

Rapporti tecnici

INGV

**Caratteristiche del sistema analitico
SEM-EDS: valutazione dell'accuratezza e
della precisione delle analisi
eseguite su standards internazionali
di minerali e vetri**

233



Direttore

Enzo Boschi

Editorial Board

Raffaele Azzaro (CT)

Sara Barsotti (PI)

Mario Castellano (NA)

Viviana Castelli (BO)

Rosa Anna Corsaro (CT)

Luigi Cucci (RM1)

Mauro Di Vito (NA)

Marcello Liotta (PA)

Simona Masina (BO)

Mario Mattia (CT)

Nicola Pagliuca (RM1)

Umberto Sciacca (RM1)

Salvatore Stramondo (CNT)

Andrea Tertulliani - Editor in Chief (RM1)

Aldo Winkler (RM2)

Gaetano Zonno (MI)

Segreteria di Redazione

Francesca Di Stefano - coordinatore

Tel. +39 06 51860068

Fax +39 06 36915617

Rossella Celi

Tel. +39 06 51860055

Fax +39 06 36915617

redazionecen@ingv.it



Rapporti tecnici INGV

**CARATTERISTICHE DEL SISTEMA ANALITICO SEM-EDS:
VALUTAZIONE DELL'ACCURATEZZA E DELLA PRECISIONE
DELLE ANALISI ESEGUITE SU STANDARDS INTERNAZIONALI
DI MINERALI E VETRI**

Lucia Miraglia

INGV (Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia, Sezione di Catania - Osservatorio Etneo)

233

Indice

Introduzione	5
1. Caratteristiche tecniche del sistema analitico SEM-EDS dell'INGV-OE	5
1.1 Cenni sul funzionamento del SEM LEO 1430	6
1.2 Cenni sul funzionamento della microanalisi EDS della Oxford Instruments	7
2. Analisi al SEM-EDS	9
2.1 Analisi quantitative	9
2.2 Analisi qualitative	11
2.3 Mappatura degli elementi	12
3. Calibrazione	14
3.1 Metodologia	14
4. Risultati	14
Bibliografia	17

Introduzione

Il microscopio elettronico a scansione (SEM) collegato ad un sistema microanalitico a dispersione di energia (EDS) risulta essere un sistema versatile e affidabile per l'analisi dei minerali e dei vetri costituenti la roccia. Il microscopio elettronico è un tipo di microscopio che sfrutta, come sorgente di radiazioni, gli elettroni. Gli elettroni hanno una lunghezza d'onda di gran lunga minore rispetto a quella dei fotoni e dato che il potere di risoluzione di un microscopio è inversamente proporzionale alla lunghezza d'onda della radiazione che utilizza, usando elettroni si raggiunge una risoluzione parecchi ordini di grandezza superiore. Nel microscopio elettronico a scansione il fascio di elettroni non è fisso ma viene fatto scandire: viene cioè fatto passare sul campione in una zona rettangolare, riga per riga, in sequenza. Dalla superficie del campione vengono emesse numerose particelle fra le quali gli elettroni secondari che vengono catturati da uno speciale rivelatore e convertiti in impulsi elettrici. L'analisi chimica (microanalisi) al microscopio elettronico a scansione (SEM) viene realizzata misurando l'energia e la distribuzione delle intensità dei raggi X generati dal fascio elettronico sul campione utilizzando un rivelatore a dispersione di energia EDS (spettrometria per dispersione di energia). IL SEM-EDS dei laboratori dell'Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia Osservatorio Etneo (INGV-OE), è principalmente utilizzato per il monitoraggio petrologico dei vulcani Etna e Stromboli. In particolare è utilizzato per le analisi quantitative della composizione dei vetri della pasta di fondo e dei minerali dei campioni di lava, bombe, lapilli e ceneri; per le analisi morfoscopiche dei lapilli e delle ceneri ed infine per le analisi di immagini. Queste ultime al fine di definire la forma dei clasti e l'abbondanza modale dei cristalli presenti nei campioni.

La preparazione dei campioni da sottoporre ad analisi al SEM-EDS è semplice e veloce consentendo così di effettuare le analisi rapidamente. Questo consente di analizzare e valutare "in tempo reale" le variazioni composizionali (geochimiche, mineralogiche e tessiturali) fornendo informazioni sui processi magmatici attivi nel sistema di alimentazione del vulcano nel corso dell'eruzione

1. Caratteristiche tecniche del sistema analitico SEM-EDS dell'INGV-OE

L'Osservatorio Etneo dispone di un sistema analitico SEM-EDS costituito da un microscopio elettronico a scansione LEO 1430 della Zeiss e da una microanalisi a dispersione di energia INCA ENERGY della Oxford Instruments (Fig. 1).



Figura 1. Foto del laboratorio SEM- EDS dell'INGV-OE.

Il microscopio elettronico a scansione presenta le seguenti caratteristiche:

- 4 BSE;
- Stage (porta-campioni) a 5 assi motorizzato ad alta precisione;
- X=100 mm, Y=125 mm Z=55 mm (35 mm motorizzato), T = 0°-90°, R =0-360° (continuo);
- Camera Extra large: 356 mm (Ø) x 255 mm (h);
- Potere risolutivo: 3.5 nm @ 30kV (tungsten);

- Filamento al Tungsten;
- Tensione di accelerazione: da 0.2 a 30 kV;
- Ingrandimento: da 15X a 300kX;
- Memorizzazioni di immagini ad alta risoluzione (3072 x 2304 pixel);
- Processamento delle immagini ad alta risoluzione, integrazione e mediazione del segnale acquisito.

Il sistema microanalitico a dispersione di energia è costituito da:

- detector Si(Li);
- finestra polimerica;
- collimatore;
- angolo di *take-off* di 35°;
- software *INCA Energy*.

L'hardware dell'EDS è stato specificamente progettato dalla *Oxford Instruments* per *INCA Energy* al fine di fornire un prodotto stabile, richiesto per un'accurata determinazione della composizione degli elementi per tutti i tipi di campioni e a tutte le condizioni di lavoro. *INCA Energy* utilizza come correzione dell'*effetto di matrice*, la procedura *XPP* che permette di lavorare con ottimi risultati in diverse condizioni rispetto ad altri metodi quali *ZAF* e *Phi-Rho-Z*.

Il software lavora mediante un navigatore che consente una facile creazione e archiviazione dei dati e la possibilità di effettuare la loro esportazione su file Excel e Word.

Infine il sistema è stato implementato con l'acquisto del software AutoMate+ che permette di effettuare diversi set di analisi in automatico.

1.1. Cenni sul funzionamento del SEM LEO 1430

Gli elettroni, prodotti in cima alla colonna (Fig. 2) vengono accelerati verso il basso e passano attraverso una combinazione di lenti e aperture che producono un raggio sottile (*probe*) che colpisce la superficie del campione. Nei microscopi elettronici ci sono due lenti elettromagnetiche: il condensatore e l'obiettivo. Il condensatore controlla il numero di elettroni nel fascio (la corrente) per una data dimensione dell'apertura, e la lente obiettivo è responsabile della focalizzare degli elettroni sul campione.

Il campione è montato su uno stage contenuto nella camera e, sia la colonna che la camera sono sotto vuoto.

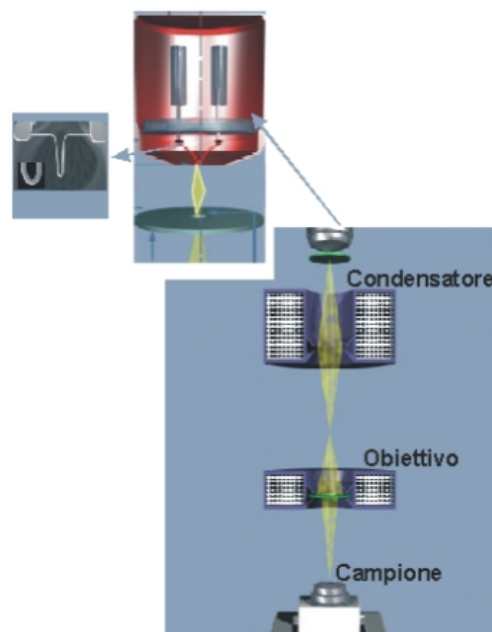


Figura 2. Schema interno dell'alloggiamento del filamento (riquadri in alto a sinistra) e della colonna.

Il fascio elettronico ad alta energia (fino a 30 eV) che interagisce con la superficie del campione genera una serie di segnali che sono rilevati dall'apposito detector. In particolare, per ogni punto scandito si producono (Fig. 3):

- elettroni secondari (SE), sono gli elettroni in origine legati ai livelli atomici più esterni, che ricevono dal fascio incidente un'energia aggiuntiva sufficiente ad allontanarli. Hanno un'energia compresa tra 0 e 50 eV e sono emessi da spessori superficiali del campione (~10nm). Sono frequentemente utilizzati per lo studio della morfologia superficiale.
- elettroni retrodiffusi (BSE), rappresentano quella porzione di elettroni del fascio che viene riflessa con energia che va da 50 eV fino a quella di incidenza. Sono portatori di segnali principalmente compositivi e morfologici (topografici) e provengono da profondità massime di alcuni μm . La quantità di BSE dipende sia dalla morfologia della superficie e sia dal numero atomico medio del materiale presente nel piccolo volume irradiato dal fascio. L'immagine BSE rispecchia la variazione del numero atomico medio all'interno del campione e permette di individuare i minerali che costituiscono il campione.

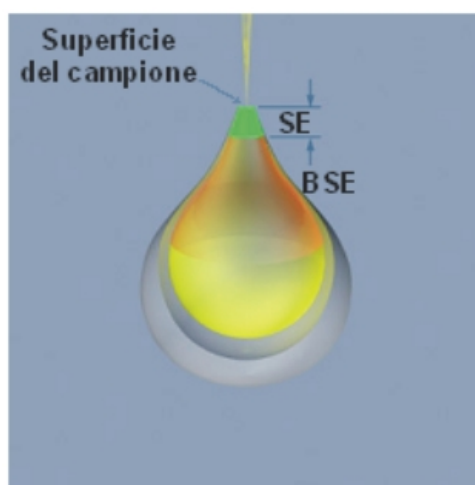


Figura 3. Schema del fascio di luce che colpisce e penetra la superficie del campione e i tipi di segnali che genera.

1.2. Cenni sul funzionamento della microanalisi EDS della Oxford Instruments

La microanalisi, come suggerisce il termine, è un'analisi di un campione a scala microscopica, che consente di avere informazioni strutturali, composizionali e chimiche sul campione oggetto di studio. Esistono diverse tecniche analitiche che sfruttano la moltitudine di segnali che si possono generare nel campione. I Raggi X caratteristici degli elementi che compongono il campione in esame, possono essere registrati e discriminati sulla base della lunghezza d'onda (WDS) o dell'energia (EDS). L'intensità di queste radiazioni caratteristiche è proporzionale alla concentrazione dell'elemento nel campione. Quindi la microanalisi ai Raggi X dà informazioni specifiche circa la composizione degli elementi del campione, in termini di quantità e distribuzione.

La microanalisi al SEM viene realizzata misurando l'intensità e la distribuzione dei Raggi X generati dal fascio elettronico sul campione, utilizzando un rivelatore (*detector*) a dispersione di energia (EDS). L'analisi può essere fatta su un'area (*raster*) oppure su un punto (*spot*) sulla superficie del campione fermando la scansione del fascio elettronico. Il detector viene alloggiato secondo un angolo specifico, "take-off" (Fig. 4), che corrisponde al valore in gradi tra il piano orizzontale (il piano perpendicolare al fascio elettronico) e la linea che unisce il detector e il punto di incidenza del fascio.

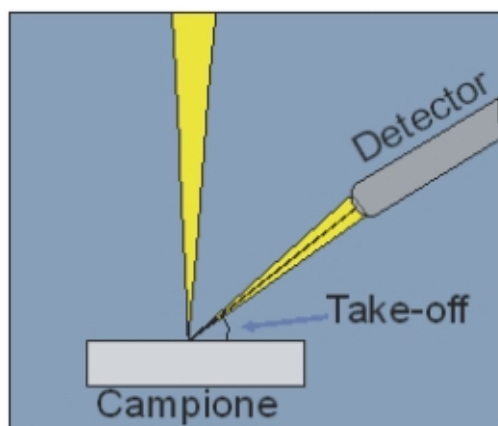


Figura 4. Angolo di *take-off*.

All'estremità del *detector* (all'interno della camera) si trova il collimatore (1 in Fig. 5) ovvero un'apertura limitata attraverso la quale una piccola quantità di Raggi X può passare per raggiungere il *detector*. Questo consente di rilevare soltanto i Raggi X che provengono dall'area eccitata dal fascio di elettroni, escludendo così tutti quei Raggi X casuali che derivano dalle altre parti della camera del microscopio. A seguire si trova un dispositivo chiamato "*electron trap*" (2 in Fig. 5), si tratta di due piccoli magneti permanenti che generano un forte campo magnetico il quale devia la parte di elettroni incidenti ai lati del dispositivo ostacolandone così l'ingresso nel cristallo. Questo è richiesto solo nei detector con la finestra polimerica sottile, giacché quella più spessa al Be assorbe tutti gli elettroni con energia al disotto dei 20 keV.

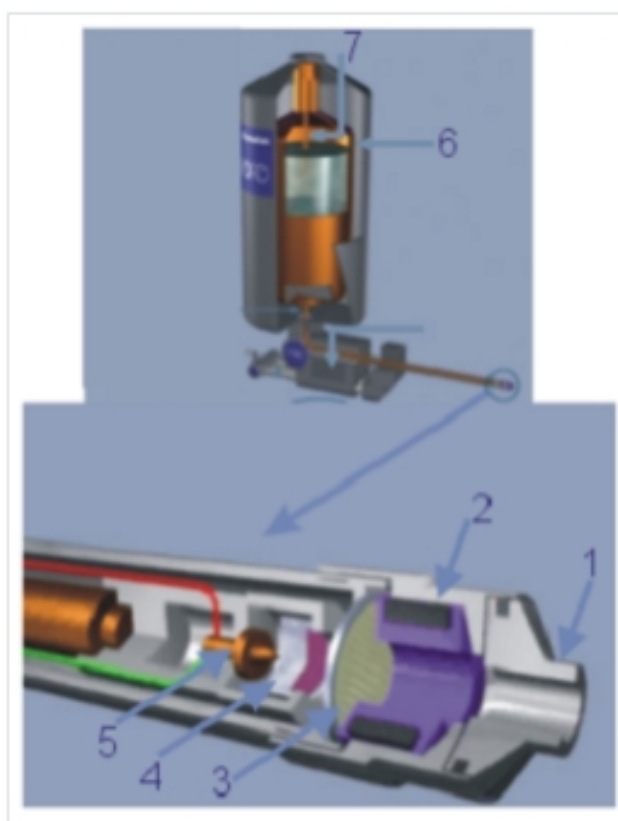


Figura 5. Schema interno del *detector*.

La finestra (3 in Fig. 5) è una barriera che serve a mantenere il vuoto all'interno del detector ed è trasparente ai Raggi X a bassa energia. Ci sono due tipi principali di materiali di cui può essere fatta, quella al Be che è molto robusta ma assorbe i Raggi X a bassa energia e questo significa che solo gli elementi a partire dal Na posso essere rilevati; e quella polimerica che è molto più sottile e quindi trasparente alla maggior parte degli Raggi X a bassa energia (molte permettono di rilevare i Raggi X sotto i 100 eV).

Il cristallo (4 in Fig. 5), collocato subito dopo la finestra, è un semiconduttore che attraverso il processo di ionizzazione converte i Raggi X di una determinata energia in carica elettrica di dimensioni proporzionali. Può essere al Si (Li), che è il primo ad essere stato utilizzato nei rilevatori EDS e rimane il più usato, o al Ge.

In fine il *FET* (*Field Effect Transistor*) (5 in Fig. 5) che è posizionato dietro il cristallo ed è il primo stadio del processo di amplificazione che misura la carica liberata nel cristallo dai Raggi X incidenti e converte in tensione elettrica in uscita.

Tutti i componenti del *detector* sono continuamente raffreddati con azoto liquido per minimizzare il rumore elettronico. Questo è contenuto a basse temperature in un apposito contenitore (*dewar*, 6 in Fig. 5) e il suo livello è controllato da un sensore (7 in Fig. 5) che emette un segnale acustico quando il livello è al di sotto di un limite accettabile dal sistema.

2. Analisi al SEM-EDS

2.1. Analisi quantitative

L'accuratezza delle analisi dipende da complessi trattamenti matematici, la maggior parte delle tecniche analitiche dipendono dal confronto con una calibrazione degli standard, qualunque errore nella composizione presunta di questi ultimi si riflette direttamente come un errore nella composizione del campione sconosciuto. Per questa ragione la scelta e la preparazione degli standard per la calibrazione è cruciale e spesso rappresenta lo stadio più difficile nelle analisi.

Lo scopo dell'analisi quantitativa è quello di trovare la correlazione tra l'intensità della radiazione caratteristica degli elementi in esame e la loro concentrazione (Fig. 6). A tale scopo, le intensità dei Raggi X emessi dal campione vengono confrontate con quelle emesse dagli standards di riferimento per i quali sono note le concentrazioni degli elementi che si vogliono misurare. La concentrazione apparente ($C_{appx\ sam}$) di ogni elemento misurato "x" è data da (vedi manuale dell'utente del software INCA-Energy):

$$C_{appx\ sam} = C_x\ std (I_x\ sam / I_x\ std)$$

dove $C_x\ std$ è la concentrazione dell'elemento "x" nello standard, $I_x\ sam$ è l'intensità dell'elemento "x" nel campione, $I_x\ std$ è l'intensità dell'elemento "x" nello standard.

Le misure dello standard e del campione devono essere eseguite nelle stesse condizioni strumentali.

Il valore calcolato $C_{appx\ sam}$ verrà corretto per l'effetto della composizione della matrice all'interno della quale l'elemento "x" si trova. Questa correzione dipende dal fatto che:

- a) la massa penetrata dai diversi elementi non è costante (correzione *stopping power*);
- b) parte degli elettroni incidenti sfuggono dalla superficie del campione dopo essere stati deflessi, e quindi non vengono rilevati (correzione di *backscattering*);
- c) i Raggi X vengono attenuati dopo avere attraversato per una certa profondità il campione (correzione per assorbimento);
- d) l'intensità dei Raggi X viene aumentata per effetto della fluorescenza di altri Raggi X generati nel campione (correzione di fluorescenza).

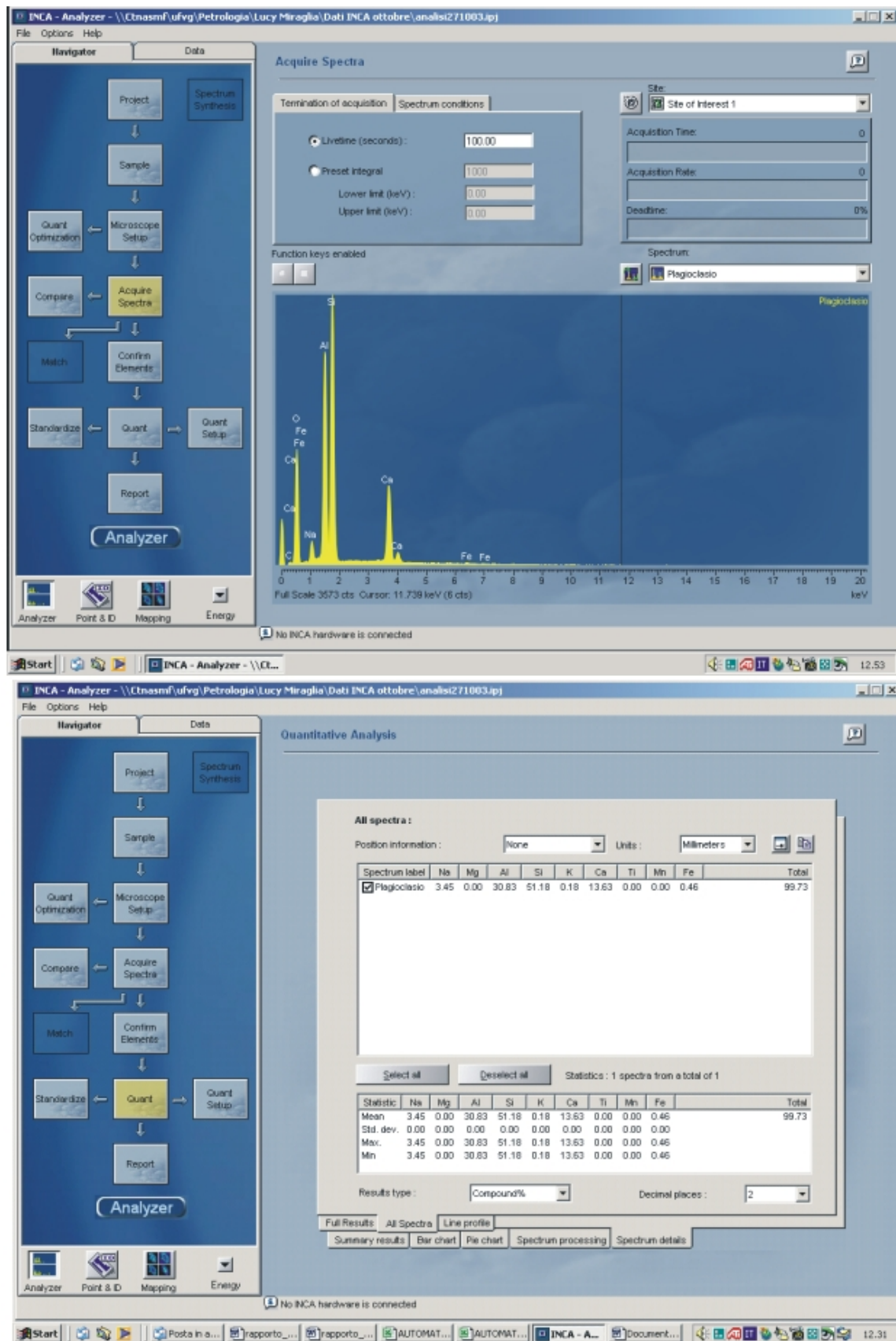


Figura 6. Esempio di come viene visualizzata un'analisi quantitativa: in alto lo spettro con i picchi caratteristici degli elementi che compongono il campione; sotto la loro concentrazione percentuale.

2.2. Analisi qualitative

Lo scopo delle analisi qualitative è di identificare istantaneamente gli elementi presenti nel campione sconosciuto. A questo scopo gli spettrometri EDS sono molto utili e pratici infatti, consentono di acquisire velocemente lo spettro di emissione completo ed identificare i diversi elementi che compongono il campione e le relative proporzioni in brevissimo tempo (Fig. 7).

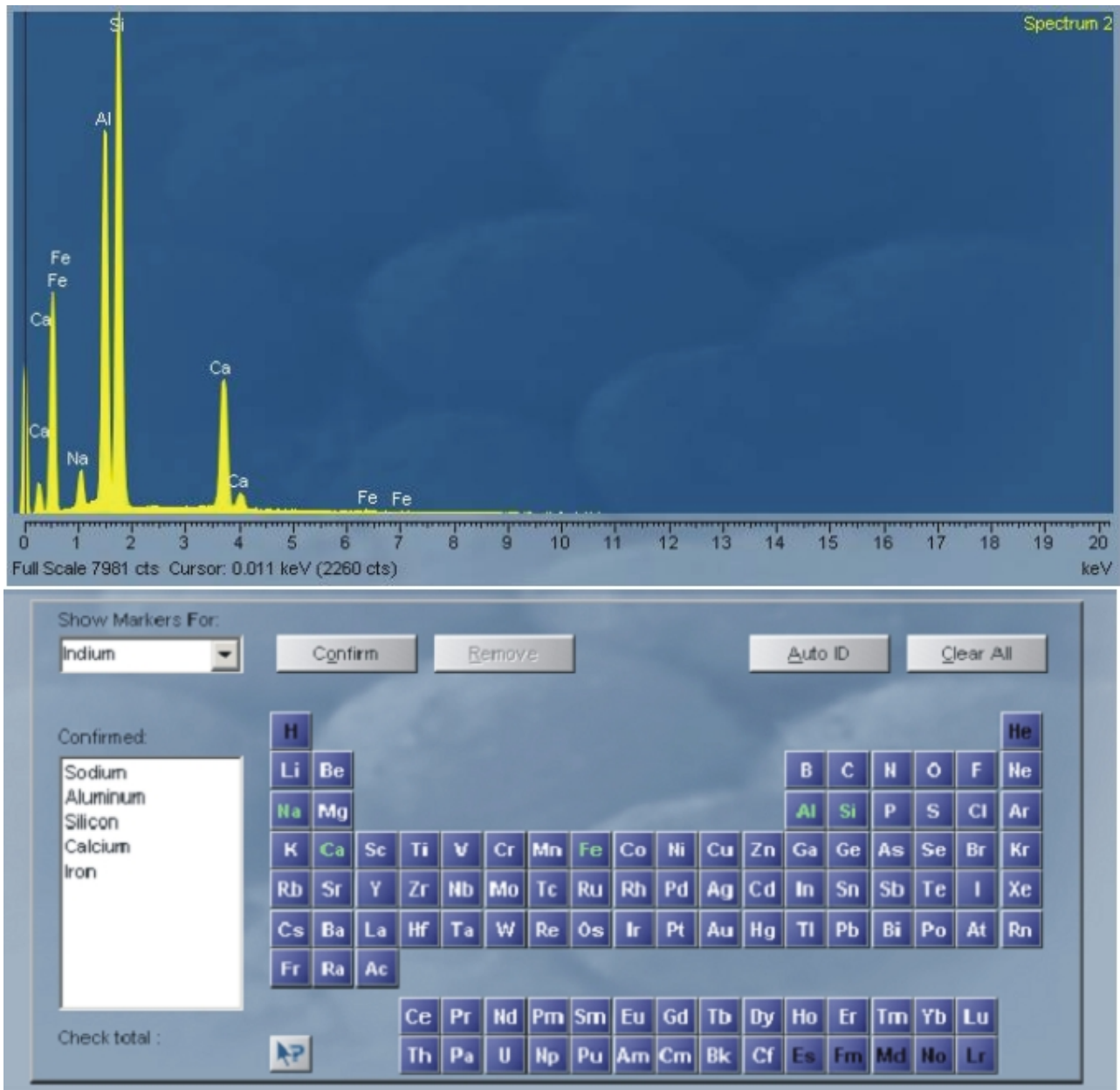


Figura 7. Esempio di come viene visualizza un'analisi qualitativa in corso: in alto lo spettro con i picchi caratteristici degli elementi che compongono il campione; sotto la tavola periodica degli elementi che possono essere scelti per inserirli nell'elenco degli elementi da analizzare (in verde si evidenziano gli elementi compresi nell'elenco).

2.3. Mappatura degli elementi

L'intensità dei Raggi X caratteristici di ogni elemento è proporzionale alla concentrazione dell'elemento stesso nel campione. L'immagine digitale delle intensità (espressa come luminosità) dei Raggi X caratteristici fornisce pertanto una mappa semiquantitativa della distribuzione dell'elemento sulla superficie del campione (Fig. 8). Più mappe relative a diversi elementi possono essere opportunamente combinate per discriminare le diverse fasi che costituiscono il campione sconosciuto (ad esempio diverse fasi minerali che compongono una roccia). Nella figura 8 è riportato un esempio per discriminare le diverse fasi mineralogiche presenti nell'area selezionata. In questo caso si tratta di una sezione di un campione di roccia in cui sono presenti 3 fasi mineralogiche, plagioclasti, clinopirosseni e ossidi (Fig. 8a). Queste possono essere identificate in base alla presenza e percentuale di elementi caratteristici che le compongono ad esempio il clinopirosseno è costituito principalmente da Ca e Mg; il plagioclasio da Na e Al e gli ossidi da Fe. Quindi il Ca e il Mg si andranno a concentrare maggiormente nelle zone dove è presente il clinopirosseno (Fig. 8b e c) mentre il Na e Al si andranno a concentrare maggiormente dove è presente il plagioclasio (Fig. 8d ed e) ed infine il Fe dove è presente l'ossido (Fig. 8f).

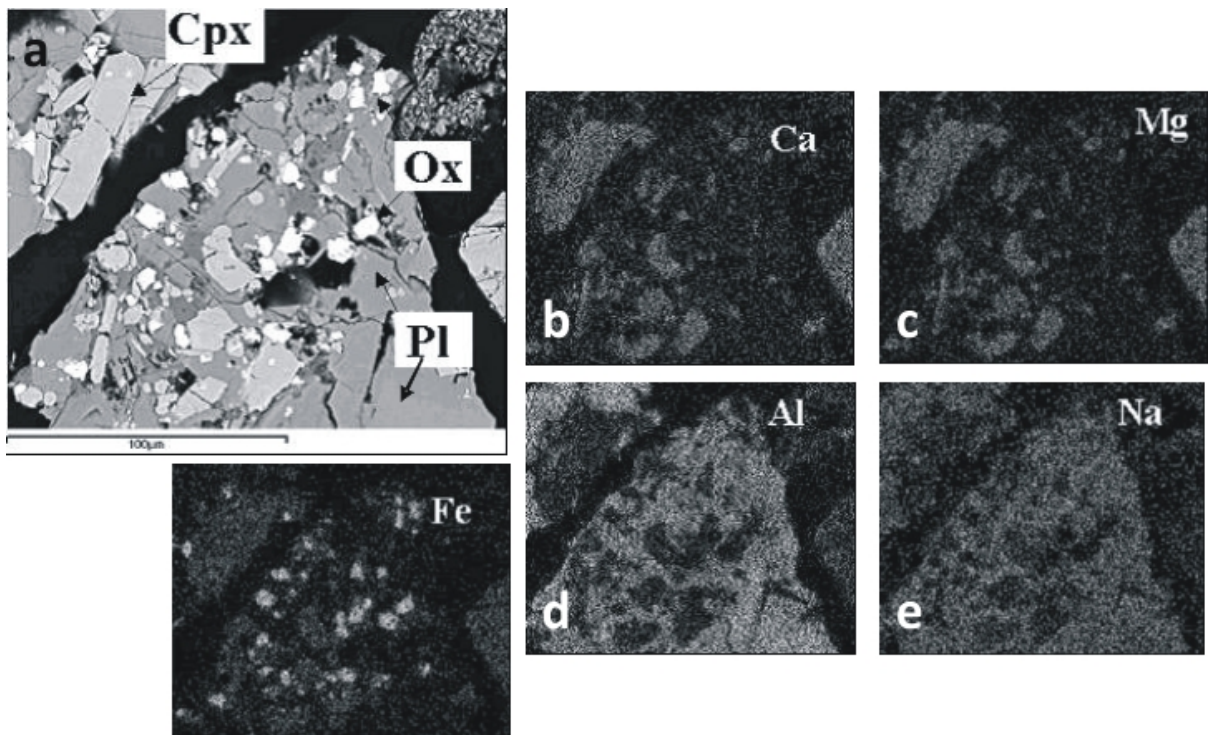


Figura 8. a) Immagine *backscattered* del campione di roccia in cui sono presenti le diverse fasi mineralogiche; b), c), d) e) ed f) mappe degli elementi caratteristici.

Le mappe possono essere fatte o su tutta l'intera immagine o su un'area ridotta della stessa oppure lungo una linea (*linescans*, Fig. 9).

L'esempio riportato in figura 9 mostra la concentrazione degli elementi lungo una linea che attraversa un cristallo di Clinopirosseno.

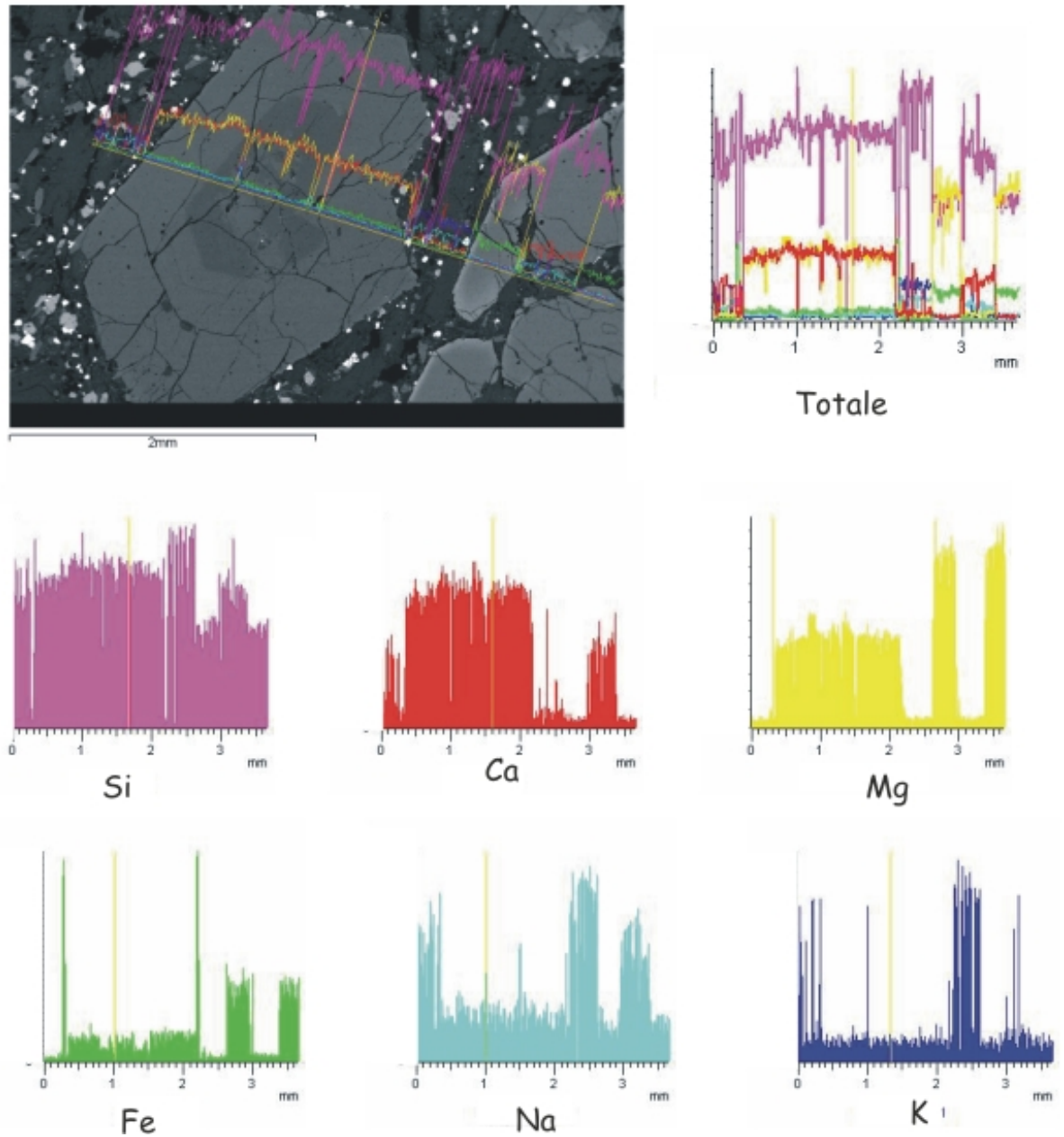


Figura 9. Esempio di una *linescan* eseguita su un minerale di clinopirosseno. Come detto sopra esso è costituito principalmente da Ca e Mg, infatti come è possibile osservare dai diagrammi, lungo la linea che attraversa il minerale si registra un'abbondanza di questi due elementi mentre sono scarsamente presenti ad es. il Fe e il Na o quasi del tutto assente come il K.

3. Calibrazione

Attraverso l'utilizzo del programma *INCA Energy* è stata eseguita la calibrazione degli elementi caratteristici dei minerali e vetri più diffusi nelle lave dell'Etna e dello Stromboli nel laboratorio dell'INGV-OE. Effettuata la calibrazione si è proceduto con la valutazione degli errori associati alle misure al fine di garantire l'affidabilità e il controllo delle analisi prodotte.

3.1. Metodologia

Per ricavare la composizione del campione sconosciuto è stato necessario calibrare i picchi caratteristici di tutti gli elementi a concentrazione maggiore procedendo con il metodo del confronto con concentrazioni note, quelle degli standards. Per questa ragione la scelta e la preparazione degli standards per la calibrazione è cruciale e spesso rappresenta lo stadio più difficile nelle analisi. A tale scopo sono stati scelti ed analizzati i seguenti standards internazionali di minerali e di vetri:

- *Chromium augite NMNH 164905*;
- *Olivine San Carlos USNM 11131/444*;
- *Plagioclase Labradorite USNM115900*;
- *Horneblende Kakanui USNM143965*;
- *apatite Durango USNM104021*;
- *Chromite USNM117075*;
- *VG-2 glass basaltic USNM 111240/32*;
- *VG-568 glass rhyolitic USNM 72854*.

I campioni sono stati lucidati e metallizzati con uno spessore di grafite pari a 25µm.

Le condizioni di lavoro per l'acquisizione degli spettri sia per degli standards che per i campioni sconosciuti sono state le seguenti:

- Tensione di accelerazione: EHT 20 kV;
- Distanza di lavoro: WD 15;
- Corrente del fascio: 1100-1200;
- Diametro del fascio: 5 µm per lo spot, 10x10 µm per il raster;
- Tempo di misura: 100" ;
- Conteggi per sec (C.P.S.): 3700-4100.

Dopo aver acquisito tutti gli spettri è stato costituito un primo database, dove ad ogni spettro caratteristico dell'elemento componente lo standard è stato associato il valore certificato. Successivamente sono state effettuate ripetute analisi sugli stessi standard, considerandoli come elementi sconosciuti ed infine i valori ottenuti sono stati ricalcolati utilizzando il metodo XPP.

4. Risultati

La deviazione standard e l'errore relativo (rapporto tra la deviazione standard e la media) consentono di stimare la precisione delle analisi, più basso sarà il loro valore maggiore sarà la precisione. Invece l'accuratezza, che rappresenta quanto il valore misurato si avvicina a quello noto, viene valutata calcolando R^2 , ovvero la somma dei quadrati delle differenze tra il valore medio misurato e quello noto. Anche in questo caso più basso sarà questo valore maggiore sarà l'accuratezza delle analisi.

Di seguito vengono confrontate le analisi medie degli standards certificati con le relative deviazioni standards, errori relativi percentuali ed R^2 (Tab. 1a, b e c) e le analisi degli stessi al SEM-EDS. Le analisi sono state eseguite in due giorni, in continuo senza spegnere mai lo strumento, passando il Co alla fine di ogni ciclo di analisi.

I risultati ottenuti mostrano generalmente una buona precisione (vedi anche tabella 2 riassuntiva) con valori di errore relativo %, sulle concentrazioni presenti nei minerali da noi maggiormente studiati, pari a 1% per SiO₂, Al₂O₃ e FeO; 0.5% per MgO e CaO; tra 2 e 3% per TiO₂, Na₂O e K₂O. Anche l'accuratezza risulta buona con valori di R^2 molto bassi.

Tabella 1a

Olivine San Carlos USNM 11131/444					Plagioclase Labradorite USNM115900				Chromium augite NMNH 164905				Horneblende Kakanui USNM143965			
	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %
Mean		60				43				51				44		
SiO₂	40.81	40.79	0.22	0.5	51.25	51.20	0.39	0.8	50.48	50.53	0.24	0.5	40.37	40.53	0.35	0.9
TiO₂					0.05				0.51	0.48	0.05	10.2	4.72	4.75	0.08	1.6
Al₂O₃					30.91	30.87	0.27	0.9	8.03	8.11	0.12	1.4	14.90	14.95	0.19	1.3
FeO	9.55	9.53	0.10	1.1	0.46	0.45	0.06	13.2	4.69	4.61	0.09	1.9	10.92	10.98	0.13	1.2
MnO	0.14	0.16	0.03	19.9	0.01				0.12	0.17	0.02	13.8	0.09			
MgO	49.42	49.34	0.23	0.5	0.14	0.16	0.02	11.6	17.32	17.35	0.15	0.8	12.80	12.92	0.23	1.8
CaO	0.07				13.64	13.63	0.09	0.7	17.3	17.31	0.12	0.7	10.30	10.41	0.11	1.0
Na₂O					3.45	3.44	0.07	2.0	0.84	0.71	0.05	6.5	2.60	2.62	0.07	2.8
K₂O					0.18	0.12	0.02	19.7					2.05	2.10	0.04	1.9
Cr₂O₃									0.85	0.94	0.05	5.1				
NiO	0.37	0.28	0.05	17.9												
Total	100.29	100.10			100.09	99.86			100.14	100.21			98.75	99.26		
R²		0.02				0.01				0.04				0.06		

Tabella 1b

Apatite Durango USNM104021					Chromite USNM117075			
	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %
Mean		20				20		
SiO₂	0.34	0.34	0.06	16.2				
TiO₂								
Al₂O₃	0.07				9.92	9.94	0.12	1.2
FeO					13.04	13.09	0.13	1.0
MnO	0.01				0.11			
MgO	0.01				15.2	15.27	0.08	0.5
CaO	54.02	54.10	0.28	0.5	0.12			
Na₂O	0.23	0.28	0.05	18.4				
K₂O	0.01							
P₂O₅	40.78	40.81	0.15	0.4				
Cr₂O₃					60.5	60.85	0.16	0.3
SO₃	0.37	0.33	0.05	15.6				
SrO	0.07	0.07	0.01	7.8				
F	3.53	3.31	0.23	6.9				
Cl	0.41	0.41	0.03	7.8				
Total	99.85	99.65			98.89	99.15		
R²		0.06				0.13		

Tabella 1c

Glass Basaltic VG-2 USNM 11124/52					Glass Rhyolitic VG-568 USNM 72854			
	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %	Ref.	SEM-EDS	σ	err rel %
Mean		64				77		
SiO₂	50.81	50.81	0.19	0.4	76.71	76.98	0.48	0.6
TiO₂	1.85	1.85	0.04	2.2	0.12	0.13	0.03	20.4
Al₂O₃	14.06	14.03	0.11	0.8	12.06	12.11	0.13	1.1
FeO	11.84	11.90	0.13	1.1	1.20	1.22	0.07	5.4
MnO	0.22	0.20	0.05	24.3	0.03	0.04	0.03	62.2
MgO	6.71	6.67	0.09	1.3				
CaO	11.12	11.20	0.10	0.9	0.5	0.47	0.04	8.6
Na₂O	2.62	2.60	0.07	2.9	3.75	3.75	0.07	1.8
K₂O	0.19	0.18	0.03	16.2	4.89	4.92	0.07	1.4
Cr₂O₃	0.2	0.26	0.07	25.2				
NiO					0.13	0.13	0.02	15.7
Total	99.62	99.75			99.39	99.65		
R²		0.02				0.08		

Tabella 2

	Conc. %	Err. rel. %	Conc. %	Err. rel. %	Conc. %	Err. rel. %
SiO₂	>40	<1				
TiO₂	<2	2	>2	1.7	0.05-0.5	10
Al₂O₃	>8	1				
FeO	9-13	1-0.9	>4	2		
MnO	>0.1	10	<0.1	13		
MgO	>49	0.5	>15	0.6	>0.1	14
CaO	>10	0.5				
Na₂O	>3	3	>0.8	5		
K₂O	>2	2	>0.1	18		
P₂O₅	>40	0.3				
Cl	0.41	8				
F	3.34	6				
Cr₂O₃	>60	0.3	>0.8	5	>0.4	8
SO₃	0.34	13				
SrO	0.07	8				
NiO	<0.5	15.7				

Nella tabella 3 vengono confrontate le concentrazioni degli stessi standard internazionali (in nero grassetto) misurate con il SEM-EDS dell'INGV-OE (in rosso) e con la microsonda JEOL JXA-8600 del CNR – Centro di Studio per la Minerogenesi e la Geochimica Applicata di Firenze (in nero) [Vaggelli et al., 1999].

Risulta che la precisione della maggior parte degli elementi misurati con il sistema analitico SEM-EDS è confrontabile e in alcuni casi anche maggiore rispetto a quella degli stessi elementi misurati alla microsonda. Anche il valore di R² è minore rispetto a quello calcolato per le concentrazioni misurate alla microsonda e pertanto l'accuratezza delle analisi effettuate con il sistema SEM-EDS, risulta maggiore.

Tabella 3

Olivine San Carlos USNM 11131/444								Horneblende Kakanui USNM143965							
		SEM-EDS			Microsonda					SEM-EDS			Microsonda		
	Ref.	Mean	σ	err rel %	Mean	σ	err rel %	Ref.	Mean	σ	err rel %	Mean	σ	err rel %	
		60							44						
SiO ₂	40.81	40.79	0.22	0.5	40.92	0.53	1.3	40.37	40.53	0.35	0.9	40.37	0.4	1.0	
TiO ₂								4.72	4.75	0.08	1.6	4.79	0.13	2.7	
Al ₂ O ₃								14.90	14.95	0.19	1.3	14.27	0.29	2.0	
FeO	9.55	9.53	0.10	1.1	9.86	0.35	3.5	10.92	10.98	0.13	1.2	10.77	0.28	2.6	
MnO	0.14	0.16	0.03	19.9	0.17	0.05	29.4	0.09				0.11	0.03	27.3	
MgO	49.42	49.34	0.23	0.5	49.17	0.31	0.6	12.80	12.92	0.23	1.8	12.64	0.2	1.6	
CaO	0.07				0.09	0.02	22.2	10.30	10.41	0.11	1.0	10.11	0.14	1.4	
Na ₂ O								2.60	2.62	0.07	2.8	2.64	0.14	5.3	
K ₂ O								2.05	2.10	0.04	1.9	2.11	0.06	2.8	
Cr ₂ O ₃															
NiO	0.37	0.28	0.05	17.9	0.35	0.04	11.4								
Total	100.29	100.10			100.56			98.75	99.26				98.13		
R²		0.02			0.17				0.06			0.49			

Bibliografia

Vaggelli, G., Olmi, F., Ponticelli, S., (1999). *Quantitative electron microprobe analysis of reference silicate mineral and glass samples*. Acta Vulc., Vol. 11(2), 297-303.

Coordinamento editoriale e impaginazione

Centro Editoriale Nazionale | INGV

Progetto grafico e redazionale

Daniela Riposati | Laboratorio Grafica e Immagini | INGV

© 2012 INGV Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia

Via di Vigna Murata, 605

00143 Roma

Tel. +39 06518601 Fax +39 065041181

<http://www.ingv.it>



Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia