

„ RUDARSTVO 2023“

14. simpozijum sa međunarodnim učešćem

Održivi razvoj u energetici i rudarstvu

11. Savetovanje sa međunarodnim učešćem

ZBORNİK RADOVA

PROCEEDINGS

**Zlatibor
30. maj - 2. jun 2023.**

ZBORNİK RADOVA/ PROCEEDINGS

Organizatori:

Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina
Privredna komora Srbije

Izdavač / Publisher

Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina

Urednik / Editor

Miroslav Ignjatović

Štampa / Printed by

Akadska izdanja, Beograd

Tiraž / Copies

180

Beograd, 30. maj 2023

14. Simpozijum „Rudarstvo 2023“

Održivi razvoj u rudarstvu i energetici

NAUČNI ODBOR

dr Dragan Radulović, ITNMS, Beograd; dr Miroslav Ignjatović, Privredna komora Srbije; Beograd; dr Vladimir Šiljkut, JP EPS; Prof.dr Mirko Gojić, Metalurški fakultet, Sisak; prof.dr Grozdanka Bogdanović, Tehnički fakultet; dr Maja Grbić, Elektrotehnički institut “Nikola Tesla”; dr Branislav Marković, ITNMS, Beograd; prof. dr Jovica Sokolović, Tehnički fakultet, Bor; prof. dr Predrag Jovančić, RGF, Beograd; dr Slavica Mihajlović, ITNMS, Beograd; dr Dragana Ranđelović, ITNMS, Beograd; dr Vladimir Jovanović, ITNMS, Beograd; Prof. Snežana Ignjatović, RGF, Beograd; dr Nevad Ikanović, JP Elektroprivreda BiH, prof.dr Omer Musić, RGG fakultet, Tuzla; dr Zajim Hrvat, JP Elektroprivreda BiH; Prof.dr Marina Dojčinović, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd; dr Edin Lapandić, JP Elektroprivreda BiH, dr Rada Krgović, JP EPS, Ogranak RB Kolubara; dr Aleksandra Patarić, ITNMS, Beograd; dr Vladan Kašić, ITNMS, Beograd; dr Branko Petrović, JPEPS, Ogranak RB; Kolubara; mr Jadranka Todorović, JP EPS, Ogranak RB Kolubara; mr Šefik Sarajlić, RMU Đurđevik; dr Dimšo Milošević, RiT „Ugljevik“, Ugljevik; dr Milisav Tomić, JP EPS, Ogranak RB Kolubara; mr Žarko Nestorović, JPEPS, Ogranak HE Đerdap

PROGRAMSKI ODBOR

dr Miroslav Ignjatović, Privredna komora Srbije; Ljubinko Savić, Privredna komora Srbije; Gordana Tomašević, JP EPS; dr Nikola Vuković, ITNMS; Vladimir Vukojević, NIS Gaspromneft; Nataša Malenčić, NIS Gaspromnjeft; Andrea Radonjić, Rio Tinto; Jovica Radisavljević, Zijin Bor Copper doo Bor; Bojan Rakić, JP EPS, Ogranak HE Đerdap, Miliša Jovanović, EMS ad; Prof. dr Milanka Negovanović, RGF, Beograd; Slobodan Mitić, JP PEU, Resavica; Ivan Filipov, rudnik Kovin; Drago Vasović, rudnik Veliki Majdan; Momčilo Dugalić, Jelen Do; Mr Šahbaz Lapandić, rudnik mrkog uglja Banovići

SADRŽAJ / CONTENTS:

Plenarna predavanja / Plenary Presentations

RETKI ELEMENTI I NJIHOV STRATEŠKI ZNAČAJ

Jovan Kovačević, Dragoman Rabrenović, Predrag Mijatović,
Jelena Kokot, Slobodanka Sudar, Nebojša Gavrilović 5

STRATEŠKI PLAN ODRŽIVOG RAZVOJA EKSPLOATACIJE LEŽIŠTA

UGLJA RMU „SOKO“ SOKOBANJA

Sobodan Kokerić, Zoran Aksentijević, Mirko Ivković 16

POVRŠINSKI MODIFIKOVANI ZEOLITI - EFIKASNI ADSORBENTI

EMERGENTNIH ZAGAĐIVAČA

Danijela Smiljanić, Aleksandra Daković, Marija Marković,
Milena Obradović i Milica Ožegović 29

ČELIČNI OTPAD - SEKUNDARNA SIROVINA ZA PROIZVODNJU ČELIKA

Mirko Gojić, Stjepan Kožuh, Ivana Ivanić 37

PRIMENA AEROMAGNETSKIH I GRAVIMETRIJSKIH PODATAKA PRI

IZRAD GEOFIZIČKOG-GEOLOŠKOG MODELA DELA TIMOČKOG

MAGMATSKOG KOMPLEKSA

Snežana Ignjatović 55

ANALIZA KRITERIJUMA VERIFIKACIJE METODA ZA ISPITIVANJE

ZATEZANJEM ČELIČNIH ŽICA , UŽADI U RUDARSTVU

Slavica Miletić, Biserka Trumić, Suzana Stanković 78

PRIMENA SKENIRAJUĆE ELEKTRONSKE MIKROSKOPIJE U ISTRAŽIVANJU LEŽIŠTA I

PRIPREMI MINERALNIH SIROVINA

Nikola S. Vuković 66

MOGUĆNOST EKSPLOATACIJE METANA IZ LEŽIŠTA RMU

„SOKO“ – SOKOBANJA

Duško Đukanović, Nemanja Đokić, Zoran Aksentijević,
Daniel Radivojević, Branislav Stakić 75

ANALIZA KRITERIJUMA VERIFIKACIJE METODA ZA ISPITIVANJE ZATEZANJEM

ČELIČNIH ŽICA , UŽADI U RUDARSTVU

Slavica Miletić, Biserka Trumić, Suzana Stanković 88

GEOLOGIJA LEŽIŠTA ZEOLITSKIH TUFOVA SRBIJE

Vladan Kašić, Vladimir Simić, Jovica Stojanović, Ana Radosavljević-Mihajlović,
Slavica Mihajlović, Nataša Djordjević 95

TEHNOLOŠKA ISPITIVANJA PET ALKALNO AKTIVIRANIH UZORAKA

BENTONITSKE RUDE „BIJELO POLJE“ – BAR I NJIHOVA PRIMENA

U RAZLIČITIM INDUSTRIJSKIM GRANAMA

Dragan S. Radulović, Vladimir D. Jovanović, Dejan Todorović,
Branislav Ivošević, Darko M. Božović, Sonja Milićević, Slavica Mihajlović 110

SMANJENJE RIZIKA OD OŠTEĆENJA KAPITALNE RUDARSKE OPREME

IMPLEMENTACIJOM RADARSKOG PRAĆENJA STABILNOSTI KOSINA

NA KOPOVIMA ELEKTROPRIVREDE SRBIJE

Dragan Milošević, Ivan Janković, Đorđe Radulović 119

Saopštenja / Contributions

HORIZONTALNA I VERTIKALNA DISTRIBUCIJA TEŠKIH METALA (Cu, Pb, Zn) U LIGNITU KOSTOLAČKO - KOVINSKOG UGLJONOSNOG BASENA Bogoljub Vučković	124
КОЛИКО ДАНАС, ЈУЧЕ СМО МОРАЛИ МИСЛИТИ НА СУТРА Зорица Гојак	134
UTVRĐIVANJE PARAMETRA ODLOŽENE OTKRIVKE I JALOVINE METODOM POVRATNE ANALIZE NA POVRŠINSKOM KOPU GACKO-CENTRALNO POLJE Aleksandar Ateljević, Nenad Lasica, Dušan Nikčević, Nikola Stanić, Aleksandar Doderović	137
POTENCIJALNOST LEŽIŠTA MRKOG UGLJA "SOKO" – SOKOBANJA Miljana Milković, Đorđe Fići, Daniel Radivojević, Zoran Aksentijević, Slobodan Kokerić	151
ODREĐIVANJE ISKORISTIVE VREDNOSTI PRIRODNOG KAPITALA LEŽIŠTA UGLJA "POLJANA" Zorica Ivković, Dejan Dramlić, Dražana Tošić, Boban Branković, Jelena Trivan	163
ПРИМЈЕНА МОДЕЛА УПРАВЉАЊА ДИКОНТИНУАЛНИМ СИСТЕМИМА ЕКСПЛОАТАЦИЈЕ У УСЛОВИМА ПК „БОГУТОВО СЕЛО“ Димшо Милошевић, Владимир Малбашић	172
ORDŽIVOST PODZEMNE EKSPLOATACIJE UGLJA U REPUBLICI SRBIJI Marko Babović, Ivan Janković,, Branislav Babić	193
POZITIVNI I NEGATIVNI UTICAJ HIDROELEKTRANA NA ŽIVOTNU SREDINU Ivana Mitrović	203
EKSTERNI TROŠKOVI ZAŠTITE ŽIVOTNE SREDINE TOKOM I NAKON PROCESA PROIZVODNJE Boban Turanović	215
GEOLOŠKA ISTRAŽIVANJA MINERALIZACIJA BORA I PRATEĆIH ELEMENATA U VALJEVSKO-MIONIČKOM BASENU RADI DOKAZIVANJA LEŽIŠTA RUDE BORA, SA TEŽIŠTEM NA PROCESU IZVEDENIH TEHNOLOŠKO-METALURŠKIH ISPITIVANJA Branislav Potić, Ana Arifović	220
MOGUĆNOST SMANJENJA EMISIJE CO₂ U TERMoeLEKTRANAMA "EPS-a" U FUNKCIJI ODRŽIVOG RAZVOJA I CIRKULARNE EKONOMIJE Momčilo MOMČILOVIĆ	233
STABILNOST ODLAGALIŠTA JALOVINE NA POVRŠINSKOM KOPU BELI KAMEN NA FRUŠKOJ GORI Radmilo Rajković, Daniel Kržanović, Miomir Mikić, Milenko Jovanović, Stefan Trujić	248
ГЛАУКОНИТСКИ КВАРЦНИ АРЕНИТИ И ЊИХОВА ПРИМЕНА У ОРГАНСКОЈ ПРОИЗВОДЊИ Драгоман Рабреновић, Јован Ковачевић, Маја Познановић Спахихћ, Цветко Живоковић, Јелена Кокот	257
SPECIFIČNOSTI HIBRIDNIH GEOMREŽA Milenko Jovanović, Daniel Krzanović, Radmilo Rajković, Miomir Mikić, Emina Pozega	269
BIOLOŠKA REKULTIVACIJA FLOTACIJSKOG JALIVIŠTA STUBIČKI POTOK U LEPOSAVIĆU Miomir Mikić, Sandra Milutinović, Stefan Trujić, Radmilo Rajković, Milenko Jovanović	278

SISTEM ODBRANE OD VODA POVRŠINSKOG KOPA VELIKI KRIVELJ	
Daniel Kržanović, Milenko Jovanović, Radmilo Rajković, Miomir Mikić, Ivana Jovanović	283
IZRADA DRENAŽNIH KANALA U PODINI PK „DRMNO“, ZAPUNA IBERLAUFOM I POKRIVANJE GEOTEKSTILOM	
Jovan Zdravković, Tomislav Nestorović, Mladen Vojnić Nadežda Stevanović – Petrović	289
POSTUPCI PRIPREME KVARCNOG PESKA I NJIHOV UTICAJ NA ŽIVOTNU SREDINU	
Slavica Mihajlović, Nataša Đorđević, Vladan Kašić, Dragan Radulović, Vladimir Jovanović	293
DEMONTAŽA I MONTAŽA RADNOG KOLA TURBINE NA HE ĐERDAP 1	
Aleksandar Čelebić	299
ODRŽIVI RAZVOJ U ELEKTROENERGETICI	
Žarko Nestorović, Petar Nikolić, Dragan Marinović, Bojan Rakić	310
MONTAŽA STATORA GLAVNOG GENERATORA NA HE „ĐERDAP 1“	
Dragan Belonić	316
REVITALIZACIJA AGREGATA A2 NA HE „ĐERDAP 1“	
Radovan Miković	326
ZNAČAJ PROBNO-EKSPLOATACIONE ETAŽE PRI ISTRAŽIVANJU LEŽIŠTA ŽARHITEKTONSKO-GRAĐEVINSKOG KAMENA U CRNOJ GORI	
Darko Božović, Dragan S. Radulović, Branko Vilotijević	337
ANALIZA UTICAJA RUDARSKIH RADOVA NA PROMENE NAČINA KORIŠĆENJA ZEMLIŠTA U ZONI RUDARSKOG BASENA „KOLUBARA“ DALJINSKOM DETEKCIJOM	
Milislav Tomić	344
FLEKSIBILNOST U RADU POSTROJENJA ZA DORADU NA RUDNIKU KOVIN	
Ivan Filipov	355
ZEOLITSKI TUFOVI LEŽIŠTA SLANCI U BEOGRADSKOM DUNAVSKOM KLJUČU	
Vladan Kašić, Jovica Stojanović, Ana Radosavljević-Mihajlović, Slavica Mihajlović, Nataša Djordjević	366
METODOLOGIJA IZDAVANJA ULJA I MAZIVA U POMOĆNOJ MEHANIZACIJI NA PK „DRMNO“	
Filip Todorović	374
UTICAJ SEPARATNOG PROVJETRIVANJA NA POJAVU ENDOGENIH POŽARA U RUDNIKU „PODZEMNA EKSPLOATACIJA UGLJA“ RMU „BANOVIĆI“	
Dž. Dostović; Šefik Sarajlić	382

PRIMENA SKENIRAJUĆE ELEKTRONSKE MIKROSKOPIJE U ISTRAŽIVANJU LEŽIŠTA I PRIPREMI MINERALNIH SIROVINA

Nikola S. Vuković¹

¹Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS), Beograd

Abstrakt

Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM) je nakon više od 50 godina komercijalne dostupnosti našla značajnu primenu u različitim granama nauke i tehnike, pa tako i u geologiji i rudarstvu. Razvoj elektronske optike i različitih elektronskih, rendgenskih i svetlosnih detektora, zasnovanih na brojnim efektima interakcije elektronskog snopa i analiziranog uzorka, omogućava detaljnu morfološku, strukturnu i hemijsku mikroanalizu, na milimetarskoj do nanometarskoj skali. Na taj način je moguće odrediti strukturu i teksturu ispitivanih materijala, kao i oblik, veličinu i hemijski sastav prisutnih faza; definisati mineralne vrste i način pojavljivanja glavnih i primesnih elemenata; ispitati međusobno srastanje i stepen oslobođenosti pojedinačnih faza; ispitati habanje i lom materijala, i drugo. Sve veća dostupnost instrumenata, relativna jednostavnost analize i jasna vizualizacija dobijenih rezultata učinili su SEM metodu jednom od neizostavnih metoda karakterizacije, bilo da su u pitanju metalne i nemetalne mineralne sirovine, rudni koncentracije, flotacijska jalovina, veštački građevinski materijali, metali, legure ili drugi čvrsti materijali.

1. UVOD

Skenirajući elektronski mikroskop (eng. *scanning electron microscope, SEM*) je instrument koji proizvodi uvećanu sliku uzorka skeniranjem površine uzorka fokusiranim snopom elektrona. Opremljen različitim elektronskim, rendgenskim i svetlosnim detektorima, omogućava posmatranje i karakterizaciju materijala na milimetarskoj do nanometarskoj skali. Počevši od razvoja elektronske optike 1920-ih godina i radova H. Buša, L. de Broja i E.H. Singa, preko prvog komercijalnog SEM-a iz 1965. godine (*Cambridge Instrument Company Stereoscan MK1*), došlo se do savremenih skenirajućih elektronskih mikroskopa, koji su našli široku primenu u ispitivanju čvrstih materijala u brojnim naučnim disciplinama i industrijskim procesima. U ovom radu biće prikazani osnovni principi rada SEM uređaja, opšte smernice za pripremu i analizu uzoraka, kao i neki karakteristični primeri primene ove tehnike u istraživanju ležišta i pripremi mineralnih sirovina.

2. GRAĐA SKENIRAJUĆEG ELEKTRONSKOG MIKROSKOPA

Posmatrano po funkcionalnim celinama, SEM uređaji se sastoje od kolone sa elektronskim topom, komore mikroskopa i pomoćnih sistema (generatora visokog napona, vakuum sistema, računarskog sistema sa softverom, itd). Elektronski top predstavlja snažan izvor primarnih elektrona za SEM, koji ih ubrzava do željene energije u jednom širokom opsegu, najčešće od 0,1 do 30 keV. Pri tom on mora da obezbedi uzak snop, usko definisanu energiju i stabilnu struju emitovanih elektrona

[1]. Dva osnovna tipa izvora elektrona kod elektronskih mikroskopa su: termojonski izvori (W vlakno, monokristalni LaB₆ ili CeB₆) i izvori emisije polja (eng. *field emission*, *FE*). Moderniji izvori elektrona postižu veće osvetljenje zato što imaju manju efektivnu veličinu izvora, koja iznosi oko 100-150 μm za W vlakno, 5 μm za LaB₆ i 5-25 nm za *FE* [2]. Pored elektronskog topa, kolona *SEM* mikroskopa sadrži anodu, elektronska sočiva, aperture i stigmator. Emitovani elektroni se ubrzavaju pod dejstvom visokog negativnog potencijala elektronskog topa (od -100 do -30.000 V) prema potencijalu uzemljenja na anodi (0 V). Prorez u anodi omogućava delu emitovanih elektrona da prođu kroz kolonu do sočiva. Zatim elektronska sočiva proporcionalno umanjuju početnu projekciju snopa elektrona u elektronskom topu do krajnje veličine snopa na uzorku. Tako iznos umanjenja varira od oko 10 puta kod *FE*, pa sve do oko 5.000 puta kod W vlakna [2] i njega kontrolišu prva dva, tzv. kondenzatorska sočiva. Treće, objektivsko sočivo fokusira snop primarnih elektrona na površinu uzorka i zahvaljujući kalemovima za skeniranje omogućava skeniranje uzorka po rasterskoj mreži. Sprej-apertura i objektivska apertura fizički ograničavaju rasipanje snopa elektrona, tipe što apsorbuju onaj deo snopa koji značajnije odstupa od optičke ose kolone. Stigmator, sa svojim elektromagnetnim kalemovima, omogućava da se neutrališe astigmatizam na elektronskoj slici, koji je izazvan određenim nesavršenostima sočiva ili kontaminacijom objektivske aperture. Ispod kolone se nalazi komora mikroskopa, a u njoj stočić za uzorke, pomoćne kamere za orijentaciju uzorka i ugrađeni različiti detektori koji omogućavaju stvaranje slika i spektrometrijske analize. Komora je povezana sa višestepenim vakuum-sistemom, što omogućava rad kako na atmosferskom pritisku (samo za izmenu uzoraka), tako i analitički rad pri niskom, visokom ili ultravisokom vakuumu – zavisno od konfiguracije *SEM* mikroskopa. Stočić za uzorke omogućava postavljanje nosača uzoraka različitih dimenzija i njihovo pomeranje po 5 osa: translatorno po X, Y i Z-osi, rotaciju od 0° do 360° i naginjanje od -10° do +70°.

3. VRSTE SIGNALA KOD *SEM*-a

Pri interakciji uzorka sa snopom primarnih elektrona, javlja se veći broj fizičko-hemijskih efekata i direktno u vezi sa njima odgovarajućih signala, odnosno smetnji. Među njima se izdvajaju: povratno-rasejani, sekundarni, rasejani i *Auger*-ovi (Ožeevi) elektroni, karakteristično i kontinualno rendgensko zračenje, katodoluminescencija, toplota i dr [1]. Oni upadni elektroni, koji su se elastično odbili od elektronskih omotača atoma koji izgrađuju uzorak, nazivaju se povratno-rasejanim elektronima (eng. *backscattered electrons*, *BSE*). Udeo ovih visokoenergetskih, *BSE* elektrona raste sa povećanjem elektronske gustine atoma, tj. atomskog broja elementa. Na taj način, *BSE* elektroni nose informaciju o prosečnom atomskom broju zona u uzorku [3], tako da su na snimku dobijenom pomoću *BSE* detektora, zone sa težim elementima svetlije obojene, dok su zone sa lakšim elementima tamnije. U elektronskim mikroskopima koji su, pak, opremljeni

detektorom za difraktovane povratno-rasejane elektrone (*EBS*), *BSE* elektroni se koriste i za određivanje kristalne strukture i orijentacije zrna u uzorku.

Prilikom neelastičnog sudara primarnih ili *BSE* elektrona sa atomima u uzorku dolazi do izbijanja sekundarnih elektrona (eng. *secondary electrons, SE*) iz elektronskog omotača atoma. Udeo ovih niskoenergetskih elektrona ne zavisi u značajnoj meri od atomskog broja elementa u uzorku [3]. Sekundarni elektroni, zbog svojih niskih energija, mogu da napuste uzorak samo iz područja veoma blizu njegove površine (do oko 10 nm), tako da nose informaciju o topografiji uzorka, te se snimci dobijeni pomoću *SE* detektora koriste u analizi morfologije, odn. topografije uzorka. I karakteristično rendgensko zračenje se stvara pri procesu nastanka sekundarnih elektrona i jonizacije atoma u uzorku. Primarni elektron, koji poseduje dovoljnu količinu energije, udarom izbija sekundarni elektron iz npr. *K* ljuske atoma i na tom mestu ostaje šupljina. Usled težnje atoma da postigne stanje najniže energije, elektron sa višeg energetskog nivoa (*L, M, N, ...*) spušta se na upražnjeni nivo. Tom prilikom dolazi do emisije energije u vidu rendgenskog zraka, u ovom konkretnom primeru karakterističnog rendgenskog zračenja *K*-serije datog atoma. Ovakvi rendgenski zraci nazivaju se karakterističnim, jer im je energija jednaka razlici energija između dva nivoa koja učestvuju u elektronskom prelazu i ova razlika je karakteristična za svaki element. Analizom spektra karakterističnog rendgenskog zračenja emitovanog iz uzorka, tj. na osnovu energije i intenziteta zračenja, može se izvršiti identifikacija prisutnih hemijskih elemenata i odrediti njihov udeo u analiziranoj zoni uzorka. Ovi emitovani rendgenski zraci mogu se detektovati pomoću energetsko-disperzivnog spektrometra (eng. *energy dispersive spectrometer, EDS*) i/ili talasno-disperzivnog spektrometra (eng. *wavelength dispersive spectrometer, WDS*). Analiza uzorka se ostvaruje sa prostornom rezolucijom reda veličine nekoliko μm [3]. *EDS*-om je moguće detektovati elemente sa atomskim brojem 5 ili većim, a sa *WDS*-om se granica spušta do berilijuma. Kontinualno rendgensko zračenje (nem/eng. *bremsstrahlung*) posledica je kočenja, tj. gubitka kinetičke energije svih vrsta elektrona prisutnih pri interakciji uzorka sa elektronskim snopom. Ono formira relativno visoku baznu liniju na spektrima emitovanog rendgenskog zračenja, što maskira prisustvo elemenata u tragovima. Zbog toga je granica detekcije elemenata pomoću *EDS*-a reda veličine oko 0,1 mas.%, odnosno oko 0,01 mas.% za *WDS*. A kada karakteristični rendgenski zrak uspe da izbije elektron iz samog atoma u kome je nastao, tako dobijene elektrone nazivamo *Auger*-ovim (Ožeovim) elektronima. Ovi elektroni veoma niskih energija mogu da napuste uzorak samo sa dubina od par nm i zahtevaju ultravisoki vakuum za efikasnu detekciju [3]. Iz tog razloga, za ovu namenu su konstruisani posebni skenirajući Ožeovi mikroskopi, pomoću kojih se dobijaju mape površinske raspodele hemijskih elemenata sa visokom rezolucijom.

Kod nemetaličnih materijala i poluprovodnika, sekundarni elektroni mogu da izazovu pobuđivanje valentnih elektrona, tako da se pri njihovom povratku u

osnovno stanje oslobodi foton iz vidljivog dela spektra i fonon koji izaziva termičku vibraciju atomske rešetke [4]. Ovaj efekat emisije svetlosti naziva se katodoluminescencijom (eng. *cathodoluminescence*, *CL*). *CL* detektori omogućavaju rad u panhromatskom (tj. detekciju svetlosti svih talasnih dužina) ili u monohromatskom režimu (tj. detekciju svetlosti u uskom opsegu talasnih dužina). U odnosu na prethodno navedene tehnike, katodoluminescencija pokazuje najnižu rezoluciju, s obzirom da aktivna zapremina uzorka u kojoj se odvija ovaj proces ide do dubina od oko 10 μm . Što se tiče elektrona rasutih u uzorku, oni se uobičajeno kreću sa uzorka ka nosaču, i dalje ka mikroskopskom stočiću i uzemljenju. Međutim, ukoliko površina uzorka nije u dovoljnoj meri električno provodna, tada će se naročito u vršnim delovima uzorka gomilati veliki broj elektrona, čiji je praktično jedini način da napuste uzorak taj da formiraju električnu varnicu ka najbližim provodnim delovima. Ovakav vid smetnje naziva se na eng. *charging*; dovodi do lokalnog zagrevanja uzorka i značajno može da smanji kvalitet dobijenog elektronskog snimka. Kako bi se izbegla takva situacija, električno neprovodni materijali se prethodno prevlače tankim provodnim slojem metala ili grafita, u za tu svrhu specijalno konstruisanim instrumentima.

4. PRIPREMA UZORAKA

Priprema uzoraka za *SEM* analizu u svakom slučaju zavisi od fizičkog stanja i veličine uzorka, kao i planirane vrste analize. Postoje različiti specijalizovani, komercijalno dostupni nosači za uzorke, kao i odgovarajući adhezivi. Tako se praškasti materijali uobičajeno nanose na dvostrano lepljive adhezivne trake i diskove ili na sušive paste; ako su u pitanju čestice veće granulacije, preporučljiva je upotreba specijalnih električno-provodnih smola ili plastelina. Komadni materijal se, ukoliko to vrsta uzorka dozvoljava, najpre podvrgava odmaščivanju i otprašivanju, a zatim i pogodnom tehnikom fiksira na nosaču (lepljenjem pomoću adhezivnih traka, paste, smole ili plastelina, ili pomoću zavrtanja). Suve ili sušive biološke materijale, ko što su ljuštore, dlaka, krljušti, kosti ili osušeni delovi biljaka, moguće je analizirati na isti način kao i neorganske materijale. Međutim, kada su u pitanju biološki materijali sa velikim sadržajem vode, ulja ili masti, neophodne su specijane procedure pripreme uzorka, kao što su npr. hemijska fiksacija ili liofilizacija. U slučaju da se radi o električno neprovodnim materijalima, ovako pripremljene praškaste ili komadne uzorke je potrebno prevući tankim provodnim slojem metala. Komercijalno su dostupni neparivači čija katoda može biti izrađena od različitih metala: zlata, paladijuma, platine, hroma, volframa ili drugih. U ovom redosledu prikazano, metali daju sve finiju i finiju veličinu nano-zrna (tj. sve uniformnije prevlake), ali sa generalno sve slabijom mehaničkom i hemijskom stabilnošću [5]. Na ovaj način pripremljeni uzorci su optimizovani za morfološku analizu: ispitivanje oblika, veličine, površinske teksture, defekata, i sl.

Ukoliko je prioritet na rendgensko-spektrometrijskoj (elementarnoj) analizi, pripremi uzoraka je poželjno pristupiti na drugačiji način. Bilo da su u pitanju

komadni ili praškasti materijali, uzorke bi trebalo zatopiti u očvršćavajuću (npr. epoksidnu) smolu i od njih napraviti polirane preparate. Na ovaj način pripremljene preparate, koji sadrže električno neprovodne uzorke, treba prevući tankim provodnim slojem. U ovom slučaju je optimalni materijal prevlake grafit. Naime, sa samo jednom spektralnom linijom na 0,277 keV, grafit (tj. ugljenik) ne ometa spektralno određivanje drugih elemenata, a obezbeđuje dovoljno kvalitetnu električno provodnu prevlaku.

5. ANALIZA UZORAKA

Savremeni *SEM* mikroskopi omogućavaju analizu uzoraka u širokom opsegu vrednosti instrumentalnih parametara, kao što su jačina vakuuma, napon ubrzanja elektrona, jačina struje snopa, radna distanca uzorka, kao i parametara vezanih za rad sa odgovarajućim detektorima (*BSE*, *EBS*, *EDS*, *WDS*). Mikroskopi sa *FE* i $\text{LaB}_6/\text{CeB}_6$ izvorima elektrona zahtevaju rad u ultra-visokom vakuumu, dok su mikroskopi sa *W* vlaknom operativni i u visokom vakuumu. Dostupni su i modeli mikroskopa koji dozvoljavaju rad u niskom vakuumu (eng. *low vacuum*, *LV*), koji zahvaljujući specijalno konstruisanom vakuum-sistemu mogu da održavaju različite pritiske u koloni i komori mikroskopa. Rad u niskom vakuumu omogućava analizu električno neprovodnih, kao i uzoraka sa visokim sadržajem vode, mada uz određena ograničenja; tako je od elektronskih detektora funkcionalan samo *BSE* detektor i to samo u tzv. *shadow* režimu, a jačina signala rendgenskog zračenja za *EDS* i *WDS* analize naglo opada sa povećanjem radne distance.

Napon ubrzanja elektrona se direktno podešava na elektronskom topu i uobičajeno su dostupne vrednosti od 0,1 do 30 kV. Na ovaj način je omogućena analiza slabije električno provodnih i termički osetljivih uzoraka, kao i efikasnije pobuđivanje spektralnih linija lakih elemenata pri niskim naponima. Suprotno tome, visoki naponi ubrzanja elektrona su pogodni za dobijanje snimaka većih rezolucija i pobuđivanje viših spektralnih linija teških elemenata [1]. Što se tiče struje snopa na samom uzorku, ona se može kretati u opsegu od oko 1 pA pa sve do oko 1 μA ; osim kada je u mikroskop ugrađen poseban merač struje snopa, najčešće je izražena u relativnim jedinicama (kao „*spot size*“ i sl). Niske vrednosti struje snopa omogućavaju izradu snimaka velikog uveličanja, dok su visoke vrednosti struje neophodne za *WDS* i *EBS* analize. Radna distanca uzorka, tj. fokus elektronskih zraka, kreće se minimalno od oko 2-3 mm za mikroskope sa *FE* izvorima elektrona, odnosno od oko 6-8 mm za mikroskope sa termoionskim izvorima, pa sve do oko 50 mm. Male radne distance utiču na smanjenje sferne aberacije, pa su pogodne za izradu snimaka velikog uveličanja. Velike radne distance daju poboljšanu dubinsku oštrinu na snimcima i omogućavaju izradu snimaka izuzetno malog uveličanja (ispod 30 \times), dok je za *EDS* i *WDS* detektore preporučena analitička radna distanca u opsegu od 10 do 15 mm.

Osnovne komande na mikroskopu, osim navigacije, tj. pomeranja mikroskopskog stočića, obuhvataju izbor uveličanja, podešavanje fokusa i astigmatizma. Zavisno od modela mikroskopa, moguće je posmatranje uzorka u jednom ili više režima slike

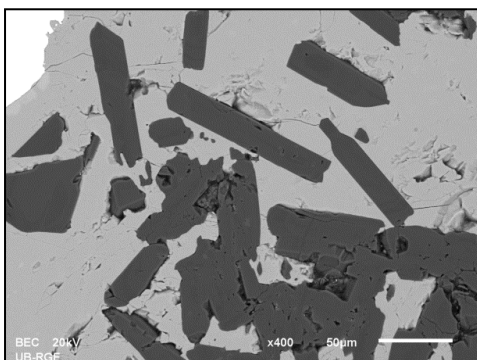
(*SE*, *BSE* i *CL*). *BSE* detektori omogućavaju rad u sledećim režimima: kompozicijskom (kontrast na osnovu elektronske gustine materijala), topografskom (kontrast na osnovu visine, tj. udaljenosti od objektiva) i *shadow* režimu (koji omogućava rad u niskom vakuumu). I dokle god je u režimu stvaranja slike, mikroskop skenira izabranu površinu uzorka po rasterskoj mreži, programski zadatom brzinom.

S druge strane, rendgensko-spektrometrijske *EDS* i *WDS* analize mogu se izvršiti u pojedinačnoj tački, po mreži tačaka, duž jedne linije ili na izabranoj površini. Ovde treba napomenuti da izraz „tačka“ ne predstavlja matematičku tačku, već zonu interakcije nepomičnog elektronskog snopa i uzorka – trodimenzionalnu oblast oblika kapljice i promera reda veličine μm [3]. Dokle god je mikroskop u režimu *EDS/WDS* analize, tj. prikupljanja spektra rendgenskih zraka, zaustavljen je režim generisanja slike; mikroskop usmerava snop na izabranu tačku, liniju ili površinu, dokle detektor sakuplja, obrađuje i analizira signal rendgenskih zraka. Elektronski snop je tek po završetku *EDS/WDS* analize ponovo slobodan za generisanje slike. Što se *EDS* analize konkretno tiče, među njenim parameterima na ovom mestu ćemo istaći ukupno vreme analize i procesno vreme (vremensku konstantu). Ukupno vreme za pojedinačnu zonu analize uobičajeno se meri desetinama sekundi. Ono mora biti dovoljno dugo kako bi se dobila jasno definisana bazna linija rendgenskog spektra, u odnosu na koju će analitičar i/ili softver moći da definišu karakteristične linije prisutnih elemenata. Procesno vreme ili vremenska konstanta određuje udeo vremena tokom koga će *EDS* sistem obrađivati dolazni rendgenski signal, u smislu što preciznijeg određivanja energija rendgenskih zraka i tokom koga neće biti u režimu detekcije novopridošlih zraka. Tako se pri dugom procesnom vremenu dobijaju uski i dobro definisani spektralni maksimumi, ali na uštrb ukupnog broja impulsa na detektoru. Suprotno tome, pri kratkom procesnom vremenu sistem beleži spektar visokog intenziteta, ali slabije energetske rezolucije, tako da spektralna preklapanja između elemenata postaju više verovatna [6]. Praktično rečeno, sa povećanjem vremena potrebnog za obradu signala treba povećati i ukupno vreme analize, kako bi se dobili intenzivniji spektralni maksimumi i poboljšala statistička relevantnost spektralnih maksimuma minorno zastupljenih elemenata.

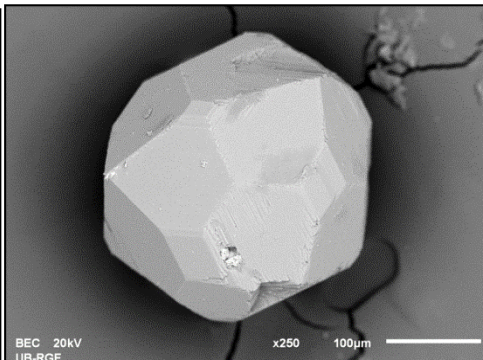
6. PRIMENA SEM ANALIZE

Skenirajuća elektronska mikroskopija, sa pripadajućim elektronskim, rendgenskim i svetlosnim detektorima, našla je praktično univerzalnu primenu u analizi čvrstih supstanci. Oblasti u kojima se primenjuje polaze od medicine, stomatologije i biotehničkih nauka, preko hemije, fizike, biologije i geonauka, zatim tehničko-tehnoloških nauka, pa sve do arheologije ili zaštite životne sredine. U ovom odeljku ćemo se, pre svega, ipak osvrnuti na primenu ove tehnike u istraživanju ležišta i pripremi mineralnih sirovina. U istraživanju ležišta mineralnih sirovina, *SEM* analiza u prvom redu predstavlja dopunu klasičnim mineraloško-petrološkim analizama. Sa

mogućnošću znatno većih uveličanja nego kod optičke mikroskopije, moguće je odrediti oblik, veličinu, zonarnost i druga svojstva mineralnih zrna u vezanom ili nevezanom geološkom materijalu (slike 1 i 2).

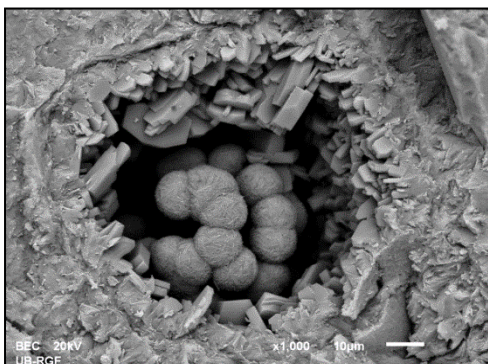


Slika 1. Polirani preparat Pb-Zn rude

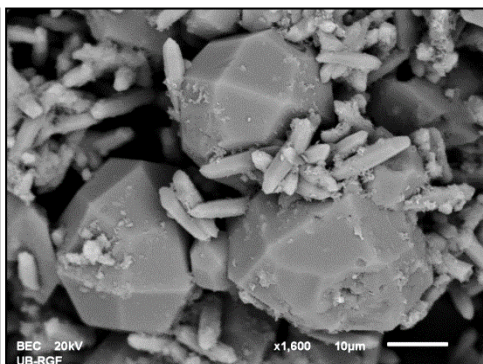


Slika 2. Kristal granata iz rečnog nanosa

U određenim slučajevima, već su način pojavljivanja i sama kristalna forma jasna indikacija nekih mineralnih vrsta, kao na primeru zeolitskih tufova na slikama 3 i 4.



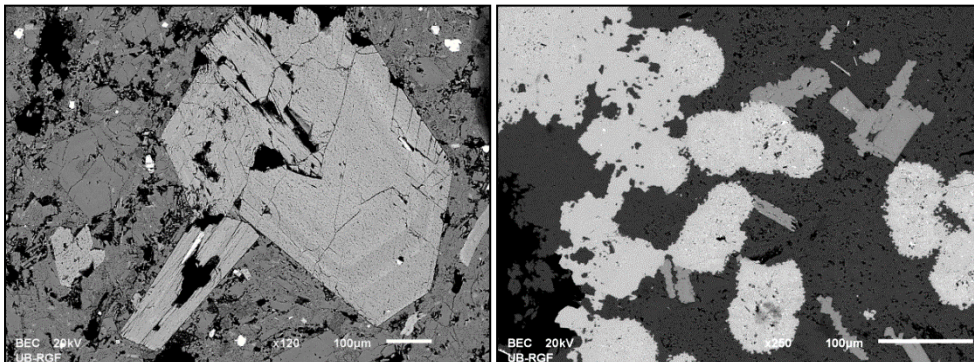
Slika 3. Zeolitski tuf sa klinoptilolitom i CT-opalom



Slika 4. Zeolitski tuf sa analcimom i kvarcom

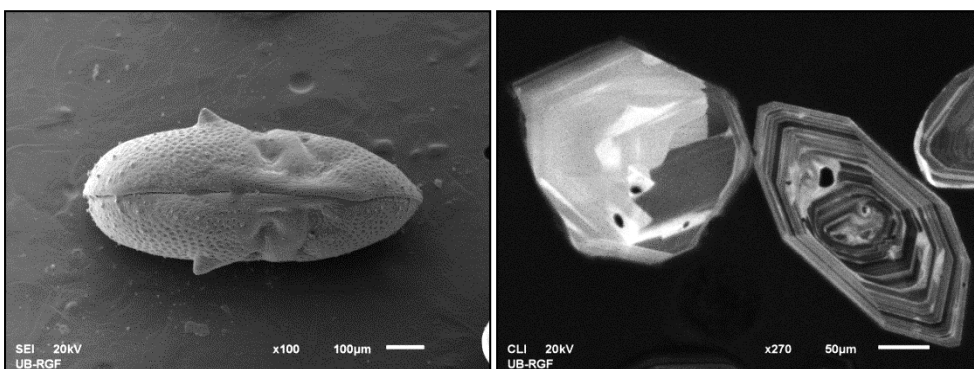
Pun doprinos mineraloško-petrološkim analizama ogleda se u kombinaciji mikroskopskih (*BSE*, *SE*) i rendgensko-spektrometrijskih metoda (*EDS*, *WDS*) [6]. To pruža mogućnost definisanja elementarnog hemijskog sastava minerala, sa granicom detekcije od oko 0,1 mas.% kod *EDS*-a, odn. oko 0,01 mas.% kod *WDS*-a i prostornom rezolucijom od oko 1-2 μm. Osim kod homogenih mineralnih zrna, ovakvi podaci su vrlo značajni kod minerala sa izraženom zonarnošću, što može da pruži informacije o uslovima nastanka ispitivanog minerala, rude ili stene, ili informacije o načinu koncentrisanja korisnih i primesnih komponenata (slike 5 i 6). Ukoliko instrument ima ugrađen i *EBS*D detektor, tada je pored hemijske moguća i kristalografska identifikacija minerala, analogno rendgenskoj difrakciji na monokristalu. Ovde valja naglasiti da je za dobijanje jasnih difrakcionih linija, a

samim tim i za uspešnu *EBS*D analizu, potrebno pripremiti jako dobro ispolirane preparate.



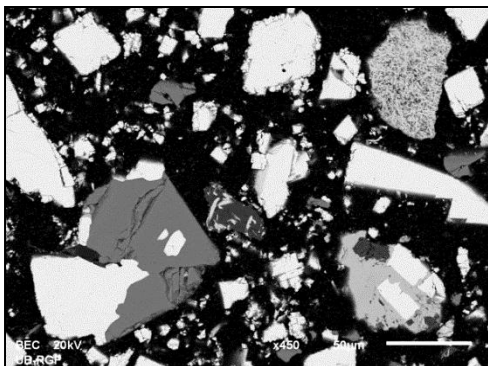
Slika 5. Zonarnost kod magmatskih amfibola **Slika 6.** Sfalerit sa Pb-Sb inkluzijama

Ne mali značaj *SEM* tehnika ima i u hronostratigrafskim i geohronološkim ispitivanjima. Ispitivanje finih detalja na makrofosilima, a naročito ispitivanje i identifikacija mikrofosila (slika 7) i njihovih asocijacija, može da pruži jasnu indiciju kom hronostratigrafskom odeljku pripada ispitivana sedimentna stena, odn. ležište. Sa druge strane, pri ispitivanju magmatskih i metamornih stena i sa njima genetski vezanih ležišta, neophodni korak u određivanju izotopske starosti cirkonskih zrna je definisanje njihovih zona rasta pomoću katodoluminescencije (slika 8).

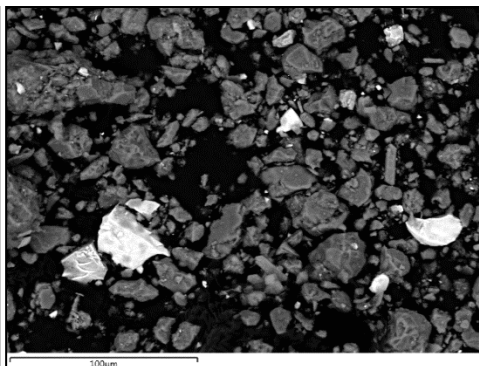


Slika 7. Mikrofosil ostrakode **Slika 8.** Katodoluminescentni snimak cirkona

Značajna oblast primene *SEM* tehnike je i pri analizi rudnih koncentrata i flotacijske jalovine (slike 9 i 10). Pored drugih analitičkih metoda, koje pružaju sumarne informacije o hemijskom, mineralnom i granulometrijskom sastavu na nivou celog uzorka, *SEM* omogućava i jasnu vizualizaciju ispitivanog materijala na µm ili submikrometarskom nivou. Analizom *BSE* snimaka ili mapa raspodele hemijskih elemenata dobijenih *EDS* tehnikom, moguće je odrediti oblik, veličinu i stepen oslobođenosti zrna pojedinačnih mineralnih vrsta, a takođe i ispitati njihovo međusobno srastanje. Analizom većeg broja snimaka i statističkom obradom dobijenih podataka, dobijaju se vredne informacije o kvalitetu procesa flotacije.



Slika 9. Olovni rudni koncentrat



Slika 10. Flotacijska jalovina

7. ZAKLJUČAK

Skenirajuća elektronska mikroskopija predstavlja značajno proširenje i komplementarnu tehniku optičkoj mikroskopiji, spuštajući razmeru ispitivanja do mikrometarskih i nanometarskih veličina. Opremljen rendgenskim spektrometrima, SEM omogućava određivanje elementarnog hemijskog sastava minerala, sa granicom detekcije od oko 0,01-0,1 mas.% i prostornom rezolucijom od oko 1-2 µm. Zavisno od konfiguracije instrumenta, moguće je izvršiti različite tipove analize, prilagođavajući instrumentalne parametre i metode pripreme tako da daju optimalne rezultate za datu vrstu uzoraka. U istraživanju ležišta i pripremi mineralnih sirovina, SEM analiza može da pruži konkretne kvalitativne i kvantitativne informacije, kao i jasan vizuelni uvid o obliku, veličini, zonarnosti, hemijskom sastavu, stepenu oslobođenosti i međusobnom srastanju mineralnih zrna, ali i o drugim svojstvima geoloških i tehnogenih materijala.

LITERATURA

- [1] Egerton R.F. Physical principles of electron microscopy. New York: Springer Science + Business Media Inc., 2005.
- [2] Wang Z.L., Liu Y., Zhang Z. Handbook of nanophase and nanostructured materials, Volume II: Characterization. New York: Springer, 2002.
- [3] Reed S.J.B. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology. New York: Cambridge University Press, 2005.
- [4] Boggs S., Krinsley D. Application of cathodoluminescence imaging to the study of sedimentary rocks. New York: Cambridge University Press, 2006.
- [5] Heu R., Shahbazmohamadi S., Yorston J., Capeder P. Target material selection for sputter coating of SEM samples. *Microscopy Today*, 2019, 27(4): 32-36.

CIP - Каталогизација у публикацији
Народна библиотека Србије, Београд

622(082)
502/504(082)

СИМПОЗИЈУМ са међународним учешћем "Рударство" (14 ; 2023 ; Златибор)

Održivi razvoj u rudarstvu i energetici : zbornik radova / 14. simpozijum sa međunarodnim učešćem "Rudarstvo 2023" = Sustainable development in mining and energy : proceedings = 14th Symposium with International Participation "Mining 2023", Zlatibor 30. maj - 2. jun 2023. ; [organizatori Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina [i] Privredna komora Srbije] ; [urednik, editor Miroslav Ignjatović]. - Beograd : Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, 2023 (Beograd : Akademska izdanja). - 401 str. : ilustr. ; 25 cm

Tiraž 180. - Bibliografija uz većinu radova. - Abstracts.

ISBN:978-86-80420-27-1

а) Рударство -- Зборници б) Животна средина -- Заштита -- Зборници

COBISS.SR-ID:116330505