VI PHÂN TÍCH ĐẦU DÒ ĐIỆN TỬ
THIẾT BỊ VI PHÂN TÍCH ĐẦU DÒ ĐIỆN TỬ
ELECTRON PROBE MICROANALYSER – EPMA

- **Là kỹ thuật ghi nhận và định tính định lượng tia X phát ra từ mẫu khi cho chùm điện tử tương tác với mẫu**
- **Là kỹ thuật được sử dụng để phân tích thành phần hoá học trong từng vùng nhỏ có kích thước cỡ 0,1-1micromet (thành phần hoá học này không đặc trưng cho toàn mẫu mà chỉ đặc trưng cho những vùng nhỏ)**
- **Thường được thiết kế kết hợp với kính hiển vi điện tử quét SEM chứa các phổ kế tán sắc năng lượng EDS (Energy – Dispersive Spectrometer) và tán sắc sóng WDS (Wavelength – Dispersive Spectrometer)**
- **Tia X đặc trưng của mẫu được xác định bước sóng (WDS) hoặc năng lượng đặc trưng (EDS) để định tính, so sánh cường độ của bức xạ tia X đặc trưng với cường độ của mẫu chuẩn của nguyên tố cần định lượng để phân tích định lượng**

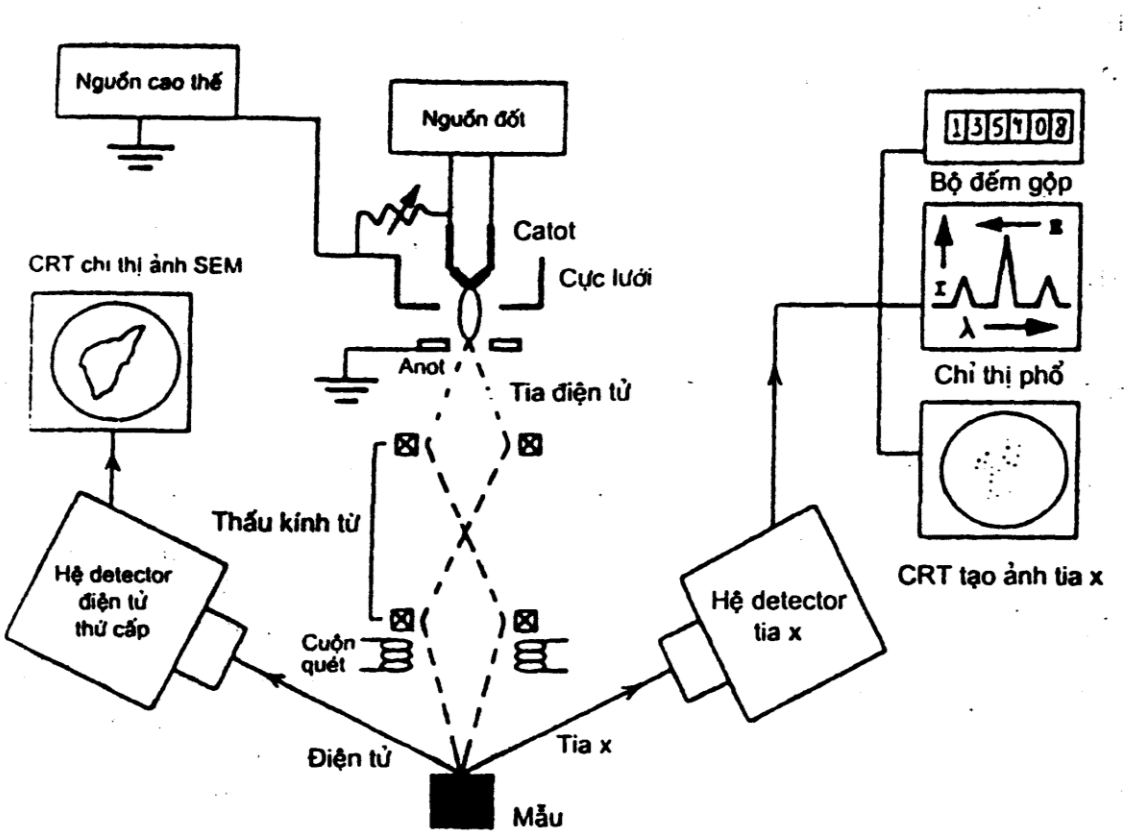
$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

cuu duong than cong. com

CẤU TẠO VÀ NGUYÊN LÝ HOẠT ĐỘNG CỦA EPMA

cuu duong than cong. com

CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt



cuu duong than cong. com

Gồm có các bộ phận chính sau đây:

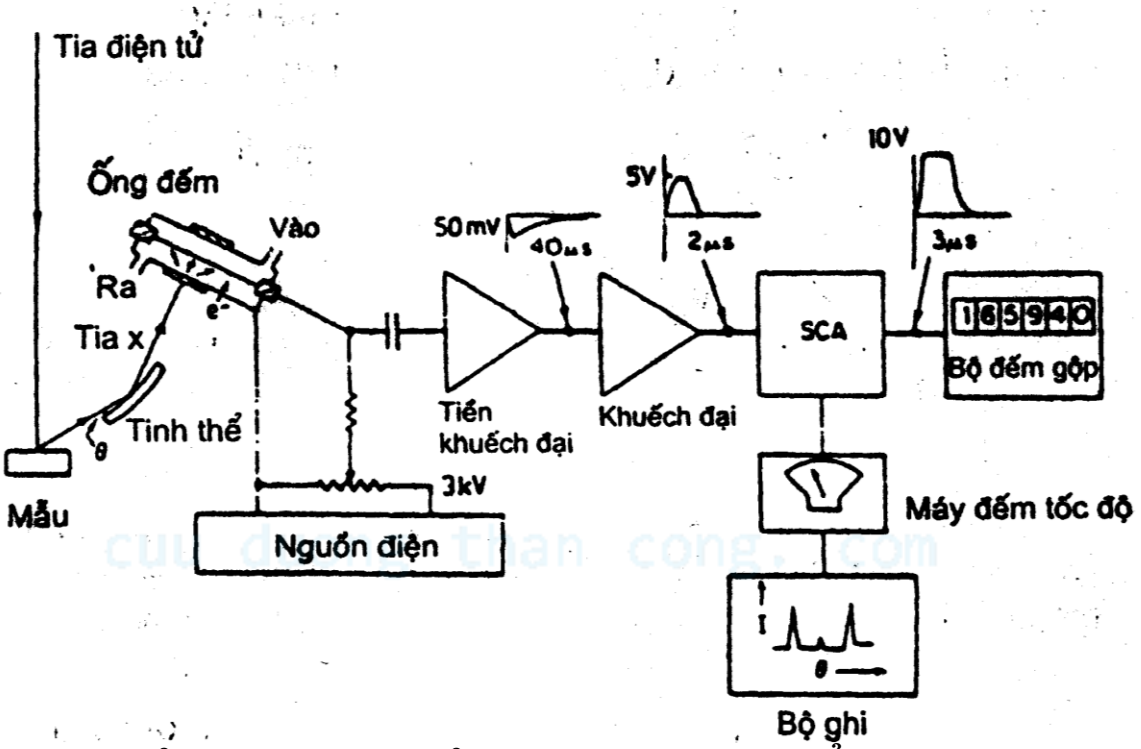
- ***Súng điện tử:*** **có nhiệm vụ tạo chùm điện tử năng lượng cao. Trong catode thường có một nguồn riêng để đốt nóng một dây W hoặc LaB_6 làm phát xạ điện tử. Catode được giữ điện thế âm từ 5 – 30kV trong khi anode được nối đất. Chùm điện tử được tăng tốc giữa anode và catode chuyển động về phía mẫu phân tích**
- ***Hệ thống thuấu tụ:*** **có nhiệm vụ tiêu tụ chùm điện tử đến kích thước cỡ vài ngàn $\overset{0}{A}$ hoặc nhỏ hơn trên mẫu. Thường dùng là thấu kính từ trường**
- ***Giá để mẫu:*** **có thể dịch chuyển ngang, dọc hoặc lên xuống theo 3 hướng x, y, z để chọn vùng phân tích. Ngoài mẫu cần phân tích mẫu chuẩn làm bằng nguyên tố tinh khiết cũng được gắn sẵn trên giá để mẫu (sử dụng trong định lượng thành phần hoá học)**
- ***Bộ phận quét:*** **điều khiển quét chùm điện tử trên bề mặt mẫu để tạo hình ảnh cũng như chọn vùng phân tích hoặc tinh chỉnh mũi dò ở trạng thái tĩnh**

cuu duong than cong. com

CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt

- ***Bộ phận ghi nhận – detector:*** **gồm detector thu nhận điện tử thứ cấp thật tạo hình ảnh SEM và detector ghi nhận tia X (EDS hoặc WDC hoặc đồng thời ca hai) phát ra từ mẫu. Hai hệ detector này giúp ta đồng thời phân tích thành phần hoá học và quan sát được vùng cần phân tích**
- **Các bộ phận trên được đặt trong chân không cao**

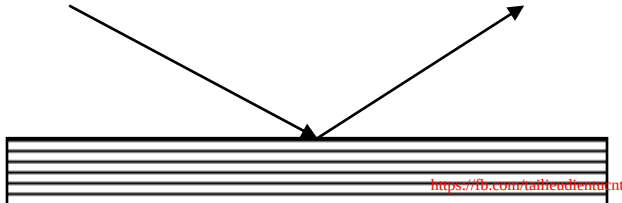
PHỔ KẾ TÁN SẮC SÓNG WDS



KHOẢNG CÁCH 2d CỦA NHỮNG TINH THỂ PHÂN TÍCH

Tinh thể	2d, Å	Khoảng bước sóng, Å	10 Ne	20 Ca	30 Zn	40 Zr	50 Sn	60 Nd	70 Yb	80 Hg	90 Th
STE	100.4	21.8 ~ 93.0	^{5}B--^{8}O	^{16}S----^{23}V							
TAP	25.76	5.58 ~ 23.9	^{8}O---^{15}P	^{24}C--------^{41}Nb			^{57}La----------^{80}Hg				
PET	8.742	1.90 ~ 8.10	^{13}Al-------^{26}Fe	^{36}Kr----------^{66}Dy							
									^{70}Yb----------^{92}U		
LiF	4.027	0.872~3.73		^{19}K-------- ^{38}Sr			^{48}Cd----------^{93}Np				
CER	133	28.8 ~ 123	^{4}Be--^{7}N	^{15}P--^{21}Sc							
MYR	80.0	17.4 ~ 74.1	^{5}B----^{9}F	^{17}Cl---^{26}Fe							
LDEI	60	13.2 ~ 54.7	^{6}C----^{10}Ne	^{19}K---^{29}Cu							
RAP	26.12	5.66 ~ 24.2	^{8}O-----^{15}P	^{23}V-----^{41}Nb			^{57}La----------^{80}Hg				

hệ mặt của tinh thể phân tích khoảng cách giữa chúng là d

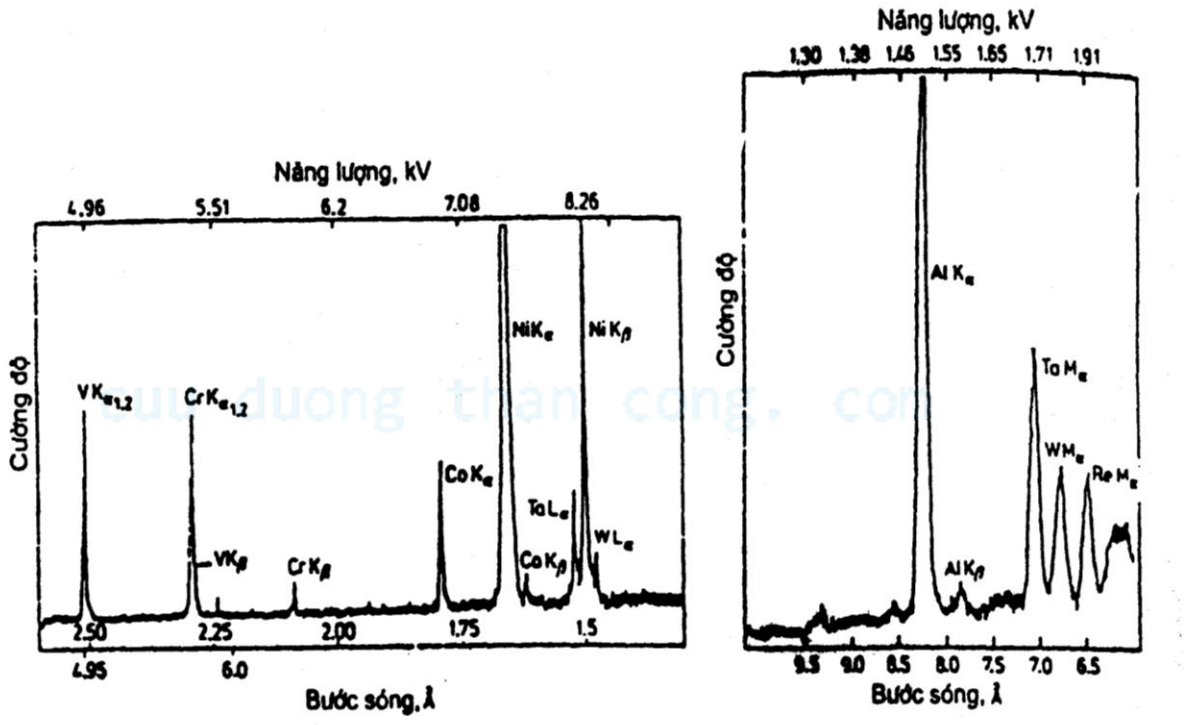


CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt

- ***Nguyên lý hoạt động:*** **chùm tia X phát ra từ mẫu gồm nhiều bước sóng đập vào tinh thể phân tích được tán sắc thành những tia thành phần theo nguyên lý nhiễu xạ Bragg:**

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

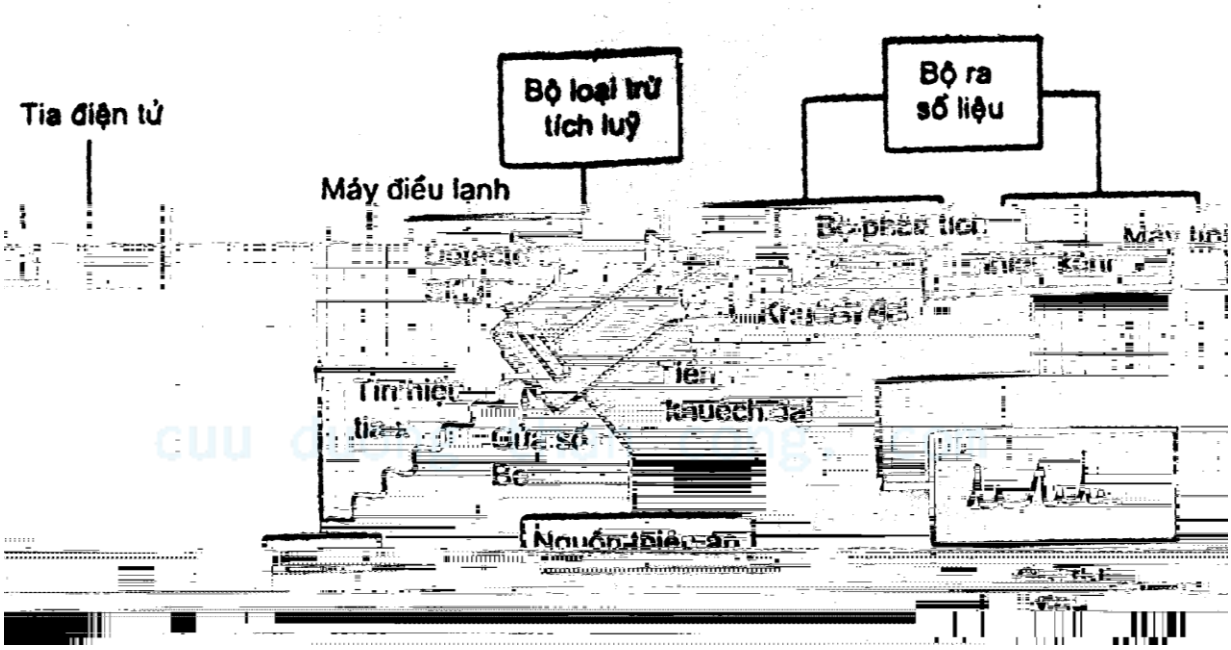
Do tinh thể phân tích có 2d đã biết (hệ mặt có 2d đã biết được chọn song song với mặt phẳng tinh thể), nên mỗi tia X thành phần (có bước sóng khác nhau sẽ nhiễu xạ với góc θ khác nhau) sẽ tách biệt ra và đi vào detector. Năng lượng mỗi tia se được ghi nhận và chuyển thành xung từ đó có thể xác định bước sóng của những tia X thành phần và tiến hành định tính bằng so sánh các bước sóng này với phổ chuẩn của những nguyên tố tinh khiết (so sánh bước sóng cac vạch) và thiết bị sẽ chỉ thị ra những nguyên tố có mặt trong mẫu.



CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt

- ***Tạo đường quét*: có thể tạo đường quét nồng độ bằng cách cho mũi dò đứng yên và mẫu chuyển động theo phương ngang x, y hoặc cho quét mũi dò theo một phương trên mẫu đứng yên. Đường quét cho một đồ thị đơn giản về sự khác nhau của nồng độ của mỗi nguyên tố riêng biệt tương ứng với những khoảng cách dọc theo đường quét.**

PHỔ KẾ TÁN SẮC NĂNG LƯỢNG EDS

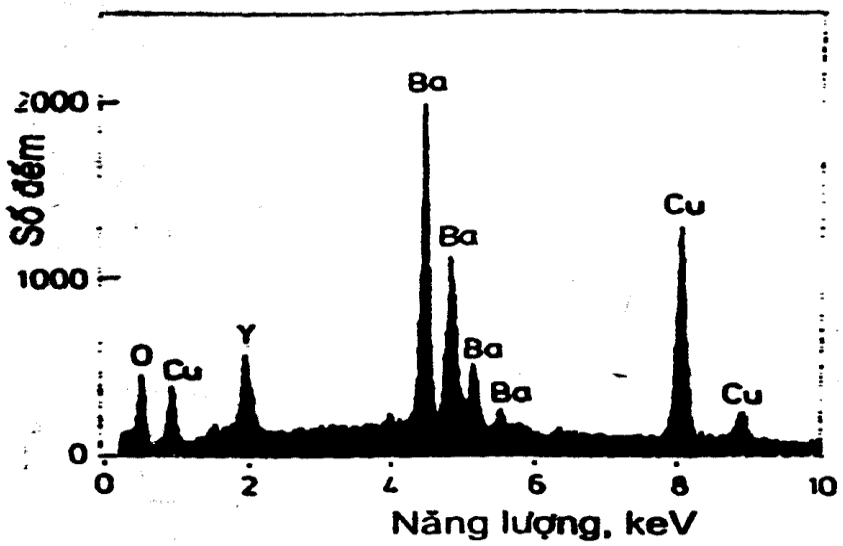


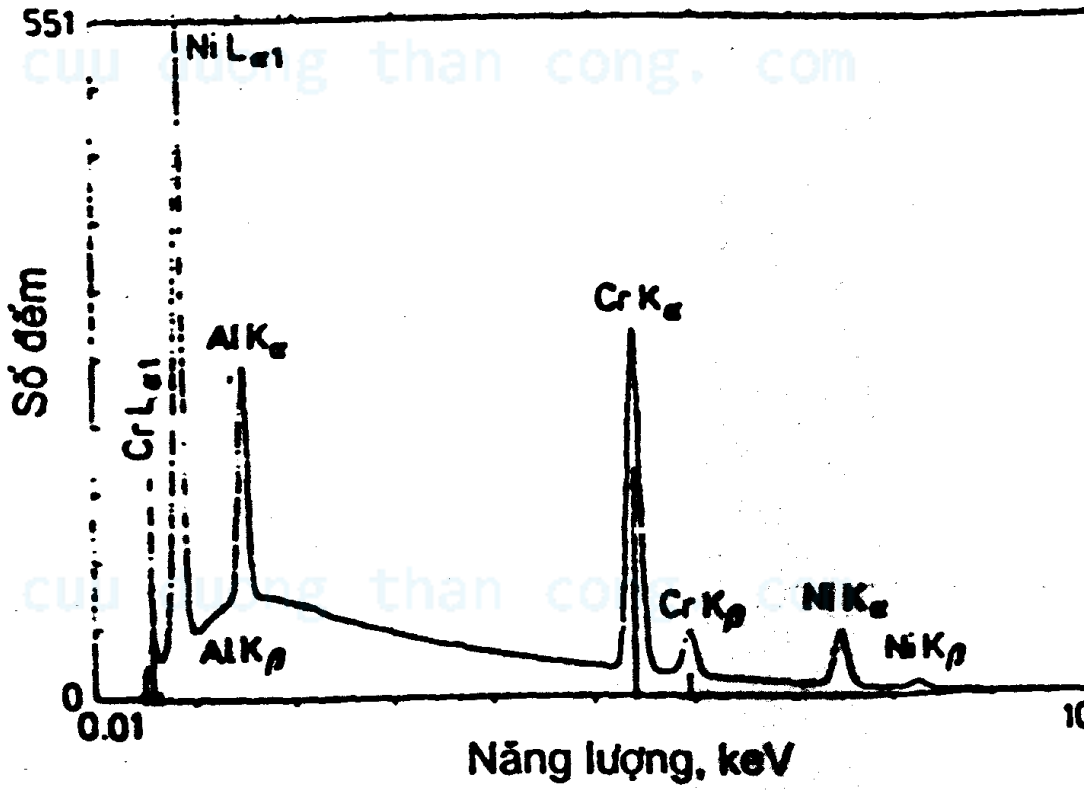
- **Năng lượng của các tia X phát xạ ra từ mẫu được xác định từ đó tính ra được bước sóng tia X theo** $E = \frac{hc}{\lambda} \Rightarrow \lambda = \frac{hc}{E}$ **thành phần và tiến hành định tính các nguyên tố có mặt trong mẫu theo bước sóng tính được này**
- **EDS có thể thu nhận và phân tích đồng thời cùng một lúc nhiều bước sóng**
- **Detector la một bán dẫn Si(Li), photon tia X đập vào detector làm xuất hiện điện tử quang bật ra khỏi nguyên tử. Quá trình iôn hoá này làm xuất hiện cặp điện tử-lỗ n và năng lượng E của tia X được xác định bằng công thức**

$$n = \frac{E_x}{E_n}$$

CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt

E_n là năng lượng cần thiết tạo cặp điện tử-lỗ trống cỡ 3,8 eV đối với detector Si. Các cặp điện tử lỗ trống chạy về các điện cực và chuyển thành xung điện áp. Số liệu được xử lý để tạo thành các phân bố biên độ xung tỉ lệ với năng lượng. Phổ có dạng sau:





CHUẨN BỊ MẪU

CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt

- **Chuẩn bị mẫu theo phương thức soi kim tương được áp dụng cả cho mẫu phân tích và mẫu chuẩn: mẫu phải phẳng, bóng. Bề mặt mẫu phải thật sạch**
- **Đối với mẫu có tính dẫn điện, nhiệt kém phải được phủ một lớp dẫn mỏng. Thường phủ Cu, Au, Al, Pt với chiều dày cỡ 10-20nm**

PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH VÀ ĐỊNH LƯỢNG BẰNG EDS VÀ WDS TRONG EPMA

PHÂN TÍCH ĐỊNH TÍNH

Định tính được thực hiện bằng so sách các bước sóng của tia X phát ra từ mẫu với các bước sóng bức xạ đặc trưng của những nguyên tố tinh khiết trong ngân hàng dữ liệu và cho ra kết quả những nguyên tố tồn tại trong mẫu

PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG

- **Trong phân tích định lượng (xác định hàm lượng theo khối lượng các nguyên tố có trong mẫu) cường độ tia X đo được phải chuyển đổi thành phần trăm hàm lượng**
- **Để phân tích định lượng người phân tích sử dụng mẫu chuẩn với hàm lượng nguyên tố cần định lượng đã biết hoặc sử dụng mẫu nguyên tố tinh khiết của nguyên tố đó**
- **Tỉ số cường độ tia X đặc trưng I_A phát ra từ nguyên tố A và cường độ tia X đặc trưng I^s_A phát ra từ nguyên tố A của mẫu chuẩn bằng:**

$$\frac{I_A}{I^s_A} = (ZAF)\frac{C_A}{C^s_A}$$

C_A và C^s_A tương ứng là hàm lượng nguyên tố A trong mẫu phân tích và mẫu chuẩn (nếu mẫu chuẩn là nguyên tố tinh khiết C^s_A=1)
ZAF – thừa số hiệu chỉnh sự phụ thuộc vào điều kiện thực nghiệm (hiệu chỉnh nguyên tử số, hấp thụ và huỳnh quang) và được xác định bằng những phần mềm chuyên dụng.

CuuDuongThanCong.com https://fb.com/tailieudientucntt