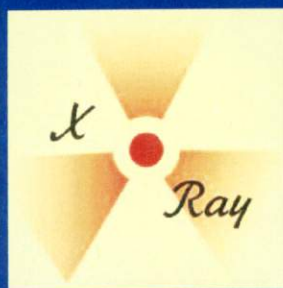


E 2011
1574



НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ РАН

СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ РАН
ИНСТИТУТ ГЕОЛОГИИ И МИНЕРАЛОГИИ
ИМ. В.С. СОБОЛЕВА

ЗАПАДНО-СИБИРСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ
РОССИЙСКОГО МИНЕРАЛОГИЧЕСКОГО ОБЩЕСТВА

VII ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ ПО РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОМУ АНАЛИЗУ



Тезисы конференции

Новосибирск
19 – 23 сентября 2011

АНАЛИТИЧЕСКАЯ МИКРОСТРАТИГРАФИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СКАНИРУЮЩЕГО МИКРОАНАЛИЗА НА ПУЧКАХ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Дарьин А.В.¹, Калугин И.А.¹, Золотарев К.В.², Ракшун Я.В.²

¹Институт геологии и минералогии им.В.С.Соболева СО РАН, Новосибирск,

darin@gs.ru

²Институт ядерной физики им.А.М.Будкера СО РАН, Новосибирск

В последние десятилетия применение синхротронного излучения для аналитических исследований стало широко доступно. Это привело к созданию нового направления в рентгеноспектральном анализе – микроанализу (micro-XRF SR). В отличие от микрозондов с возбуждением электронным или протонным пучком, использование рентгеновского излучения не требует сложных вакуумных систем, что существенно облегчает процесс подготовки образца и проведения аналитических измерений.

Реализация особенностей синхротронного излучения (СИ) (малая угловая расходимость и непрерывный спектр; естественная поляризованность; высокая интенсивность) с использованием современной рентгеновской оптики (поликапиллярные линзы) и регистрирующей аппаратуры (быстродействующая электроника и твердотельные детекторы) дает новое качество анализа – определение пико-граммовых содержаний широкого набора элементов с микронным пространственным разрешением. С использованием созданной экспериментальной станции и разработанных методик проведены многочисленные сканирующие микроанализы геологических образцов различного состава.

Пределы обнаружения, также как набор определяемых элементов, зависит от выбора условий эксперимента, и в оптимальных условиях достигает величин $\sim 5 \times 10^{-5} \%$ с пространственным разрешением ~ 10 мкм.

Станция сканирующего рентгенофлуоресцентного микроанализа, расположена в бункере СИ накопителя ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН) и включает в себя следующие основные блоки: 1) Монохроматор – обеспечивает получение монохроматического излучения в диапазоне энергий 10 – 60 кэВ, $dE/E \sim 10^{-2} - 10^{-3}$; 2) Рентгеновская фокусирующая оптика - поликапиллярные рентгеновские линзы для формирования малого фокального пятна возбуждающего излучения; 3) Сканирующее устройство позволяет осуществлять протяжку длинных (до 40 см) образцов через пучок СИ с минимальным шагом 10 мкм; 4) Детектор PentaFET (Oxford Instruments) и спектрометрический тракт обеспечивают регистрацию флуоресцентного излучения с энергетическим разрешением ~ 135 эВ (по линии 5.9 кэВ) при загрузках до 100 кгЦ.

Управление станцией осуществляется при помощи ПЭВМ с использованием специального программного обеспечения. Программа осуществляет продвижение образца через пучок СИ а также осуществляет съемку и архивирование РФА спектров для последующей количественной обработки.

Пробоподготовка образцов для микроанализа – одна из важных методических задач. Разработана методика изготовления твердых препаратов с использованием лиофильной сушки замороженных образцов и пропитки раствором эпоксидной смолы в ацетоне. Полученные препараты пригодны для длительного хранения, изготовления шлифов для изучения в оптическом микроскопе, для рентгеновских и других современных методов микроанализа.

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ШЕЛКА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

¹Куприянова Т.А., ¹Филиппов М.Н., ²Вазина А.А., ²Васильева А.А., ²Ланина Н.Ф.,
³Вирюс А.А., ⁴Легкодымов А.А., ⁵Кунду С.Ч.

¹Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, kupr@igic.ras.ru

²Институт теоретической и экспериментальной биофизики РАН, Пуцзино

³Институт экспериментальной минералогии РАН, Черноголовка

⁴Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН

⁵Индийский институт технологий, Кхарагпур, Индия

Работу выполняли на экспериментальной станции рентгенофлуоресцентного элементного анализа накопителя ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН, Новосибирск) с использованием спектрометра с дисперсией по энергии производства фирмы "Oxford Instruments" с площадью кристалла 10мм и энергетическим разрешением 160 эВ. Измерения проводили на воздухе при энергии первичного рентгеновского излучения 20 и 25 кэВ. В качестве модельных объектов при исследовании адаптационных свойств живой системы к изменению условий среды были выбраны шелкопряды *Bombyx mori* и *Antheraea mylitta*. Около 200 образцов, обладающих различными физическими и механическими свойствами и размерами (от 50 мкм для нитей до 5 мм для педанклов и 6 см для коконов) были отобраны для проведения элементного анализа.

Были проанализированы природные конструкции, формирующиеся в процессе жизненного цикла внутри и вне организма шелкопряда *Antheraea mylitta* (шелковые нити, коконаза, флокулы, гланды, педанклы, коконы, листья, земля и пр.) и биоинженерные конструкции, созданные из оболочки коконов на стадии куколки (пура). Проведен также анализ шелковых тканей из нитей из *Bombyx mori* и *Antheraea mylitta*.

Для оценки аналитических характеристик РФА СИ были использованы стандартный образец состава донного ила озера Байкал (БИЛ 1) и полупроводниковые монокристаллы GaAs.

Обсуждаются возможные варианты нормировки аналитического сигнала и учета разницы матричных поправок в анализируемых пробах и СОС и методики количественного анализа. Для количественного определения элементов в анализируемых образцах в качестве образца сравнения использовали пробы педанкла и шелковой нити, содержание элементов в которых предварительно были определены методами CHNS- и электроннозондового анализа.

Полученные результаты анализа сравниваются с результатами, полученными на рентгенофлуоресцентном микроанализаторе с капиллярной оптикой EAGLE III μ -probe.

Работа выполнена при финансовой поддержке Грантов РФФИ № 09-03-01112 и 10-03-00961 и программы ОХНМ РАН «Создание эффективных методов химического анализа и исследования структуры веществ и материалов».