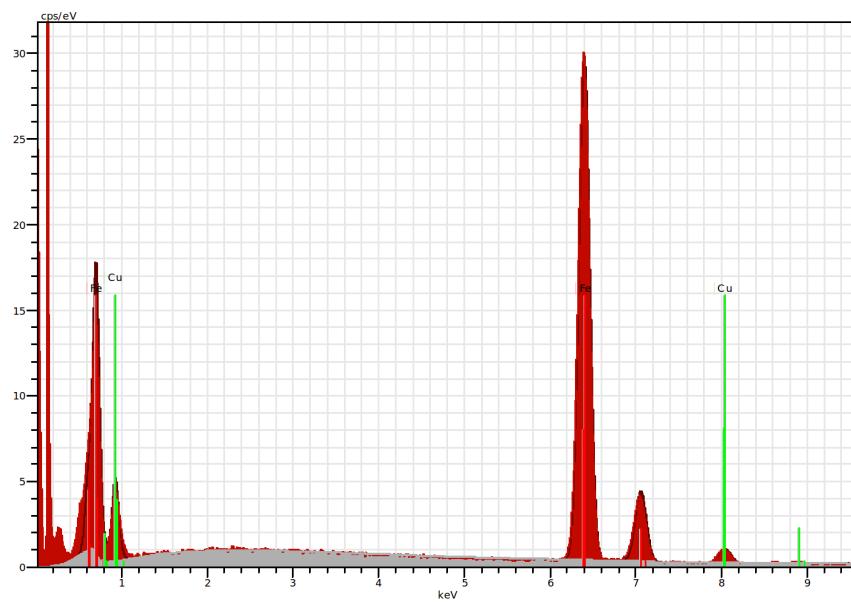
Element	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
		[wt.-%]	[wt.-%]	[at.-%]	[%]
Iron	K-series	87,76	94,54	95,17	2,4
Copper	K-series	5,07	5,46	4,83	0,2

Total:		92,82	100,00	100,00	

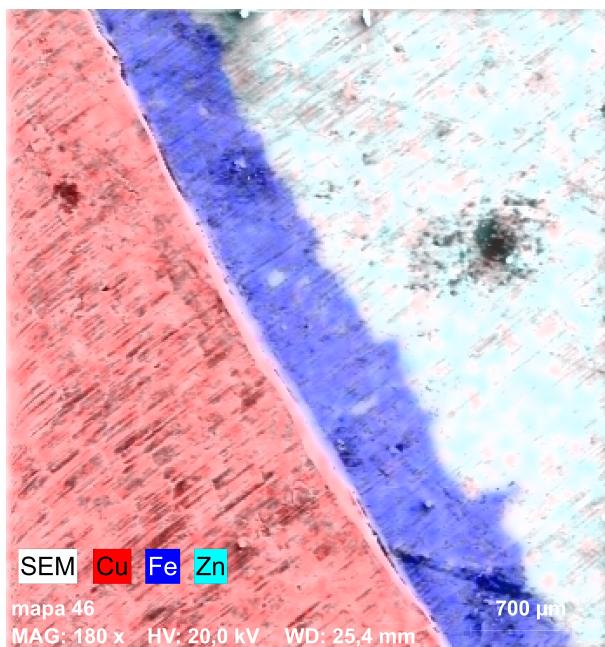
Tabulka 5: Chemické složení vzorku 3 v místě Z



Obrázek 11: Spektrum vzorku 3 v místě Y



Obrázek 12: Spektrum vzorku 3 v místě Z



Obrázek 13: 2D sken vzorku 3

Diskuze

Při kvantitativní analýze RTG spektra jsme odhalili kromě uvedených prvků také v malém množství kyslík a uhlík. To považujeme za znečištění povrchu vzorku a ze zpracování jsme je vyloučili.

Tím, že jsme delší dobu měli zaostřeno na jedno místo, jsme vzorek kontaminovali a po oddálení mělo zasažené místo výrazně slabší intenzitu na SE i BSE detektoru, přestože předtím tomu tak nebylo.

Závěr

Analýzou RTG spektra jsme určili chemické složení české paděsátikoruny. Vnější mezikruží je z mědi, vnitřní kruh je slitina mědi a zinku. Tyto dvě části jsou spojené vrstvou železa.

Také jsme určili složení neznámého vzorku. Skládal se ze dvou fází, jedna byla téměř čistý hliník a druhá byla slitina hliníku a mědi (viz tabulka 1).

Seznam použité literatury

1. *Určování chemického složení materiálů pomocí energiově disperzní analýzy rentgenových spekter—Základní fyzikální praktikum* [online]. [cit. 2017-11-26]. Dostupný z WWW: <<http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/zadani/424>>.