

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВЫЙ МИРОАНАЛИЗ
НА ЭНЕРГО-ДИСПЕРСИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРАХ: ПРОБЛЕМЫ И РЕШЕНИЯ**Карманов Н.С.ФГБУН Институт геологии и минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, Новосибирск,
Россияkrm@igm.nsc.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_17

Первый рентгеновский энерго-дисперсионный спектрометр (EDX или EDS) были установлен на электронно-зондовый микроанализатор в 1967 году (Fitzgerald et al, 1968), а годом позже – на сканирующий электронный микроскоп. Современные EDS характеризуются высокой чувствительностью, что позволяет работать с низкими токами электронного пучка (1 нА и менее), а также чрезвычайно стабильными техническими характеристиками. В большинстве случаев EDS устанавливаются на электронные сканирующие микроскопы (SEM), и позволяют выполнять электронно-зондовый микроанализ (EPMA) с высокой производительностью. К сожалению, SEMs характеризуются довольно низкой стабильностью тока электронного пучка по сравнению электронно-зондовыми микроанализаторами, так как микроскопы часто не оборудованы системами измерения и стабилизации тока электронного пучка. Кроме того, на качество анализа сказывается, хотя и в меньшей степени, геометрический фактор, так как, строго говоря, в SEM-EDS анализ выполняется при «косом» падении пучка электронов на образец, при переменном телесном угле сбора рентгеновского излучения и при переменном угле отбора рентгеновского излучения. Масла в огонь добавляет и то, что некоторые фирмы-производители EDS не должным образом обрабатывают энерго-дисперсионные спектры. Вследствие перечисленных причин считается, что микроанализ с применением SEM-EDS уступает по точности классическому EPMA с применением волновых дисперсионных спектрометров (WDS), а результаты анализа SEM-EDS часто нормализуют к 100% и считают их полуколичественными или качественными. Дополнительным осложнением для EPMA EDS является его кажущаяся простота, когда результаты анализа можно получить без каких-либо особых усилий со стороны аналитика, что провоцирует нарушение элементарных требований при количественном электронно-зондовом микроанализе с соответствующим результатом.

Однако, при соблюдении определенных условий, достаточно простых и не более жестких, чем в микроанализе с применением WDS, в EPMA EDS можно получать метрологические характеристики, типичные для EPMA WDS [2, 3, 4]. Из этих условий необходимо отметить требования к образцу, он должен быть полированный, токопроводящий или иметь токопроводящее покрытие. Ток пучка при анализе должен быть стабильным, а угол отбора излучения, телесный угол сбора излучения и угол падения электронов на образец должны соответствовать номинальным значениям. Алгоритмы обработки спектра должны осуществлять дековолюцию спектра с учётом артефактов регистрации – асимметрии спектральных линий, пиков потерь и пиков суммирования. При анализе должны использоваться современные алгоритмы учёта матричных эффектов, а образцы сравнения должны иметь состав, адекватный составу исследуемых объектов.

Список литературы

1. Fitzgerald R., Keil K., Heinrich K.F.J., Science 1968; 159, 528-529.
2. Reed S.J.B., Ware N.G., J. Petrol. 1975; 16, 499–519.
3. Newbury D.E., Ritchie N.W.M., Scanning 2013; 35, 141–168.
4. Лаврентьев Ю.Г., Карманов Н.С., Усова Л.В., Геология и геофизика 2015; 56, 1473-1482.