

IZPITNA VPRAŠANJA ZA PMM

A.)

- 1.) Kakšna je značilnost amplitudnih in faznih objektov pri metodi faznega kontrasta?
- 2.) Kaj določamo s konoskopsko metodo? Opiši princip metode.
- 3.) Opiši značilnost EM valovanj, ki smo jih spoznali! Pri kateri instrumentalni metodi se uporabljajo?
- 4.) Opiši pojav refleksije EM valovanj ob stiku z snovjo!
- 5.) Kaj je atomska absorbcija? Kakšna je valovna dolžina tega valovanja?
- 6.) TEM.
- 7.) Priprava vzorca za RFA!

1.) ZNAČILNOST AMPLITUDNIH IN FAZNIH OBJEKTOV PRI METODI FAZNEGA KONTRASTA:

Če zrno nekaj svetlobe absorbira ($J_1 < J_0$) postane zrno glede na okolico temnejše – tem zrnom pravimo **amplitudni objekti**. Kadar se absorbirajo samo določene valovne dolžine se mineral/zrno obarva s tisto bravo, ki pride skozi zrno. Obsatjajo pa tudi taki minerali, ki svetlobnemu vektorju ne spremenijo amplitude, ampak samo fazo – **fazni objekti**. Te fazne razlike pa človeško oko ne zazna. Z metodo faznega kontrasta fazne objekte spremenimo v amplitudne, da jih človeško oko zazna.

2.) KONOSKOPSKA METODA:

Glej H.2.) !!!

3.) ZNAČILNOSTI EM VALOVANJA:

Glej D.3.) !!!!!!!!!!!!!

4.) REFLEKSIJA EM VALOVANJA:

REFLEKSIJA – ODBOJ ELM VALOVANJA: pri potovanju elm valovanja preko mejne površine dveh medijev z različnima n prihaja do pojava odboja elm valovanja. Odvisna je od vrste snovi.

5.) ATOMSKA ABSORBCIJA:

To je postopek za določitev mineralov v vzorcu. Merilno načelo temelji na medsebojnem učinku med elektromagnetnim valovanjem in snovjo in sposobnostjo visokoselektivne resonančne absorbcije atomov. Uporabimo UV in vidno svetlobo, ki povzroča absorbcijo v nevzbujenih atomih v snovi. Zato ker poznamo valovne dolžine vidne svetlobe to lahko izmerimo. Z beleženjem absorbcijskega spektra ugotovimo kateri minerali so v vzorcu, z intenziteto pa njihovo količino. Absorbcijski pik pri 589,3 nm (rumena svetloba)

6.) TEM:

TRANSMISIJSKI ELEKTRONSKI MIKROSKOP

Velike povečave od 100.000 x do 500.000 x.

Delovni prostor s $p=10^{-4}$ torr (sipanje in absorbcija snopa elektronov na plinu)

Ogrevan filament iz W kot vir elektronov – paralelen elektronski snop

Pospeševanje v električnem polju z $U=100 - 400$ kV

EM leče in kondenzatorske zaslonke za fokusiranje in omejitev snopa

Na kristalu se snop delno absorbira (zmanjšanje amplitude) – slika vzorca

Presevne (in uklonjene) žarke objektna leča zbere v zadnji goriščni ravnini

Slika na fluorescentnem zaslonu, filmu ali rekorderju

S povečavo narašča moč snopa

Vzorec mora biti tanek, prah, nanašamo ga na film na kovinski žici, mora biti prevoden. Če je debel, ga senčimo z težko kovino (Au)

7.) PRIPRAVA VZORCA RFA:

Rentgenska fluorescenca: Vzorec mora biti čim bolj homogen, ker se analizira samo 2% volumna – slaba ponovljivost

Gladka površina, stabilna v vakuumu

Vzorec zdrobimo, stisnemo v tableto, če je kompakten ga zbrusimo

Ena faza – vzorec se lahko onesnaži

Možna kontaminacija pri pripravi vzorca – taline

Vpliv matriksa – sevanje rtg žarkov iz okolice

Umeritvena krivulja: razmerje med standardom in vzorcem

B.)

1.) Katere minerale preiskujemo z metodo faznega kontrasta?

2.) Kaj določamo z Yelleyevim mikrorefraktometrom? Opiši princip meritve!

3.) Kakšne so možne posledice interakcije EM valovanja s snovjo?

4.) Kje in kako izkoriščamo absorbcijo EM valovanja vidnega dela?

5.) Naštej in opiši vire monokromatskega EM valovanja! (emisija el. valovanja)

6.) Opiši, kakšni vzorci so uporabni in kakšen je način priprave vzorcev za TEM?

7.) Opiši način delovanja RTG fluorescences!

1.) METODA FAZNEGA KONTRASTA:

Zrna od 0,5 do 5 μ m (lahko opazujemo tudi respirabilne delce-gline)

Minerale prepoznamo na osnovi njihovega lomnega količnika - različna obarvanost zrn, potapljanje zrna v imerzijsko tekočino z znanim lomnim količnikom in čim večjo disperzijo (l.količnik odvisen od val.dolžine), fazne premike, ki jih ustvari mineral spremenimo v amplitudno razliko.

Majhna količina prašatega vzorca,

Presevna svetloba.

FK omogoča, da prej nevidni mineral postane značilno obarvan

2.) YELLEYEV REFRAKTOMETR:

Merimo lomni količnik. Indirektno.

Delovanje: na prizmo damo tekočino. Svetloba vstopa skozi režo na merilno prizmo. Pogledamo skozi režo na merilno skalo. Vedno vidimo pravo in navidezno režo. Tam kjer vidimo sliko navidezne reže lahko direktno odčitamo lom.kol.

Deli refraktometra: skala (navidezna slika reže na skali, ki ustreza n prizme ali n merjenca), stekleni prizmi, umerjenje z destilirano vodo, usmerjenje z narobe obrnjeno prizmo, monokromatska svetloba – Na svetloba.

3.) POSLEDICE INTERAKCIJE EM VALOVANJA S SNOVJO:

Glej E.2.) !!!!!

4.) IZKORIŠČANJE ABSORBCIJE EM VALOVANJA VIDNEGA DELA:

= izguba določenega dela elm valovanja

absorbpcija je razlika med primarnim in sekundarnim elm žarkom (vpadlim in odbitim). absorbirano valovanje → vzbujanje molekul in atomov v snovi → fotokemična reakcija

absorbpcije ni če se vsi žarki odbijejo ali gredo skozi snov.

ODDAJANJE SPREJETE ENERGIJE:

- toplota (kar ostane ima manjšo energijo (sekundarni žarek) in večjo λ)
- flourescenca → sek. žarek – manjša energija kot prim. žarek
- fosforescenca

ABSORBCIJSKI SPEKTER:

- absorbanca
- če vpada polikromatsko valovanje in se določene valovne dolžine absorbirajo → detektiramo kar ostane → ABSORBANCA
-

5.) VIRE MONOKROMATSKEGA EM VALOVANJA:

-**vidni in UV spekter**: kovinske pare, žlahtni plini

Pri vzbujanju s : plamenom (toplotno), z električnim poljem (katodna cev)

-**IR spekter**: laser (Cr2O3 vzbujamo s toploto), Cr3+, sistem paralelnih zrcal ojača snop, laserji (z Nd-oksidi, tekočine plini), vzbujanje z električno napetostjo, laser da koherentno svetlobo (niha v fazi), uporaba v Ramanovi spektroskopiji

-**Monokromatorji**: pretvorba iz polikromatskih valovnih dolžin

6.) TEM:

TRANSMISIJSKI ELEKTRONSKI MIKROSKOP

Velike povečave od 100.000 x do 500.000 x.

Delovni prostor s $p= 10^{-4}$ torr (sipanje in absorbpcija snopa elektronov na plinu)

Ogrevan filament iz W kot vir elektronov – paralelen elektronski snop

Pospeševanje v električnem polju z $U=100 – 400$ kV

EM leče in kondenzatorske zaslonke za fokusiranje in omejitev snopa

Na kristalu se snop delno absorbira (zmanjšanje amplitude) – slika vzorca

Presevne (in uklonjene) žarke objektna leča zbere v zadnji goriščni ravnini

Slika na fluorescentnem zaslonu, filmu ali rekorderju

S povečavo narašča moč snopa

Vzorec mora biti tanek, prah, nanašamo ga na film na kovinski žici, mora biti prevoden. Če je debel, ga senčimo z težko kovino (Au)

7.) DELOVANJE RTG FLUORESCENCE:

Rtg fluorescenca se uporablja za analizo elementov od F do U ($\lambda = 18,3 - 0,12\text{\AA}$)

Beli rtg žarki → vzbujanje sekundarnih polikromatskih rtg žarkov → monokromator (selekcioniranje) → detekcija

- Rtg cev ($U = 75\text{ kV}$) – kot vir elm valovanja
- Tarča iz Cr (za elemente z atomsko maso < 24), iz Au, W, Mo, Ag (spekter cevi ne sme sovpadati s spektrom sek. žarkov)
- monokromator
- detektor

detektorji:

- plinski proporcionalni (za težje e. $\lambda > 3\text{\AA}$)
- scintilacijski (za lažje e. $\lambda > 1,5\text{\AA}$)
- majhni mrtvi čas, hitrost štetja impulzov do 150 000 1/sek

natančnost je odvisna od:

- aparature
- tehnike meritve
- priprave vzorca
- analitika

Uporabnost:

- RFA je za kvalitativno in kvantitativno analizo
- Veliko ali malo vzorca
- Analiza enega ali več elementov hkrati
- Natančna, poceni, hitra metoda

C.)

1.)Naloga obročaste zaslonke in fazne ploščice!

2.)Kaj določamo s Fedorovo metodo? Opiši princip meritve!

3.)Opiši pojav absorbcije EMV ob stiku s snovjo!

4.)Opiši princip delovanja RTG cevi!Kje jo uporabljamo?(RTG fluorescences)

5.)Princip delovanja kristalnega monokromatorja!

6.)Kako iz spektra ED določimo dimenzije osnovne celice?

7.)Opiši princip delovanja AAS?

1.) NALOGA OBROČASTE ZASLONKE IN FAZNE PLOŠČICE:

Fazna ploščica v gorišču objektivna sovпада s sliko obročaste zaslonke v gorišču kondenzorja – zasuk faze direktnih žarkov za 90° .

2.) FEDOROVA METODA . KAJ DOLOČAMI IN PRINCIP MERITVE:

Določitev N_g in N_p danega preseka. Fedorova metoda: opazovanje poljubnega preseka zrn v zbrusku, določitev vrste in lege optične indikatriše zrna (N_g , N_p , N_m , $2V$).

Delovanje: centriranje mizice; kot, ki ga oklepajo pravokotnice na izotropni presek na značilne ploskve se spreminjajo glede na kemično sestavo plagioklaza; razdalja med dvema pravima kotoma je presek je kot $2V$.

Zapis: Wulfova stereografska mreža (vrišemo vse določene indikatriše)

Kot zasuka okoli N

Kot nagiba okoli H

Pri presevnem mikroskopu žarek prehaja od spodaj pod pravim kotom – če je vmes zrak, se žarek lomi, zato v prazen proctor damp tekočino – pogoj, da ne pride do loma svetlobe: lomna količnika morata biti enaka.

3.) ABSORBCIJA EM VALOVANJA:

= izguba določenega dela elm valovanja

absorbpcija je razlika med primarnim in sekundarnim elm žarkom (vpadlim in odbitim). absorbirano valovanje

→ vzbujanje molekul in atomov v snovi → fotokemična reakcija

absorbpcije ni če se vsi žarki odbijejo ali gredo skozi snov.

ODDAJANJE SPREJETE ENERGIJE:

- toplota (kar ostane ima manjšo energijo (sekundarni žarek) in večjo λ)
- fluorescenca → sek. žarek – manjša energija kot prim. žarek
- fosforescenca

ABSORBCIJSKI SPEKTER:

- absorbanca
- če vpada polikromatsko valovanje in se določene valovne dolžine absorbirajo → detektiramo kar ostane → ABSORBANCA

4.) DELOVANJE RTG CEVI:

Katoda ki je priključena na napetost začne oddajati e- ko je napetost dovolj visoka – ti potujejo proti kovinski tarči na anodi, kjer zbijajo e-, le-ti povzročijo emisijo rtg žarkov, ki pa so polikromatski, zato postavimo monokromator, da nam izloči samo karakteristične žarke.- kolimator na to paralelizira rtg žarke (vzporedni) – padejo na vzorec, kjer se uklonijo – kolimator – monokromator – goniometer – detektor (filmska folija ali G.M. števec)

5.) DELOVANJE KRISTALNEGA MONOKROMATORJA:

MONOKROMATOR je spektralni aparat, ki iz celotnega spektra izloči del spektra in ga orientira v določeni smeri. Izkoriščajo geometrijsko disperzijo (geometrijsko ločevanje λ) z uporabo prizme ali uklonske mrežice.

Kristalni monokromator se uporablja pri rtg difrakciji. Služi nam kot filter ki, polikromatsko svetlobo pretvori v monokromatsko. Kristalni monokromator :

- monokristal, uklon rtg žarkov po Braggovi enačbi
- ohranimo Kapik
- ločljivost monokromatorja: $n\lambda = 2d \cdot \sin\theta/d$
 $d\theta/d\lambda = n/2d \cdot 1/\cos\theta$
- uporaben za vse λ (pri filtru to ni pravilo)
- odstrani tudi ozadje

6.) DIMENZIJE OSNOVNE CELICE:

Braggova enčba: $\lambda = 2d \sin \theta$

λ = valovna dolžina

θ = uklonski kot

d = medmrežna razdalja

POSTOPEK:

- na posnetku določimo θ
 - zaradi slučajnih napak meritev ponovimo,
 - osnovno celico določimo z interpretacijo posnetka, če je znana singonija in tako določimo eno vrednost a_0
 - izmerimo 2θ , dobimo d (iz tabele) in N in tako tudi a_0 iz druge formule $d = a/N^{1/2}$
 - Dovoljene vrednosti N v kubični singoniji:
 - ★ P vse možne primitivna celica
 - ★ F h, k, l (so vse lihe ali sode) ploskovno centrirana celica
 - ★ C h+k+l= sodo število prostorsko centrirana celica
- Vrednost $\sin^2\theta$ imajo v kubični singoniji skupen faktor, za ostale singonije poskusimo določanje.

7.) PRINCIP AAS:

Raztopino vzorca uparimo (atomiziramo) s plamenom, tako lahko elektroni atomov snovi na zunanjih orbitalah absorbirajo UV in vidno svetlobo. Ker so to karakteristične energije lahko, če poznamo energijo ali valovno dolžino upadlega valovanja, z beleženjem absorpcijskega spektra ugotovimo, kateri elementi so v vzorcu. Iz intenzitete absorpcije pikov pa ugotovimo, koliko te prvine je v vzorcu.

D.)

- 1.) Kaj nam pove intenziteta določenega pika na RTG? Od česa je odvisna?
- 2.) Zakaj pri RTG-cevi z Cu anodo uporabljamo Ni filter? Opiši delovanje filtra!
- 3.) Opiši značilnosti posameznih EMV, ki smo jih spoznali. Pri kateri instrumentalni metodi se uporabljajo? (mikroskopi)
- 4.) Opiši pojav refleksije (odboj) EMV ob stiku z snovjo!
- 5.) Kaj je to atomska absorpcija? Kakšna je valovna dolžina na tak način

absorbiranega EMV ? valovna dolžina vidne in VV svetlobe!

6.)Opiši princip delovanja elektronskega mokroanalizatorja!

7.)Opiši načine priprave vzorca (pomanjklivosti,prednosti) za RTG- fluorescenčno analizo?

1.) INTENZITETA PIKA NA RTG:

Velikost pika → količina danega minerala

Intenziteta uklonjenih rtg žarkov nam pove stopnjo kristaliničnosti minerala. Višji in ožji je pik, tem bolj pravilno kristalno strukturo ima mineral – stopnja kristaliničnosti je zelo visoka.

Tem nižji in širši je pik, tem nižja je stopnja kristaliničnosti. Minerali brez kristalne stukture nam ne dajo značilnih pikov temveč nam samo vzignejo ozadje rentgenograma – amorfna snov.

Inteziteta je odvisna od vrste faktorjev in gostote mreže:

- trigonometrični faktor: pri katerem θ se uklon nahaja
- pomnoževalni faktor: isti uklon se n krat ponovi
- absorpcijski faktor: absorbcija nekaterih žarkov
- strukturni faktor

delna izguba energije zaradi:

- neelastično sipanje rtg žarkov na kristalu
- fazna razlika uklonjenih žarkov
- sekundarna refleksija: preslabo kristaljen vzorec

2.) Cu-ANODA □ Ni-FILTER:

Naloga filtra je da prepušča dano λ , ostalo absorbira (nezaželene val.dolžine):

- barvna stekla (za vidno svetlobo)
- interferenčni filter (del svetlobe gre skozi filter v izgubo, del se je odbije-ponavljanje postopka dokler ne dobimo željene λ)

3.) ZNAČILNOSTI POSAMEZNIH EM VALOVANJ:

Elektromagnetno valovanje je valovanje električnega in magnetnega polja. Električno in magnetno polje valujeta v smeri pravokotno eno na drugo in vzdržujeta druga drugo. Elektromagnetno valovanje z valovnimi dolžinami med 400 in 700 nm zaznavamo kot svetlobo.

Pri preiskovalnih metodah smo uporabljali: IR spekter, vidni spekter, UV spekter, ter RTG žarke.

Valovanje z daljšo valovno dožino ima nižjo frekvenco in obratno. Če elektromagnetno valovanje v vidnem delu spektra osvetljuje nek predmet, naše oko zazna mešanico valovanj z različnimi valovnimi dolžinami, kar vidni center v naših možganih interpretira kot različne barvne odtenke različnih svetlosti, ter nazadnje po še ne povsem pojasnjeni poti privede do našega »videnja« tega predmeta. Medtem ko zazna naše oko le vidni del elektromagnetnega valovanja z valovnimi dolžinami od 400 do 700 nm, pa lahko s postopki **SPEKTROSKOPIJE** raziščemo dosti širši pas elektromagnetnega valovanja, s čimer dobimo vpogled v podatke o fizikalnih lastnostih atomov snovi, ki seva.

4.) REFLEKSIJA EM VALOVANJA:

REFLEKSIJA – ODBOJ ELM VALOVANJA: pri potovanju elm valovanja preko mejne površine dveh medijev z različnima n prihaja do pojava odboja elm valovanja. Odvisna je od vrste snovi.

5.) ATOMSKA ABSORBCIJA:

To je postopek za določitev mineralov v vzorcu. Merilno načelo temelji na medsebojnem učinku med elektromagnetnim valovanjem in snovjo in sposobnostjo visokoselektivne resonančne absorpcije atomov. Uporabimo UV in vidno svetlobo, ki povzroča absorpcijo v nevzbujenih atomih v snovi.

Zato ker poznamo valovne dolžine vidne svetlobe to lahko izmerimo. Z beleženjem absorpcijskega spektra ugotovimo kateri minerali so v vzorcu, z intenziteto pa njihovo količino.

6.) DELOVANJE ELEKTRONSKEGA MIKROANALIZATORJA:

Princip metode EMA:

- obsevanje vzorca s snopom elektronov:
- $E = 5 - 30 \text{ keV}$
- $2r \text{ snopa} < 1 \mu\text{m}$
- merjenje intenzitete emitiranih karakterističnih rtg žarkov
- kvalitativna kemična analiza (elementi z at. številom 4-92)
- kvantitativna kemična analiza (primerjalno s standardom) – umeritvena krivulja

Analizo beležimo na papirju ali digitalno s številkami. Rezultat je kemična sestava vzorca na nekem mestu. Metoda nam omogoča tako kvantitativno kot kvalitativno analizo.

7.) PRIPRAVA VZORCA ZA RTG FLUORESCENČNO ANALIZO

- analizira se samo 2% volumna ($100 \mu\text{m}$ v globino, $30 \mu\text{m}$ premera) → slaba ponavljivost
- gladka površina, stabilna v vakuumu
- reprezentančna sestava (kompakten vzorec zbrusimo, prašnat peletiziramo in stisnemo)
- ena faza (naredimo talino z Li- karbonatom in tetraboratom)
- možna kontaminacija pri pripravi vzorca
- vpliv matriksa : sevanje rtg žarkov iz okolice
- umeritvena krivulja : razmerje med standardom in vzorcem
- natančnost je odvisna od: - aparature, tehnike meritve, priprave vzorca, analitika
- analiza enega ali več elementov hkrati
- hitra, poceni, natančna metoda

E.)

1.) Opiši metodo RTG fluorescence!(lom,uklon,obarvanost,odboj,refleksija, absorbcija)

2.) Naštej posledice interakcije EMV s snovjo in opiši vse pojave!

3.) Zakaj se piki Fe in Al min. ne vidijo dobro in kako izboljšamo ločljivost?

4.)Naštej monokromatorje za RTG svetlobo in opiši delovanje!

1.) RTG FLUORESCENCA:

Rtg fluorescenca se uporablja za analizo elementov od F do U ($\lambda = 18,3 - 0,12\text{\AA}$)

Beli rtg žarki → vzbujanje sekundarnih polikromatskih rtg žarkov → monokromator (selekcioniranje) → detekcija

- Rtg cev ($U = 75\text{ kV}$) – kot vir elm valovanja
- Tarča iz Cr (za elemente z atomsko maso < 24), iz Au, W, Mo, Ag (spekter cevi ne sme sovpadati s spektrom sek. žarkov)
- monokromator
- detektor

detektorji:

- plinski proporcionalni (za težje e. $\lambda > 3\text{\AA}$)
- scintilacijski (za lažje e. $\lambda > 1,5\text{\AA}$)
- majhni mrtvi čas, hitrost štetja impulzov do 150 000 1/sek

natančnost je odvisna od:

- aparature
- tehnike meritve
- priprave vzorca
- analitika

Uporabnost:

- RFA je za kvalitativno in kvantitativno analizo
- Veliko ali malo vzorca
- Analiza enega ali več elementov hkrati
- Natančna, poceni, hitra metoda

2.) POSLEDICE INTERAKCIJE EM VALOVANJA S SNOVJO:

Posledice:

- transmisija elm. valovanja skozi snov: lom, uklon, disperzija
- refleksija (odboj) elm valovanja na površini snovi
- absorpcija elm valovanja v snovi
- sipanje elm valovanja v snovi
- emisija elm valovanja v snovi

1. TRANSMISIJA ELM VALOVANJA: ob stiku z mineralno snovjo del, vse ali nič (polikromatsko) elm valovanje potuje skozi snov.

$$1.a. \text{ LOM : } \sin\theta_1/\sin\theta_2 = n_2/n_1 = v_1/v_2$$

lomni količnik – n

$$n = c/v = n^*\lambda_1/n^*\lambda_2 = k/\lambda_2$$

c = hitost elm valovanja v vakumu

v = hitrost elm valovanja v snovi

1.b. **UKLON** : interferenca (ojačanje) dveh uklonjenih žarkov nastopi, ko je izpolnjen pogoj: razlika v poti med dvema uklonjenima žarkoma je enaka produktu razdalje med dvema sosednjima režama in sin uklonskega kota pri dani valovni dolžini svetlobe $\lambda = CF = BC*\sin\theta$

1.c. **DISPERZIJA** : disperzija je odvisna od stopnje absorpcije valovanja pri različnih λ

2. REFLEKSIJA – ODBOJ ELM VALOVANJA: pri potovanju elm valovanja preko mejne površine dveh medijev z različnima n prihaja do pojava odboja elm valovanja

3. ABSORPCIJA ELM VALOVANJA : = izguba določenega dela elm valovanja

absorbpcija je razlika med primarnim in sekundarnim elm žarkom (vpadlim in odbitim), absorbpcije ni če se vsi žarki odbijejo ali gredo skozi snov.

4. SIPANJE ELM VALOVANJA : = nekontrolirana absorbpcija, izguba valovanja

- žarek na poti skozi snov odda del svoje energije delcem medija (če ga lahko detektiramo dobimo kem. sestavo minerala)
- ohrani se le valovanje v smeri primarnega žarka
- z velikostjo delca se večja jakost sekundarnega žarka
- metode ki izkoriščajo sipanje: TYNDALOV EFEKT, RAYLEIGHOVO SIPANJE, ROMANOVO SIPANJE

5. EMISIJA ELM VALOVANJA : = način oddajanja elm valovanja

- primarni žarek v snovi odda nekaj energije in v vzorcu povzroči nastanek sekundarnega elm valovanja → EMITIRANO ELM VALOVANJE
- JEDRSKE REAKCIJE kot posledica kvantiziranih prehodov v jedru
- PREHODI ELEKTRONOV ZUNAJ JEDRA, ki jih povzročimo s: - toploto, elm stimulacijo, vzbujanje s snopom elektronov
- GIBANJE MOLEKUL IN ATOMOV zaradi toplotne stimulacije
- IONIZACIJA ATOMOV zaradi segrevanja snovi do zelo visokih temperatur

3.) PIKI Fe IN Ni:

Fe in Al minerali manjšajo talilno temperaturo (zaželeni v gradbeništvu - znižajo T žganja opek). **V glinah jih je malo- njihovo vsebnost določimo s segrevanjem:** hidroksidi preidejo v okside (boljša vidnost na RTG) Ločljivost pikov lahko izboljšamo na ta način da naštimamo manjšo hitrost snemanja, ker je pri višji hitrosti velika verjetnost da pride do prekrivanja pikov.

4.) MONOKROMATORI ZA RTG SVETLOBO:

Monokromatorji nam dajo ožji spekter λ .

Izkoriščajo geometrijsko disperzijo (geometrijsko ločevanje λ) z uporabo prizme ali uklonske mrežice

Pri rtg difrakciji se uporablja kristalni monokromator: Služi nam kot filter ki, polikromatsko svetlobo pretvori v monokromatsko. Kristalni monokromator :

- monokristal, uklon rtg žarkov po Braggovi enačbi
 - ohranimo $K\alpha$ pik
 - ločljivost monokromatorja: $n\lambda = 2d \sin\theta$
 $d\theta/d\lambda = n/2d \cos\theta$
 - uporaben za vse λ (pri filtru to ni pravilo)
 - odstrani tudi ozadje
-

F.)

- 1.)Kakšna sta rentgenograma monokristala in uprašenega vzorca? Zakaj in kako pride do razlike?
- 2.)Opiši princip delovanja RTG-cevi! Kje jo uporabljamo?
- 3.)Kako lahko iz rentgenograma določimo osebnost (kvalitativna in kvantitativna analiza glinenih mineralov)?
- 4.)Opiši princip AAS!
- 5.)Kako lahko s pomočjo elektronske difrakcije določimo velikost osnovne celice? (RTG-braggova enačba)
- 6.)Opiši princip delovanja kristalnega monokromatorja!

1.) KAKŠNA STA RENTGENOGRAMA MONOKRISTALA IN UPRAŠENEGA VZORCA:

RTG DIFRAKCIJA PRAHOV: - vzorec ni orientiran v prostoru

RTG DIFRAKCIJA MONOKRISTALA: vzorec je orientiran v prostoru

Rentgenogram monokristala je natančnejši od rentgenograma uprašenega vzorca, zaradi tega ker pri vprašenem vzorcu pride do več sistemskih napak kot pri rentgenogramu monokristala.

Sistemske napake pri uprašenem vzorcu:

- kristalne napake v vzorcu
- absorbcija v vzorcu: vsaka snov ob stiku z elm valovanjem nekaj žarkov absorbira; manjša se z naraščanjem kota
- neenakomerno gibanje papirja
- usmerjena orientacija: IZOMETRIČNI DELCI (mrežne ravnine dajo enakovredne uklone, kristalčki so enaki, a naključno orientirani)
ANIZOMETRIČNI DELCI (npr. paličice) – usmerjena orientacija

2.) DELOVANJE RTG-CEVI:

Katoda ki je priključena na napetost začne oddajati e- ko je napetost dovolj visoka – ti potujejo proti kovinski tarči na anodi, kjer zbijajo e-, le-ti povzročijo emisijo rtg žarkov, ki pa so polikromatski, zato postavimo monokromator, da nam izloči samo karakteristične žarke.- kolimator na to paralelizira rtg žarke (vzporedni) – padejo na vzorec, kjer se uklonijo – kolimator – monokromator – goniometer – detektor (filmska folija ali G.M. števec)

3.) RENTGENOGRAM:

S kvantitativno rtg analizo lahko določimo količino minerala v snovi.

METODA ZUNANJEGA STANDARDA:

Kot standard uporabimo mineral z znanimi lastnostmi, standarda ne mešamo v mineral (vzorec).

- masni delež komponente v zmesi je premosorazmeren z intenziteto določenega uklona v rentgenogramu
- absorpcijski koeficient standarda mora biti linearno odvisen od absorpcijskega koeficienta vzorca

METODA NOTRANJEGA STANDARDA: standard damo v naš vzorec, (mešanico vzorca vedno naredimo z isto količino standardnega minerala)

- intenzitete odbojev dane komponente v sistem so premosorazmerne s količino te komponente v sistemu

s kvalitativno metodo določamo velikost kristalov – premer zrna d $\lambda = 2d \sin\theta$

Kristal mora biti velik vsaj nekaj osnovnih celic v smeri x,y,z da govorimo o kristalni snovi in mu lahko določimo strukturne značilnosti ter že povzroča uklon žarkov. Kadar je osnovnih celic premalo da bi določili njegovo strukturo je mineral amorfen.

4.) PRINCIP AAS:

Raztopino vzorca uparimo (atomiziramo) s plamenom, tako lahko elektroni atomov snovi na zunanjih orbitalah absorbirajo UV in vidno svetlobo. Ker so to karakteristične energije lahko, če poznamo energijo ali valovno dolžino upadlega valovanja, z beleženjem absorpcijskega spektra ugotovimo, kateri elementi so v vzorcu. Iz intenzitete absorpcije pikov pa ugotovimo, koliko te prvine je v vzorcu.

5.) VELIKOST OSNOVNE CELICE:

Braggova enčba: $\lambda = 2d \sin \theta$

λ = valovna dolžina

θ = uklonski kot

d = medmrežna razdalja

POSTOPEK:

- na posnetku določimo θ
- zaradi slučajnih napak meritev ponovimo,
- osnovno celico določimo z interpretacijo posnetka, če je znana singonija in tako določimo eno vrednost a_0
- izmerimo 2θ , dobimo d (iz tabele) in N in tako tudi a_0 iz druge formule $d = a/N^{1/2}$
- Dovoljene vrednosti N v kubični singoniji:

★ P	vse možne	primitivna celica
★ F	h, k, l (so vse lihe ali sode)	ploskovno centrirana celica
★ C	h+k+l= sodo število	prostorsko centrirana celica

Vrednost $\sin^2\theta$ imajo v kubični singoniji skupen faktor, za ostale singonije poskusimo določanje.

6.) PRINCIP DELOVANJA KRISTALNEGA MONOKROMATORJA:

MONOKROMATOR je spektralni aparat, ki iz celotnega spektra izloči del spektra in ga orientira v določeni smeri. Izkoriščajo geometrijsko disperzijo (geometrijsko ločevanje λ) z uporabo prizme ali uklonske mrežice.

Kristalni monokromator se uporablja pri rtg difrakciji. Služi nam kot filter ki, polikromatsko svetlobo pretvori v monokromatsko. Kristalni monokromator nam odstrani tudi ozadje.

G.)

1. Opiši pojav transmisije EM valovanja ob stiku s snovjo!

2. Absorbpcija RTG žarkov!

3. Disperzijska in nedisperzijska spektroskopija!

4. Elektronski mikroanalizator!

5. Princip kvantitativne analize z atomsko absorpcijsko spektroskopijo!

6. Fazni kontrast!

7. Dvojčki pri plagioklazu!

1.) TRANSMISIJA ELM VALOVANJA:

Ob stiku z mineralno snovjo del, vse ali nič (polikromatsko) elm valovanje potuje skozi snov.

1.a. **LOM** : $\sin\theta_1/\sin\theta_2 = n_2/n_1 = v_1/v_2$

lomni količnik – n

$n = c/v = n*\lambda_1/n*\lambda_2 = k/\lambda_2$

c = hitost elm valovanja v vakumu

v = hitrost elm valovanja v snovi

1.b. **UKLON** : interferenca (ojačanje) dveh uklonjenih žarkov nastopi, ko je izpolnjen pogoj: razlika v poti med dvema uklonjenima žarkoma je enaka produktu razdalje med dvema sosednjima režama in sin uklonskega kota pri dani valovni dolžini svetlobe $\lambda = CF = BC*\sin\theta$

1.c. **DISPERZIJA** : disperzija je odvisna od stopnje absorpcije valovanja pri različnih λ

2.) ABSORPCIJA RTG ŽARKOV:

Absorbpcija je izguba določenega dela elm valovanja.

Absorbpcija je razlika med primarnim in sekundarnim elm žarkom (vpadlim in odbitim), absorpcije ni če se vsi žarki odbijejo ali gredo skozi snov.

3.) DISPERZIJSKA IN NEDISPERZIJSKA SPEKTROKOPIJA:

Disperzijski spektrometer vsebuje disperzijski kristal (ukrivljen kristal, je monokromator za rtg žarke) na katerem pride do disperzije polikromatskega el. m. valovanja po Braggovi enačbi. Kot detektor uporablja proporcionalni števec.

Nedisperzijski spektrometer pa nima uklonskega kristala. Energijo karakteristične črte določimo neposredno s fotopomnoževalko (za vidno svetlobo) ali detektorjem rtg žarkov. Detektor ima veliko ločljivostjo in je sposoben med sabo ločiti vse valovne dolžine.

4.) ELEKTRONSKI MIKROANALIZATOR:

Elektronski analizator je analizator s katerim dobimo kemično sestavo vzorca.

Princip delovanja elektronskega mikroanalizatorja:

Princip metode EMA:

- obsevanje vzorca s snopom elektronov:
- $E = 5 - 30 \text{ keV}$
- $2r \text{ snopa} < 1 \text{ mm}$
- merjenje intenzitete emitiranih karakterističnih rtg žarkov
- kvalitativna kemična analiza (elementi z at. številom 4-92)
- kvantitativna kemična analiza (primerjalno s standardom) – umeritvena krivulja

Analizo beležimo na papirju ali digitalno s številkami. Rezultat je kemična sestava vzorca na nekem mestu. Metoda nam omogoča tako kvantitativno kot kvalitativno analizo.

5.) PRINCIP KVANTITATIVNE ANALIZE Z ATOMSKO ABSORPCIJSO SPEKTROSKOPIJO:

ASS je metoda pri kateri vpadno el.mag.valovanje pride v stik z vzorcem, to el.mag.valovanje absorbirajo atomi vzorca. Raztopino vzorca uparimo (atomiziramo) s plamenom, tako lahko elektroni atomov snovi na zunanjih orbitalah absorbirajo UV in vidno svetlobo. Ker so to karakteristične energije lahko, če poznamo energijo ali valovno dolžino upadlega valovanja, z beleženjem absorpcijskega spektra ugotovimo, kateri elementi so v vzorcu. Iz intenzitete absorpcije pikov pa ugotovimo, koliko te prvine je v vzorcu □ indirektna metoda – za kvantitativno analizo umeritvena krivulja.

6.) FAZNI KONTRAST:

- Zrna od 0,5 do 5 μm – respirabilni delci - zelo majhni delci – pomembna metoda za gline
- mineral prepoznamo na osnovi lom.kol. – različna obarvanost zrn
- **Princip metode:** potapljanje zrna v inerzijsko tekočino z znanim lomnim količnikom in čim večjo disperzijo (lastno sel.mag.valovanja je, da je lom.kol. odvisen od valovne dolžine), fazne premike, ki jih ustvarja mineral spremenimo v amplitudno razliko
- Metoda faznega kontrasta mogoča da prej nevidni mineral postane značilno obarvan \Rightarrow za to je potrebna inerzijska tekočina – s to metodo fazne objekte spremenimo v amplitude, ki jih človeško oko lahko zazna – kot različna obarvanost minerala
- majhna količina prašnatnega vzorca
- presevna svetloba
- **Mikroskop:** ortoskopski polarizacijski, dobro centriran, kondenzor z obročasto zaslonko v gorišču kondenzorja, objektiv s fazno ploščico v zadnji goriščni ravnini, sovпада s sliko obročaste zaslonke \Rightarrow zasuk faze direktnih žarkov za 90°, hejnijev kondenzor.
- **+ Fazni kontrast :** fazna ploščica iz optično redkejšega materiala \Rightarrow objekt je temnejši od okolice (amplituda se zmanjša, ko se vertikalna komponenta nihajnega vektorja odšteva od amplitude vstopajočega nihajnega vektorja)
- **- Fazni kontrast :** fazna ploščica iz optično gostejšega materiala \Rightarrow objekt je svetlejši od okolice – ko se vertikalna komponenta in nihajni vektor seštevata (amplituda se poveča)
- **Nastanek slike v odvisnosti od lege obročaste zaslonke:**
 - svetlo polje (slika obročaste zaslonke je manjša od fazne ploščice)
 - fazni kontrast (slika fazne ploščice in obročaste zaslonke se prekrijeta) * svetlo polje (slika pride iz fazne ploščice)
 - mejno temno polje (slika obročaste zaslonke pride na mejo našega vidnega polja)
 - temno polje (slike ne vidimo več) V faznem kontrastu se vsi minerali obarvajo enako, v mejnem temnem polju pa različno.
- **Preiskava mineralov v pozitivnem faznem kontrastu:** zrna so svetla: $n_{\min} < n_{\text{tek}}$ (n= lomni količnik)

☛ zrna so temna: $n_{\min} > n_{\text{tek}}$

disperzijska krivulja tekočine se seka v vidnem polju z disperzijsko krivuljo minerala \Rightarrow mineral bo optično obarvan (zato mora tekočina imeti čim večjo disperzijo)

• **periskava mineralov v mejnem temnem polju:**

$n_{\min} = n_{\text{tek}} \Rightarrow$ svetloba gre neovirano skozi

$n_{\min} \neq n_{\text{tek}} \Rightarrow$ svetloba se na zrnju uklanja in obarva celo zrno ali le rob

• **Fazni kontrast v odsevni svetlobi:** zrna se ne obarvajo, povečajo se le kontrasti.

• Velikost faznega kontrasta je odvisna od debeline zrna in od razlike lomnih količnikov tekočine (n_{tek}) in zrna (n_{\min})

• Meritev faznega kontrasta je odvisna tudi od tega kakšno inercijsko tekočino bomo uporabili. Večja kot je razlika, večji je kot zasuka.

• **Disperzija:** svetloba ima več valovnih dolžin in vsaka val.dolžina ima svoj lomni količnik. Razlika med začetnim in končnim lomnim količnikom mora biti čim večja. Minerali se v faznem kontrastu obarvajo odvisno od tega, pri kateri val. Dolžini se sekata disperzijska in krivulja minerala. Zato mora biti disperzija čim večja, da je več možnosti, da se sekata.

• Barva zrn je odvisna od: valovne dolžine, ko je $n_{\min} = n_{\text{tek}}$, od razlike v n_{\min} in n_{tek} pri različnih val.dolžinah, disperzijskega koef. X : X = + - 2 barve so čiste in jasne

X = + - 1 umazane

X = + - 0,5 zelo umazane (le sivi odtenki)

• Fazni kontrast v odsevni svetlobi: zrna se ne obarvajo, povečajo se le kontrasti.

7.) DVOJČKI PRI PLAGIOKLAZU:

-normalni : B $1/2 \perp$ D $1/2$

albitski, manebaški, bavenski

-vzporedni: B $1/2 \parallel$ D $1/2$

karlovarski, periklinski,

-kmplicirani: B $1/2 \parallel$ D $1/2$

albitsko-karlovarski, manebaško-periklinski

H.)

1. Kakšna je značilnost amplitudnih in faznih objektov pri metodi faznega kontrasta?

2. Kako določamo konoskopsko metodo? Princip metode!

3. Opiši pojav emisije EM valovanja!

4. Opiši pojav disperzije EM valovanja ob stiku s snovjo! Polaroidi!

5. Naštej in opiši monokromatorje EM valovanj!

6. Opiši princip delovanja vrstičnega elektronskega mikroskopa!

7. Opiši princip kvantitativne analize z elektronskim mikroanalizatorjem!

1.) ZNAČILNOST AMPLITUDNIH IN FAZNIH OBJEKTOV PRI METODI FAZNEGA KONTRASTA:

Če zrno nekaj svetlobe absorbira ($J_1 < J_0$) postane zrno glede na okolico temnejše – tem zrnem pravimo **amplitudni objekti**. Kadar se absorbirajo samo določene valovne dolžine se mineral/zrno obarva s tisto barvo, ki pride skozi zrno. Obsatjajo pa tudi taki minerali, ki svetlobnemu vektorju ne spremenijo amplitude, ampak samo fazo – **fazni objekti**. Te fazne razlike pa človeško oko ne zazna. Z metodo faznega kontrasta fazne objekte spremenimo v amplitudne, da jih človeško oko zazna.

2.) KONOSKOPSKA METODA:

- metoda nam daje podatke o oprični indikatrisci (geometrijsko telo z n_g in n_p) (pri kubičnih ali izotropnih je v obliki kirža), enoosni/dvoosni mineral, pozitiven/negativen, kot med osema optično dvoosnih mineralov
- pri konoskopski metodi opazujemo obnašanje svetlobe v raznih presekih
- **Delo z mikroskopom:**
 - ☛ vključen kondenzor
 - ☛ velika povečava \Rightarrow ker je eno samo zrno (velike povečave rabijo veliko svetlobe, zajamejo veliko žarkov)
 - ☛ svetloba na vzorec pada v obliki konusa – stožca (razpršeno) \Rightarrow nastajajo krogi \Rightarrow mesta, kjer je razlika v kotih enaka $\blacktriangleright \Delta (n_g - n_p) \blacktriangleleft$
 - ☛ monokromatska svetloba \Rightarrow krogi so črni in beli
 - ☛ polikromatska svetloba \Rightarrow krogi so barvni
 - ☛ IZOHROME \Rightarrow krogi, ki imajo enako barvo
 - ☛ svetloba pada pravokotno na polarizator
 - ☛ analizator je vključen \Rightarrow interferenčne barve
 - ☛ slika nastane na zadnji goriščni ravnini objektiv:
 - ★ Amici-beltrandova metoda: Amici-beltrandova leča \Rightarrow večja a bolj motna slika
 - ★ Lasualova metoda: odstranimo okular \Rightarrow manjša, bolj čista slika
- **Deli mikroskopa:**
 - ☛ polarizirana svetloba
 - ☛ močan kondenzor (sistem snopov II žarkov, ki padajo na vzorec pod različnimi koti)
 - ☛ močan objektiv z veliko aperturo (da zajame čimveč žarkov)
 - ☛ interferenčna slika vseh presekov zrna v zadnji goriščni ravnini objektiv
- **Optično enoosni mineral: Izogirni križ:** žarki, ki gredo v smeri, ko sta n_g in n_p vzporedni osem analizatorja in polarizatorja
 - ☛ izotropni presek je II ravnini zbruska \Rightarrow izogirni križ leži v sredini vidnega polja
 - ☛ izotropni presek ni II ravnini zbruska \Rightarrow izogirni križ ne leži v sredini vidnega polja – pošvna indikatrisa
 - ☛ anizotropni preseki, simetrični okrog osi rotacijskega elipsoida \Rightarrow Izohtome: presečišča ploskev, ki imajo enako razliko v poti (pogosto: mineral t veliko razliko dvolomov \Rightarrow majhna razlika v kotih vpadnih žarkov) $\blacktriangleright \Delta$ [razlika v poti] = d [debelina zbruska] $(n_g - n_p) \blacktriangleleft$
 - ☛ kot $2V \Rightarrow$ ostri kot med optičnima osema \Rightarrow ko je simetrala med njima n_g je +, ko pa je n_p je –
 - ☛ zrno je najtemnejše, ko je n_g ali n_p vzporedna analizatorju ali polarizatorju
 - ☛ zrno je najsvetlejše, ko je kot med analizatorjem in polarizatorjem 45°
 - ☛ ko je optična os minerala na sredini, se izogirni križ pri vrtenju mizice ne razklene in ostane na istem mestu
 - ☛ ko optična os minerala ni na sredini, se izogirni križ pri vrtenju mizice ne razklene, a ne ostane na istem mestu
 - ☛ pri konoskopski metodi se interferenčne barve v eni smeri znižujejo, v drugi zvišujejo, zato uporabimo sadrino ploščico, ki za cel red zniža/zviša interferenčne barve (2. & 4. kvadrant znižanje in 1. & 3. kvadrant višanje int. barv \Rightarrow optično pozitiven mineral)
- **Optično dvoosni mineral:**
 - ☛ optična indikatrisa je II oz. \perp glede na analizator oz. polarizator \Rightarrow temno mesto \Rightarrow izogirni križ
 - ☛ kjer je optična os, je razlika v kotih 0 ($n_g - n_p = 0$)
 - ☛ dlje od optične osi se interferenčne barve višajo \Rightarrow svetlejša mesta
 - ☛ izogirni križ je v središču vidnega polja, ko je ravnina optičnih osi II z osjo mikroskopa, ko ni, izogirni križ ne leži v sredini vidnega polja.

3.) EMISIJA ELM VALOVANJA :

Je način oddajanja elm valovanja

- primarni žarek v snovi odda nekaj energije in v vzorcu povzroči nastanek sekundarnega elm valovanja → EMITIRANO ELM VALOVANJE
- JEDRSKE REAKCIJE kot posledica kvantiziranih prehodov v jedru
- PREHODI ELEKTRONOV ZUNAJ JEDRA, ki jih povzročimo s: - toploto, elm stimulacijo, vzbujanje s snopom elektronov
- GIBANJE MOLEKUL IN ATOMOV zaradi toplotne stimulacije
- IONIZACIJA ATOMOV zaradi segrevanja snovi do zelo visokih temperatur

4.) DISPERZIJA EM VALOVANJA :

To je lastnost el. m. valovanja, da je lomni količnik odvisen od valovne dolžine. Disperzija je odvisna od stopnje absorpcije valovanja pri različnih λ .

5.) MONOKROMATORJI EM VALOVANJA:

Filtri: prepuščajo dano λ , ostalo absorbirajo (nezaželene val.dolžine)

- barvna stekla (za vidno svetlobo)

● interferenčni filter (del svetlobe gre skozi filter v izgubo, del se je odbije-ponavljanje postopka dokler ne dobimo željene λ)

Monokromatorji: dajo ožji spekter λ

● izkoriščajo geokemijsko z uporabo prizme (-za lom monokromatske svetlobe- prozorni kremen, safir, NaCl, KBr, CsBr, običajna steklena prizma) ali uklonske mrežice (presevna, odsevna)

- uporabni za UV do IR spekter

6.) VRSTIČNI ELEKTRONSKI MIKROSKOP:

V evakuiran prostor vstavimo trden in suh vzorec. Ogrevana W nitka (katoda in anoda pod njo) pospešuje emitirane elektrone proti vzorcu, elektromagnetne leče pa snop fokusirajo (300Å premera). Nazadnje poteka vrstičenje žarka po vzorcu s pomočjo dvojnih deflektorskih tuljav. Elektronski mikroskop beleži snop elektronov, ki pride na vzorec, in sicer:

*sliko odbitih elektronov na katodni cevi iz točk različnih svetlosti, ki sovpadajo z atomskim številom atomov prvine in povzročajo odboj snopa elektronov (visoka energija, dobimo kemično sestavo vzorca na opazovani površini)

*sliko sekundarnih elektronov na katodni cevi iz točk različnih svetlosti, ki sovpadajo z napetostnimi sunki signalov na detektorju (nizka energija, dobimo morfologijo vzorca)

*sliko emitiranih karakterističnih rtg žarkov v točki, liniji ali površini opazovanega vzorca (tako dobimo kemično sestavo vzorca na opazovanem mestu).

Vrste analiz: - Emisijska
- Reflektirana
- Absorpcijska
- Rtg

Uporabnost: - Slika površine vzorca
- Topografija
- Mikrostruktura
- Kristalografija
- Kvantitativna mineralna in kemična analiza

7.) PRINCIP KVANTITATIVNE ANALIZE Z ELEKTRONSKIM MIKROANALIZATORJEM:

Za to analizo potrebujemo standard, da naše rezultate primerjamo s standardom: Standard mora biti: homogen, stabilen na zraku in po obsevanju s snopom elektronov in imeti dobro polirno sposobnost. Mineralni vzorci iz konca vrste trdnih raztopin z znano količino slednih orvin, čisti oksidni kristali, druge spojine ali prvine, ki ne obstajajo v obliki oksidov, naravni in/ali umetni minerali

I.)

1. Zakaj / Kako pride do uklona RTG žarkov? (motnje)

2. RTG difrakcija prahov

3. Kvantitativna RTG analiza

4. Kako z RTG difrakcijo ugotovimo, da sta v vzorcu kaolinit in/ali klorit? (raztopina HCl: Kaolinit ostane, Klorit se raztopi)

5. Kako dobimo monokromatske RTG žarke?

1.) UKLON RTG ŽARKOV:

Uklon je posledica interakcije el.mag. valovanja z mineralno snovjo. Je transmisija el.mag.valovanja skozi snov. El.mag valovanje zadane ob motnjo pod kotom in se uklanja pod drugačnim kotom. Velikost motnje je enakega reda velikosti kot je val.dolžina el.mag.valovanja. Lomni količnik in hitrost se pri temu ne spremenita.

Interferenca dveh uklonjenih žarkov nastopi, ko je izpolnjen pogoj: razlika v poti med dvema uklonjenima žarkoma je enaka produktu razdalje med dvema sosednjima režama in sin uklonskega kota pri dani valovni dolžini svetlobe ($\lambda = CF = BC \times \sin \theta$)

Kristal ustvarja uklonsko mrežico (zaradi 3D periodične razporeditve delcev). Elektronsko valovanje se uklanja na določeno λ , ki je enakega reda, kot velikosti medatomske razdalje v strukturi in nastane strukturna slika kristala \Rightarrow

$\lambda_{\text{uklon.žar.}} = \lambda_{\text{vpadl.žar.}}$ Uklon zaznamo le, če sosednja žarka interferirata (interferenca: razlika v poti je enaka razdalji med sosednjima motnjama $\times \sin \theta$ [θ je uklonski kot])

2.) RTG DIFRAKCIJA PRAHOV:

Vzorec ni orientiran, rabimo malo vzorca (<2mg), detekcija uklonjenih žarkov na filmu, s števci, nosilec je iz stekla (ne kristalnega), plastike,.... Ker ne sme motiti snemanja vzorca- ne sme oddajati svojih uklonov. Tudi AL nosilec je lahko, vendar mora biti vzorec dovolj debel. Poznamo metode:

- Filmska metoda: najstarejša metoda, detektor je film, valjasto oblikovan vzorec in ovit v film
- Metoda Debye-Scherrerjevo kamero: uporabna, vendar ne pri velikih kotih 2θ , ker se črte premikajo, in ne pri majhnih kotih, ker je slaba ločljivost
- Guinijeva metoda: za fokusiranje imamo ukrivljen kristal – monokromator
- Elektronska števna difrakcija: detekcija uklonjenih žarkov z GM števci, uporaba računalnika, velika hitrost snemanja \Rightarrow majhna občutljivost \Rightarrow piki so nižji ; majhna hitrost snemanja \Rightarrow pike se ne

prekrivajo (na vajah)

- Visokotemperaturna kamera: 1220°C - 2250°C z vakuumom, vzorec lahko kontrolirano segrevamo

Vzorec je zmlat (<45 μm), stisnjen ali namazan na steklo, zapisujemo kot 2θ, katerega območje snemanja je od 5° - 70°

Velikost pika nam poda količino danega minerala. Amorfnost zviša ozadje, Poznamo slučajne in sistematske napake.

3.) KVANTITATIVNA RTG ANALIZA:

Določanje količine mineralne snovi v vzorcu z dvema metodama:

• **Metoda zunanjskega standarda:** kot standard uporabimo mineral z znanimi lastnostmi, standard ne mešamo v vzorec, masni delež komponente v zmesi je prenosorazmeren z intenziteto določenega vklona v rentgenogramu, absorpcijski koeficient standarda mora biti linearno odvisen od absorpcijskega koeficienta vzorca. Odvisna je od: kem.sestave vzorca, λ uporabljenih žarkov, debeline vzorca. Standardna snov mora biti kubična (malo uklonov, ostri in jasni), nizek absorpcijski koef. (uklon standarda in vzorca mora biti podoben, a se ne sme prekrivati)

• **Metoda notranjskega standarda:** standard damo v naš vzorec, intenzitete odbojev dane komponente v sistemu so prenosorazmerne s količino te komponente v sistemu. Standardna snov: intenzitete se ne smejo prekrivati, biti mora inertna.....

4.) KAOLINIT IN / ALI KLORIT?

Z RTG difrakcijo glin ugotovimo, da je v vzorcu klorit in/ali kaolinit. Vendar, ker imata iste uklone, ne moremo vedeti kateri je v vzorcu.

Klorit je topen v razredčeni solni kislini (HCl), kaolinit pa segrevamo, da dehidrira. Ko naredimo eno od tega, npr.: raztopimo klorit, vidimo ali nam ukloni še vedno ostanejo ali pa izginejo. Če izginejo pomeni, da smo v vzorcu imeli samo klorit, če ostane pomeni da smo imeli mogoče oboje. V drugo pa dehidriramo kaolinit in če piki ostanejo smo imeli sigurno oboje, če pa izginejo samo klorit.

5.) PRIDOBIVANJE MONOKROMATSKIH RGT ŽARKOV:

Uporaba filtra, ker uklonska mrežica in običajna prizma nista primerni. Pridobivamo jih z : Popolnoma monokromatskimi žarki (majhna intenziteta) in z delno monokromatskimi: uporaba β- filtra: absorpcija λ pred in za zahtevano λ s filtri. Primer: za Cu katodo uporabimo Ni filter.

J.)

1. Kaj je lom svetlobe in kako ga podajamo.
2. Opiši princip delovanja fedorove metode.
3. Kakšne vrste dvojčkov poznamo pri glinencih, navedi nekaj primerov
4. Kakšne lastnosti mora imeti imerzijska tekočina pri fedorovi metodi.
5. Kaj je disperzija elektromagnetnega valovanja.
6. Formule: pirit, kaolinit, magnezit, hematit, mullit

1.) LOM SVETLOBE:

Svetloba se lomi pri prehodu iz enega medija v drugega. Npr. ko prehaja iz optično redkejšega medija (zrak) v optično gostejšega (steklo) se na meji med obema sredstvoma delno odbije, delno pa prehaja v optično gostejše sredstvo. Odbita svetloba sledi odbojnemu zakonu, ki pravi da je vpadni kot enak odbojnemu.

2.) PRINCIP DELOVANJA FEDOROVE METODE:

Opazujemo priljubljen presek zrna zbruska, saj se univerzalna mizica giblje v vseh treh smereh koordinatnega sistema. S tem gibanjem lahko privedemo katerokoli optično os v os mikroskopa. Zbrusek združimo z dvema steklenima segmentoma kar tvori kroglo, v prazen proctor damo inerzijsko tekočino..

Kot, ki ga oklepajo pravokotnici na izotropni presek na značilne ploskve se spreminja glede na kemično sestavo plagioklaza, razdalja med dvema pravokotnicama na izotropni presek je kot $2V$. Rezultat zapišemo v Wolffovo stereografsko mrežo. Pri presevnem mikroskopu žarek prehaja od spodaj pod pravim kotom.

3.) DVOJČKI GLINENCEV:

-normalni : $B^{1/2} \perp D^{1/2}$

albitski, manebaški, bavenski

-vzporedni: $B^{1/2} \parallel D^{1/2}$

karlovarski, periklinski,

-kmplicirani: $B^{1/2} \parallel D^{1/2}$

albitsko-karlovarski, manebaško-periklinski

4.) INERZIJSKA TEKOČINA PRI FEDOROVI METODI:

Kot inerzijsko tekočino pri tej metodi uporabljamo glicerin, parafinsko olje in strojno olje. Lomni količnik tekočine mora biti čim bližje lomnemu količniku minerala, vednar pa ne sme biti enak (ne pride do loma), torej mora imeti tekočina lomni količnik čim bližje 1,55

5.) DISPERZIJA EM VALOVANJA:

To je lastnost el. m. valovanja, da je lomni količnik odvisen od valovne dolžine. Disperzija je odvisna od stopnje absorpcije valovanja pri različnih λ .

K.)

1.) Kaj je disperzija el.mag.valovanja?

2.) Od česa je odvisen lomni kol. Minerala? Kako ga podamo? Primer!

3.) Kakšna mora biti inerzijska tekočina pri faznem kontrastu?

- 4.) Kakšno el.mag valovanje uporabljamo pri rentgenski fluorescenci?
5.) Kako deluje termični dilatometer?

1.) DISPERZIJE EM VALOVANJA:

To je lastnost el. m. valovanja, da je lomni količnik odvisen od valovne dolžine. Disperzija je odvisna od stopnje absorpcije valovanja pri različnih λ .

2.) LOMNI KOLIČNIK MINERALA:

Lomni količnik (n) materiala je izražen kot razmerje med hitrostjo potovanja el. m. valovanja v vakuumu (c) in hitrostjo potovanja el. m. valovanja v materialu (v).

Podan je z enačbo $n = c/v$

3.) INERZIJSKA TEKOČINA PRI METODI FAZNEGA KONTRASTA:

Inerzijska tekočina mora imeti znan lomni količnik in čimvečjo disperzijo. Mineral se v faznem kontrastu obarva odvisno od tega, pri kateri valovni dolžini se sekata disperzijska in krivulja minerala. Zato mora biti disperzija čim večja, da je več možnosti da se sekata.

4.) EM VALOVANJE PRI RENTGENSKI FLUORESCENCI:

Snov izpostavimo primarnim rtg žarkom da dobimo sekundarne rtg žarke – fluorescentni žarki.

5.)TERMIČNI DILATOMETER:

Termični dilatometer deluje na principu spremembe velikosti (skrček/raztezek, linearni ali volumski) minerala pri ogrevanju ali ohlajanju. Na pripravljen vzorec (prizma/valj 10x10x100mm iz prahu vzorca), ki je v peči, je pripeto tipalo, ki se premika glede na spremembo dimenzije (odčitamo spremembo - Δl). Analizo opravljamo do temperatur 1700°C v kontrolirani atmosferi. Rezultat merjenja je volumska sprememba, npr. Zmanjšanje volumna zaradi oddajanja vode, izgorevanja organskih snovi, razpada snovi(CO₂ odpari pri segrevanju kalcita), prehajanja enega minerala v drug mineral ali v talino, ...