

# **JEM 304 JEOKİMYA**

**Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi  
Jeoloji Mühendisliği Bölümü**

## **JEM 304 Jeokimya Uygulama Notları**

**Prof. Dr. Dođan AYDAL**

**Not: Laboratuar notlarının hazırlanmasında emeđi ve katkısı bulunan Araştırma Görevlilerinden, başta Sinan AKISKA olmak üzere Dr. Aynur BÜYÜKUTKU, Evren ATAKAY, Elif GÜNEN, Bahattin GÜLLÜ.ve Kıymet DENİZ'e teşekkür ederim.**

## X-Işınları Floresans Spektrometresi (XRF)

X-ışınları Floresans (XRF) spektroskopisi elementel kompozisyonu belirlemede kullanılan önemli yöntemlerden biridir yani kantitatif (nicel) analiz yapar. X-Işınları Floresans Spektrometresi ile;

- Si, Al, Ti, Mn, Mg ... gibi ana element oksitleri yüzde (%) ağırlık cinsinden (MnO, MgO ...)
- Rb, Ba, Sr ... gibi eser elementleri,
- Cr, Ni, Co, Cu ve Zn gibi geçiş elementlerini,
- La, Ce, Pr, Nd ... gibi nadir toprak elementlerinin ppm düzeyinde analiz edilir.

Atom numarası 9 ile 92 arasında olan elementlerin kantitatif analizini yapar. Atom numarası 9'un altında olan elementleri inceleyemez. Kimyasal bağ derecesinde yeterince hassas değildir. XRF genelde 50kV ve 50mA'da çalışır.



Fotoğraf 1 Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Petrografi Uygulama ve Araştırma Laboratuvarındaki X-ışınları Floresans (XRF) spektroskopisi ve Mikro Analiz-ICP Laboratuvarındaki otomatik taş kırıcı ve öğütücü

### Örnek Hazırlanması

Bu yöntemde analiz edilecek örnek kırma, öğütme işlemleriyle pudra haline getirilir. Kayaç ve toprak örneklerinden 4gr, bitki örneklerinden ise belli miktarda örnek alınır. Örnek çeşitli bağlayıcı malzemelerle birlikte hidrolik pres altında sıkıştırılarak pres-pastil halinde analize hazır hale getirilir.



Fotoğraf 2 Toz Pellet hazırlama aparatı

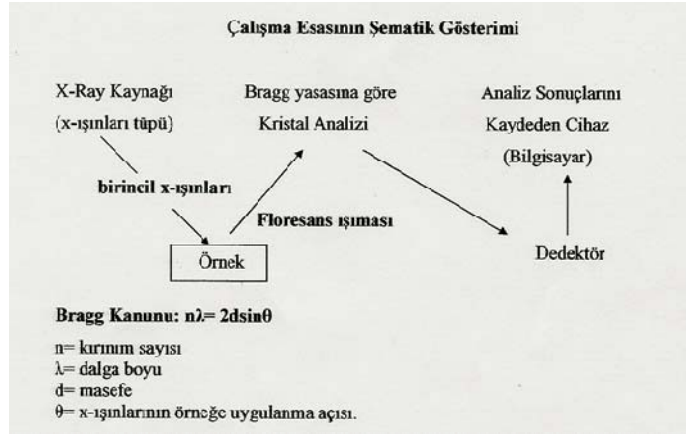


Fotoğraf 3 Cam pellet hazırlama aparatı

Kayaç örneklerinin ateşte kayıp (LOI: Loss on ignition) miktarlarını hesaplamak için 1-2g örnek yüksek ısıya dayanıklı porselen kuroze ile kül fırınına konulup 950°C'de ısıtılır. Örneğin kütlelerinde meydana gelen kayıp hesaplanarak ana oksitlerin toplamına eklenir.



Fotoğraf 4 Kül Fırını



Şekil 1 XRF'in Çalışma Esasının Şematik Gösterimi

## Çalışma Prensibi

XRF çalışma prensibi; Temel olarak eğer atom yüksek enerjili bir X-ışını fotonu düşürülecek olursa atomdan fotoelektronlar kopartılacaktır. Bu koşulda atomun yörüngelerinde bir ya da daha fazla elektron boşlukları oluşacak ve kararsız olan atom dış yörüngelerdeki elektronların boşlukları doldurması ile kararlı duruma gelecektir. Fakat her bir elektron boşluğu doldurmada atom orbital enerji farkı ile orantılı bir foton yayınlayacaktır. Bu karakteristik foton enerjiler algılanarak kimyasal kompozisyon nitel ve nicel olarak hesaplanabilir.

XRF spektrometresinin önemli üniteleri ve işlevleri;

- X-Işınları Tüpü : Birincil X-ışınlarının elde edilmesi amacıyla kullanılır. Bu tüplerde elde edilen birincil X-ışınları spektrumu uygun filtreler yardımıyla filtrelenerek, sadece  $K\alpha$  dalga boyuna sahip X-ışını ayrılır ve analiz edilecek örnek üzerine gönderilerek atomların uyarılması ve bu atomların ikincil floresans X-ışınları yayması sağlanmış olur.
- Kapalı Devre Su Soğutma Ünitesi : X-ışınları tüpünden birincil X-ışınları elde edilmesi sırasında, X-ışınları tüpünün çok yüksek sıcaklığa maruz kalmasından dolayı devamlı soğutulması gerekmektedir. Bu nedenle distile su kullanılarak kapalı devre halinde soğutma elde edilmesine yarayan bir ünite dir.
- Örnek Odası : Birincil X-ışını bombardımanına tutulacak olan örneğin konulduğu kurşundan yapılmış olan ve yüksek vakum altında muhafaza edilen bir ünite dir.
- Floresans X-ışınlarının Analiz Edildiği Analizör Ünitesi : Birincil X-ışınlarıyla vakum altında bombardıman edilen örneğin uyarılması sonucunda örnek atomlarının yaydığı floresans X-ışınlarının dalga boyunun ölçüldüğü kısımdır.

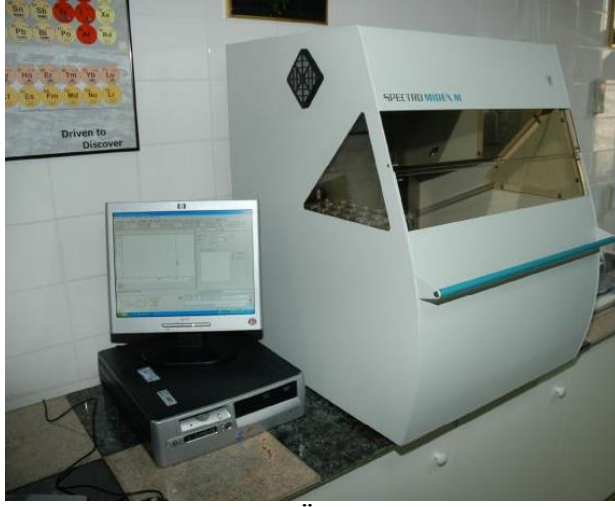
## **Mikro XRF**

Mikro X-Işınları Floresans Spektrometresi ( $\mu$ XRF) çok amaçlı olup, katılar ve sıvılardaki çok küçük örneklerin analizine imkan veren mikro floresans analiz sistemidir. Özellikle nokta analizi, hat taraması ve haritalama uygulamaları için en doğru cihazdır. Geniş numune odası sayesinde gerçek ölçü noktasının tayinine imkan verir ve farklı büyütmeye sahip çift görüntüleme sistemi ile entegre edilmiştir. Numunelerde hatlar veya yüzey alanı belirlenir, ölçülendirilir ve analiz otomatik olarak yapılır.

Örnek analizi için herhangi bir kaplama ve özel kesim yapılmaksızın analiz yapma özelliğine sahiptir. Hafif elementlerin analizlerinde He gazı kullanılmaktadır.

Software sıralı ölçüm noktalarının belirlenmesi ve bu alan içindeki elementlerin ölçülmesine ve belirlenmiş numune aralıkları içinde renkli olarak gösterilmesine imkan sağlar.

Mikro XRF, birçok criminal çalışma ve diğer analitik laboratuvar uygulamaları için ideal bir cihazdır. (Özellikle çok küçük numunelerin, malzeme içindeki oksitlenmelerin ve numune yüzeyindeki elementlerin dağılımı için)



Fotoğraf 5 Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Petrografi Uygulama ve Araştırma Laboratuvarındaki  $\mu$ XRF ve Mikro Analiz-ICP Laboratuvarındaki Atomik Emisyon Spektrometresi (ICP)

### **Atomik Emisyon Spektrometresi (ICP)**

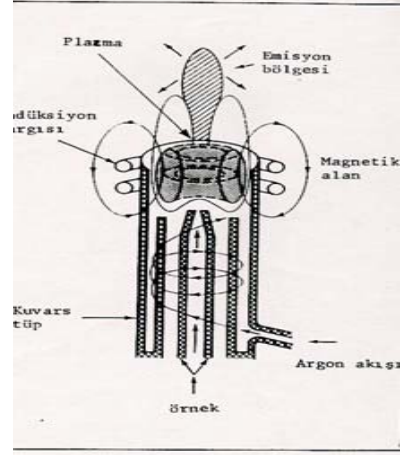
Atomik Emisyon Spektrometresi ana elementlerin ve belli başlı iz elementlerin analizinde kullanılan bir yöntemdir. Yüksek sıcaklık ortamında uyarılan atomların doğal hallerine dönerken yaydıkları ışınların saptanmasına dayanan metottur. ICP kimyasal analizlerde oldukça hassas ve başarılı bir tekniktir. ICP kaynaklı spektrometreler su analizlerinden radyoaktif analizlere kadar çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Kayaç ve mineral analizi yapan ticari laboratuvarlarda kullanılan standart metod haline gelmiştir. Bu tekniğin başka bir avantajıda Kütle Spektrometresine yönlendirilerek (ICP-MS) izotopik bileşiminde analizini yapabilmesidir.

### **Örnek Hazırlanması**

Analizi yapılacak olan örnek öncelikle toz haline getirilir ve uygun çözücülerde çözülür. Çözünmüş numune, plazma adı verilen elektronların ve iyonların dengede bulunduğu gaz içerisinde buharlaştırılır.



Fotoğraf 6 Milrodalga Fırın



Şekil 2 Plazma Lambasının Şematik Kesiti

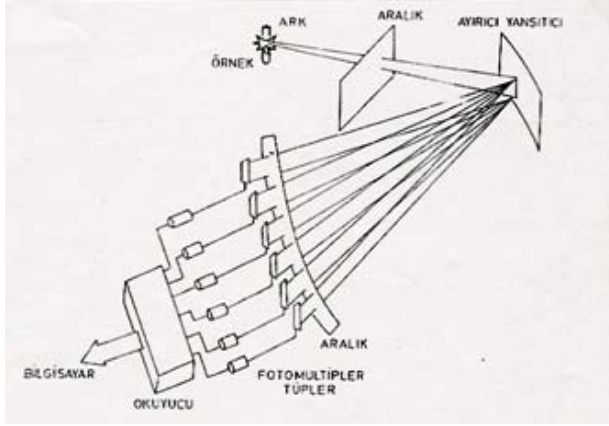
### Plazmanın Oluşturulması

Plazma, içerisinde iyonların ve elektronların dengede bulunduğu ve elektriksel olarak iletken özelliğe sahip gaz karışımıdır. Plazma bir manyetik alanda etkileşir ve bu ICP lambasının esasını oluşturur.(Şekil 5.6) Kuvars tüpün içindeki argon gazı akımı, lambanın üst kısmındaki indüksiyon sargısının içinden geçer. Bu indüksiyon sargısına bir üreteçten 27 MHz'lik akım uygulanır. Bu yüksek frekanstaki akım sargıda bir manyetik akım oluşturur. Elde edilen indüksiyon akımlı argon gazı iyonize edilerek 10000 Kelvin dereceli plazma alevi oluşturur. Bu yüksek sıcaklıktaki plazma küreselliği bozularak dik eksenini uzamış ve üst kısmı konikleşmiş şekildedir. Bu şeklin eksen kısmına püskürtülen örnek şiddetle atomize olur ve atomları en etkin emisyonu verir.

### Sistemin Çalışması

Hazırlanmış numune çözeltisi emici bir boru ile plazma alevinin merkezine atomize edilir. Çözelti içerisindeki element atomlarının dış yörünge elektronları plazma ısısının etkisiyle buldukları enerji düzeylerinden daha yukarı enerji düzeylerine çıkarlar. Elektronlar kendileri için kararsız olan bu enerji düzeylerinde fazla kalamazlar. Yaklaşık 10-15 saniye içerisinde tekrar temel enerji düzeylerine dönerler. ICP tekniğinin esası, uyarılmış olan bu atomların tekrar kendi enerji düzeylerine dönerken yaydıkları (emisyon) ışının analiz edilmesine dayanır. Her element için karakteristik dalga boyundaki bu ışınlar toplayıcı bir

mercekten vakumlu spektrometre ünitesine girerler. Spektrometreye giren ışınlar elementleri karakterize eden dalga boylarına ayrılırlar. Kantitatif analizde temel prensip örneğin içerdiği element konsantrasyonları ile bu element atomları tarafından yayınlanan ışınların şiddetleri arasındaki bağlantıyı bilmektir. Bu bağlantı ICP’de fototüpünde oluşan sinyallerden gidilerek kurulur. Bu sinyaller bilgisayar ile sayısal bir değere dönüştürülür.



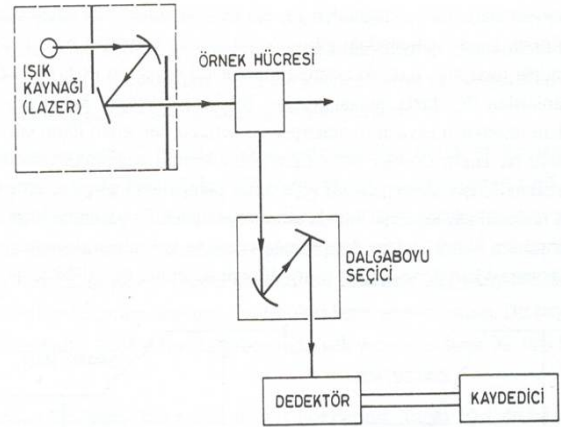
Şekil 3 Doğrudan Okumalı Emisyon Spektrografının Çalışma Düzeni

## Konfokal Raman Spektroskopisi

Bir numunenin GB veya yakın-IR monokromatik ışından oluşan güçlü bir lazer kaynağıyla ışınlanmasıyla saçılan ışının belirli bir açıdan ölçümüne dayanır. Moleküllerin şiddetli bir monokromatik ışın demeti ile etkileşmesi sırasında ışık absorpsiyonu olayı gerçekleşmiyorsa ışık saçılması olayı meydana gelir. Işık saçılması sırasında saçılan ışığın büyük bir kısmının enerjisi madde ile etkileşen ışığın enerjisine eşit olur ve bu tür elastik saçılma olayına *Rayleigh saçılması* denir. Elastik saçılma olayının yanı sıra saçılan ışığın çok az bir kısmı elastik olmayan saçılma olayı ise *Raman saçılması* adını alır. Rayleigh saçılması olayında Raman saçılmasına göre 10<sup>4</sup> - 10<sup>5</sup> kez daha şiddetli bir saçılmış ışık oluşur. Ancak Rayleigh saçılması tek bir pik verir ve, titreşim geçişleri hakkında bilgi vermez. Raman saçılması sırasında saçılan ışığın enerjisinde molekül ile etkileşen ışığına göre oluşan fazlalık veya azlık ışıkla etkileşen molekülün titreşim enerji düzeyleri arasındaki enerji farkları kadardır. Bu nedenle Raman saçılmasının spektroskopik incelenmesi ile de moleküllerin titreşim enerji düzeyleri hakkında bilgi edinilebilir. Bu tür bir spektroskopik yöntem *Raman spektroskopisi* adını alır. Bu yöntemde molekül ile etkileşen ışığın dalga boyuna göre saçılan ışığın dalga boyunda oluşan farklar ölçülür. Bu farklar Raman kayması olarak adlandırılır. Moleküller ile

etkileştirilen ışığın kaynağı olarak özellikle son yıllarda genellikle lazer türü kaynaklar kullanıldığından bu yönteme *Lazer Raman Spektroskopisi* adı da verilir.

Raman spektroskopisi inorganik, organik ve biyolojik sistemlerin kalitatif ve kantitatif analizine uygulanır.



Fotoğraf 9 Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Petrografi Uygulama ve Araştırma Laboratuvarındaki Konfokal Raman Spektroskopisi ve Raman Spektroskopisinin Bileşenlerini gösteren şekil

Raman spektrofotometre 3 ana bileşenden oluşur.(Şekil 5.3) Bir (ışın) lazer kaynağı, bir numune aydınlatma sistemi ve uygun bir spektrometre. Raman saçılma sinyali Rayleigh saçılma sinyalinden zayıf olduğundan spektrometrenin iyi olması gerekir.

Kütüphanesinde bulunun 92000 tanımlı özel Spektral ID sayesinde mineral, amorf malzeme, boya türü, kumaş, çözeltilerdeki değişimleri analiz edebilmektedir. Cihaz özel mikroskobu sayesinde 1000 kez büyütme özelliği ile büyütülen malzemelerin üzerine 1 mikron huzme ve 0.1 mikron aralıklarla analiz yeteneğine sahiptir. Üzerinde bulunan özel software sayesinde elde edilen Raman Spektrometreleri üzerinde proses edilebilmektedir.

### **Raman Spektroskopisi'nin Uygulaması**

Raman Spektrometresi silikat cam ve eriyiklerin yapısal incelemesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Hem kızılötesi hem de Raman Spektroskopileri Alüminyum silikat eriyikleri ve camlarda H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> ve H<sub>2</sub> gibi uçucuların erime mekanizmalarını incelemek için kullanılır.

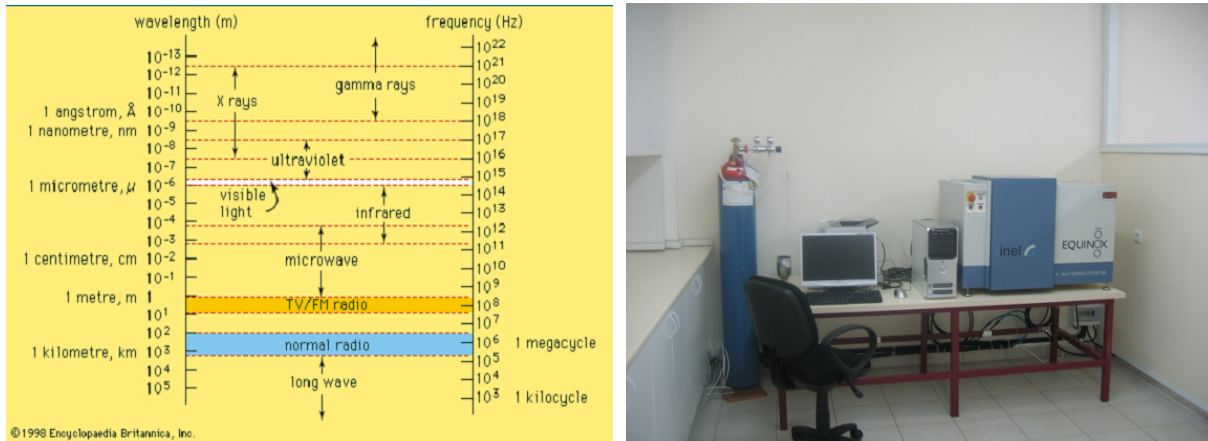


Jeolojideki başka bir yoğun ilgi alanı su ve gaz içeren sıvıların yapısı ile ve onların içinde çözünen metal ve gazlarla ilgilidir. Raman spektroskopisi bu tip çalışmaların birçoğunda kullanılmış ve muhtemelen yüksek ısı ve basınçlarda jeokimyasal sıvıların incelenmesinde artan derecede rol oynamaktadır. Raman spektroskopisi sıvı kapanım uygulamalarında kullanılmaktadır.

Kimya ve katı statik fizikte raman spektroskopisinin klasik uygulamalarından biri yumuşak modları incelemek suretiyle geçiş fazlarının yerini değiştirmede olmuştur.

## X-Işımları Difraksiyonu (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) spektroskopisi olarak bilinen X-Işını Difraksiyon spektroskopisi isminden anlaşılacağı üzere X-ışını denilen Ultraviyole ışıktan daha kuvvetli fakat Gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanılarak yapılan analizi temel alır.



Fotoğraf 10 Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü Petrojeniz ve Mikro Analiz Laboratuvarındaki XRD

XRD analiz yönteminin Jeolojide kullanımı;

X-Işımları difraksiyonunda mineral tanımlaması yapılır. Tüm kayaç içerisindeki mineralleri çözümlenmede (tanımlamada) çok işe yarayan bir yöntemdir.

Özellikle kil minerallerinin analizinde kesin sonuçlar vermesinden dolayı önemi büyüktür.

Analiz sonuçlarını grafiksel olarak verir. Bu grafik üzerinden tüm kayaç kimyası yarı kantitatif olarak hesaplanabilir.

X-Ray Difraksiyon ikiye ayrılır;

1. Tek kristal X-Ray Difraksiyonu (daha çok fizikçiler için idealdir)
2. Toz X-Ray difraksiyonu
  - 2.1. Tüm kayaç analizi
  - 2.2. Kil analizi
    - 2.2.1. Normal çekim
    - 2.2.2. Glikollü çekim
    - 2.2.3. Isıtılarak yapılan çekim

X-Ray Difraksiyonu çalışma prensibi olarak Bragg kanununu baz alır.

## **Örnek Hazırlama**

Numune odası ve X-Ray difraksiyon cihazının bulunduğu odalar ayrıdır. Analizi yapılacak numune öncelikle öğütücülerde veya ağat havanda 200 meş (22 mikron) altına geçecek boyutta toz haline getirilerek hazırlanır. Bu esnada havan veya öğütücünün temiz olması oldukça önemlidir. Öğütme esnasında 1-2 gram olması yeterlidir.

Toz haline getirilen numune en az yönlendirme ile yani dik preslenerek analize uygun hale getirilir. Killerde numune saf su ile süspanse edilir. Saf su killer arası katyonu bozmaz Stocks kuralına göre tane boyu 2 mikrondan büyük olanlar çöker, 2 mikrondan küçük olanlar yukarda kalır ve böylece killer ayrılır. Toz X-Ray difraksiyon tekniği ile elde edilen analiz sonuçları bir grafik halinde verilir. Elde edilen pikler karşılaştırma yapılarak hangi minerale aiit olduğu hazırlanmış kataloglar yardımıyla bulunur.

## **X-IŞINLARI KAYNAĞI**

Genel olarak X-ışınları bir elektron demetinin maddeye çarpmasından doğar. Maddenin atomlarının X-ışınları yayınlaması için elektronların belirli bir enerjiye sahip olması gerekir. Bir elektron demeti ise herhangi bir flamanın (wolfram-İridyum) boşlukta ısıtılmasıyla meydana gelir. Bu demet (-) gerilimdeki bir yarık tarafından düzgün ve yakınsak bir demet haline getirilir. Flaman genelde Wolfram, tungsten ve iridyum'dan yapılmıştır.

## **ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ (AA)**

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde metallerin çoğu ile az sayıda ametal analiz edilir. Atomik absorpsiyon spektroskopisinde element elementel hale dönüştürüldükten sonra

buharlaştırılır ve kaynaktan gelen ışın demetine maruz bırakılır Aynı elementin ışın kaynağından gelen ışınları absorplar. Sulu Numune Bir alev içine yükseltgen gaz karışımı ile püskürtülür. Bu şekilde 70 kadar element(metal/yarı metal) analiz edilir. Ametallerin absorpsiyon hattı vakum UV bölgeye düştüğünden bu elementler bu metotla analiz edilemez. Metodun hassasiyeti yüksektir. Eser miktarda madde analizi yapılabilir.

Atomik absorpsiyon spektrometrelerinin ana bileşenleri, analitin absorplayacağı ışınmayı yayan ışık kaynağı, örnek çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı, çalışılan dalgaboyunun diğer dalgaboylarından ayrıldığı monokromatör ve ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektördür. AAS de ışık kaynaklarının görevi numunedeki atomların absorplayacağı dalgaboyundaki ışınları yaymaktır. En yaygın olarak kullanılan Oyuk katot lambasıdır. Düşük basınçta (birkaç mmHg) neon veya argon gibi bir asal gazla doldurulmuş silindir biçiminde lambalardır. Bunlarda kullanılan katot analiz elementinden yapılmıştır. Anot ise tungsten veya nikeldir. Anot ile katot arasına 100-400 v gerilim uygulandığında asal gaz iyonlaşır. Böylece ortamda iyonlar ve elektronlar oluşur. Bu iyonlar katoda çarparak yüzeydeki metal atomlarını koparır ve uyarırlar. Uyarılan atomlar, temel enerji seviyesine dönerken katot elementine özgü dalgaboyunda ışımaya yaparlar. Hangi element analiz edilecekse o analite ait lamba takılır. AAS nin dezavantajı her element için ayrı bir OKL gerektirmesidir. Numune atomlaştırıcıya gaz akımı yardımıyla gönderilir (Karacan).

## **TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU (SEM)**

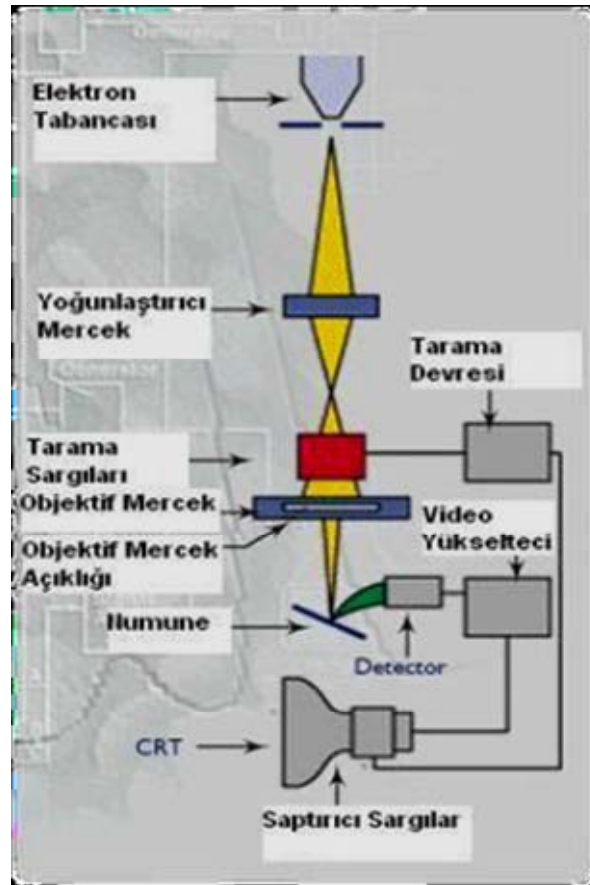
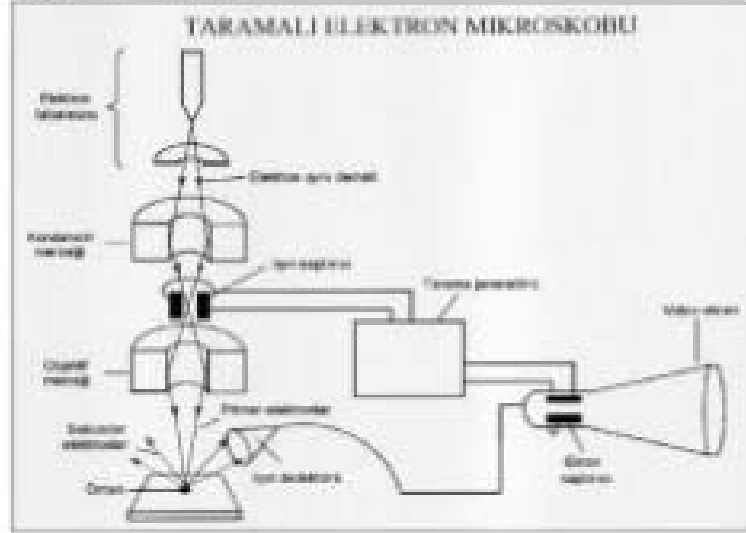
Taramalı Elektron mikroskobu (SEM) bünyesindeki elektron tabancasından gönderdiği elektron bulutu ile tanımlanması gereken numuneyi bombardıman ederek, numuneden bir elektron koparıp onun karakterize edilmesini sağlayan bir sistemdir. İncelenen numunenin ilgili kısmının üç boyutlu görüntüsü elde edilir.

SEM yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda elektromanyetik lenslerle inceltiren elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etme imkanı sunar. Mikroskopta oluşturulan resimler, elektron demetinin malzeme ile olan etkileşiminden ortaya çıkan ışımalar veya geri yansıyan elektronlar sayılarak oluşturulur.

# SEM'in Yapısı ve Görüntü Oluşturma

SEM'de görüntü oluşturmada görev alanlar;

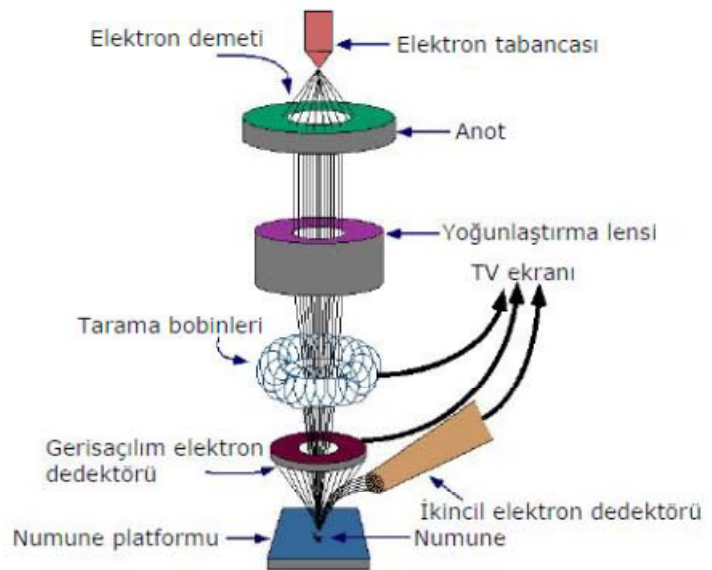
- Elektron Tabancası
- Kondansör Mercikleri
- Işın Saptırıcı
- Objektif Mercikleri
- Dedektörler
- PMT  
(Photo Multiplier Tube)
- Vakum Sistemi



Numunenin SEM ile incelenmesi sırasında numune üzerinde istenilen alana gönderilen elektron demeti ile numune yüzeyine (veya kesitine) enerji transferi sağlanır. Gönderilen bu elektron demeti birincil elektronlar olarak adlandırılır ve numuneden bazı elektronların yerinden oynamasına neden olur. İkincil elektron olarak adlandırılan bu elektronlar bir algılayıcı tarafından toplanır ve sinyale dönüştürülür. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) tamamen dijital olup bilgisayar kontrolü ile çalışmaktadır. 5x-300.000x arası büyütme kapasitesine sahiptir. Tabaka film çekme ünitesi ve video-copy baskı ünitesi vardır. Yüzey mikro yapıyı görüntüleyerek tanecik boyutu ve farklı kristolografik fazları dedekte etme kabiliyetine sahiptir Numunenin büyüklüğü (gerekirse), numuneyi koyacak veya tutacak yere uyması için küçültülmelidir. Madde SEM içindeki yüksek vakuma karşı koyabilmelidir. Maddenin şekil değişmemeli ve fazla gaz çıkarmamalıdır. Numune temiz, tozsuz, lekesiz ve yağsız olmalıdır. Hazırlama işlemlerinden dolayı yüzey yapının herhangi bir zarar görmesi bazı yüzeysel ayrıntılara yol açacaktır ve bunlar resimleri kaydetme aşamasındaki büyüklükte anlaşılmaya çalışılmalıdır (Turhan ve Özcan 2012).

## GEÇİRİMLİ ELEKTRON MİKROSKOBU (TEM)

Numune içinden geçirilen yüksek enerjili elektronların daha detaylı görüntülenmesini sağlar. TEM'de görüntü ve kırınım bilgisi, ortasında çok küçük bir delik bulunan numuneye paralel bir elektron demeti göndermek ve numuneden doğrudan geçen kırınımına uğramamış ışınları ve numunenin belirli düzlemlerinden kırınımına uğramış ışınları numunenin altında toplanarak ölçüm yapılır. Şekilde TEM' in şematik ve fotoğrafik görünümü verilmiştir (Akdemir).



## ELEKTRON PİROB MİKRO ANALİZ (EPMA)

Elektron mikroprob veya elektron prob mikroanalizinin esas kullanım alanı minerallerin ve katı materyallerin ana ve minör element miktarlarının kantitatif olarak belirlenmesidir. Bir elektron mikroprob esas olarak bir elektron kolonu, bir ikinci elektron (SE) detektörü, bir geri dağılımlı elektron (BSE) detektörü, bir ile dört adet arasında değişen dalgaboyu yayılımı spektrometreleri, bir enerji yayılımı spektrometresi ve bir analizciden oluşmaktadır. Yaygın olarak kullanılan elektron ışın kaynakları tungsten veya LaB6 filamentlerinden oluşmaktadır. Elektron ışın demeti vakum altında mercek ve kolimatörlerden geçirilerek fazlandırılmakta, inceltilmekte ve örnek üzerine odaklaştırılmaktadır. Örneğe çarpan ışın demeti yaklaşık 1  $\mu m$  çapında olmakta ve bu büyüklük analiz ve örnek cinsine bağlı olarak ayarlanabilmektedir. Elektron ışın demeti örneğe çarpınca; Auger elektronlar, ikincil elektronlar ve geri dağılımlı elektronlar oluşmakta ve X-ışınları şeklinde elektromanyetik radyasyon ortaya çıkmaktadır. İkincil elektronlar örneğin bombardımanı sonucunda örnek içerisindeki atomlardan fırlatılan elektronlar olup çok düşük enerjiye sahiptirler. Bundan dolayı sadece örnek yüzeyine yakın yerlerden üretilen elektronların saptanabilme şansları olmaktadır. Ayrıca bu düşük enerjili ikincil elektronların örneğin rölyefi yüksek yerlerinden saptanabilme şansları daha yüksek olmaktadır. Çukur yerlerden itibaren oluşan ikincil elektronlar örnek yüzeyine çıkamadan örnek içerisinde enerjilerini yitirebilmektedirler. Bu özelliklerinden dolayı ikincil elektronlar SEM’de örneklerin yüzeysel özelliklerini gösteren görüntü oluşturulmasında kullanılmaktadır. Örneğe isabet eden ilksel elektronların büyük bir kısmı örnekten geri dağılımla kaçabilmektedir. Bu geri dağılan elektronların miktarı örneğin ortalama atomik numarasına bağlı olarak değişmektedir. Yüksek atom numaralı element içeren minerallerin elektronlarca penetrasyonu daha zor olduğu için geri dağılımlı elektronların büyük bir kısmı geri kaçabilmektedir. Bu özelliklerinden dolayı geri dağılımlı elektronlar örneklerin bileşimsel görüntülerinin oluşturulmasında kullanılmaktadır. Elektron çarpması örnekteki atomların iç yörüngelerindeki elektronların fırlamasına yol açmaktadır. İç yörüngede oluşan elektron boşlukları daha yüksek enerjili yörüngelerdeki elektronlarca doldurulmaktadır. Böylece, daha düşük enerjili bir konuma düşen elektronlar enerji farklarını elektromanyetik radyasyon şeklinde ortaya çıkarmaktadır. Bu şekilde oluşan elektromanyetik radyasyonun miktarları elektronik seviyeler arasındaki enerji farkına eşdeğer olduğu için kaynak atomun tanımlanması mümkün olmaktadır. X-ışınları şeklinde ortaya çıkan elektromanyetik radyasyonları dalgaboyu yayılımı ve enerji yayılımı spektrometrelerince saptanmakta ve

analizi yapılmaktadır. Dalgaboyu yayılımı ve enerji yayılımı prensiplerine dayalı iki tip X-ışını detektörü vardır. Bunlardan dalgaboyu yayılımı spektrometresi (WDS) bir kaç elektron volt ve daha yüksek enerji rezolüsyonuna sahip olup, enerji yayılımı spektrometresi (EDS) ise 150 eV ve daha yüksek enerji rezolüsyonuna sahiptir. Bundan dolayı karmaşık spektrumlardaki birbirine yakın çizgiler ve özellikle kuvvetli çizgiler yanında yer alan zayıf çizgilerin duyarlı bir şekilde birbirlerinden ayrılabilmesi WDS ile daha kolay olarak gerçekleştirilebilmektedir. Bazı elementlerin güvenilir kantitatif analizleri EDS ile gerçekleştirilebilmektedir. Buna ek olarak dalgaboyu yayılımı spektrometreleri daha iyi sinyal taban oranına sahip oldukları için, minör ve iz elementlerin analiz-terinde en düşük saptama seviyeleri EDS'e kıyasla çok daha düşük olmaktadır. Analitik doğruluk derecesi dalgaboyu yayılımı spektrometrelerinde enerji yayılımı spektrometrelerine kıyasla daha büyüktür. Bu iki tip detektörler arasındaki diğer bir fark ise hafif elementlerin analizlerinde olmaktadır. Atom numarası 4 (Be) ve daha yüksek elementlerin kantitatif analizi WDS ile yapılabilmektedir, EDS ile atom numarası 11 (Na) ve daha yüksek elementlerin kantitatif analizleri gerçekleştirilebilmektedir. WDS ile bir anda sadece bir element analizi yapılabilmektedir. EDS ise tüm enerji spektrumu elde edildiği için aynı anda hemen hemen tüm elementlerin analizleri olası olmaktadır. Analiz süresi WDS'te genellikle 10 ile 40 saniye arasında değişirken EDS analizi için yaklaşık 200 saniye kadar bir süre gerekmektedir. Tipik, bir elektron mikroprobu 3 ile 4 sayıda WDS içerdiği için aynı anda spektrometre sayısı kadar elementin analizi yapılabilmektedir. Her bir WDS birden fazla kristal içerebilmekte ve bu nedenle de kristal pozisyonları değiştirilerek arka arkaya aynı noktaların analizi yapılabilmektedir. Geleneksel EDS'lerin Be pencereleri Na'dan daha hafif elementlerden gelen radyasyonları absorbe ettiği için hafif elementlerin EDS ile analizleri olası değildir (Paktunç 1996).