

Н. Н. ЖУМАБЕКОВА<sup>1</sup>, В. Н. ЖУМАБЕКОВА<sup>2</sup>, Г. К. ТУРЛЫБЕКОВА<sup>1</sup>

## ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБРАЗЦА ДЛЯ ФАЗОВОГО АНАЛИЗА

<sup>1</sup>Казахский национальный технический университет им. К. И. Сатпаева,

<sup>2</sup>Казахский национальный университет им. аль-Фараби

Рассматривается рентгенофазный, кристаллооптический и рентгеноспектральный микроанализ шлаков, имеющие аморфные фазы.

Как известно, рентгеноспектральный микроанализ, рентгенофазовый и кристаллооптический анализы являются часто применяемыми методами исследования фазового состава образца.

В основе рентгенографического анализа лежит явление дифракции рентгеновских лучей кристаллами. Известно, что веществу в любом агрегатном состоянии свойственна та или иная степень упорядоченности. Наибольшей упорядоченностью обладают твердые кристаллические тела: они характеризуются периодическим повторением в пространстве некоторой элементарной ячейки, узлами которой являются атомы ионов или молекул [1]. Расстояния между узлами в элементарной ячейке (межатомные расстояния) составляют несколько ангстрем, т.е. имеют тот же порядок, что и длины волн рентгеновских лучей. Благодаря этому замечательному совпадению, при взаимодействии рентгеновских лучей с твердым телом возникает интерференция, а поскольку в кристалле атомы располагаются регулярно, возникает четкая дифракционная картина. Таким образом, кристаллы могут служить дифракционной решеткой для рентгеновских лучей. По виду дифракционной картины можно дать характеристику кристаллу.

Но наши образцы не всегда являются кристаллизованными. К примеру, рассмотрим образец шлака (рис. 1).

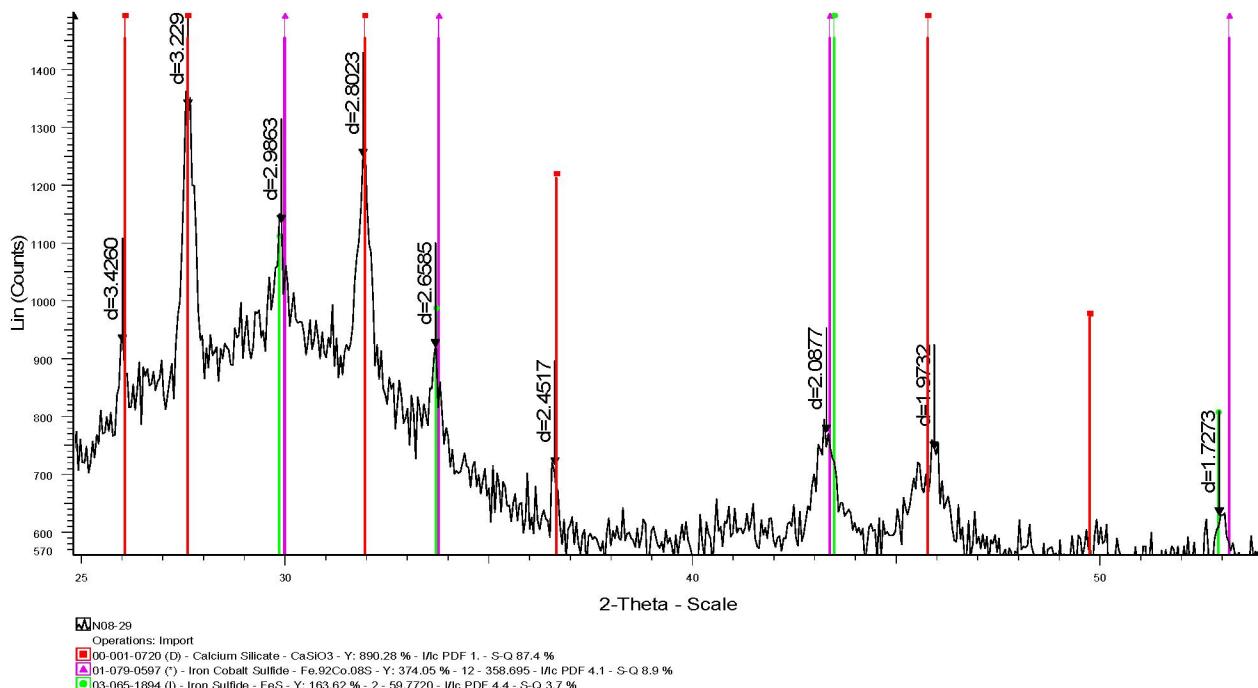


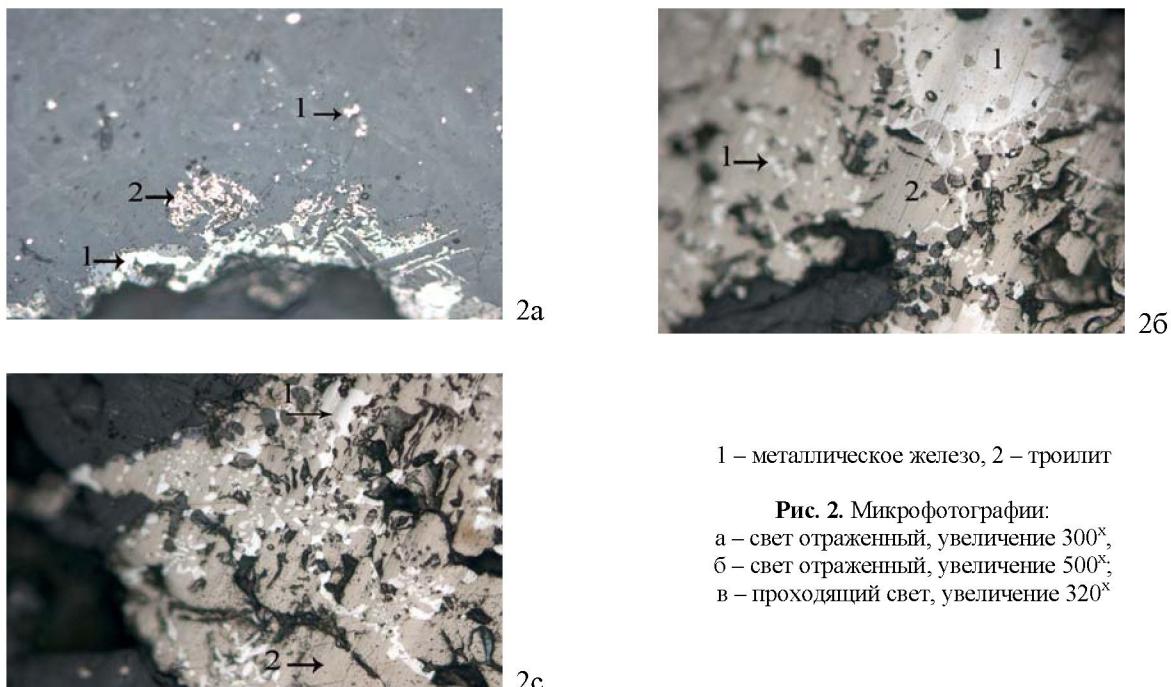
Рис. 1. Дифракционная картина образца

Дифракционная картина была получена на дифрактометре D8 Advance с использованием программного обеспечения для обработки результатов и поиска EVA evolution. Условия съемки: излучения  $\alpha$ -Cu, напряжение и ток 40кВ/40mA, щели перед трубкой и детектором 0,1. По результатам рентгенофазового анализа образец состоит из основной фазы  $\text{CaSiO}_3$  (Calcium Silicate) имеется также фазы Fe.92Co.08S (Iron Cobalt Sulfide) и FeS (Iron Sulfide), кроме того имеется некристаллизованная рентгеноаморфная фаза.

Как мы знаем, рентгеноаморфная фаза обозначает, что фаза не имеет кристаллическую структуру и что методом рентгенографического анализа невозможно определить ее состав [2]. Для того, чтобы определить состав рентгеноаморфного образца, мы провели анализ методами микронализии и рентгеноспектрального микроанализа.

Кристаллооптика-это микроскопический метод, который, являясь ведущим методом исследования минералов и горных пород, применяется на всех стадиях геологоразведочных работ и в научных исследованиях [3].

Микроскопическая диагностика основана на изучении оптических свойств минералов, проявляющихся при прохождении света через тонкие (0,03 мм) препараты – петрографические шлифы. Наибольшее значение при этом имеют свойства, связанные с явлениями преломления света в кристаллах. Для исследования оптических свойств применяется специальный петрографический микроскоп, снабженный приспособлениями для работы в проходящем поляризованном свете, а также вращающимся предметным столиком с лимбом [4]. В нашем случае были исследованы в проходящем свете под микроскопом МИН – 8 при увеличении 320<sup>х</sup> и в отраженном свете под инвертированным микроскопом фирмы Leica при увеличении 300<sup>х</sup> и 500<sup>х</sup> (рис. 2).



1 – металлическое железо, 2 – троилит

**Рис. 2.** Микрофотографии:  
а – свет отраженный, увеличение 300<sup>х</sup>,  
б – свет отраженный, увеличение 500<sup>х</sup>,  
в – проходящий свет, увеличение 320<sup>х</sup>

Результаты микронализии в проходящем свете показали следующие фазы:

1. Стекло бесцветное с показателем преломления N~1,617.

2. Незначительное количество силиката, который кристаллизуется в выше указанном стекле.

Кристаллизация очень тонкая, поэтому можно только предположить, что данный силикат является параволластонитом  $\text{CaSiO}_3$ . Определены только показатели преломления -  $N_p \sim 1,614$ ,  $N_g \sim 1,654$ .

3. Ольдгамит  $\text{CaS}$  – бесцветный, изотропный с N~2,1.

4. Фаза черного цвета, не прозрачная, отнесена к органике.

5. Единичные зерна гематита  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

В отраженном свете в полированном шлифе определены:

6. Троилит FeS – очень крупное образование, в центральной части которого наблюдается большое количество крупных и мелких включений металлического железа.

7. Металлическое железо Fe – мелкие и крупные корольки белого цвета с высокой отражательной способностью, имеющие магнитные свойства.

Для получения полной картинки состава образца, он был исследован методом рентгеноспектрального микроанализа. Рентгеноспектральный микроанализ проводился на электронно-зондовом микроанализаторе (JCXA-733 «Superprobe» фирма JEOL) с использованием энергодисперсионного спектрометра INCA (фирма Oxford, Instruments Англия). Определение среднего состава проб осуществлялось из трех параллельных измерений в каждой наблюдаемой фазе [5].

Из полученных результатов рентгеноспектрального микроанализа можно увидеть, что элементы в образце распределяются неравномерно. К примеру, As не был обнаружен в исследовании определенных областей (рис. 3, 4). На рисунке 5 ее количество составило 17,21%.

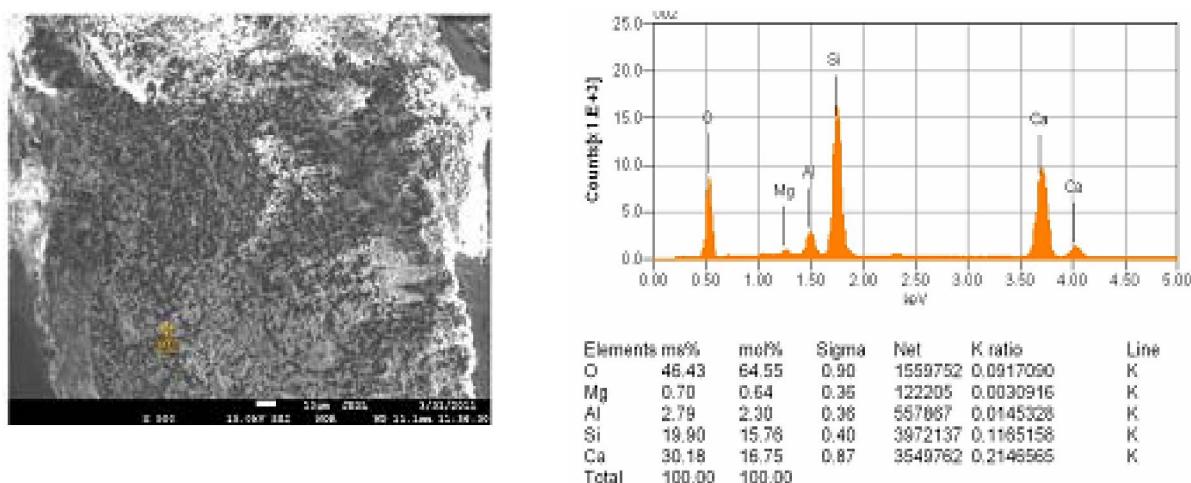


Рис. 3. Микрофотография и элементный анализ образца с увеличением 500<sup>x</sup>, область исследования 10  $\mu\text{m}$

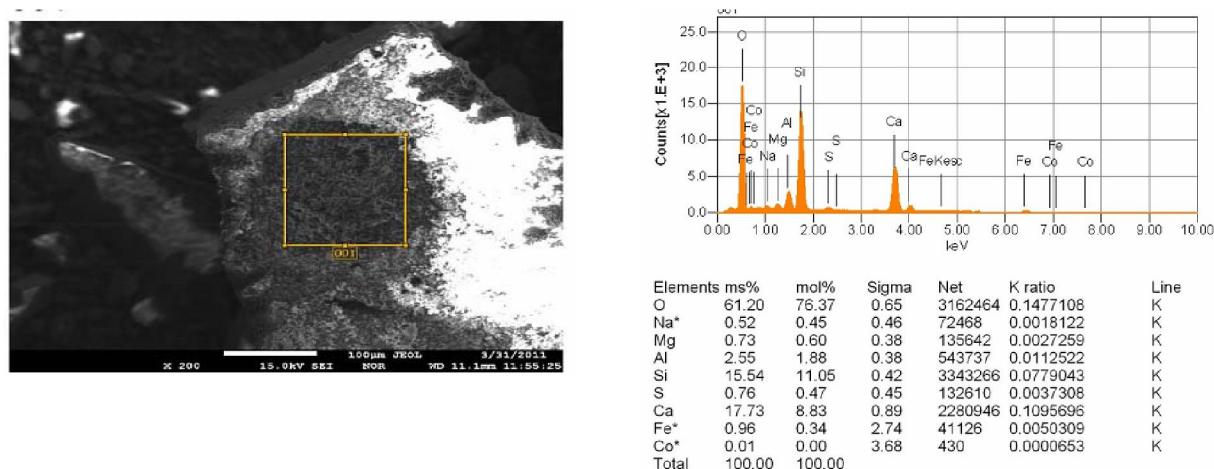
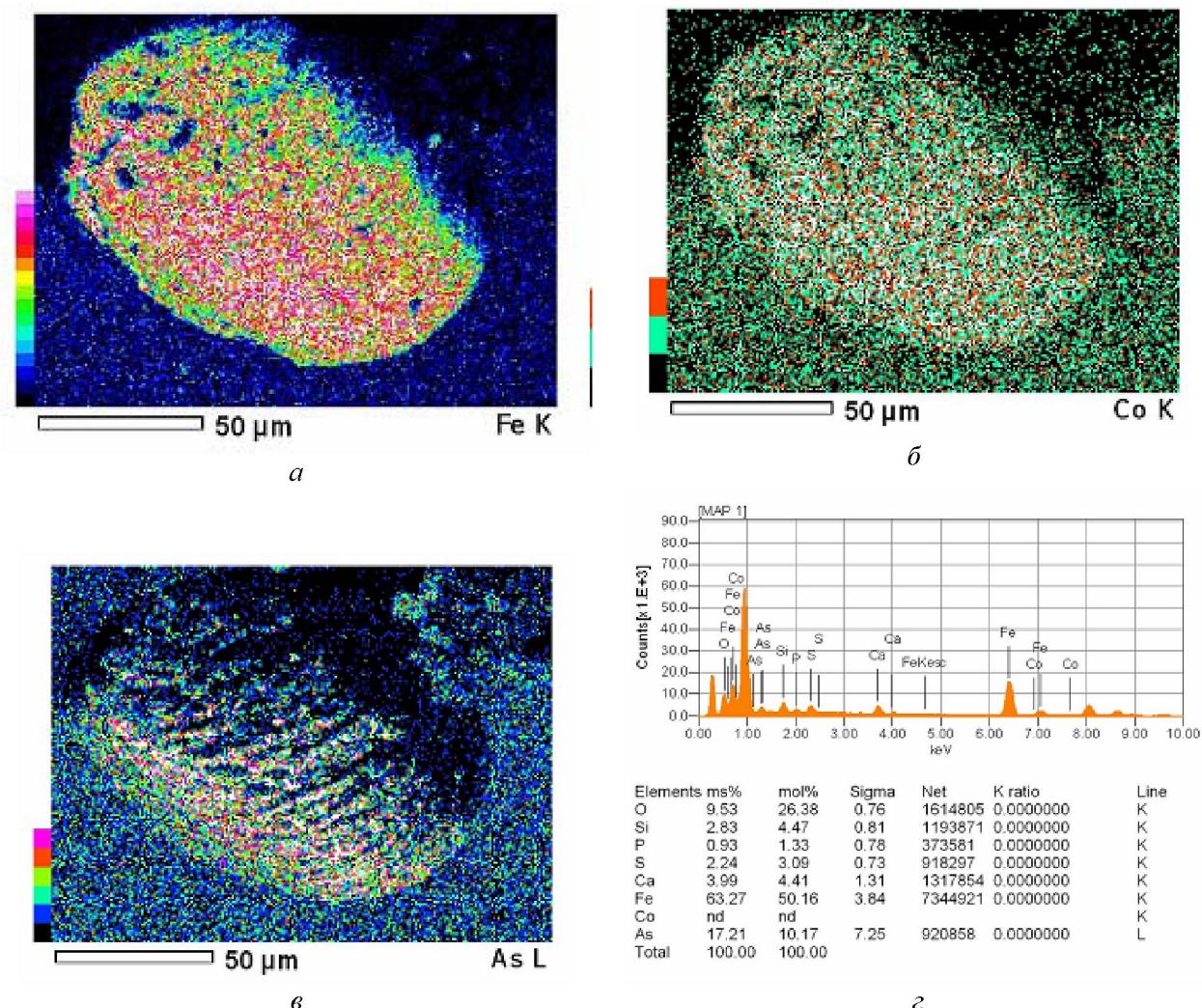


Рис. 4. Микрофотография и элементный анализ образца с увеличением 200<sup>x</sup>, область исследования 100  $\mu\text{m}$

При исследовании Co – такая же ситуация. По микроанализу (рис. 5) можно увидеть Co, но при спектральном анализе не обнаруживается.



**Рис. 5.** Микрофотография, содержание:  
а – Fe, б – Co и в – As и элементный анализ образца с увеличением 750<sup>х</sup>, область исследования 50 μм

Из полученных выше результатов анализа можно увидеть, что каждый метод определяет элементы в определенных областях, и их результаты немного отличаются друг от друга. Такое расхождение считается допустимым, поскольку область и глубина взаимодействия пучка с образцом разное. Если результаты рентгеноспектрального микроанализа посчитать и перевести в фазовое количество, то мы получим довольно понятную формулу. Можно предположить, что рентгеноаморфная фаза, которую мы получили при рентгенографическом анализе, содержит Al, Si, As, O.

По результатам исследования можно сделать вывод, что для более точного анализа фазового состава образца необходимо применить не менее 3 методов анализа.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1 Алепшина Л.А., Шиврин О.Н. Физика и применение рентгеновских лучей. Учебное пособие. – Петрозаводск: Изд-во ПетрГУ, 2001. – 116 с.
- 2 Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ. – М.: Изд-во МГУ, 1976.
- 3 Копченова Е.В. Минералогический анализ шлихов. – Госгеолиздат, 1951. – 214 с.
- 4 Вайнштейн Б.К., Фридкин В.М., Инденбом В.Л. Структура кристаллов. – Т. 2. – М.: Наука, 1979. – 360 с.
- 5 Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Ф. Растворная электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ / Пер. с англ. – М.: Мир, 1984. – 303 с.

*Н. Н. Жұмабекова, В. Н. Жұмабекова, Г. К. Тұрлыбекова*

**ФАЗАЛЫҚ ТАЛДАУ ҮШІН ҮЛГІНІ ФИЗИКАЛЫҚ ЗЕРТТЕУ ӘДІСТЕРИ**

Аморфты фазаға ие шлактарды рентгенофазалық, кристалдық оптикалық және рентгеноспектралдық микро-талдау карастырылады.

*N. N. Zhumabekova, V. N. Zhumabekova, G. K. Turlibekova*

**PHYSICAL METHODS FOR STUDYING A MODEL FOR PHASE ANALYSIS**

This article discusses methods of X-ray diffraction, optical and X-ray crystallographic microanalysis of slag with the amorphous phase.