

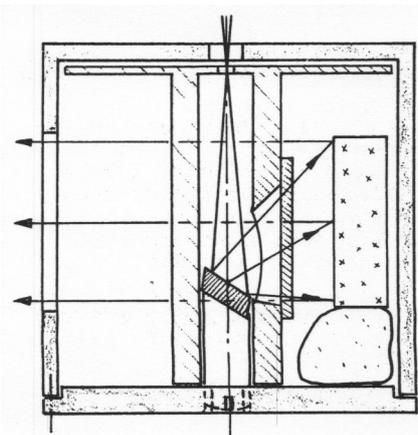
Röntgenbox

Die Röntgenbox ist eine von Richard Eckert 1982 entwickelte Kammer [1], [2] zur RFA im REM (Röntgenfluoreszenzanalyse im Rasterelektronenmikroskop). Der primäre Elektronenstrahl trifft hierbei auf eine Metallplatte oder Metallfolie und löst dort Röntgenstrahlung aus, die den zu untersuchenden Prüfling beleuchtet. Dieser wird so zur Aussendung eigener charakteristischer Röntgenstrahlung angeregt, bleibt aber frei von Elektronenbeschuss. Damit bleibt sein Spektrum frei von der breitbandigen Elektronenbremsstrahlung. Wird nun die charakteristische Strahlung des Prüflings von einem am REM angeschlossenen EDX-Gerät (energiedispersiver Röntgenanalysator) analysiert, so ergeben sich um ein bis zwei Zehnerpotenzen niedrigere Nachweisgrenzen. Verglichen mit der sonst üblichen Elektronendirektanregung ergibt sich

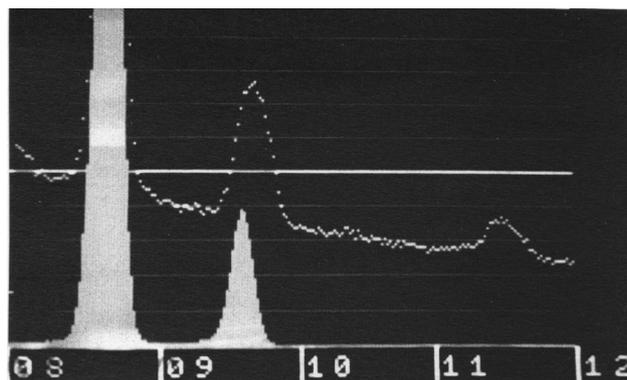
| | RFA mit Röntgenbox | Elektronendirektanregung |
|---|---|--------------------------|
| Erforderlicher Strahlstrom | 1 μA | 0,3 nA |
| Ortsauflösung | 5 mm (weitgehender Verzicht) | 1 μm |
| Tiefeninformation | 2 μm bis 1 mm je nach Prüfling | 1 μm |
| <hr/> | | |
| Entdecken monokristalliner Bereiche | ja | nein |
| Quantitative Analyse der Oberflächenschicht von | 2 μm bis 10 μm [6] | 1 μm |
| Nachweisgrenze | 500 ppm bis 1 ppm je nach Prüfling [3], [7] | 500 ppm |
| <hr/> | | |
| Notwendige Probenvorbereitung: | | |
| 1. Entfernen von Oxidschichten | nicht erforderlich | ja |
| 2. Metallisieren isolierender Oberflächen | nein | ja |

Hierbei ist die Röntgenbox als Einbahnstraße für Elektronen gestaltet. Die Röntgenquelle beleuchtet möglichst nur den Prüfling. Gestreute Röntgenstrahlung wird von den Wänden der Röntgenbox absorbiert [4]. Für Versuche mit höherer Strahlenergie läßt sich die Spannung des REM mit einer Zusatzspannung erhöhen [5].

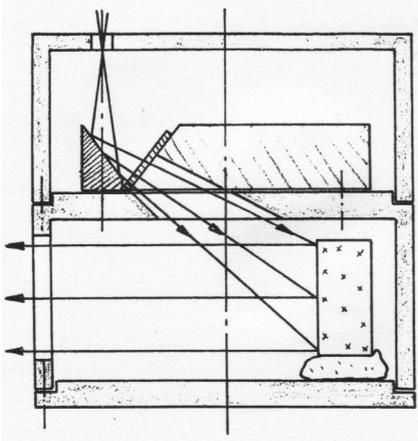
1. Röntgenbox als Eckenaufbau mit massiver Anode und Filterkörper: Der Prüfling befindet sich seitlich der Elektronenstrahlachse. Der EDX-Detektor benötigt einen größeren Schwenkwinkel oder ist mit einem Gelenk schwenkbar zu gestalten. Die Anode ist ein kleines ovales Metallplättchen, auf einen Metallstift aufgeklebt. Hier können beliebige Metalle als Anode dienen. Auf die Anode aufgesteckt ist ein Röhrchen mit einer größeren seitlichen Öffnung zum Austritt der freigesetzten Röntgenstrahlung in Richtung Prüfling. Dieses Fenster ist mit einer Folie aus Kunststoff oder Metall abgedeckt. So können keine Elektronen den Prüfling treffen. Mit dieser Konstruktion wurden Erkenntnisse gewonnen, welche die spätere Röntgenbox mit Folienanode optimierten [8-12].



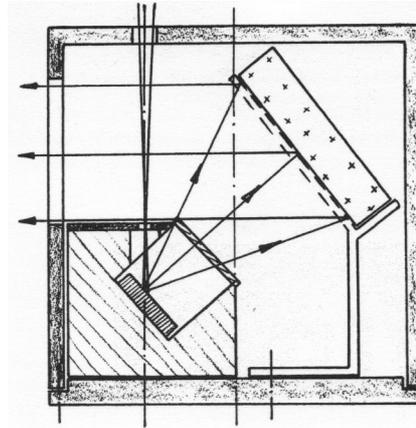
EDX-Spektrum von Zink in Glas. Weiß: Mit Röntgenbox, niedriger Untergrund, keine Störlinien. Gepunktet: Direktangeregt mit Bremsuntergrund und Störlinien (Gold(L)).



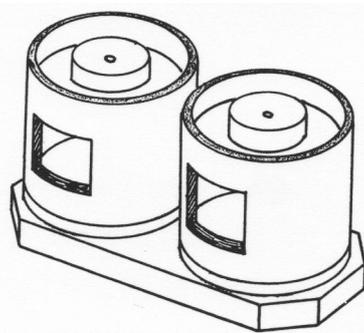
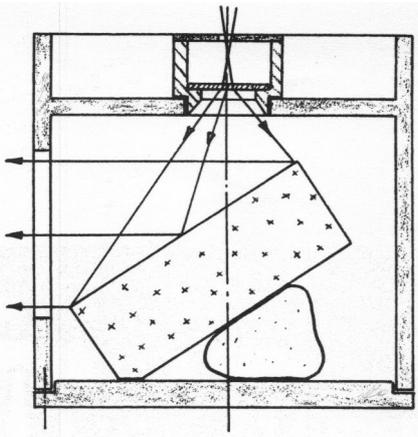
2. Röntgenbox als Zweikammeraufbau mit Massivnode und Filterkörper: Der Prüfling sitzt schräg unterhalb der Anode. Jedoch ist infolge des größeren Abstands Anode-Prüfling der Wirkungsgrad geringer.



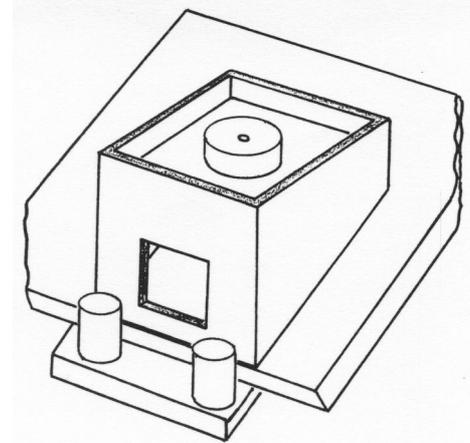
3. Röntgenbox als Einkammeraufbau mit Massivnode und Filterkörper: Der Prüfling sitzt schräg oberhalb der Anode. Im Anodenraum gestreute Elektronen Beeinträchtigen aber das Messergebnis.



4. Röntgenbox mit Folienanode: Die Anoden sind steckbare Teile gestaltet mit Metallfolien aus unterschiedlichem Material und verschiedener Dicke. Der Prüfling mit bis 1 cm² Fläche und bis zu 4mm Dicke sitzt direkt unter der Anode. Dadurch ist der Wirkungsgrad hoch. Für größere Teile bildet der Prüfling den Boden der Kammer.



Doppelbox für Vergleichsmessungen



Röntgenbox für große Prüflinge

- Literatur: [1] Eckert (1982) „X-ray fluorescence in the SEM with a stub target“, 10th Intern. Congr. on Electron Microscopy 1, 677-678
 [2] Eckert (1982) „Ein Röntgenfluoreszenz-Zusatz für die Spurenanalyse“, Beitr. Elektronenmikr. Direktabb. Oberfl. (BEDO) 15/1, 41-48
 [3] Eckert (1984) „RFA im REM: Spurenanalyse an Kunststoffen“ BEDO 17, 99-104
 [4] Eckert (1985) „RFA im REM: Bauformen der Röntgenbox“ BEDO 18, 85-92
 [5] Eckert (1985) „Eine Erweiterung des Hochspannungsbereichs am REM und ihr Einsatz in der Spurenanalyse“ BEDO 18, 93-96
 [6] Eckert (1986) „Schichtdickenbestimmung mit RFA im REM durch Messen der absorbierten Röntgenstrahlung“ BEDO 19, 125-132

- [7] Vehlow, Jürgen (1987) „Einsatz der Röntgenbox zur Analyse von E-Filterstäuben aus Müllverbrennungsanlagen“ BEDO 20, 131-136
- [8] R. Eckert und S. Steeb (1983) „X-ray excited fluorescence spectroscopy within SEM for trace analysis“, Microchim. Acta [Wien], Suppl. 10, 271-27
- [9] Eckert (1987) „Quantitative trace analysis with X-ray fluorescence in the scanning electron microscope“ Mikrochim. Acta [Wien] I, 193-200
- [10] Eckert (1983) „X-ray fluorescence analysis in the scanning electron microscope with a massive anode“ Scanning Electron Microscopy 1983/IV, 1535-1545
- [11] Eckert (1986) „X-ray fluorescence in the SEM – advantages in material analysis“, SCANNING, Vol 8, 232-238
- [12] Eckert (1986) Dissertation „Die Röntgenbox – Röntgenfluoreszenzanalysen im Raster-elektronenmikroskop“, Technische Universität Wien, Technisch-naturwissenschaftliche Fakultät