Лекция №2

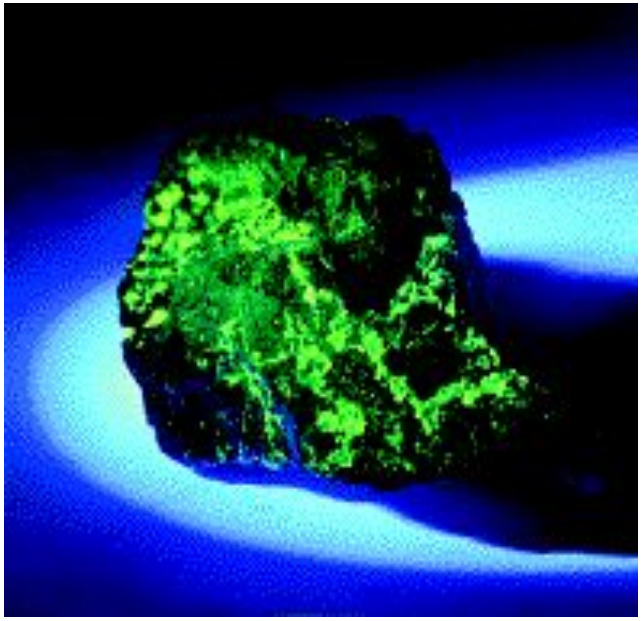
Люминесцентный анализ

- *Люминесценция* – (*lumen* – свет; *escent* – суффикс, означает слабое действие) способность некоторых веществ испускать видимый свет под воздействием различного рода излучений (ультрафиолетового, рентгеновского, лазерного и пр.).

- В настоящее время *люминесценцией* называют неравновесное излучение, избыточное по отношению к тепловому излучению тела, после возбуждения продолжающееся в течение времени, значительно превышающего период световых колебаний ($\tau \sim 10^{-10}$).

На практике люминесценцию часто разделяют на:

- флюоресценцию, быстро затухающую после окончания возбуждения (от 10^{-9} до 10^{-1} с);
- фосфоресценцию, затухание которой заметно на глаз (дольше 10^{-1} с).



Зеленое свечение урана в ультрафиолетовых лучах

В зависимости от способа возбуждения выделяют несколько видов люминесценции, различающихся также характером физических процессов, протекающих в минерале:

- *фотолюминесценция* – возбуждение производится электромагнитным излучением оптических частот;
- *катодолюминесценция* – возбуждение осуществляется за счет энергии падающих электронов;
- *радиолюминесценция* – возбуждение возникает под действием различных видов радиоактивного излучения;

- *хемолюминесценция* – возбуждение возникает за счет энергии химических реакций;
- *термолюминесценция* – свечение возникающее при нагревании;
- *триболюминесценция* – свечении возникающее при трении.

- Для возбуждения люминесценции применяют водородные, ксеноновые, реже ртутные газоразрядные лампы низкого, высокого и сверхвысокого давления различной мощности.
- Для наблюдения фотолюминесценции применяются различного вида осветители (ОИ-18, ЛСП-103), люминоскопы (ЛРВ-1) микроскоп-спектрофотометры (МСФУ-К) предназначенные для фотометрических исследований микрообъектов и микроучастков макрообъектов

- Для более точного объективного фотометрирования и получения спектра люминесценции применяют люминесцентный фотометр и спектрографы. Кроме того для оперативной диагностики в полевых условиях применяют различные варианты отечественных полевых осветителей-люминоскопов («Шеелит», «Минилюм» и т.д).

Люминоскоп ЛРБ-1

Микроскоп-спектрофотометр МСФУ-К

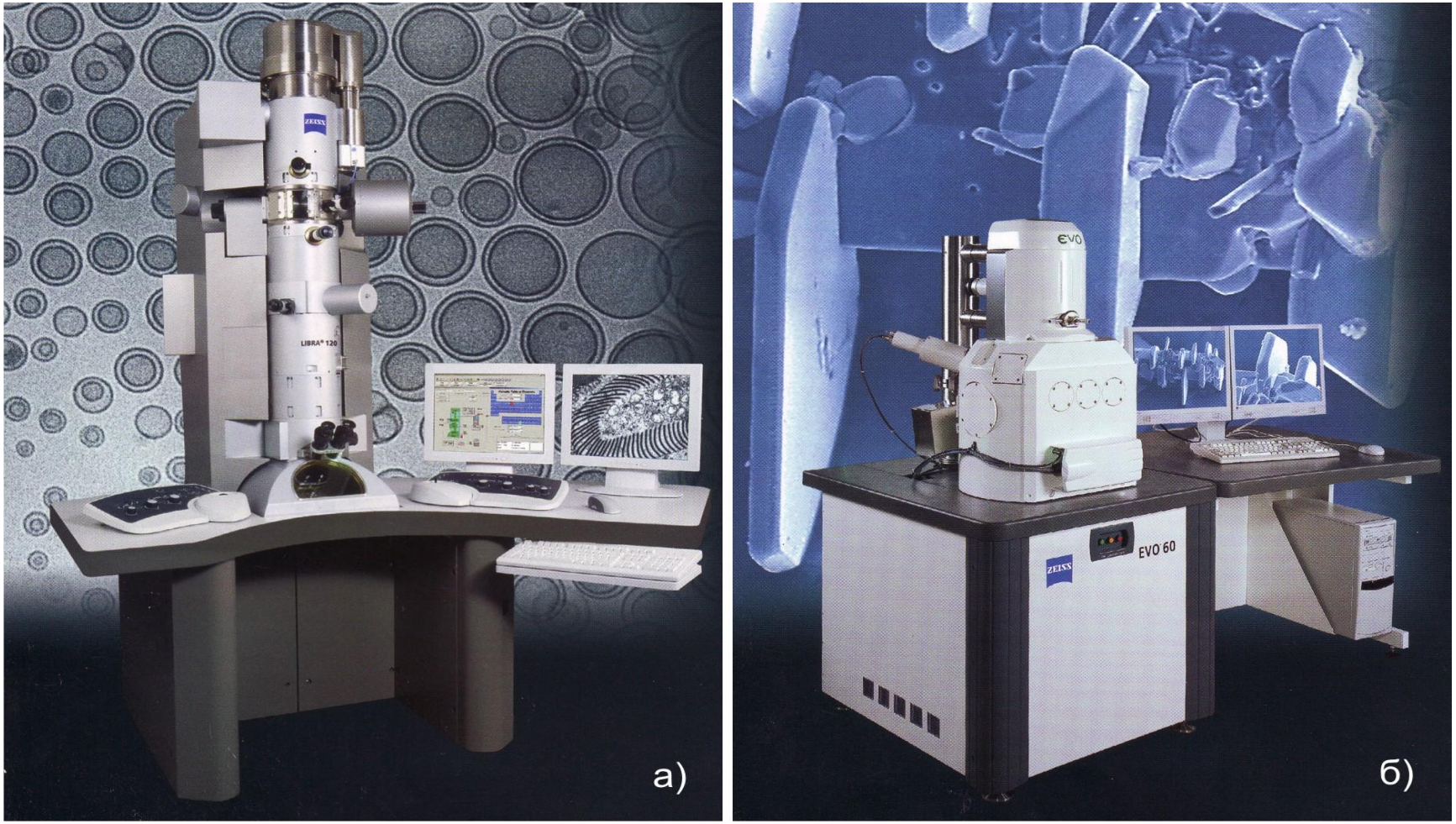
Лекция №2

Методы электронной микроскопии

Электронная микроскопия – совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов микроструктуры тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъёмах тел электрических и магнитных полей (микрополей).

Электронный микроскоп – это прибор, который дает возможность получать сильные увеличения объектов, используя для их освещения электроны. Электронный микроскоп позволяет видеть такие мелкие детали, которые не разрешимы в световом (оптическом) микроскопе и широко применяется в научных исследованиях строения вещества.

По принципу действия и способу исследования объектов различают несколько типов: **просвечивающие, отражательные, эмиссионные, растровые, теневые** электронные микроскопы. Наиболее распространены микроскопы просвечивающего и растрового типа, обладающие высокой разрешающей способностью и универсальностью.



Электронные микроскопы фирмы Karl Zeiss:
а)– просвечивающий; б)– растровый.

По разрешающей способности электронные микроскопы разделяют на три класса:

Класс микроскопа	Пространственное разрешение
первый	0,2–1,5 нм (2–15 А)
второй	2–3 нм (20–30 А)
третий	5–15 нм (50–150 А).

Основные виды электронной микроскопия:

- Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)
- Растровая электронная микроскопия (РЭМ)
- Электронно-зондовый микроанализ

- Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) позволяет решать широкий круг минералогических задач, и этот круг расширяется по мере развития метода.
- В ПЭМ, в зависимости от решаемых задач, используются различные методы: суспензии, реплики, ионное травление, ультрамикротомирование, декорирование, прямое наблюдение плоских сеток и др.

Просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) во многом схож со световым микроскопом. Отличие между ними в том, что для освещения образцов в ПЭМ используется не свет, а пучок электронов.

В состав обычного просвечивающего электронного микроскопа входят: электронный прожектор, ряд конденсорных линз, объективная линза и проекционная система, которая соответствует окуляру, но проецирует действительное изображение на экран. Источником электронов обычно является нагреваемый катод из вольфрама или гексаборида лантана.

- **Растровый электронный микроскоп** *(РЭМ)* широко используется в научно-исследовательских лабораториях.

  По своим техническим возможностям он сочетает в себе качества как светового (СМ), так и просвечивающего электронного (ПЭМ) микроскопов, но является более многофункциональным.

В основе РЭМ лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны.

Принцип действия РЭМ основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов – зондом. В результате взаимодействия электронов с образцом (веществом) генерируются различные сигналы.

С помощью **электронно-зондового микроанализа** возможно определение элементного состава локального участка исследуемого вещества.

- Электронно-зондовый микроанализ позволяет обнаружить присутствие в объеме порядка 0,1-2 мкм^3 практически всех элементов периодической системы в пределах 2–20 % их массового содержания. С его помощью можно проводить количественный химический анализ шлифов и аншлифов из сплавов, минералов, шлаков, органических и неорганических соединений на все элементы без разрушения исходного образца.
- Абсолютная чувствительность электронно-зондового микроанализа гораздо меньше, чем чувствительность методов эмиссионного спектрального или рентгеновского флуоресцентного анализа.

Современные электронно-зондовые микроанализаторы – это сложные вакуумные приборы, состоящие из электронно-оптической системы (электронная пушка и электромагнитные линзы), оптического микроскопа и устройства для сканирования распределения элементов по поверхности объекта (рентгеновский спектрометр).

Рентгеновские спектрометры улавливают возникшее в образце рентгеновское излучение, а специальные приставки автоматически регистрируют интенсивность линий и все параметры процесса.

Микроанализаторы (Oxford instruments)