

1 Röntgenspektrometer-Zusatz
2 Meßgeräteschrank

Bild 1 ELMISKOP IA mit Röntgenspektrometer-Zusatz

Verwendung

Der Röntgenspektrometer-Zusatz (Bild 1) ergänzt die Einrichtung für Röntgenmikroanalyse (RMA) zum ELMISKOP IA und I. Er ermöglicht auf dispersivem Wege die quantitative Elementaranalyse elektronenmikroskopischer Objekte bei gleichzeitiger Abbildung der zu analysierenden Objektstelle in Durchstrahlung. Der Analysenbereich umfaßt die Elemente ab Ordnungszahl 12. Hierfür beträgt die Nachweisgrenze mindestens 10^{-14} g.

Der Röntgenspektrometer-Zusatz ist vor allem für reine und angewandte Forschung im Bereich der Festkörperphysik, der Chemie, der Metallurgie, der Mineralogie und der Meteorologie von Interesse. In der Industrie kann er in der Fertigungs- und Qualitätskontrolle mit Erfolg eingesetzt werden.

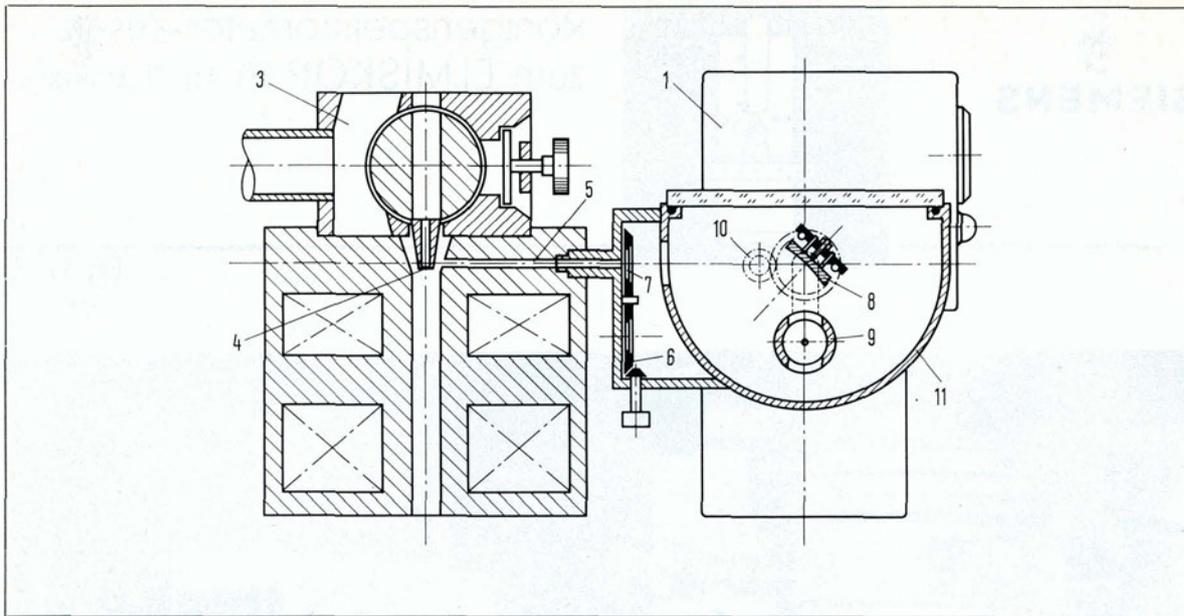
Erfahrungen bei der Anwendung von Röntgen-Mikrosonden zeigen, daß die Röntgen-Mikroanalyse mit dem Spektrometer-Zusatz auch einen — wenn auch beschränkten —

Anwendungsbereich in der Biologie und Medizin findet, und zwar dort, wo die Analysesubstanz in ausreichender Konzentration in den Gewebeschnitten vorhanden oder zu erwarten ist.

Spezielle Anwendungsgebiete sind in der Metallkunde u. a. die Untersuchung von Ausscheidungen und Einschlüssen, die Phasenbildung, die Entmischung von Legierungen, Diffusions- und Korrosionsvorgänge. Auch Farben, Lacke und Schutzschichten können mit Hilfe des Spektrometer-zusatzes mikroanalytisch untersucht werden.

Ähnliche Probleme treten auch bei Nichtmetallen auf, z. B. in der Glas-, Keramik-, Mineralstoff-, Halbleiter-, Kunststoff- und Gummiindustrie sowie bei der Entwicklung neuer Werkstoffe, in der Raumfahrt und Raketen-technik sowie Reaktorforschung.

Im Bereich der Biologie und Medizin wurden z. B. Knochen, Zähne, Netzhäute von Augen und Blutsbstanz mit Erfolg untersucht.



- | | |
|--------------------------------------|----------------------|
| 1 Röntgenspektrometer-Zusatz | 7 Filterfenster |
| 3 Mikroskopröhre | 8 Analysatorkristall |
| 4 Objekt | 9 Detektor |
| 5 Stereobohrung | 10 Vorgelege |
| 6 Anschlußflansch mit Filterwechsler | 11 Spektrometerwanne |

Bild 2 Schematischer Aufbau des Röntgenspektrometer-Zusatzes

Arbeitsweise

Der Elektronen-Feinstrahl (2 bis 3 μm Durchmesser) trifft auf das in einer speziellen Objektpatrone befindliche Objekt (4) und löst dort die für jedes Element in der Probe charakteristische Röntgenstrahlung aus. Die einem bestimmten chemischen Element eindeutig zugeordneten Röntgenlinien werden nach ihren Reflexionswinkeln und ihrer relativen Intensität mit dem Spektrometer gemessen und ermöglichen dadurch qualitative und quantitative Analysen des von den Elektronen durchstrahlten Objektbereiches.

Die in das Spektrometer eintretende Strahlung durchsetzt das Fenster (7) im Filterwechsler (6) und trifft auf den konkav-gekrümmten semifokussierenden Analysatorkristall (8). Dieser „reflektiert“ eine Strahlung der Wellenlänge λ , die für ein bestimmtes Element charakteristisch ist, konvergent in den Detektor (9), falls der Kristall unter dem Winkel θ zur Richtung der einfallenden Strahlung geneigt ist (Bild 2). Wellenlänge λ , Winkel θ und Netzebenenabstand d des Analysatorkristalls müssen dabei der Bragg'schen Gleichung

$$2 d \sin \theta = n \lambda \text{ genügen.}$$

Der kreisförmig gebogene Analysatorkristall sorgt für eine zur Analyse ausreichende Bündelung und Intensität der in das Zählrohr reflektierten Strahlung. Um den gesamten ausnutzbaren Winkelbereich des Spektrometer-Zusatzes bei möglichst günstigen Intensitätsverhältnissen überstreichen zu können, sind sechs Analysatorkristalle auf einem stabförmigen Kristallwechsler angeordnet. Als Strahlendetektoren können ein Durchflußzählrohr oder ein abgeschmolzenes Proportionalzählrohr benutzt werden. Sie sind in einem rohrähnlichen Zählrohrwechsler befestigt.

Ein Vorgelege (10) sorgt für die erforderliche Drehung von Kristall und Zählrohr sowie für die genaue Einhaltung der Winkelbedingung 1 : 2 zwischen Kristall- und Zählrohrstellung.

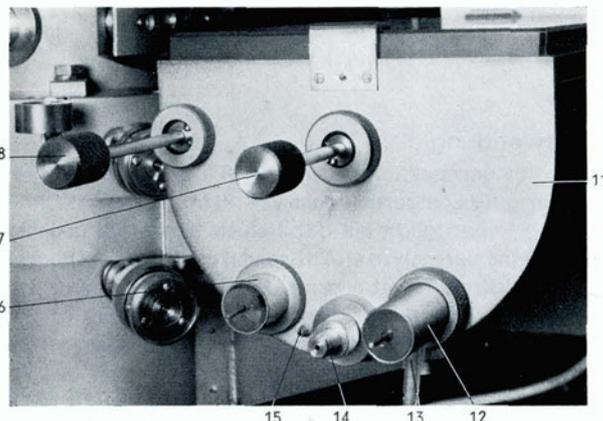
Für die dispersive Analyse erübrigt sich der Einsatz von Absorptionsfiltern zum Trennen benachbarter Elemente. Trotzdem ist für ganz spezielle Probleme die Möglichkeit geschaffen, Filter nach eigener Wahl zu verwenden.

Mit dem Spektrometer-Zusatz können auch nichtdispersive Analysen durchgeführt werden. Dabei treten die Röntgen-

strahlen direkt in das Zählrohr ein und werden nach Impulshöhen im Meßgeräteschrank zu einem Energiespektrum verarbeitet (Verfahren wie bei der RMA).

Aufbau

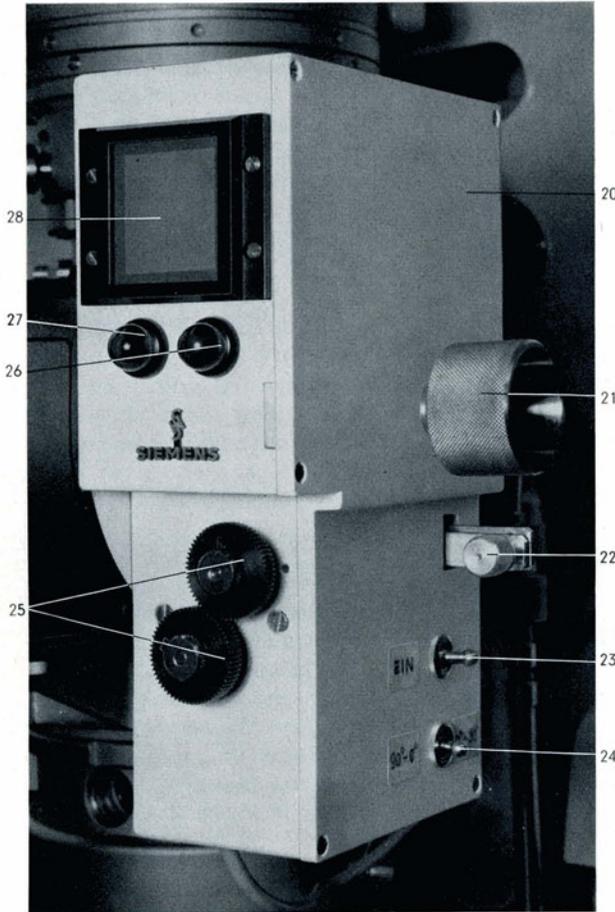
Der Spektrometer-Zusatz besteht aus einer Spektrometerwanne mit Getriebekasten, einem Anschlußflansch mit Filterwechsler und aus Befestigungsteilen. Die evakuierbare Spektrometerwanne (11) enthält den Kristallwechsler (33) mit sechs Analysatorkristallen und einen Zählrohrwechsler mit zwei Zählrohren (Bild 5). Kristalle und Zählrohre lassen sich unter Vakuum wechseln und drehen. Die Wanne ist oben mit einer Bleiglasscheibe abgedeckt, die durch Atmosphärendruck fest gegen eine Dichtung gepreßt wird. Auf der linken Stirnseite sind die Anschlußstecker für die Strahlendetektoren und die Stelltriebe für den Zählrohrwechsler und den Kristallwechsler angebracht (Bild 3).



- | |
|---|
| 11 Spektrometerwanne |
| 12 Zählrohrstecker für das Durchflußzählrohr |
| 13 Anschlußstutzen für das Zählrohrgas |
| 14 Belüftungsventil für die Spektrometerwanne |
| 15 Austrittsstutzen für das Zählrohrgas |
| 16 Zählrohrstecker für das Proportionalzählrohr |
| 17 Kristallwechslertrieb |
| 18 Zählrohrwechslertrieb |

Bild 3 Anschlüsse und Stelltriebe auf der linken Stirnseite der Spektrometerwanne

An der rechten Stirnseite des Spektrometergehäuses ist der Getriebekasten (20) befestigt, in dem sich auch der Antriebsmotor befindet (Bild 4). Außerdem enthält der Getriebekasten eine optische Ableseeinrichtung für den Reflexionswinkel 2θ . Eine fest mit der Kristallwechslerachse verbundene Trommelskala wird auf die Mattscheibe (28) projiziert. Die projizierte Skala ist mit einem Nonius versehen, so daß der Reflexionswinkel 2θ auf $1/5^\circ \triangleq 12'$ genau eingestellt und abgelesen werden kann.



- 20 Getriebekasten
- 21 Stelltrieb für Handantrieb
- 22 Umschalthebel für Motor- und Handantrieb
- 23 Schalter für Motorantrieb
- 24 Schalter für Motordrehrichtung
- 25 Wechselläderpaar für Motorantrieb
- 26 Kontroll-Lampe (grün) für Motorbetrieb
- 27 Kontroll-Lampe (rot) für Belüftung
- 28 Anzeigefenster

Bild 4 Getriebekasten an der Spektrometerwanne

Unterhalb des Ablesefensters sind zwei Kontroll-Lampen (26) und (27) angebracht, die den Betriebszustand des Spektrometers anzeigen. Die rote Lampe (27) leuchtet auf, wenn das Spektrometer belüftet ist, die grüne Lampe (26) zeigt Motorbetrieb an.

Darunter sind zwei Zahnräder (25) für verschiedene Vorschubgeschwindigkeiten bei Motorantrieb zugänglich. Z. T. sind Zahnradsätze für sieben Geschwindigkeitsstufen zwischen $2\theta/t = 1/4^\circ/\text{min}$ und $4^\circ/\text{min}$ vorgesehen. Zum Umschalten von Motor- auf Handschnellantrieb ist seitlich ein Umschalthebel (22) angebracht. In Stellung „Handschnellantrieb“ ist die den Kristall antreibende Achse vom Getriebe entkuppelt. Der Spektrometerwinkel kann in dieser Stellung durch Drehen des Triebes (21) schnell von Hand geändert werden. In Stellung „Motorantrieb“ kann, wenn das obere Zahnrad durch ein mitgeliefertes Handrad ersetzt wird, der Kristallwinkel von Hand sehr genau eingestellt werden.

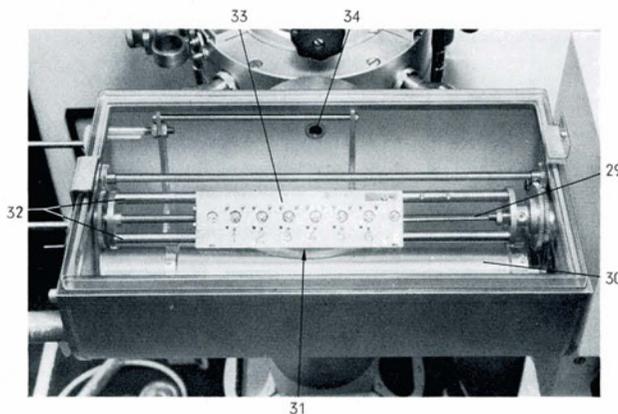
In Stellung „Motorantrieb“ wird der Antrieb am Schalter (23) ein- und ausgeschaltet. Die Drehrichtung des Motors kann an einem zweiten Schalter (24) geändert werden. Durch zwei Nockenkontakte wird gewährleistet, daß der Motor bei Motorantrieb in den Stellungen $2\theta = 0^\circ$ und $2\theta = 180^\circ$ automatisch ausgeschaltet wird.

Mit der Mikroskopröhre ist der Spektrometer-Zusatz über einen Anschlußflansch verbunden, der anstelle des Stereotriebs eingesetzt wird. Der Anschlußflansch enthält einen Filterwechsler mit drei Filterfenstern und einem Befenster als Vakuumabschluß. Die vier Stellungen der Filterwechslerscheibe werden durch eine Kugelraste fixiert. Betätigt wird der Filterwechsler durch Drehen des Triebes (38) am Anschlußflansch.

Dicht vor dem Analysatorkristall ist eine Schneidenblende so angeordnet, daß die Röntgen-Primärstrahlung bei kleinen Winkeln θ nicht in das Zählrohr eintreten kann. Auf diese Weise wird der Analysenbereich der einzelnen Kristalle erweitert.

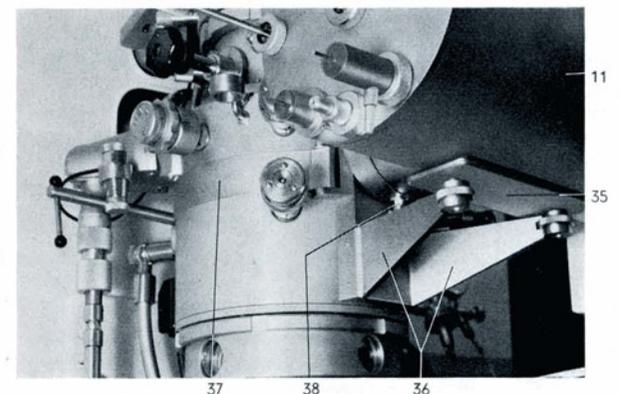
Die Spektrometerwanne ruht mit den Stützen (36) auf dem Tisch (35) und ist am Metallband (37) befestigt (Bild 6). Das Metallband umfaßt die Mikroskopröhre unterhalb des Objektivs.

Auf Wunsch kann der **Meßgeräteschrank** mit einem **Detektorumschalter** für zwei Detektoren bestückt, ein zweiter Vorverstärker und eine Fernbedienungs-vorrichtung mit 5 m langem Anschlußkabel zum Spektrometer mitgeliefert werden. Dann entfällt das Umstecken des Zählrohrkabels des einen Vorverstärkers sowie das un-



- 29 Achse zum Verschieben des Kristallwechslers
- 30 Zählrohrgehäuse
- 31 Zählrohrfenster
- 32 Kristallwechslerführung
- 33 Kristallwechsler
- 34 Strahleneintrittsöffnung

Bild 5 Spektrometerwanne mit Kristallwechsler und Zählrohrwechsler



- 11 Spektrometerwanne
- 35 Befestigungstisch
- 36 Spektrometerstützen
- 37 Befestigungsband
- 38 Trieb zum Betätigen des Filterwechslers

Bild 6 Befestigung des Spektrometer-Zusatzes an der Mikroskopröhre

bequeme Umschalten auf den zweiten Detektor. Die Fernbedienungsrichtung läßt sich vom Mikroskopiker in sitzender Stellung bequem mit der linken Hand bedienen, weil sie vorn an der linken Zange des Mikroskopisches zusammen mit dem einen oder den beiden Vorverstärkern befestigt ist. Außerdem entfällt bei dieser Ausführung die Wartezeit für das Anheizen der Vorverstärker (etwa 30 Minuten).

Technische Daten

Elektronenoptische Abbildung

| | |
|--|---|
| Kleinster bestrahlbarer Objektbereich | mit Haarnadel-Kathode 2 μm ϕ mit Spitzkathode 1,3 μm ϕ |
| Objektivbrennweite | 8,5 mm |
| Punktauflösungsvermögen | < 100 Å |
| Förderlicher Vergrößerungsbereich | etwa 70 bis 15 000 \times |
| Max. erreichbare Vergrößerung bei 40 kV | etwa 110 000 \times |
| Max. erreichbare Vergrößerung bei 100 kV | etwa 50 000 \times |

Röntgenmikroanalyse

| | |
|--|--|
| Strahlspannung | 40, 60, 80, 100 kV |
| Einstellbarer Strahlstrom | 0 bis 60 μA |
| Mit Feinstrahlkondensator bestrahlter Objektbereich | wie unter „Elektronenoptische Abbildung“ angegeben |
| Analysenbereich | alle Elemente ab Ordnungszahl 12 |
| Ausgenutzte charakteristische Röntgenstrahlung | K-, L- und M-Spektrum |
| Nachweisgrenze für reine Elemente im Analysenbereich | mindestens 10^{-14} g |
| Spektrometer-Einstellbereich 2θ | 0 bis 180° |
| Nutzbarer Winkelbereich 2θ | 6 bis 140° |
| Winkelablesetoleranz und Reproduzierbarkeit ($\Delta 2\theta$) | $1/5^\circ = 12'$ |
| Anschlußspannung des Antriebsmotors | 220 V, 50 oder 60 Hz |
| Krümmungsradien der Kristalle | |
| LiF 1 | 1064 mm |
| LiF 2 | 761 mm |
| LiF 3 | 543 mm |
| LiF 4 | 388 mm |
| LiF 5 | 278 mm |
| Gips 6 | 597 mm |
| Einstellbare Winkelgeschwindigkeiten ($2\theta/t$) | |
| für 50 Hz: | $1^\circ/\text{min}$, $2^\circ/\text{min}$, $3^\circ/\text{min}$, $4^\circ/\text{min}$, $1/2^\circ/\text{min}$, $1/3^\circ/\text{min}$, $1/4^\circ/\text{min}$ |
| für 60 Hz: | $1^\circ/\text{min}$, $1/2^\circ/\text{min}$, $1/3^\circ/\text{min}$, $1/4^\circ/\text{min}$ |

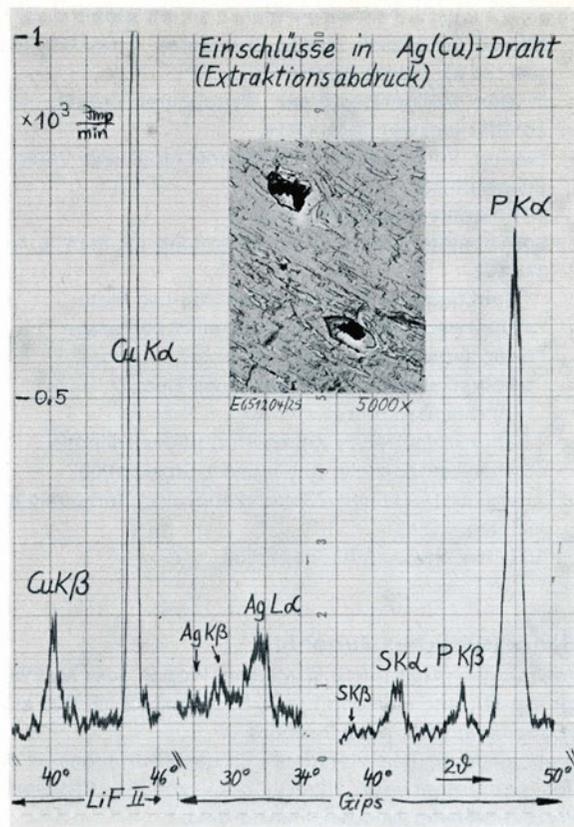


Bild 7 Analysen von Einschlüssen in Silber-Kupferdrähten (97% Ag, 3% Cu). Ergebnis: Kupferphosphid mit geringem Anteil von Kupfer-(Silber-) Sulfid. Die Spektren wurden von $2\theta = 38^\circ$ bis $2\theta = 46^\circ$ mit LiF als Analysatorkristall und von $2\theta = 27^\circ$ bis $2\theta = 34^\circ$ sowie von $2\theta = 38^\circ$ bis $2\theta = 50^\circ$ mit einem Gips-Analysatorkristall geschrieben.

Bestrahlter Bereich: etwa $3\mu\text{m}$ Durchmesser (im Mittelpunkt des Strahles eines der im Bild dargestellten Teilchen)

Strahlspannung: 80 kV

Strahlstrom: 30 μA

Kohleabdruck, durch Ag-Ätzmittel von der Probe abgehoben, wobei die Einschlüsse extrahiert wurden.

Lieferumfang

a) Einrichtung für Röntgenmikroanalyse mit Spektrometer (RMAS), L.-Nr. 172 100:

1 Meßgeräteschrank, bestehend aus fahrbarem $19''$ -Bodengestell mit Blindplatte, Anschlußleiste, Linearverstärker, Diskriminator für Handbetrieb, Hochspannungserzeuger, Mittelwertmesser, Impuls-Zeit-Zähler, Impulsspektroskop, KOMPENSOGRAF und Fotovorsatz für Kleinbildkamera;

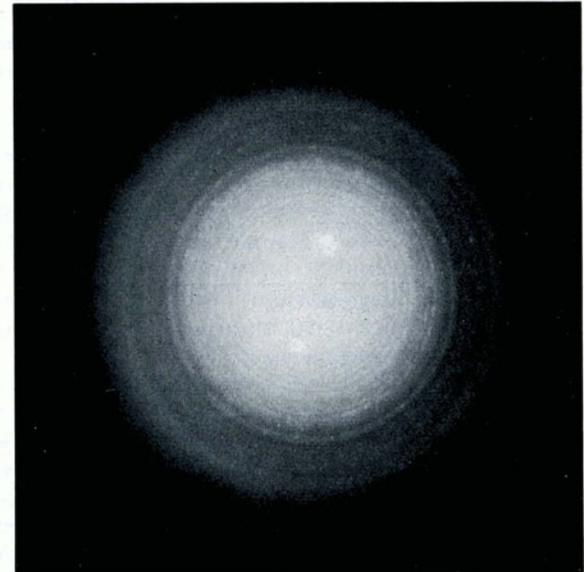
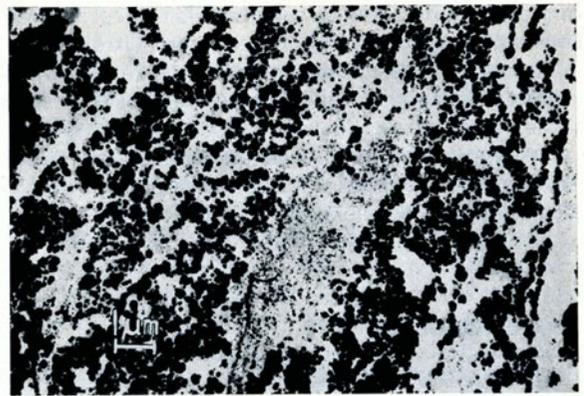
1 Spektrometerzusatz bestehend aus:

- 1 Spektrometerwanne mit Getriebe und Motor,
- 1 Filterwechsler für 3 Filter und mit 1 Be-Fenster (jedoch ohne Filter),
- 1 Befestigungsband mit Stütze und Tisch,
- 1 Durchflußzählrohr,
- 1 abgeschmolzenen Xenon-Proportionalzählrohr,
- 6 Analysatorkristallen (5 LiF- und 1 Gipskristall),
- 1 Vorverstärker mit Zählrohrkabel und Versorgungsleitung,
- 1 Durchflußmesser mit 2 Gummiriemen,
- 10 m PVC-Schlauch für Gaseinlaß

Zubehör zum ELMISKOP:

- 1 Objektverstelltisch für RMA,
- 1 Objektpatrone für RMA für 2,4-mm-Präparatblenden und -Netze,
- 2 Präparat-Einlochblenden aus Ti (Lochdurchmesser $70\mu\text{m}$)

- b) Einrichtung für Röntgenmikroanalyse mit Spektrometer (RMAS) für Betrieb zweier Detektoren, L.-Nr. 172 101: wie bei a), jedoch zusätzlich:
 in den Meßgeräteschrank eingebauter Detektorumschalter für zwei Detektoren,
 zweiter Vorverstärker mit Zählrohrkabel und Versorgungsleitung,
 1 Fernbedienungsrichtung
- c) Spektrometerzusatz (S) zur Einrichtung für RMA, L.-Nr. 172 102:
 1 Spektrometerwanne mit Getriebe und Motor,
 1 Filterwechsler für 3 Filter und mit 1 Be-Fenster (jedoch ohne Filter),
 1 Befestigungsband mit Stütze und Tisch,
 1 Durchflußzählrohr,
 1 abgeschmolzenes Xenon-Proportionalzählrohr,
 6 Analysatorkristalle (5 LiF- und 1 Gipskristall),
 1 Vorverstärker mit Zählrohrkabel und Versorgungsleitung,
 10 m PVC-Schlauch für Gaseinlaß



Handelsübliches Zubehör

Zählrohrgas (Argon + 10 % Methan, Propan oder Methan für die leichten Elemente): z. B. 50-l-Flaschen mit 200 atü von Fa. Knapsack, Werk Duisburg,
 Druckminderer (Reduzierventile für das Zählrohrgas): z. B. von Fa. Drägerwerk, Lübeck, oder von Fa. Knapsack, Werk Griebenheim Autogen, Frankfurt/Main

Literatur

Als Arbeitsliteratur wird u. a. empfohlen:
 K. Sagel: „Tabellen zur Röntgen-Emissions- u. Absorptions-Analyse“, Springer-Verlag
 E. A. W. Müller: „Wellenlängen- und Winkeltafeln zur Röntgenspektralanalyse“, Bestell-Nr. SH 7939
 E. A. W. Müller: „Die Schwächung von Röntgenstrahlen im Wellenlängenbereich 0,01 μm bis 10 μm “, „ATM“, Februar 1956, Seite 37 und 38 und Mai 1956, Seite 107 bis 110

Bestellangaben

| | Listen-Nr. | Preis |
|--|------------|-------|
| Einrichtung für Röntgenmikroanalyse mit Spektrometer (RMAS) zum ELMISKOP I und IA, eingerichtet zum Betrieb eines Detektors | 172 100 | |
| Einrichtung für Röntgenmikroanalyse mit Spektrometer (RMAS) zum ELMISKOP I und IA, eingerichtet zum wahlweisen Betrieb zweier Detektoren | 172 101 | |
| Zum späteren Ausbau der Ausführung L.-Nr. 172 100 in die Ausführung L.-Nr. 172 101 für wahlweisen Betrieb zweier Detektoren werden benötigt: | | |
| Detektorumschalter, 19"-Einschub | 172 105 | |
| Vorverstärker mit Winkelstecker, 1,5 m langem Zählrohrkabel und 2,5 m langem Versorgungskabel | 172 106 | |
| Fernbedienungsrichtung mit 5 m langem Kabel | 175 172 | |
| Meßgeräteschrank vorbereitet für den Einbau eines Detektorumschalters, jedoch ohne Detektorumschalter | 172 104 | |
| Für die Nachrüstung der Einrichtung für Röntgenmikroanalyse (RMA) werden benötigt: | | |
| Spektrometerzusatz | 172 102 | |
| Präzisions-Linienschreiber KOMPENSOGRAPH 288 x 288 in Tischgehäuse, mit Anschlußleiste, Anschlußkabel und Netzleitung, zum Anschluß an 19"-Meßgeräteschränke | 175 072 | |

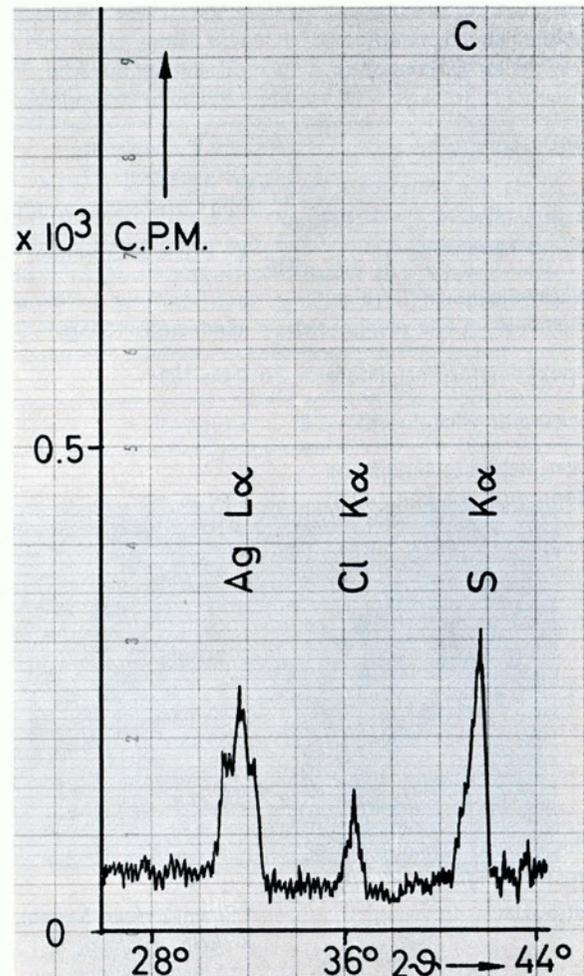
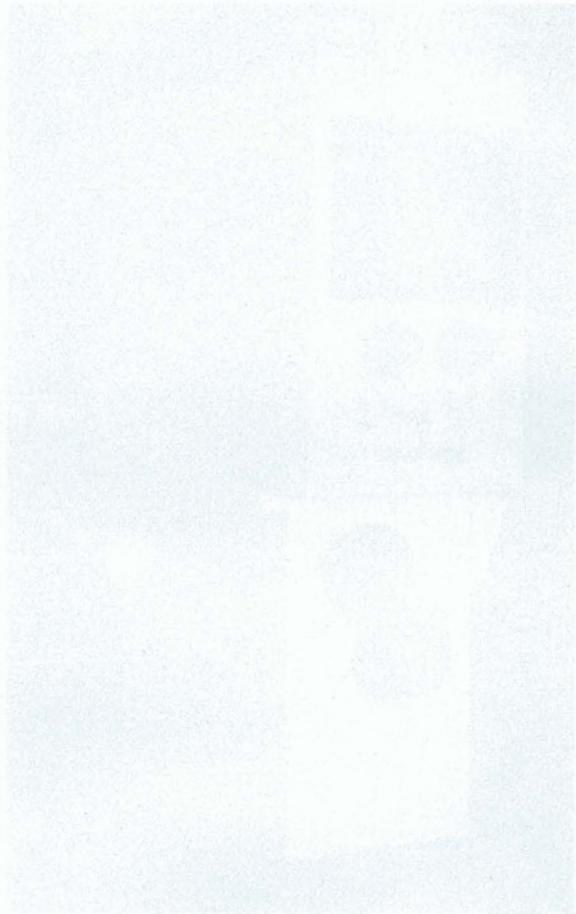


Bild 8 Durchstrahlungs- und Beugungsdiagramm sowie Röntgenspektrogramm eines Kontaktbelags, enthaltend Silberchlorid und Silbersulfid



SIEMENS & HALSKE AKTIENGESELLSCHAFT
WERNERWERK FÜR MESSTECHNIK