**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный педагогический университет им. А. И. Герцена»**




**А.В. Марченко, П.П. Серегин**

# ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОМУ АНАЛИЗУ

**Спектрометр PHYWE XR 4.0 Технопарка**

**Санкт-Петербург**

# ВВЕДЕНИЕ

Современное высшее образование ориентировано на подготовку специалистов, способных комплексно решать профессиональные задачи на стыке разных областей знания. Важную роль в такой подготовке играет естественнонаучное образование, которое формирует целостное представление о научной картине мира, развивает научный метод познания и создаёт основу для освоения профильных дисциплин. Особое значение приобретает междисциплинарность, позволяющая студентам видеть взаимосвязи между физикой, химией, географией, минералогией и другими науками.

Физическое образование является неотъемлемой частью естественнонаучной подготовки студентов нефизических факультетов и институтов. В рамках курса «Физика» обучающиеся изучают физические явления и законы, а также осваивают методы исследования свойств объектов. Лабораторные работы занимают особое место: они позволяют преобразовать теоретические знания в практические умения, сформировать исследовательские компетенции, научить планировать эксперимент, обрабатывать результаты и делать обоснованные выводы. Именно лабораторный практикум создаёт условия для непосредственного знакомства с методами научного исследования и практической проверки полученных знаний.

В условиях Технопарка как интегратора науки и образования открываются дополнительные возможности для внедрения современных методов исследования в учебный процесс. Одним из таких методов является рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) - неразрушающий метод качественного и количественного определения элементного состава веществ. Использование спектрометра PHYWE XR 4.0 Технопарка позволяет студентам не только изучить физические основы метода, но и освоить работу с реальным аналитическим оборудованием, программным обеспечением «Measure», а также методы статистической обработки результатов измерений.

Настоящая методическая разработка представляет собой учебно-методическое пособие для выполнения лабораторных работ по теме «Рентгенофлуоресцентный анализ» и предназначена для студентов естественнонаучных факультетов и институтов (физики, географии, химии, биологии, математики, информационных технологий) и других нефизических специальностей педагогических вузов. В основе практикума лежит поэтапное усложнение учебных заданий: сначала обучающиеся осваивают методику качественного и количественного анализа на примере бинарных стёкол системы $As_xSe_{1-x}$ как модельной системы, а затем переходят к исследованию реальных минералов. Такой подход обеспечивает последовательное формирование практических навыков и приближает учебную работу к задачам профессиональной деятельности.

## Работа № 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО СОСТАВА БИНАРНЫХ СТЕКОЛ СИСТЕМЫ $As_xSe_{1-x}$

**Цель работы:** научиться определять качественный и количественный состав образцов на примере бинарных стекол системы $As_xSe_{1-x}$, с использование спектрометра PHYWE XR 4.0 Технопарка.

### Вопросы, знание которых обязательно для допуска к выполнению работы:

1. Халькогенидные стекла.
2. Метод рентгенофлуоресцентной спектроскопии.
3. Спектрометр РФА PHYWE XR 4.0 Технопарка.
4. Определение по измеренным спектрам качественного состава стекол.
5. Определение по измеренным спектрам количественного состава стекол.
6. Определение погрешности измерения.

### Введение

Халькогенидные стеклообразные полупроводники – это стекла, образованные на основе соединений халькогенов (элементы 6 группы главной подгруппы таблицы Менделеева) с элементами третьей, четвертой и пятой групп. Халькогенидные стеклообразные полупроводники принадлежат к группе соединений переменного состава. И в стеклообразном состоянии можно получать однородные материалы в широкой области различных составов. Отсутствие дальнего порядка в стеклах (аморфные тела) исключает из методов контроля за химическим составом систем типа $As_xSe_{1-x}$ неразрушающего метода – рентгенофазового анализа. А присутствие в сплавах $As_xSe_{1-x}$ мышьяка приводит к существенным трудностям при определении их состава классическими методами химического анализа (наличие специальной химической лаборатории, длительность анализа, большие погрешности в

определении содержания химических элементов).

Все это стимулирует развитие новых методов определения количественного состава стекол и концентрации в исследуемых образцах примесей. Одним из таких методов является метод рентгенофлуоресцентного (рентгеноспектрального эмиссионного) анализа.

Рентгенофлуоресцентный анализ – это метод количественного определения химического состава газообразных, жидких и твердых веществ, основанный на анализе характеристического рентгеновского излучения. Образующегося после облучения материала сплошным спектром рентгеновской трубки.

Качественный рентгенофлуоресцентный анализ выполняют по спектральному положению линий характеристического. спектра испускания исследуемого образца.

Количественный рентгенофлуоресцентный анализ осуществляют по интенсивностям этих линий.

Методами рентгенофлуоресцентного анализа могут быть определены все элементы с атомными номерами $Z > 9$ (на некоторых приборах и более лёгкие).

В данной лабораторной работе выбрана хорошо изученная методом РФА бинарная система стекол $As_xSe_{1-x}$ с широкой областью стеклообразования, модельная система.

### *1. РФА PHYWE XR 4.0 Технопарка*



### *1.1 Оборудование:*

- Экспертный блок XR 4.0 35 кВ.
- Подключаемый рентгеновский модуль с вольфрамовой W (Cu или Mo) рентгеновской трубкой.
- Многоканальный анализатор.
- Детектор рентгеновского излучения.
- Кабель XR 4.0 XRED 50 см.
- Экранированный кабель, BNC, I = 750 мм.
- Образцы металлов для рентгеновской флуоресценции, набор из 7 металлов.
- Универсальный держатель рентгеновского кристалла для рентгеновского аппарата.
- Программное обеспечение для многоканального анализатора.
- ПК, с Windows.

### *1.2 Настройка экспериментальной установки (с помощью лаборанта)*

- Навинтите переходное кольцо на входную трубку датчика энергии.
- Подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам детектора с помощью прямоугольных штекеров.
- Подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам в экспериментальной камере рентгеновского аппарата. Порт для сигнального кабеля отмечен красным, а Порт для питающего кабеля отмечен зеленым. Подключите внешние рентгеновские порты рентгеновского аппарата к многоканальному анализатору (MCA). Подключите сигнальный кабель к порту "*Input*", а кабель питания - к порту "*X-Ray Energy Det*." MCA.
- Закрепите детектор энергии в держателе поворотного рычага гониометра. Проложите два кабеля достаточной длины, чтобы угломер можно было свободно поворачивать во всем диапазоне поворота.
- Подключите многоканальный анализатор и компьютер с помощью USB-

кабеля.

- откройте программное обеспечение «Measure».

### *2. Получение рентгеновских спектров образцов.*

Установка имеет возможность выбора рентгеновской трубки, а также установки различных значений анодного напряжения U [кВ] для измерения спектров.

Спектры характеристического рентгеновского излучения стеклообразных сплавов $As_xSe_{1-x}$ содержат все линии К-серий мышьяка и селена, причем наиболее интенсивные линии представляют собой суперпозицию их $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ компонент. Поэтому при дальнейшем изложении мы ограничимся рассмотрением именно этих линий. Принятые обозначения спектральных линий приведены на рис. 1.

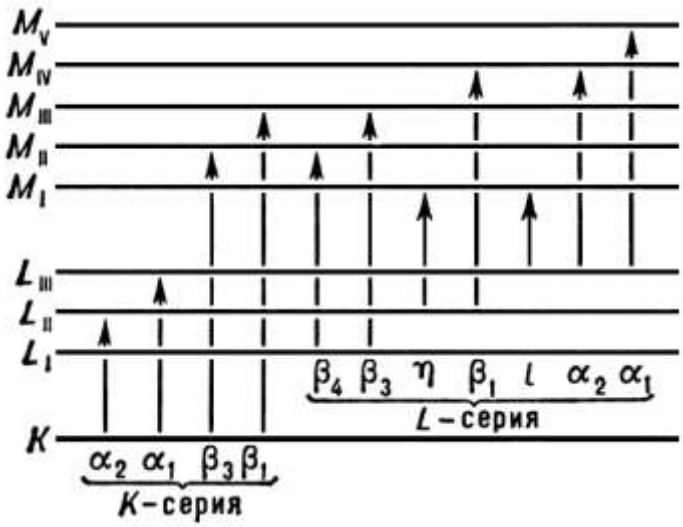


*Рис.1. Схема К -, L -, М - уровней атома и основные линии К- и L-серий.*

### *2.1 Порядок работы на спектрометре:*

1. Выбирается рентгеновская трубка, с которой будет работать прибор.
2. В держателе фиксируется исследуемый образец.
3. Закрывается шторка.
4. Выбираются параметры спектрометра:
   - анодное напряжение,

- катодный ток.

5. Устанавливается время измерения спектра.
6. Запускается спектрометр.
7. Измеряется спектр, который отображается в программе «Measure» на компьютере.

Далее для одного состава сплава стекла $A_xB_{1-x}$, спектр измеряется пять раз в одной точке, для определения **погрешности измерения**.

Затем измеряется спектр этого же состава стекла $A_xB_{1-x}$ в пяти разных точках, для определения **однородности образца**.

Пример спектра, полученного при измерении образца:

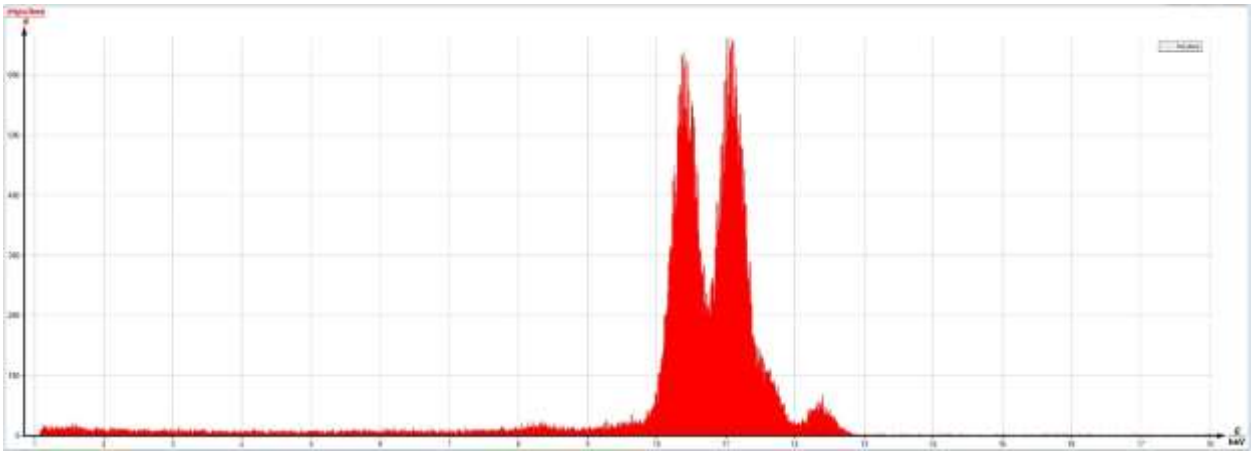

*Рис. 2. Рентгенофлуоресцентный спектр стеклообразного сплава $As_{0.5}Se_{0.5}$ при анодном напряжении 35 кВ (катодный ток 1 мА).*

Полученный при измерении образца спектр можно сохранить для дальнейшей обработки и открывать в дальнейшем в программе «Measure».

### *2.2 Качественное определение состава образца.*

Для обработки спектра необходимо выполнить следующие действия:

**1.** Нажать «***правую кнопку мыши***», нажать «***параметры дисплея***», выбрать вкладку ***«Каналы»*** в графе ***интерполяция*** нажать «***кривые***», «***да***». *Появится спектр без заливки.*

2. В меню (первая строка с иконками) выбрать значок **(+)**, ***левой клавишей мыши выделить нужный пик***, на экране во второй строке меню с иконками нажать ***пиктограмму*** , выбрать «***нормальное распределение в ма***», «***рассчитать***», «***добавить новую к***», «***закрыть***».
3. ***Повторить п. 3 последовательно для остальных линий.***
4. После обработки последней линии, из всех линий ***выделить нужную линию (по цвету)***, нажать «***impulses***» ***нужного цвета*** *в последней строке меню иконок*. Слово «***impulses***» ***нужного цвета*** станет жирным.
5. В главной строке меню нажать пункт «***Анализ***», в нем выбрать строку «***Анализ пиков***».
6. В выпавшем окне нажать кнопку «***рассчитать***», появится таблица, внизу окошка поставить галочку *«**v**»* в пункте «отразить результат» и нажать *«**закрыть**»*.
7. Повторить п.п. 4-6 последовательно для остальных линий.
8. Если необходимо изменить масштаб оси энергий E, ***keV,*** то необходимо нажать «***правую кнопку мыши***», нажать «***параметры дисплея***», во вкладке «***x-данные***»**,** изменить в графе ***«показанная область»*** на необходимые параметры «***keV***»**.**

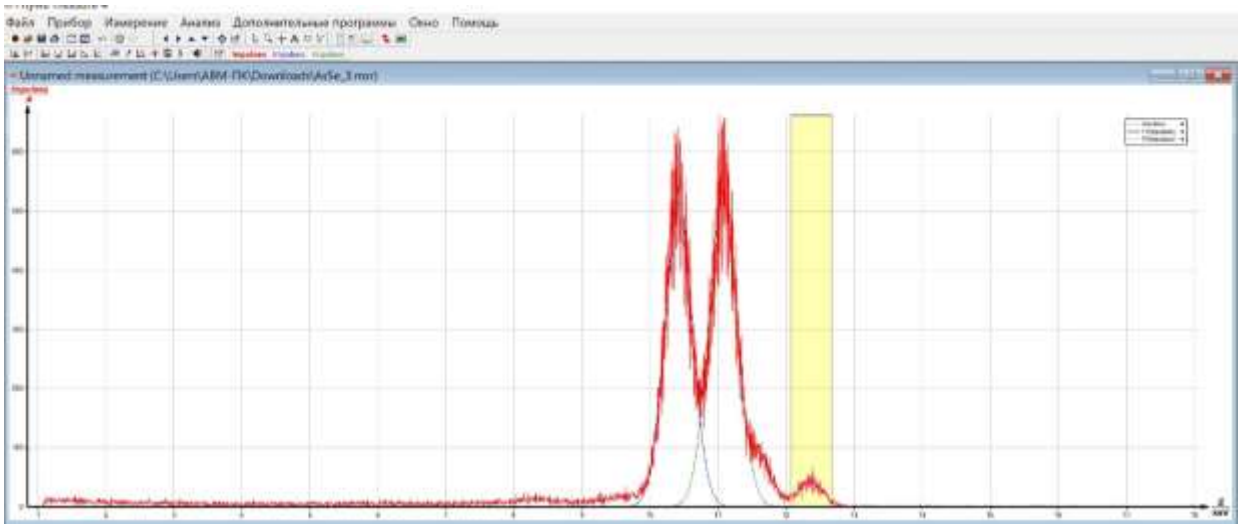

*Рис. 3 Пример обработки спектра в программе «Measure».*

Полученный после такой обработки спектр показан на рис. 4.

Над линиями спектров указывается: энергия пика (например, 10, 43 keV) и количество импульсов (466).

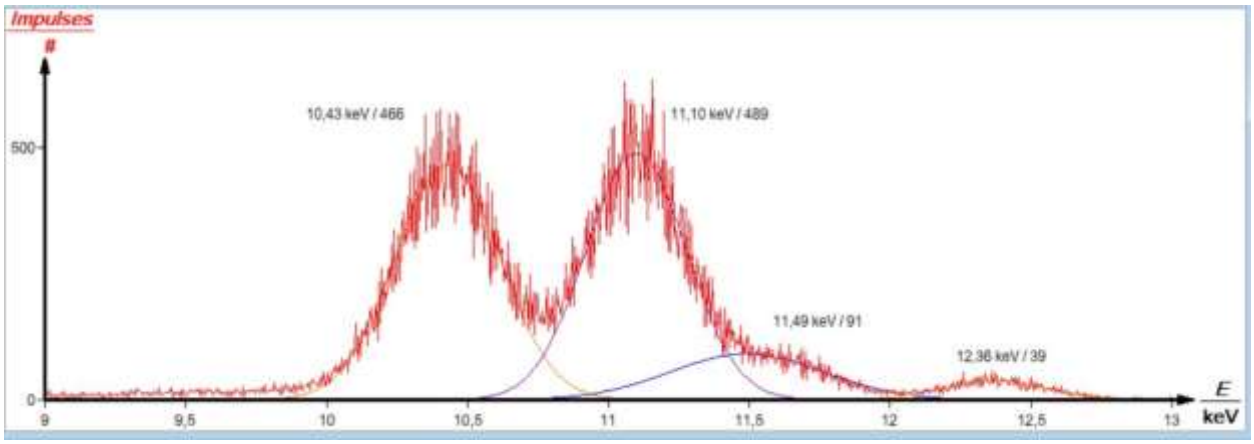


*Рис. 4. Обработанный в программе «Measure» рентгенофлуоресцентный спектр стеклообразного сплава $As_{0.5}Se_{0.5}$ при анодном напряжении 35 кВ (катодный ток 1 мА).*

### *2.3 Количественное определение состава образца.*

Для определения количественного состава образца необходимо определить площади S под $K_{\alpha 1}$ – линиями элементов и общую площадь спектральных линий $S_{общ}$. В данном случае площади $S_{As}$, $S_{Se}$ и $S = S_{As} + S_{Se}$ определяются при помощи программы спектрометра. А количественный состав элементов определяется с помощью соотношений:

$$x_{As} = \frac{S_{As}}{S_{As} + S_{Se}}, \qquad x_{Se} = \frac{S_{Se}}{S_{As} + S_{Se}}$$

**Определение площадей под спектральными линиями в программе «Measure»:**

- нажать «**impulses**» цвета линии спектра в последней строке меню иконок (должно выделится жирным шрифтом).
- в главной строке меню нажать пункт «Анализ».

- в нем выбрать строку «Анализ пиков», на экране появится значение площади.
- Повторить эти операции последовательно для остальных линий.

### *2.4 Определение погрешности измерения.*

Для определения погрешности необходимо измерить спектр в одной и той же точке образца при одних и тех же условиях (анодное напряжение, катодный ток) 5 раз.

Рассчитать по полученным спектрам $x_{As}$ и $x_{Se}$.

Затем определить среднее значение *x* для As и Se:

$$x_{\text{ср}} = \frac{\sum_{i=1}^{5} x_i}{5},$$

Определить абсолютную погрешность каждого отдельного измерения:

$$|\Delta\, x_i| \;=\; |x_{\text{ ср}} - \; x_i|$$

и, наконец, абсолютная погрешность всего измерения атомной доли элемента:

$$\Delta x_{\text{ср}} = \frac{\sum_{i=1}^{5} |\Delta x_i|}{5}$$

Определите относительную погрешность измерения:

$$E_x = \frac{\Delta x_{\text{ср}}}{x_{\text{ср}}} \cdot 100\%$$

## ЗАДАНИЯ И УКАЗАНИЯ К ИХ ВЫПОЛНЕНИЮ

**Задание 1. Для предложенного преподавателем образца системы $As_xSe_{1-x}$ и предложенных параметров спектрометра (анодное напряжение и катодный ток) получить спектр образца.**

Выполнение:

- Получите у преподавателя параметры спектрометра: рентгеновский модуль с вольфрамовой W (Cu или Mo) рентгеновской трубкой, анодное напряжение U и катодный ток I.
- Выберите предложенный преподавателем образец в библиотеке с образцами системы $As_xSe_{1-x.}$
- Установите предложенную рентгеновскую трубку.
- Подключите ноутбук с программой обработки спектров «Measure».
- Вставьте образец в держатель.
- Закрепите держатель в установке.
- Установите анодное напряжение U и катодный ток I.
- Закройте защитную дверцу.
- Нажмите кнопку с нарисованным закрытым замочком. Спектрометр готов к работе.
- Нажмите пуск. Стандартное время набора спектра – 5 минут.
- Получите спектр. И сразу же запишите его в библиотеку спектров.

**Задание 2. С помощью программы спектрометра «Measure» определить качественный состав образца.**

Выполнение:

- Измерьте при помощи стандартной программы спектрометра «Measure» энергии полученных $K_\alpha$-линий (см. п. 2.2) занесите полученные данные в таблицу 1.

- Определите при помощи таблицы энергий, что за химический элемент вы нашли в образце. Данные занесите таблицу 1:

*Таблица 1*

| | **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | **$K_{\alpha 2}$-линия, keV** | **Элемент** |
|---|---|---|---|
| 1 | | | |
| 2 | | | |

**Задание 3. С помощью программы «Measure» вычислить количественный состав образца.**

Выполнение:

- Выберите программу «Measure».
- Откройте в ней полученный спектр.
- Согласно пункту 2.3 рассчитайте площади элементов (As и Se).
- Занесите данные в таблицу 2 полученные площади.
- Рассчитайте атомную долю каждого элемента в образце.

*Таблица 2*

| **Элемент** | **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | **Площадь $K_{\alpha 1}$-линии, keV·imp** | **Общая площадь, keV·imp** | **Атомная доля элемента, x** |
|---|---|---|---|---|
| As | | | | |
| Se | | | | |

**Задание 4. Рассчитать погрешности измерений.**

Выполнение:

- Выполните задание 1 пять раз, проводя измерения в одной точке (образец не надо доставать и двигать).
- Выполните задание 2 для всех пяти измерений.
- Рассчитайте погрешности.
- Результаты занесите в таблицу 3.

*Таблица 3*

| **Элемент** | **As** | | | | | **Se** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Номер измерения** | | | | | | | | | | |
| **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | | | | | | | | | | |
| **Площадь $K_{\alpha 1}$-линии, keV·imp** | | | | | | | | | | |
| **Общая площадь, keV·imp** | | | | | | | | | | |
| **Атомная доля элемента, x** | | | | | | | | | | |
| **$x_{ср}$** | | | | | | | | | | |
| **$\Delta x_i$** | | | | | | | | | | |
| **$\Delta x_{ср}$** | | | | | | | | | | |
| **$x = x_{ср} \pm \Delta x_{ср}$** | | | | | | | | | | |
| **$E_x$** | | | | | | | | | | |

**Задание 5. Определить однородность состава образца.**

Выполнение:

- Выполните задание 1 пять раз, проводя измерения в разных точках образца (образец надо смещать в держателе).
- Выполните задание 2 для всех пяти измерений.
- Результаты занесите в таблицу 4.

*Таблица 4.*

| **Элемент** | **As** | | | | | **Se** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Номер измерения** | | | | | | | | | | |
| **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | | | | | | | | | | |
| **Площадь $K_{\alpha 1}$-линии, keV·imp** | | | | | | | | | | |
| **Общая площадь, keV·imp** | | | | | | | | | | |
| **Атомная доля элемента, x** | | | | | | | | | | |

- Сделайте вывод об однородности образца.

## Работа № 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВЕННОГО СОСТАВА ПОВЕРХНОСТИ МИНЕРАЛА.

**Цель работы:** научиться определять качественный состав образцов минералов по одной из его поверхностей, с использование спектрометра PHYWE XR 4.0 Технопарка.

### Вопросы, знание которых обязательно для допуска к выполнению работы:

1. Что такое минералы.
2. Почему исследования проводятся по поверхности одной из сторон минерала.
3. Будет ли такой же состав во внутренних слоях роста минерала.
4. Определение по измеренным спектрам качественного состава образца.
5. Определение однородности образца.
6. Определение наличия примесей в образце.

### Введение

Минералогия — это наука о минералах, которая изучает состав, свойства, структуры и условия образования различных минералов. Минералогия — одна из старейших ветвей геологических наук.

В минералогии активно используются достижения физики, химии и других естественных наук.

Минералы – это природные химические соединения. Среди минералов нет химически чистых веществ. В их структуру входят различные химические примеси. В одних минералах количество таких примесей незначительно, мы называем их минералами постоянного состава. Таковы, например, кварц $Si0_2$ (в нем содержание Al, Fe, Na и других элементов не превышает 0,01%), галит NaCl (его чистота обычно не менее 99,9%).

Другие минералы содержат разные (от незначительных до больших)

количества химических примесей. Так, в разных образцах сфалерита ZnS количество примеси железа колеблется от 0 до 20 ат.% от суммы Zn + Fe. Такие минералы называют минералами переменного состава, и главная причина их существования — явление изоморфизма.

***Изоморфизмом*** называется явление замены в кристаллической решетке минерала одних химических элементов другими.

Разные плоские сетки в пространственной решетке одного и того же минерала неодинаково адсорбируют вещество и растут с различными скоростями. Точно так же они по-разному поглощают изоморфные примеси. В результате образуются кристаллы с неодинаковым количеством изоморфных примесей в разных пирамидах, секторах и зонах их роста.

Внешне это может проявляться, например, в мозаичной окраске кристаллов. Именно в таком неоднородном захвате изоморфных примесей кроется причина закономерного, по граням, распределения желтой и голубой окраски в кристаллах ювелирного топаза, секториальной окраски драгоценного аметиста и других камней-самоцветов.

## Задания и указания к их выполнению

**Задание 1. Для предложенного преподавателем минерала и предложенных параметров спектрометра (анодное напряжение и катодный ток) получить спектр образца.**

Выполнение:

- Получите у преподавателя параметры спектрометра: рентгеновский модуль с вольфрамовой W (Cu или Mo) рентгеновской трубкой, анодное напряжение U и катодный ток I.
- Выберите предложенные преподавателем образцы в библиотеке минералов.
- Установите предложенную рентгеновскую трубку.

- Подключите ноутбук с программой обработки спектров «Measure».
- Вставьте образец в держатель.
- Закрепите держатель в установке.
- Установите анодное напряжение U и катодный ток I.
- Закройте защитную дверцу.
- Нажмите кнопку с нарисованным закрытым замочком. Спектрометр готов к работе.
- Нажмите пуск. Стандартное время набора спектра – 5 минут.
- Получите спектр.
- И сразу же запишите его в библиотеку спектров.

**Задание 2. С помощью программы спектрометра «Measure» определить качественный состав минерала и определить примеси в образце.**

Выполнение:

- Измерьте при помощи стандартной программы спектрометра «Measure» энергии полученных $K_{\alpha}$-линий (см. п. 2.2).
- Занесите полученные данные в таблицу 1.
- Определите при помощи таблицы энергий, что за химический элемент вы нашли в образце.
- Данные занесите таблицу 1.
- Определите примеси в образце и тоже занесите в таблицу.1

*Таблица 1*

| | **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | **$K_{\alpha 2}$-линия, keV** | **Элемент** |
|---|---|---|---|
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| … | | | |

| Примеси | | | |
|---|---|---|---|
| 1 | | | |
| 2 | | | |

**Задание 3. Определить однородность состава образца по выбранной плоскости.**

Выполнение:

- Выполните задание 1 пять раз, проводя измерения в разных точках образца (образец надо смещать в держателе, но измерения проводить по одной плоскости образца).
- Выполните задание 2 для всех пяти измерений.
- Результаты занесите в таблицу 2.

*Таблица 2.*

| **Элемент** | **1** | | | | | **2** | | | | | **…** | | | | | **Примеси** | | | | | **…** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Номер измерения** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

- Сделайте вывод об однородности образца.
- Сделать вывод о наличии примесей.

**Работа № 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВЕННОГО СОСТАВА МИНЕРАЛА ПО РАЗЛИЧНЫМ НАПРАВЛЕНИЯМ РОСТА.**

**Цель работы:** сравнить качественный состав минерала и его примесей по различным направлениям его роста, с использование спектрометра PHYWE XR 4.0 Технопарка.

**Вопросы, знание которых обязательно для допуска к выполнению работы:**

1. Как возникают внутренние неоднородности кристалла?
2. Будет ли такой же состав во внутренних слоях роста минерала.
3. Определение по измеренным спектрам качественного состава образца.
4. Определение однородности образца.
5. Определение наличия примесей в образце.

## Введение

Минералы, будучи кристаллическими веществами, редко растут в идеальных условиях. Их рост часто прерывается, а условия (температура, давление, химический состав раствора/расплава) меняются. Поскольку скорость роста и «предпочтения» кристалла в захвате тех или иных атомов могут различаться для разных граней, химический состав минерала может незначительно, но измеримо варьироваться в разных его частях, особенно вдоль направлений роста.

В кристалле зоны роста (zonation) хранят «запись» об изменениях в среде его формирования.

Состав минерала меняется по направлениям роста. Это происходит из-за:

1. Разной скорости роста граней.

Различные кристаллографические грани (например, у призмы и пинакоида) имеют разную атомную структуру и плотность. Поэтому они с разной скоростью «захватывают» ионы из окружающей среды. Грань, растущая

быстрее, может быть менее «разборчивой» в составе.

2. Эволюции среды образования.
   a. Магматические минералы. По мере остывания магмы ее состав меняется. Ранние зоны кристалла (ядро) будут обогащены элементами, которые кристаллизуются при высоких температурах (например, Mg в оливине или Ca в плагиоклазе). Более поздние зоны (края) будут обогащены элементами, остающимися в расплаве (Fe в оливине, Na в плагиоклазе).
   b. Гидротермальные минералы. Состав растворов, из которых растет кристалл, может меняться со временем или в зависимости от пути движения флюида через породу. Это приводит к зональности.
   c. Кинетические эффекты: На границе растущего кристалла может возникать диффузионный слой, где концентрации элементов отличаются от основной массы раствора/расплава. Это может приводить к неравномерному распределению примесей.

## Задания и указания к их выполнению

**Задание 1. Для минерала, для которого выполнены измерения в лабораторной работе № 2 при тех же параметрах спектрометра (анодное напряжение и катодный ток) получить спектры образца по двум другим плоскостям.**

Выполнение:

- Получите у преподавателя параметры спектрометра: рентгеновский модуль с вольфрамовой W (Cu или Mo) рентгеновской трубкой, анодное напряжение U и катодный ток I.
- Возьмите образец в библиотеке минералов, исследованный в работе 2.
- Установите предложенную рентгеновскую трубку.
- Подключите ноутбук с программой обработки спектров «Measure».
- Вставьте образец, нужной плоскостью в держатель.

- Закрепите держатель в установке.
- Установите анодное напряжение U и катодный ток I.
- Закройте защитную дверцу.
- Нажмите кнопку с нарисованным закрытым замочком. Спектрометр готов к работе.
- Нажмите пуск. Стандартное время набора спектра – 5 минут.
- Получите спектр. И сразу же запишите его в библиотеку спектров.

**Задание 2. С помощью программы спектрометра «Measure» определить качественный состав минерала и определить примеси в образце.**

- Измерьте при помощи стандартной программы спектрометра «Measure» энергии полученных $K_{\alpha}$-линий (см. п. 2.2) занесите полученные данные в таблицу 1.
- Определите при помощи таблицы энергий, что за химический элемент вы нашли в образце. Данные занесите таблицу 1.
- Определите примеси в образце и тоже занесите в таблицу.1

*Таблица 1*

| | **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | **$K_{\alpha 2}$-линия, keV** | **Элемент** |
|---|---|---|---|
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| … | | | |
| **Примеси** | | | |
| 1 | | | |
| 2 | | | |

**Задание 3. Определить однородность состава образца по второй выбранной плоскости.**

Выполнение:

- Выполните задание 1 пять раз, проводя измерения в разных точках образца (образец надо смещать в держателе, но измерения проводить по одной плоскости образца).
- Выполните задание 2 для всех пяти измерений.
- Результаты занесите в таблицу 2.

*Таблица 2*

| **Элемент** | **1** | | | | | **2** | | | | | **…** | | | | | **Примеси** | | | | | **…** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Номер измерения** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

- Сделайте вывод об однородности образца.
- Сделать вывод о наличии примесей.

**Задание 4. Определить однородность состава образца по третьей выбранной плоскости.**

Выполнение:

- Выполните задание 1 пять раз, проводя измерения в разных точках образца (образец надо смещать в держателе, но измерения проводить по одной плоскости образца).
- Выполните задание 2 для всех пяти измерений.
- Результаты занесите в таблицу 3.

*Таблица 3.*

| **Элемент** | **1** | **2** | **…** | **Примеси** | **…** |
|---|---|---|---|---|---|

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Номер измерения** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| **$K_{\alpha 1}$-линия, keV** | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

- Сделайте вывод об однородности образца.
- Сделать вывод о наличии примесей.

**Задание 5. Сравнить измерения образца минерала и сделать выводы:**

- Об однородности образца в разных плоскостях измерения.
- О наличии примесей в разных плоскостях.

## Список литературы


1. Бетехтин А.Г. Курс минералогии. - 3-е изд. - М.: Университет книжный дом, 2008. - 735 с.
2. Бордовский Г.А., Марченко А.В. Определение состава стекол As-Se методом рентгенофлуоресцентного анализа/Г.А.Бордовский//Российский государственный педагогический университет им.А.И.Герцена. – 2009.
3. Булах А.Г. Общая минералогия. - 2-е изд. - СПб: Изд-во С.-Петерб. ун-та, 1999. - 356 с.
4. Лосев Н. Ф., Смагунова А. Н., Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа, М., 1982.
5. Марченко А.В., Бобохужаев К.У., Николаева А.В., Насрединов Ф.С. Серегин П.П. Рентгенофлуоресцентный анализ халькогенидных стекол с возбуждением флуоресценции электронным пучком. Физика и химия стекла. 2015. 41. 5. 639-644.
6. Марченко А.В., Дашина А.Ю. Определение состава халькогенидных стекол и пленок методом рентгенофлуоресцентного анализа/ А.В.Марченко//Научные и научно-педагогические кадры инновационной России. – 2009.
7. Попов Г.М., Шафрановский И.И. Кристаллография. - 5-е изд. - М.: Высшая школа, 1972. - 351 с.

## Оглавление


| | | |
|---|---|---|
| 1 | Введение | 2 |
| 2 | Определение качественного и количественного состава бинарных стекол системы $As_xSe_{1-x}$ | 4 |
| 3 | Определение качественного состава поверхности минерала | 16 |
| 4 | Определение качественного состава минерала по различным направлениям роста | 20 |
| | Список литературы | 25 |