

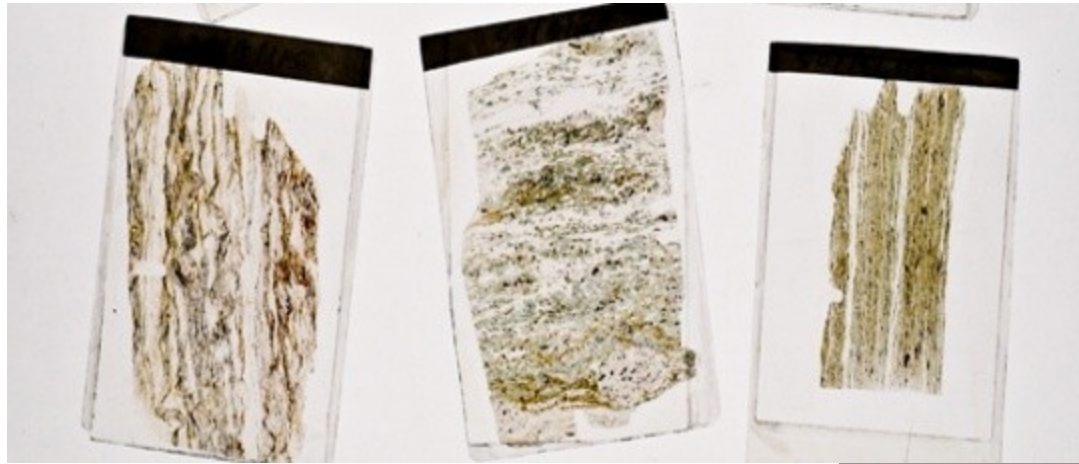
Elektronová mikroskopie a mikroanalýza-4

příprava vzorků pro
elektronovou mikroskopii a
mikroanalýzu

příprava vzorků pro elektronovou mikroskopii

- na vzorky je nutné nanést vrstvu vodivého materiálu
 - pro analýzu – C (grafit)
 - pro focení – Au, Ir, Pd,...
- pro kvalitní mikroanalýzu je potřeba leštěný povrch vzorku, kolmý na elektronový svazek.
 - leštěné výbrusy, nábrusy
- U nízkovakuových mikroskopů (environmentálních) lze pozorovat vzorek i bez pokovení (větší tlak v komoře)

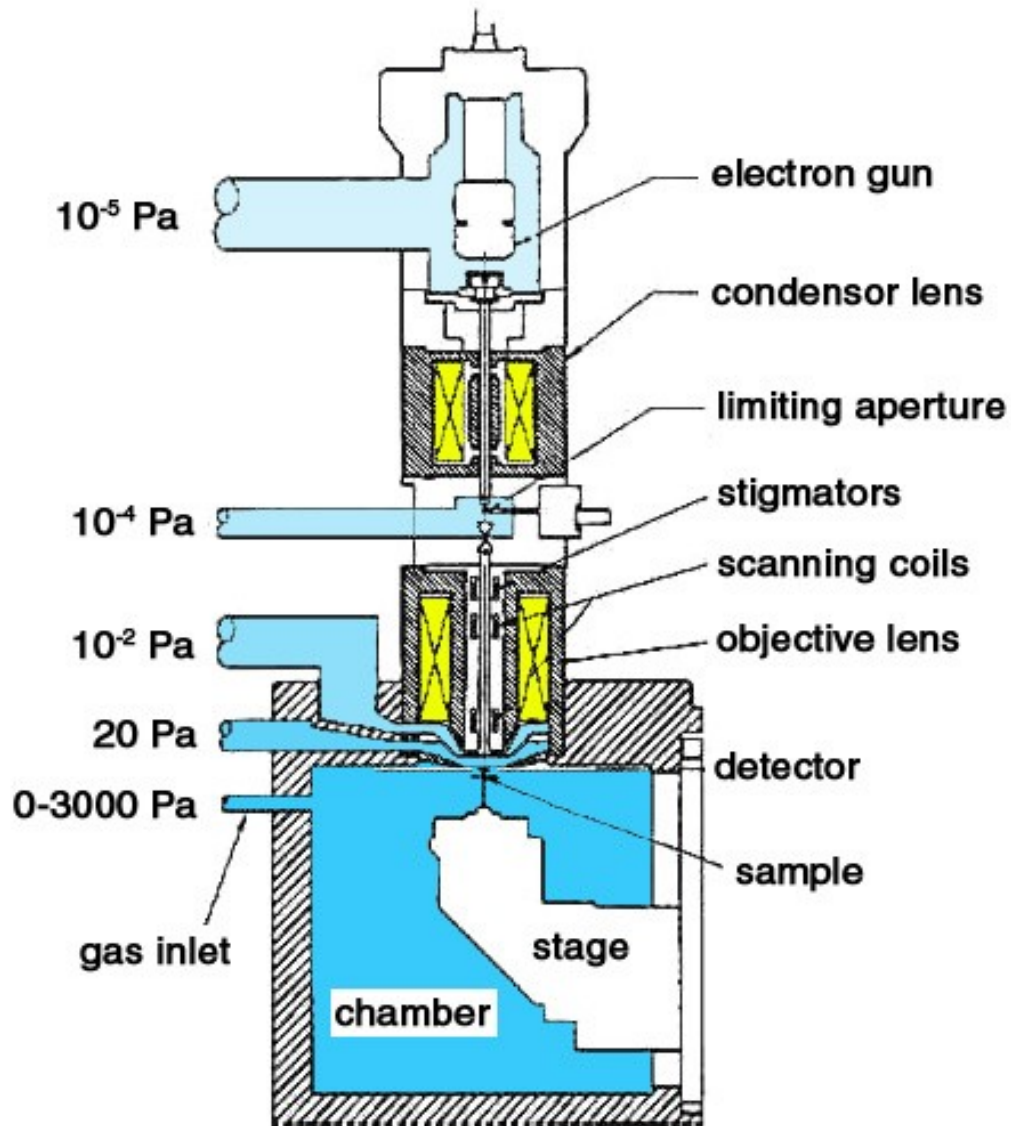
vzorky pro EMPA



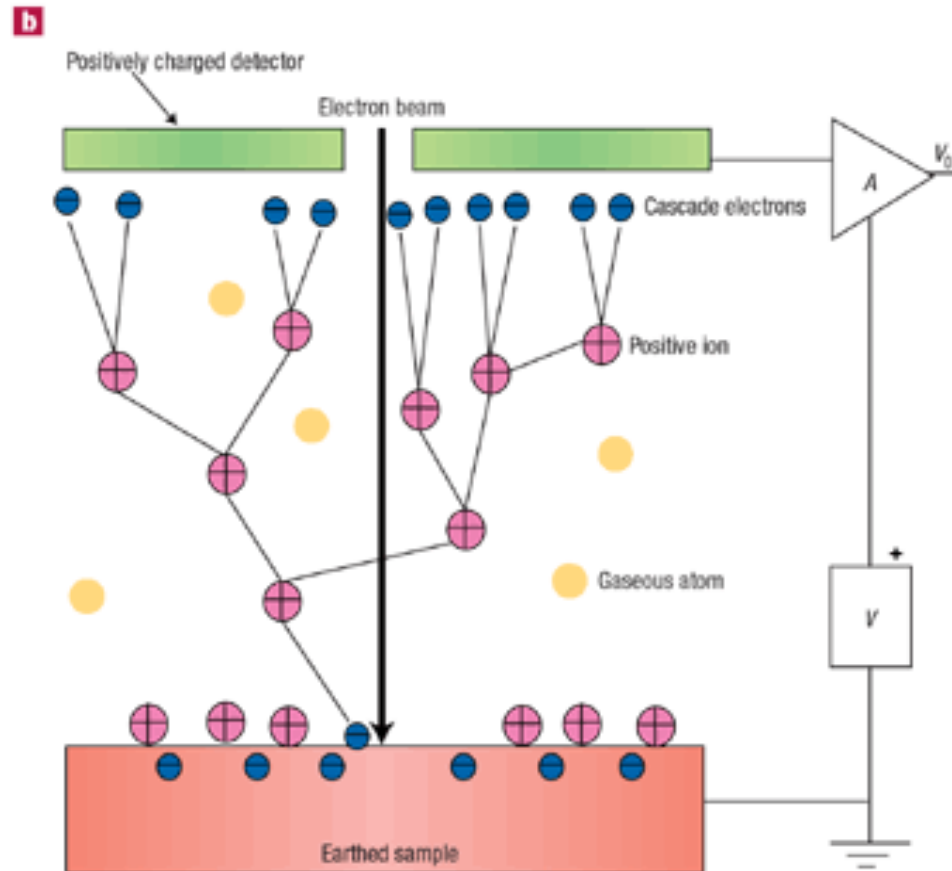
JM 2515



Environmental SEM

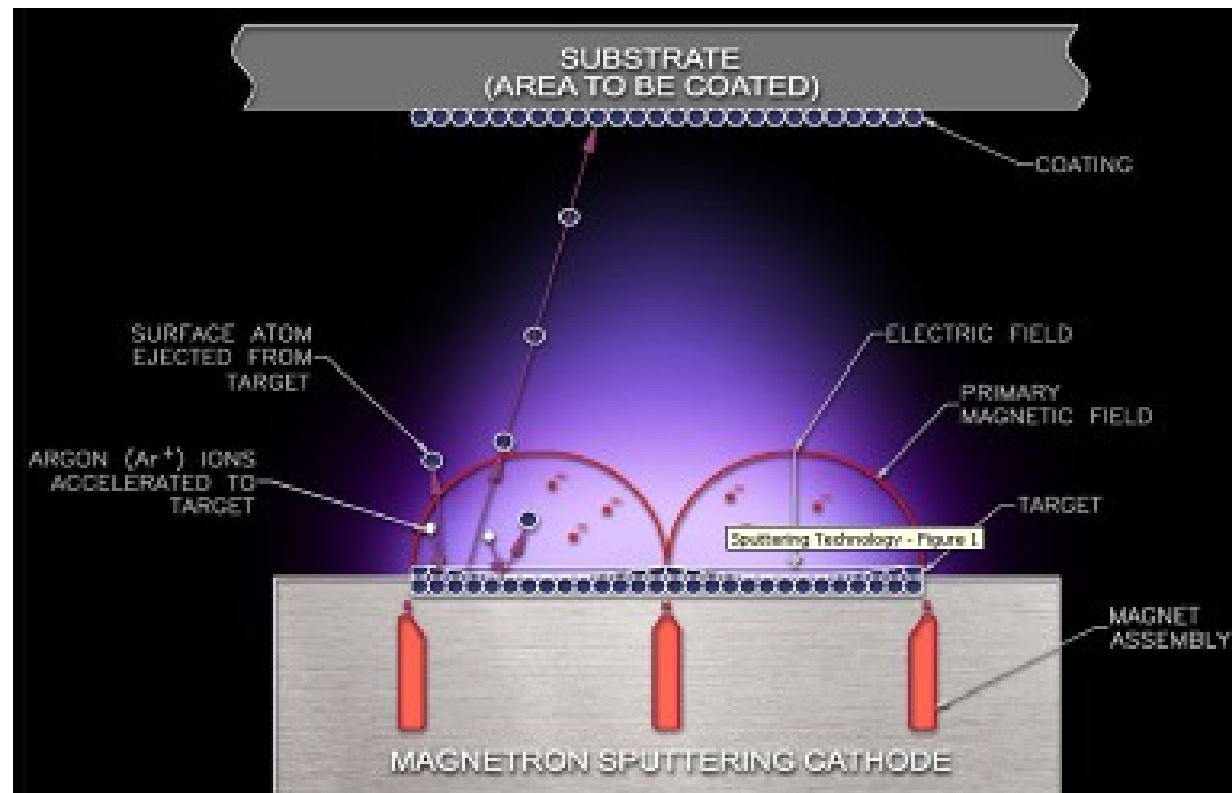


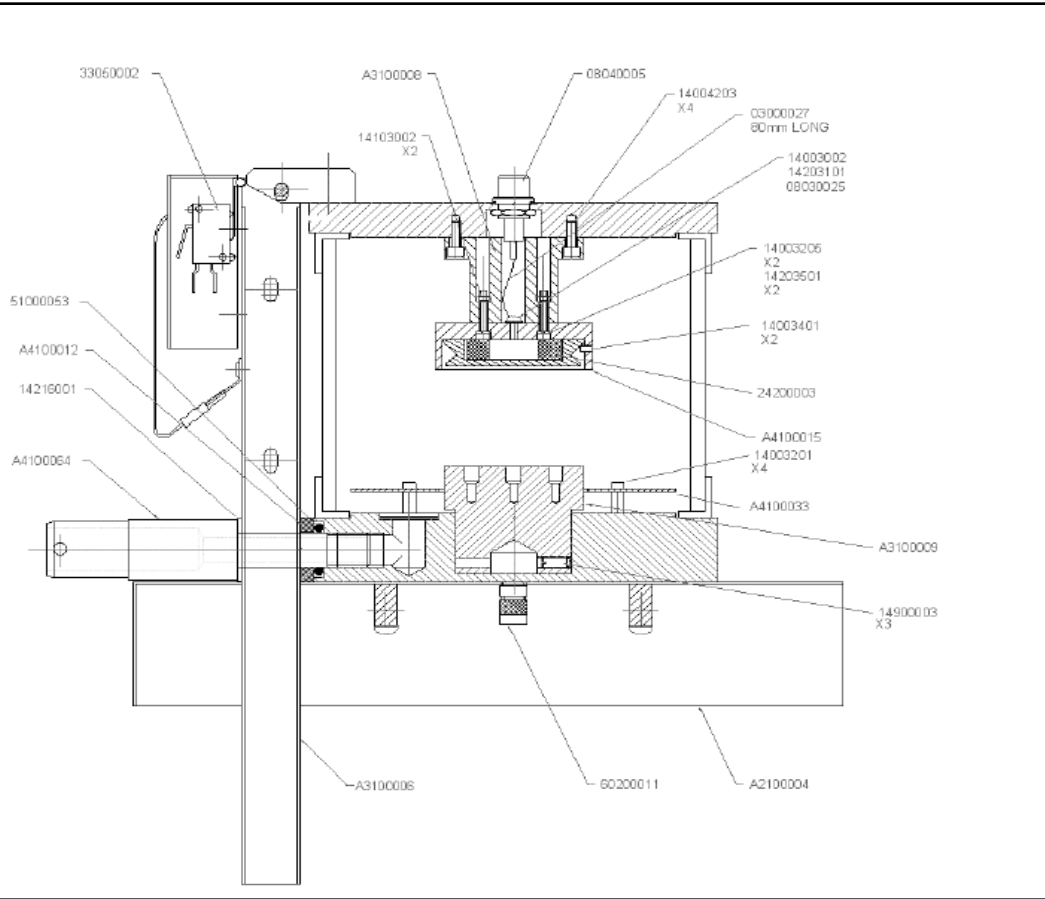
ESEM



pokovení zlatem, platinou

- většinou pro el. mikroskopii
- reliéfní vzorky
- vakuová magnetronová naprašovačka
- doba pokovení cca 0.5 hod



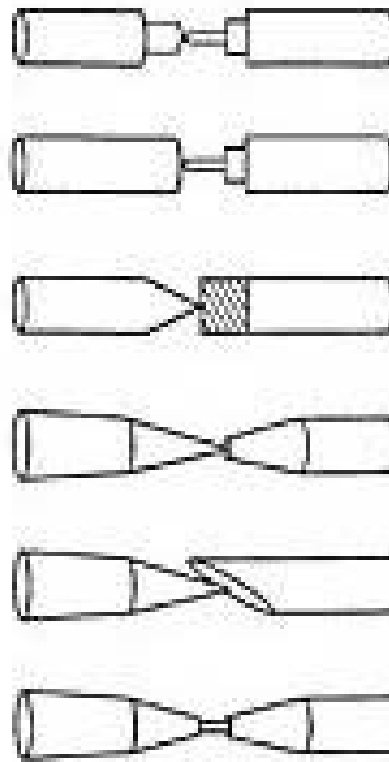


nanesení uhlíkové vrstvy

- uhlíková naparašovačka
- pro mikroanalýzu
- rozžhavením uhlíkových elektrod ve vakuu dojde k nanesení uhlíkové vrstvy na chladnější tělesa
- uhlíkové elektrody, uhlíkový provázek
- doba pokovení cca 3-4 hod.
- 4 výbrusy, 8 nábrusů
- výbrusy a nábrusy je třeba řádně očistit od mastnoty a prachu
- pro kvalitní mikroanalýzu je nezbytná homogenní uhlíková vrstva definované tloušťky
- uhlíková vrstva je náchylná otěr

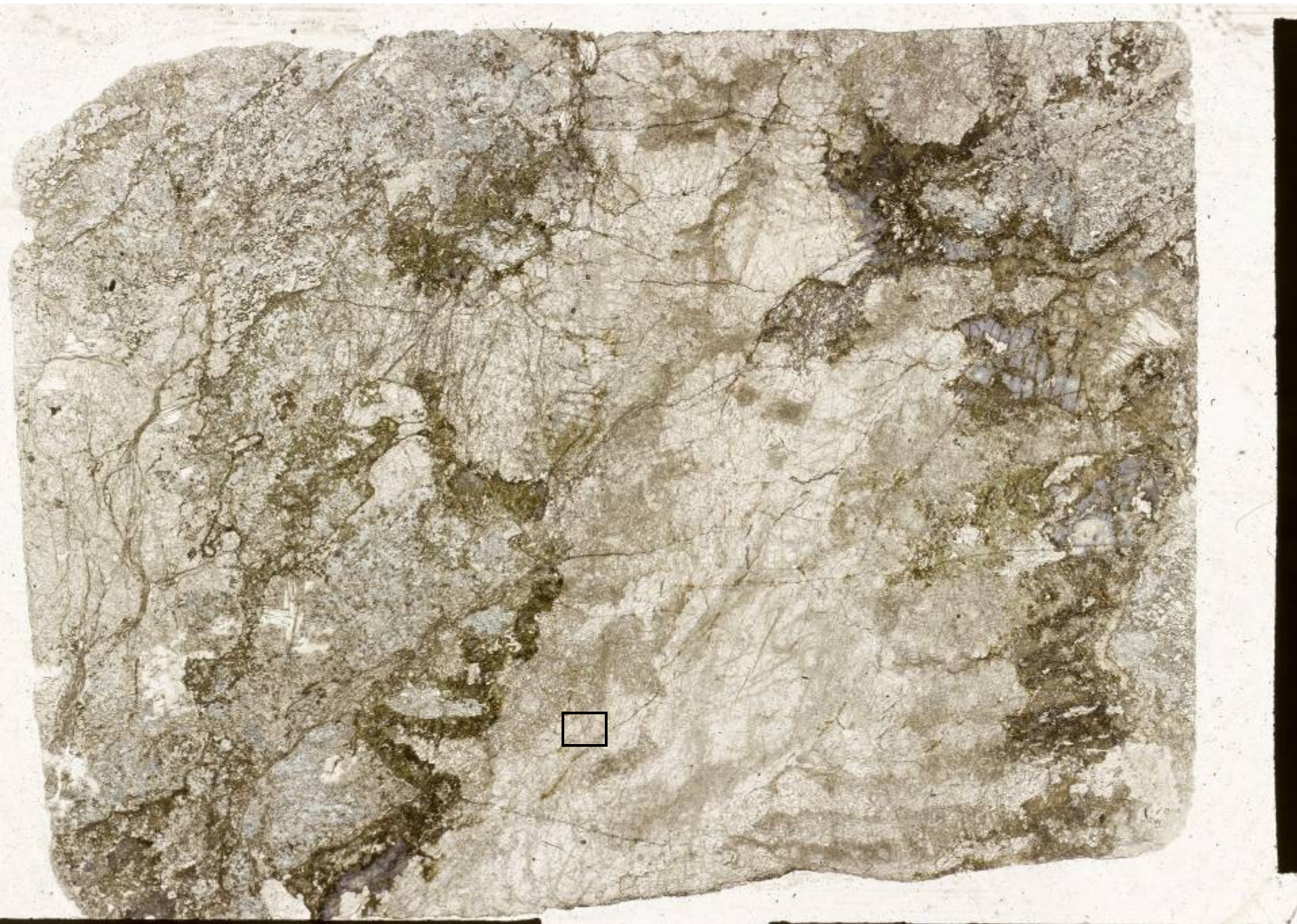


grafitové elektrody



vzorky pro mikrosondu Cameca SX 100

- klasické leštěné výbrusy 28x47 mm
- nábrusy Ø 25 mm, výška do 20 mm
- reliéfní vzorky 10x10x8 mm
- kvalitně naleštěny
- porézní vzorky musí být syceny pryskyřicí pod vakuem, jinak se prodlužuje doba vakuování
- vzorky musí být řádně označeny popiskou
- na vzorcích musí být zaznačena místa, kde se bude analyzovat (tuž, permanentní fix –ze spodní stany)
 - maximální zorné pole 1.7x1.3 mm 1/300 plochy výbrusu
- vzorky musíte znát a musíte vědět co chcete analyzovat



vzorky pro mikrosondu Cameca SX 100

- je dobré mít s sebou nákres vzorku, popřípadě fotografii výbrusu či nábrusu
- u studovaných musíte vědět, které prvky chcete analyzovat
 - u WD analýzy se analyzují prvky, které se zadají

analytické možnosti mikrosondy Cameca SX 100

- 5-40 kV, silikáty, oxidy 15 kV, sulfidy, slitiny 25 kV
- standardně se analyzují prvky od F po U
- ve speciálních případech lze měřit i B, C, N a O
- meze detekce závisí na použitém urychlovacím napětí, proudu a načítacím čase. Obvykle X00 ppm, ve speciálním případě X0 ppm
- doba analýzy závisí na počtu analyzovaných prvků a požadované mezi detekce
 - měří se 5 prvků současně
 - silikáty 4-5 minut, monazit- 18 minut

analytické možnosti a výstupy mikrosondy Cameca SX 100

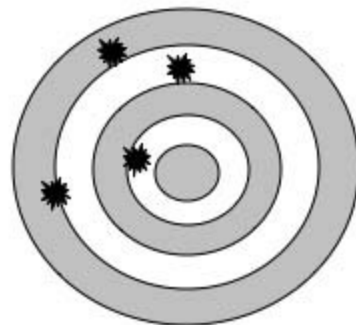
- bodová analýza, profil z bodových analýz
- liniový scan (liniový profil)
- mapa prvků (RTG mapa, plošná distribuce)
- WDS scan
- CHIME datování

- fotografie BSE
- fotografie SE
- fotografie CL

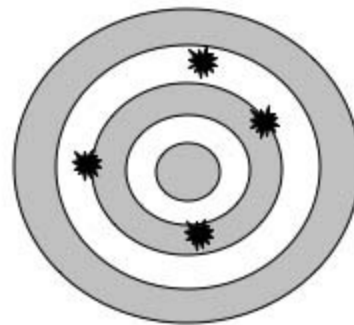
bodová WDS analýza

- analýza daného místa (min 5x5 μm)
- měří se 5 prvků současně (5 WDS spektrometrů)
- doba analýzy závisí na počtu analyzovaných prvků a požadované mezi detekce
 - 10-40 s na píku, a 2 x 1/2 času na pozadí
 - přesnou analýzu daného místa, až do hodnot kolem X00 ppm
- silikáty 4-5 minut, monazit - 18 minut
- profil z bodových analýz
 - změna chemismu v daném profilu

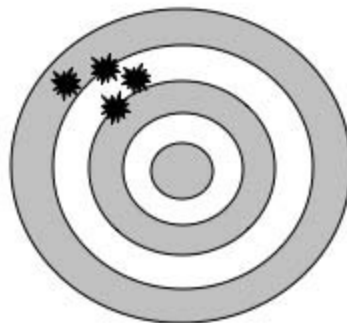
správnost vs. přesnost



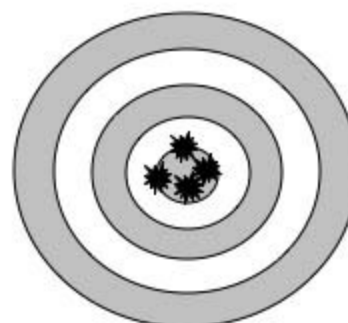
**Not Accurate
Not Precise**



**Accurate
Not Precise**

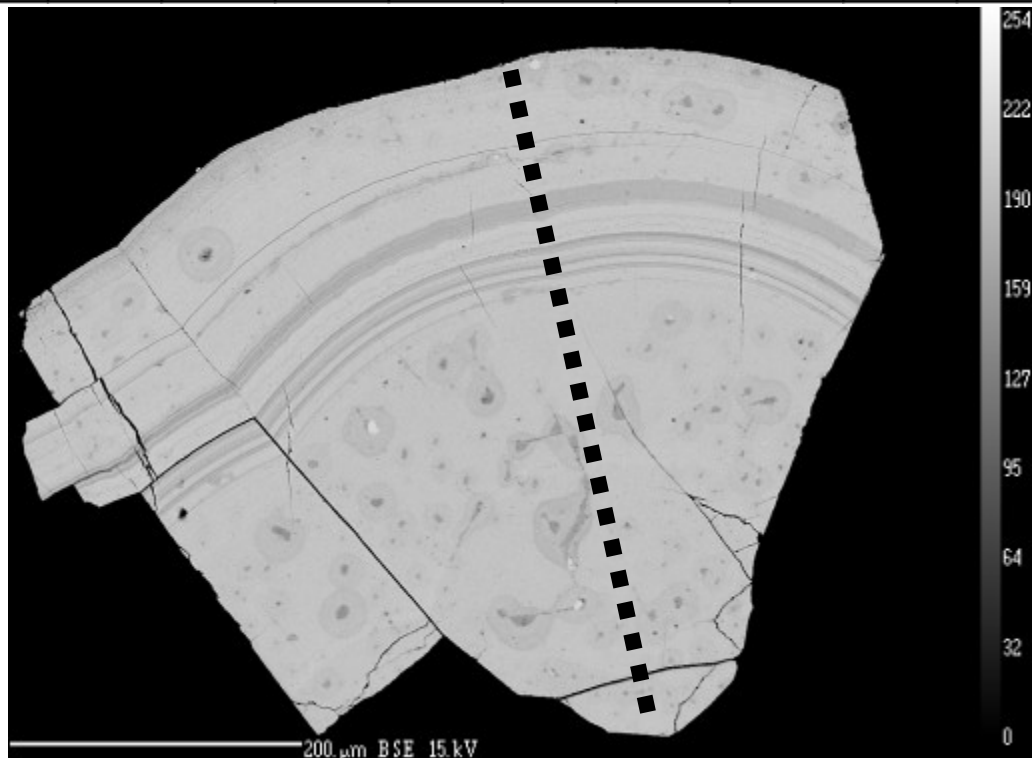


**Not Accurate
Precise**



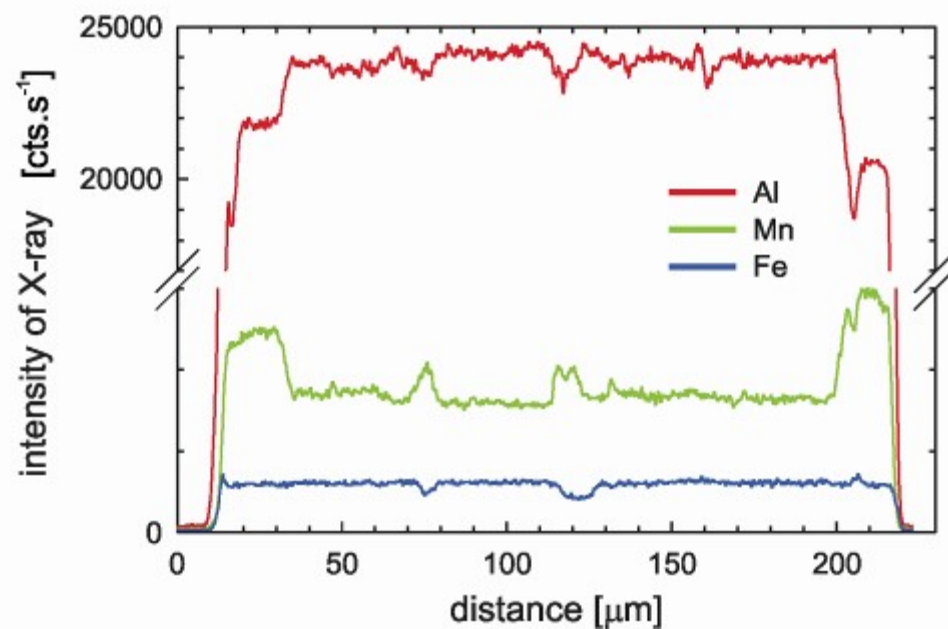
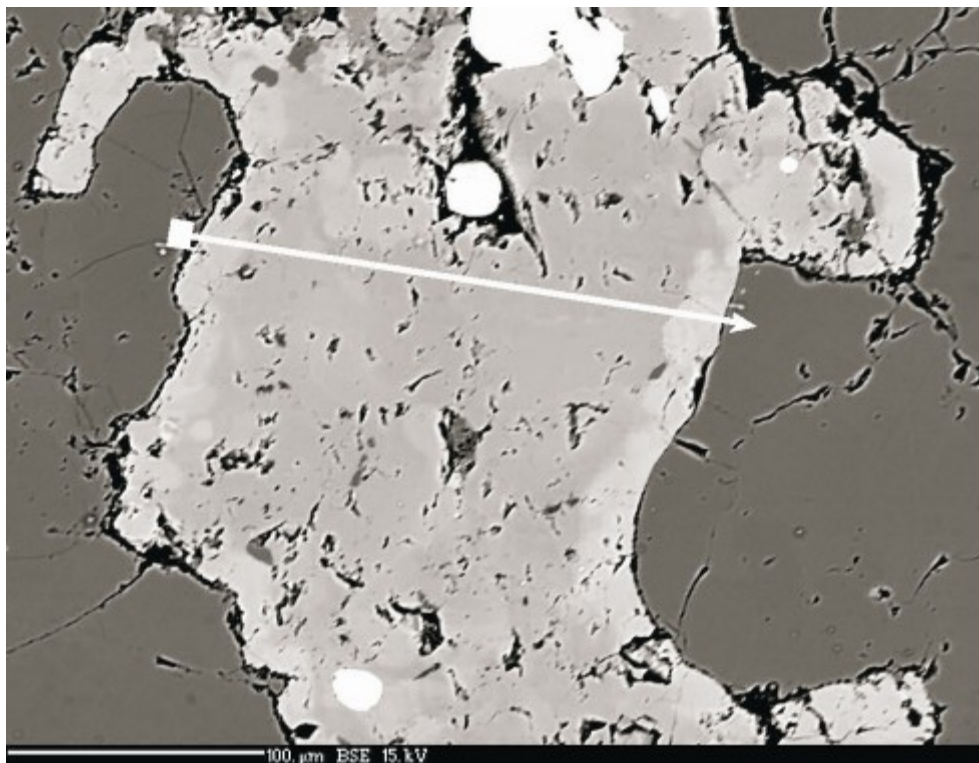
**Accurate
Precise**

Oxide															
DataSet/Point	TiO2	CaO	Fe2O3	Mn2O3	Na2O	SiO2	Al2O3	MgO	K2O	Cr2O3	BaO	P2O5	Total	Comment	Date
1 / 1 .	0.081	0	4.308	16.59	0.004	34.818	44.17	0.112	0	0.004	0	0.008	100.102	koj5	5/5/2006 9:32
2 / 1 .	0.083	0.017	4.352	17.06	0	34.252	43.579	0.118	0.001	0.013	0.001	0	99.49	koj5	5/5/2006 9:36
3 / 1 .	0.06	0	4.32	17.434	0.041	34.296	43.955	0.105	0.012	0.007	0.012	0.032	100.275	koj5	5/5/2006 9:41
4 / 1 .	0.061	0.003	4.265	16.478	0.028	34.058	44.28	0.124	0	0.005	0	0.017	99.361	koj5	5/5/2006 9:55
Det.Lim ppm															
DataSet/Point	Ti	Ca	Fe	Mn	Na	Si	Al	Mg	K	Cr	Ba	P	O	Comment	Date
1 / 1 .	220	381	887	662	471	434	437	204	1	280	696	374		koj5	5/5/2006 9:32
2 / 1 .	209	335	774	626	482	394	431	217	326	272	643	341		koj5	5/5/2006 9:36
3 / 1 .	219	344	848	611	428	402	428	215	299	268	650	319		koj5	5/5/2006 9:41
4 / 1 .	225	362	845	675	452	430	420	214	312	275	679	347		koj5	5/5/2006 9:55
StdDev wt%															
DataSet/Point	Ti	Ca	Fe	Mn	Na	Si	Al	Mg	K	Cr	Ba	P	O	Comment	Date
1 / 1 .	0.02	0.031	0.244	0.378	0.039	0.363	0.551	0.022	0	0.023	0.055	0.031		koj5	5/5/2006 9:32
2 / 1 .	0.019	0.029	0.237	0.378	0.038	0.352	0.539	0.023	0.027	0.023	0.053	0.028		koj5	5/5/2006 9:36
3 / 1 .	0.02	0.028	0.238	0.384	0.04	0.353	0.543	0.022	0.026	0.022	0.054	0.028		koj5	5/5/2006 9:41
4 / 1 .	0.02	0.03	0.242	0.377	0.04	0.358	0.552	0.023	0.026	0.023	0.055	0.03		koj5	5/5/2006 9:55



liniový profil

- kontinuální změna koncentrace vybraných prvků podél přímky
 - v relativních hodnotách
 - lze kvantifikovat, ale je to málo přesné
- zadáváme počátek a konec přímky, počet bodů, popřípadě krok a dobu setrvání na jednom bodě
- až 5 prvků současně (5 WDS spektrometrů)
- 500 μm délka, krok 1 μm , dwell time 1 s = 500s 8m 20s
- 500 μm délka, krok 1 μm , dwell time 10 s = 5000s 83m 20s
- v případě kvantifikovaného profilu načítáme stejnou dobu ještě pozadí
- v případě více než 5 prvků se doba zvyšuje

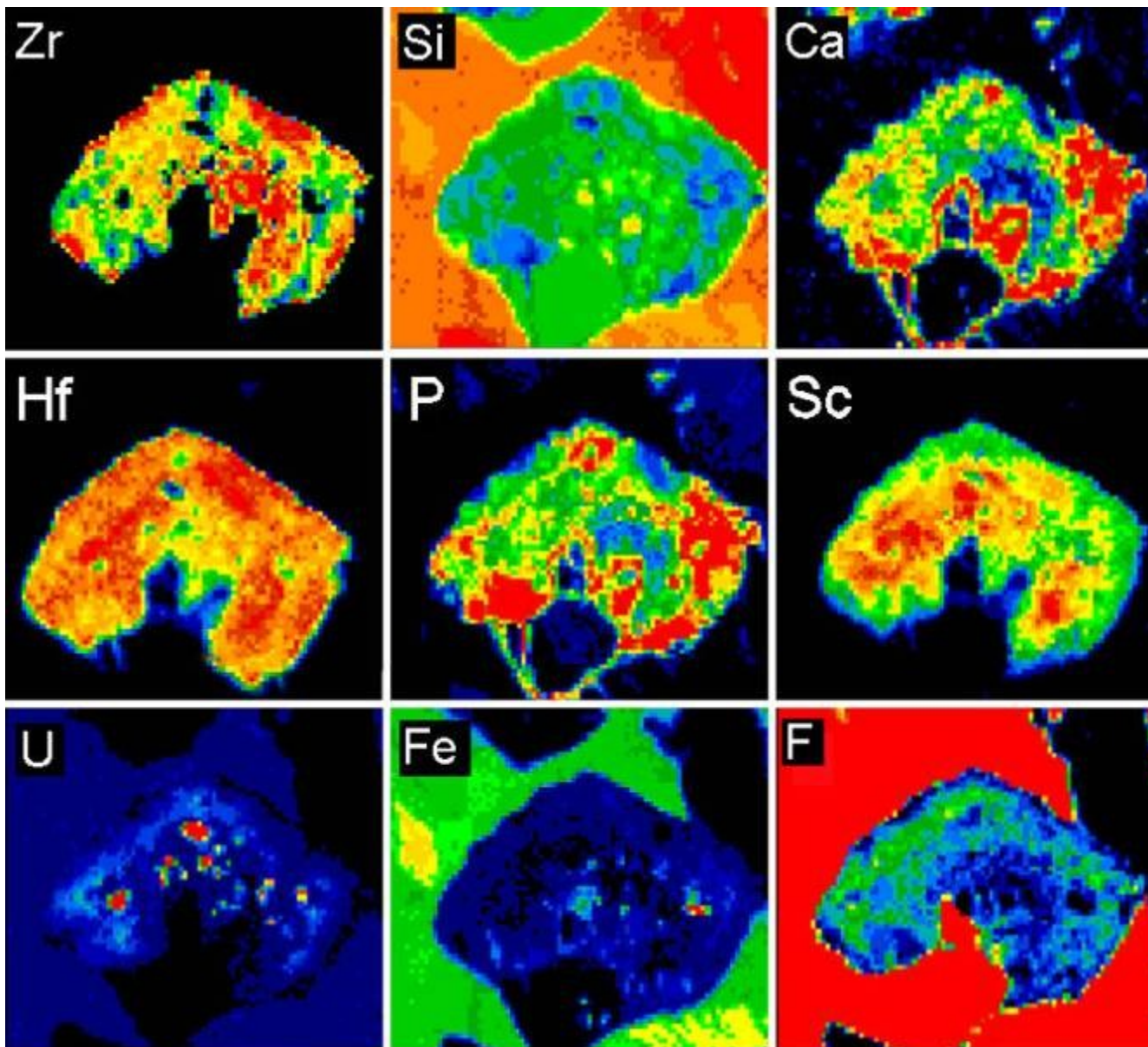


plošná distribuce

- zobrazení změny chemického složení na ploše
- až 5 prvků současně
- zastoupení prvku je vyjádřeno ve stupních šedi nebo ve falešných barvách
 - relativní obsah nebo možno kvantifikovat
- nastavíme střed plochy, šířku, výšku plochy → počet bodů na řádce, počet řádek, dwell time

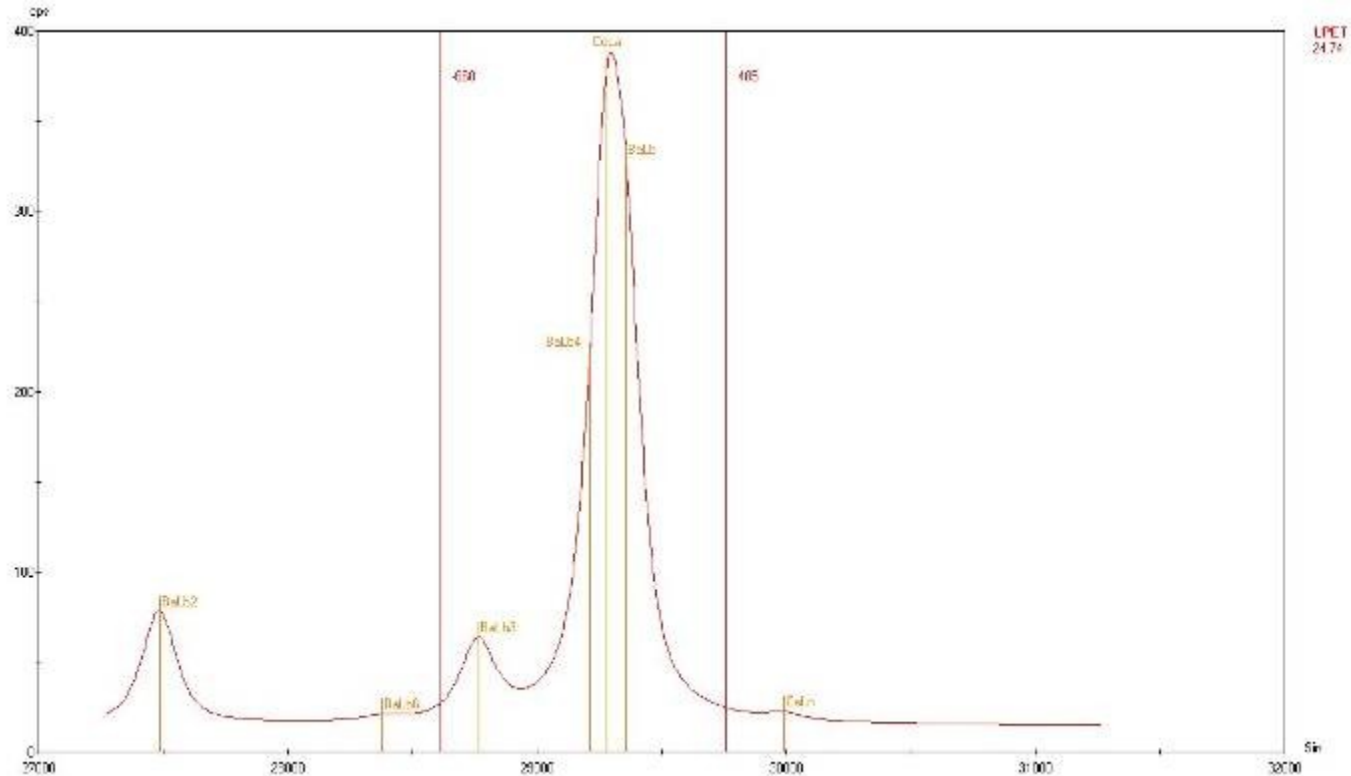
	10ms	100ms	1000ms
64x64	45s	6m 30s	1h 8m 16s
128x128	2m 44s	27m 20s	4h 33m 4s
256x256	10m 15s	1h 49m 13s	18h 12m 16s
512x512	43m 4s	7h 16m 54s	72h 49m 4s

distribuce vybraných prvků v zirkonu

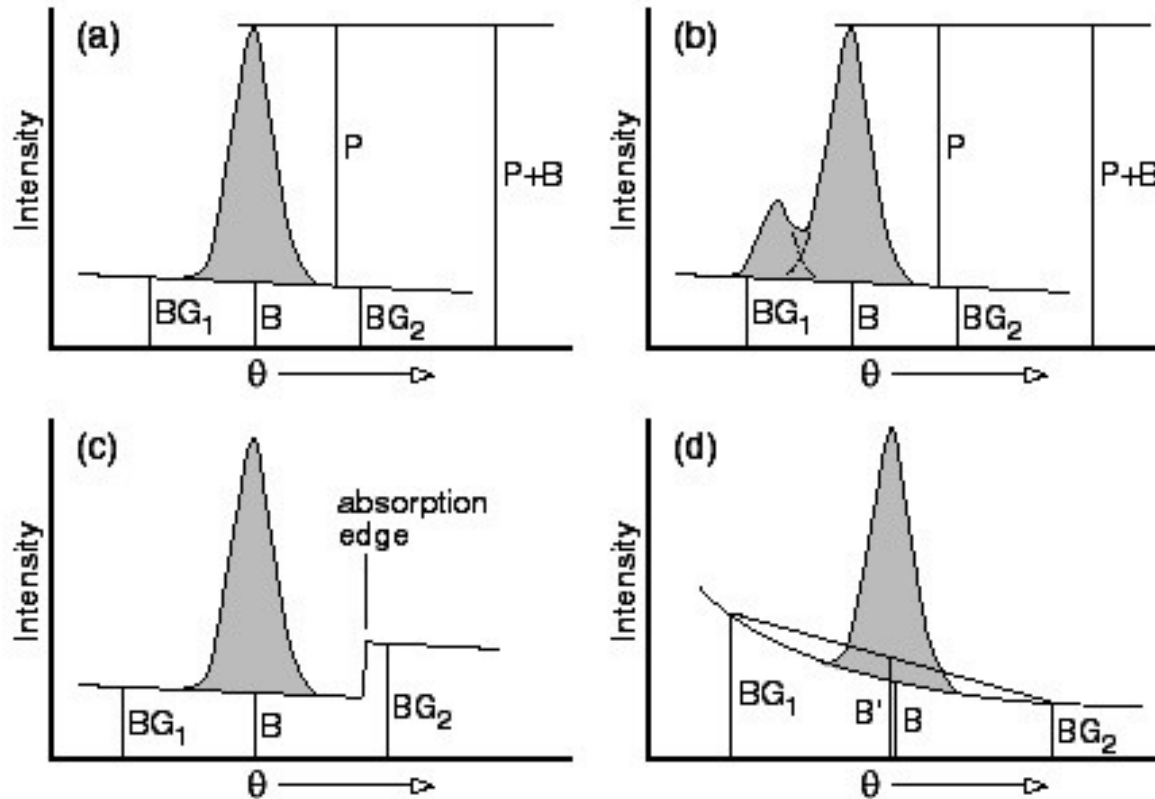


WDS scan

- zaznamenává spektrum RTG záření
- plný rozsah krystalu (monochromátoru), jen určitý výřez
- typ krystalu, spektrometr, mezní hodnoty, krok, dwell time



vyšetření pozice pozadí



CHIME datování

- použitelné pro monazit, uraninit, zirkonolit
- měří se obsah U, Th a Pb
- vychází se z předpokladu, že veškeré Pb je radiogenní
- neměří se izotopy
- doba měření jedné analýzy cca 18 min
- chyba cca 15-70 mil let
- 10-20 analýz váženým průměrem lze dosáhnou chybu 5-10 Ma