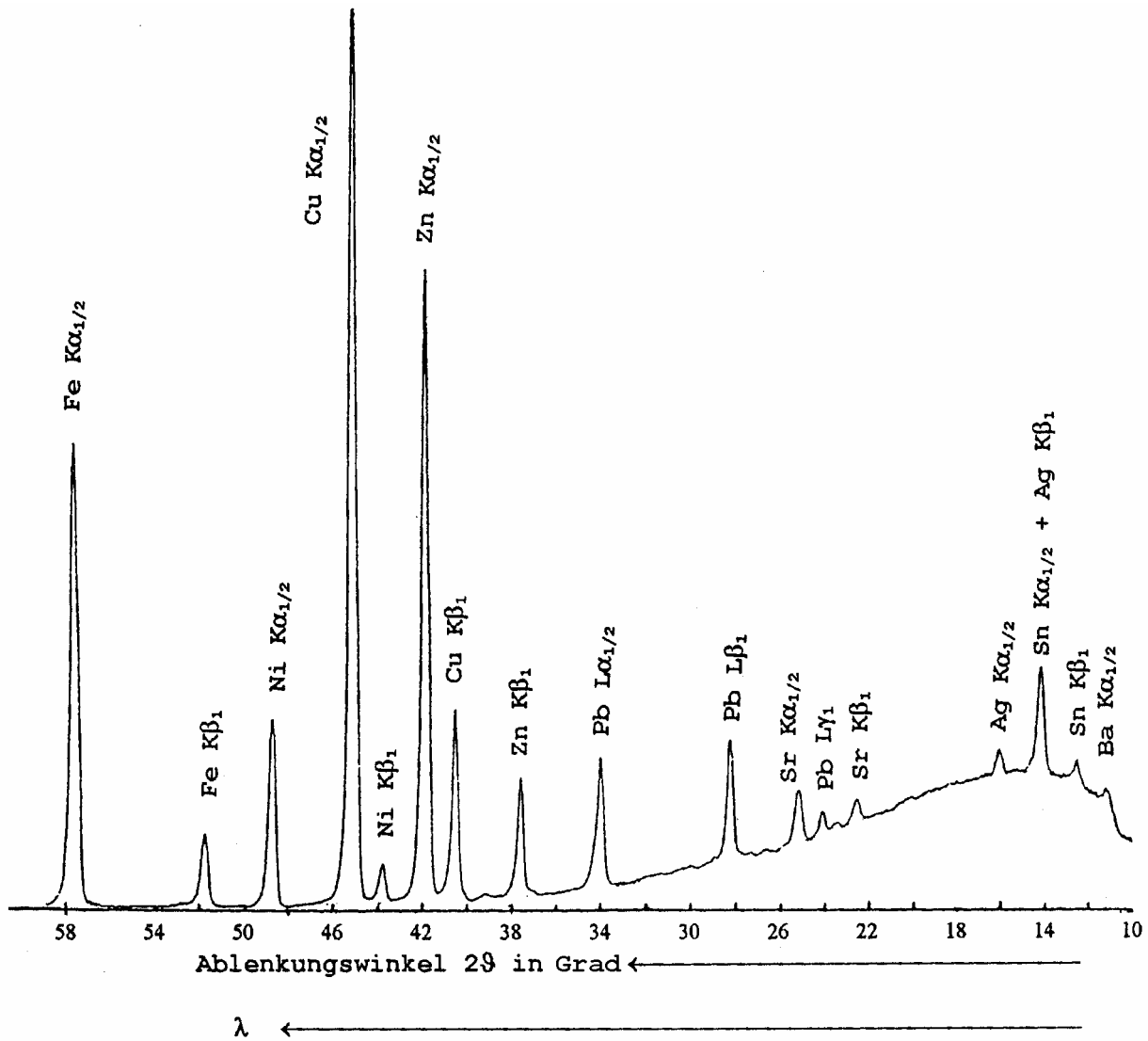
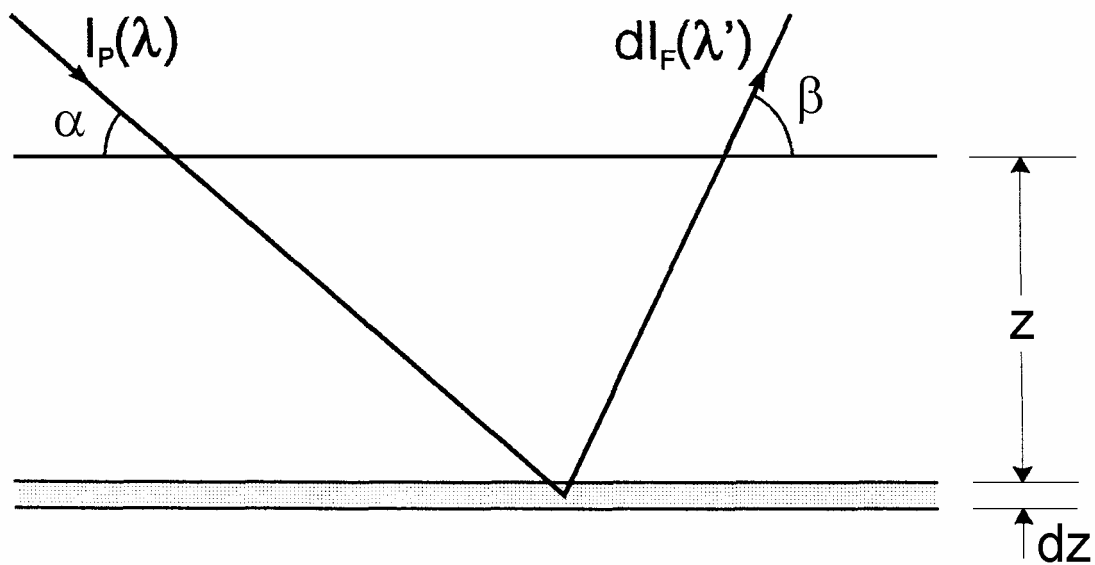


Fluoreszenzausbeute der K- und L-Serie als Funktion der Ordnungszahl. W_K (W_L) ist die Wahrscheinlichkeit, dass nach Ionisation der K- oder L-Schale ein K- oder L-Röntgenquant emittiert wird.

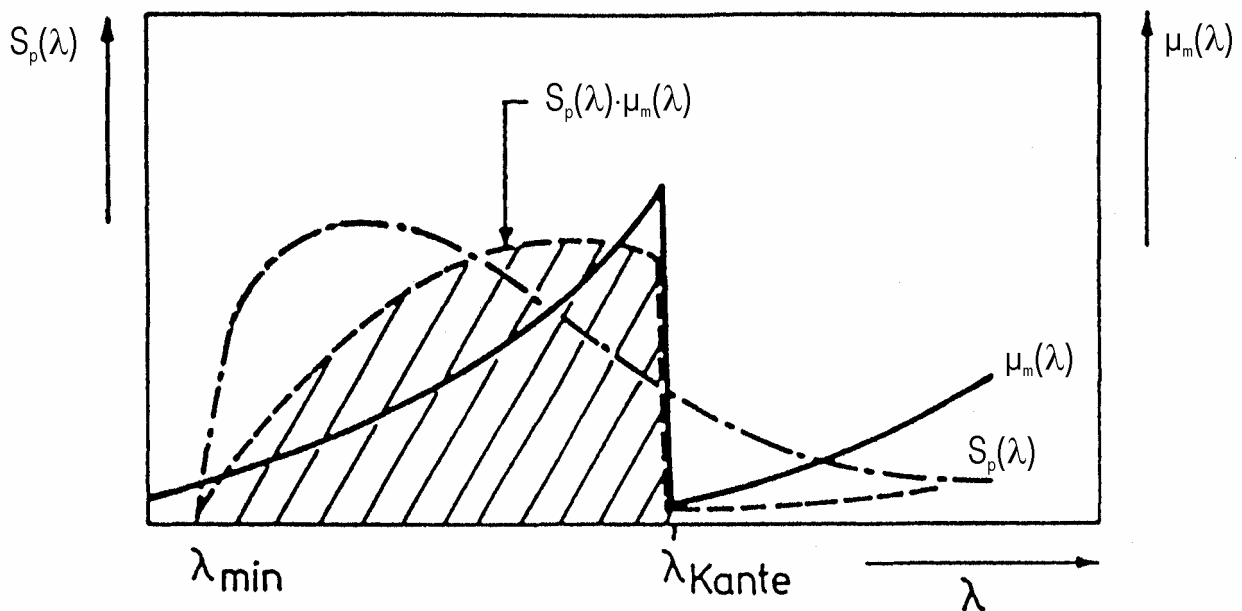


WDRFA-Spektrum einer Klärschlammprobe

Das Spektrum wurde mit einem LiF(100)-Kristall aufgenommen. Deutlich ist der Untergrund zu erkennen, der durch Streuung der Bremsstrahlung aus der Röntgenröhre an der Probe entsteht.

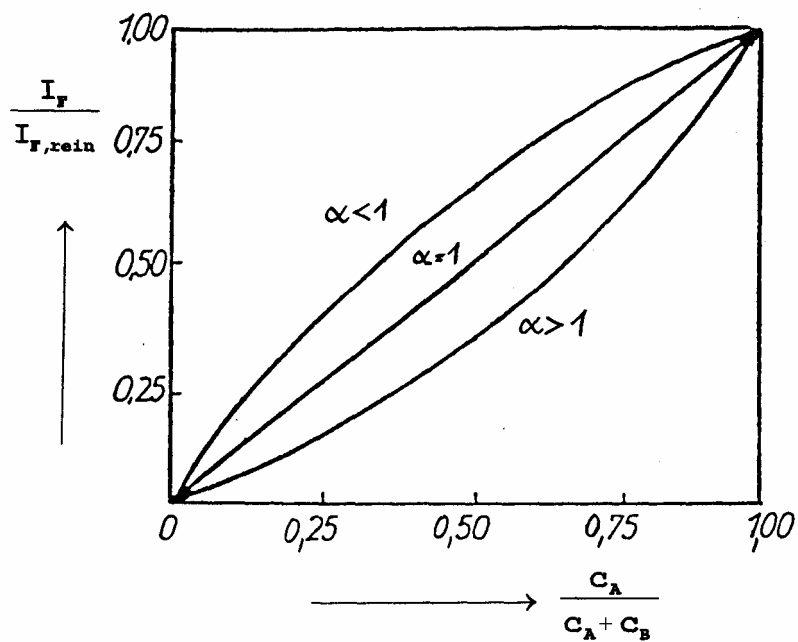


Zur Berechnung des Intensitätsanteils $dI_F(\lambda')$ der Fluoreszenzstrahlung der Wellenlänge λ' , die in einer Schicht der Dicke dz im Abstand z von der Probenoberfläche entsteht und aus der Probenoberfläche unter dem Winkel β austritt. Die Anregung erfolgt durch einen monochromatischen Primärstrahl der Wellenlänge λ , der mit der Intensität $I_p(\lambda)$ unter dem Winkel α auf die Oberfläche auftrifft.



Schematische Darstellung des Anregungsintegrals

$S_p(\lambda) \cdot d\lambda$ ist die Intensität, die im Wellenlängenbereich zwischen λ und $\lambda + d\lambda$ auf die Probenoberfläche auftrifft. Die Intensität der Fluoreszenzstrahlung mit der Wellenlänge $\lambda' > \lambda_{\text{Kante}}$ ist etwa proportional zur schraffierten Fläche.



Intensität der Röntgenfluoreszenz der Komponente A in einer binären Mischung aus A und B:

$$\frac{I_F}{I_{F,\text{rein}}} = \frac{c_A}{c_A + \alpha c_B}$$

α ist das Verhältnis der gemittelten Massenabsorptionskoeffizienten der Komponenten B und A:

$$\alpha = \frac{\frac{\mu_{m,B}(\lambda_{\text{eff}}) + \mu_{m,B}(\lambda_{\text{Fluor.}})}{\sin \alpha}}{\frac{\mu_{m,A}(\lambda_{\text{eff}}) + \mu_{m,A}(\lambda_{\text{Fluor.}})}{\sin \beta}} \approx \frac{\bar{\mu}_{m,B}}{\bar{\mu}_{m,A}}$$

- μ_m = Massenabsorptionskoeffizient
- λ_{eff} = Mittlere Wellenlänge zwischen der unteren Grenzwellenlänge der Röntgenröhre und der Wellenlänge, die der Ionisationsenergie derjenigen Schale, aus der ionisiert werden muss, entspricht.
- $\lambda_{\text{Fluor.}}$ = Wellenlänge der Fluoreszenzstrahlung
- α = Glanzwinkel der Anregungsstrahlung
- β = Glanzwinkel der Fluoreszenzstrahlung
- $\bar{\mu}_{m,A}, \bar{\mu}_{m,B}$ = mittlere Massenabsorptionskoeffizienten von A und B

Spektrale Interferenzen:

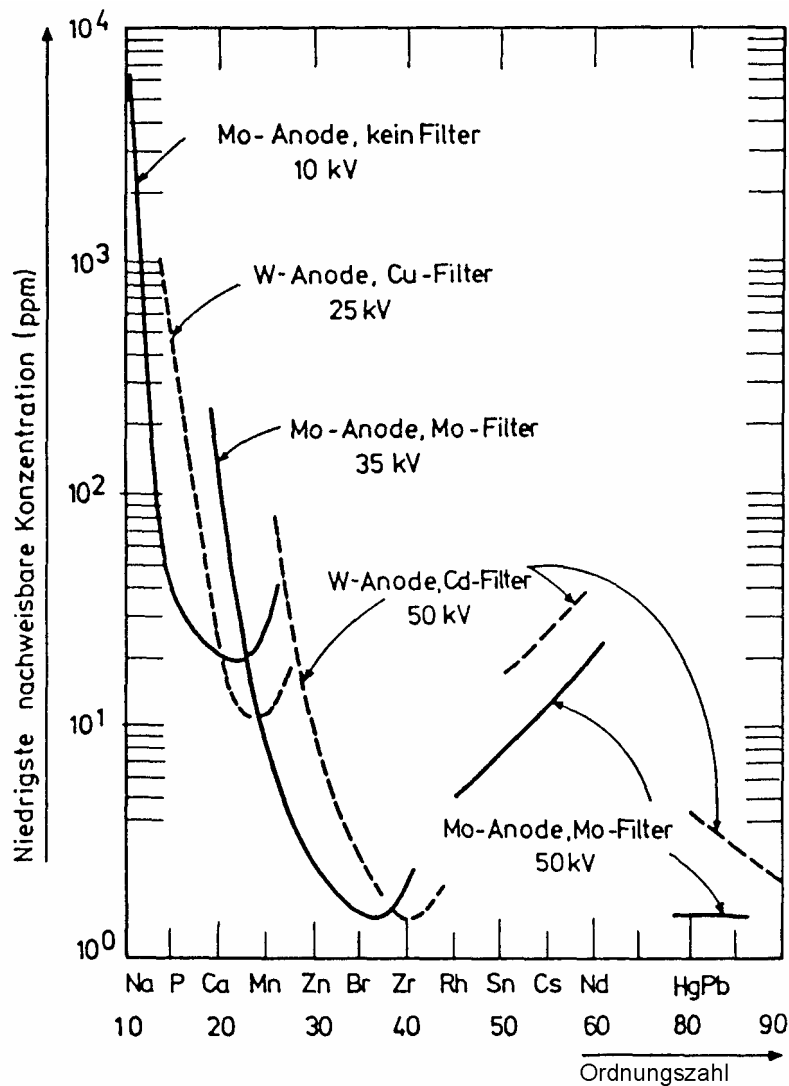
Beispiele für Überlagerungen von Fluoreszenzlinien unterschiedlicher Elemente:

- Cr $K\beta_{1/3}$ ($\lambda = 0,2081 \text{ nm}$) mit Mn $K\alpha_1$ ($\lambda = 0,2097 \text{ nm}$)
- V $K\beta_{1/3}$ ($\lambda = 0,2280 \text{ nm}$) mit Cr $K\alpha_1$ ($\lambda = 0,2285 \text{ nm}$)
- Pb $L\alpha_1$ ($\lambda = 0,1172 \text{ nm}$) mit As $K\alpha_1$ ($\lambda = 0,1173 \text{ nm}$)
- Sn $K\alpha_1$ ($\lambda = 0,0490 \text{ nm}$) mit Ag $K\beta_1$ ($\lambda = 0,0496 \text{ nm}$)

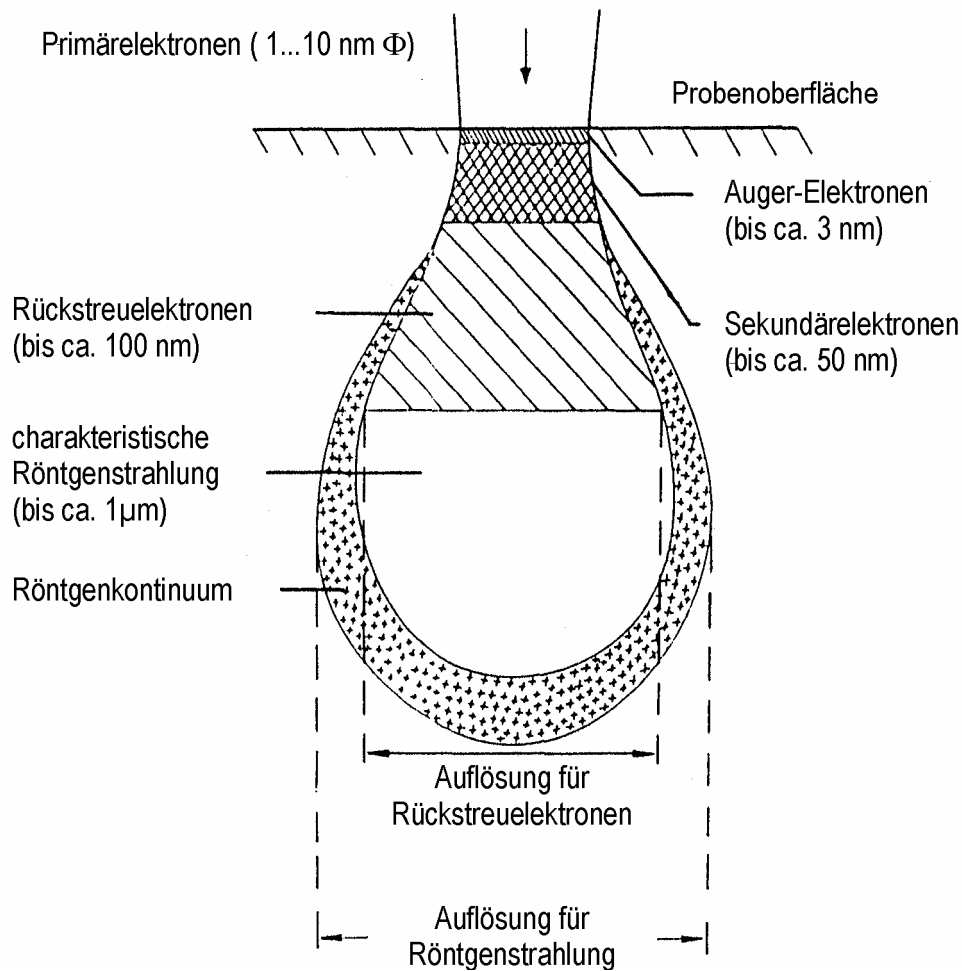
Typische Nachweisgrenzen der WDRFA in Massen-ppm für ausgewählte Elemente in Gesteinsproben:

Element	Linie	Röhrenspannung in kV	NWG in ppm	Element	Linie	Röhrenspannung in kV	NWG in ppm	Element	Linie	Röhrenspannung in kV	NWG in ppm
Na	K α	30	1200	Ti	K α	50	6	Sr	K α	40	1
Mg	K α	30	700	V	K α	50	6	Y	K α	60	1
Al	K α	40	250	Cr	K α	50	2	Zr	K α	60	2
Si	K α	40	150	Mn	K α	50	2	Nb	K α	60	2
P	K α	40	120	Fe	K α	50	2	Ba	L α	60	15
S	K α	40	20	Co	K α	40	2	Ta	L α	60	3
Cl	K α	40	20	Ni	K α	40	1	Pb	L α	60	3
K	K α	50	8	Cu	K α	50	1	Th	L α	60	3
Ca	K α	50	7	Rb	K α	60	1	U	L α	60	3

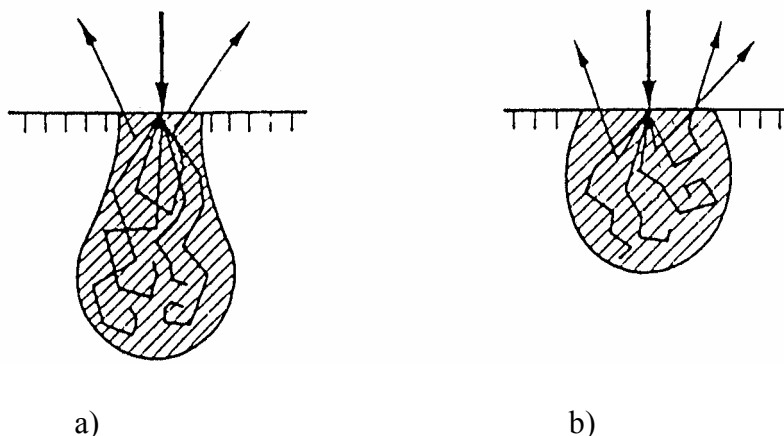
Der Bereich der Nachweisgrenzen liegt zwischen 0,1 % für leichte Elemente in schwerer Matrix bis zu 0,1 ppm für schwere Elemente in leichter Matrix.



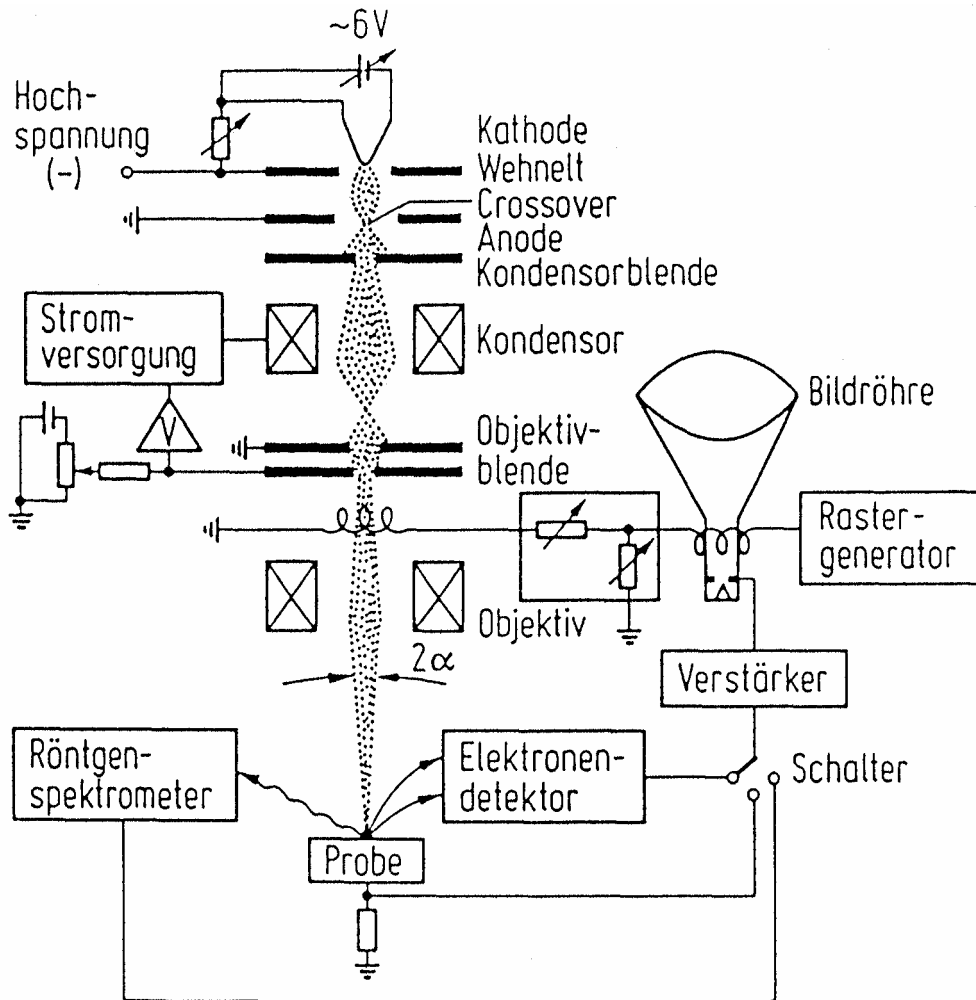
Nachweisgrenzen der EDRFA in Massen-ppm
 (Aus: Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. und Weber-Diefenbach, K.,
 Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden)



Wechselwirkung von Elektronen ($W_e \approx 10 \text{ keV}$) mit Materie.
 Der gesamte birnenförmige Bereich ist die Diffusionszone der Primärelektronen.



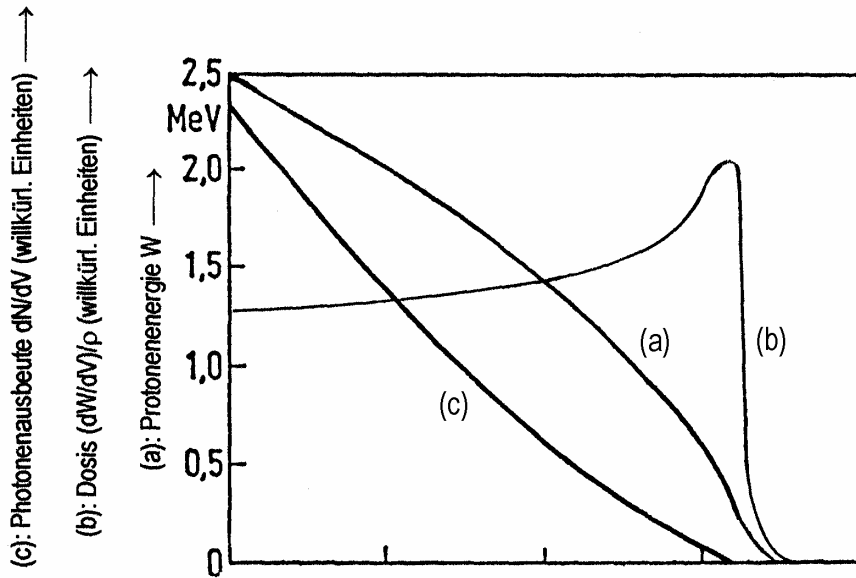
Die Diffusionsvolumina (Streuvolumina) der auftreffenden Elektronen und somit auch die Anregungsbereiche für Proben mit niedriger (a) und mit hoher (b) Ordnungszahl sind bei gleicher Elektronenenergie unterschiedlich.



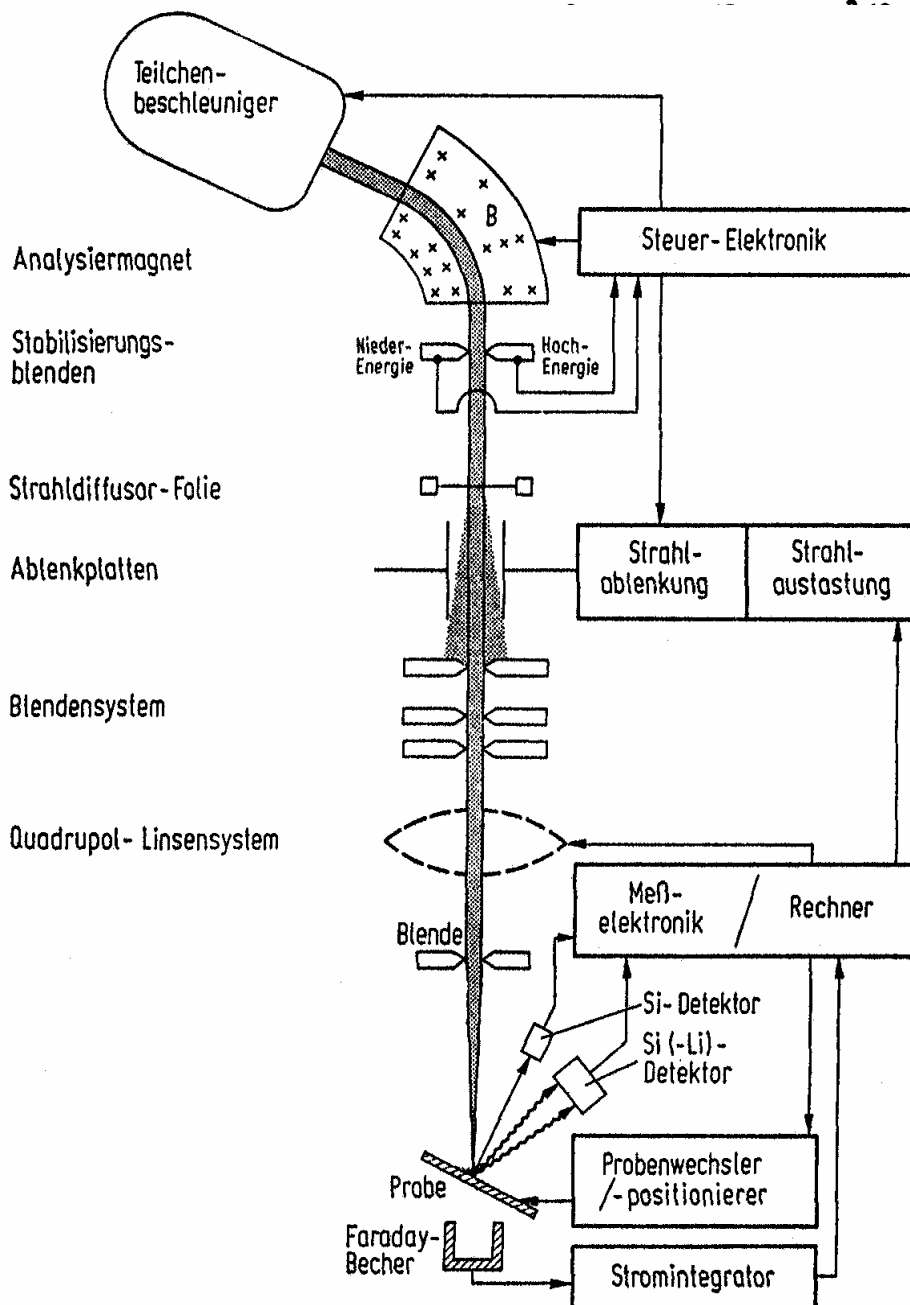
Schema einer Elektronenstrahl-Mikrosonde:
 Raster-Elektronenmikroskop (REM) mit energiedispersivem Röntgenspektrometer (EDX)

Typische Kenngrößen der Elektronenstrahl-Mikrosonde:

Strahlungsanregung	durch Elektronen des REM (10...50 kV; 10^{-12} ... 10^{-7} A); zerstörungsfrei
Probenart	Feststoffproben (auch Nichtleiter und biologische Objekte)
Orientierung	durch das REM-Bild der Probe
Spektrometer	Si(Li)-Detektor (Fläche 12...30 mm ²); ca. 10 l flüssiger Stickstoff pro Woche
Spektrenaufnahme	simultan; Bildschirmdarstellung 10 s ... 10 min
Analysenart	Durchschnitts- und Lokalanalyse Punkt-, Linien- und Flächenanalyse
Nachweisbare Elemente	Na bis U (z – 11...92)
Spektrales Auflösungsvermögen	10...200
Bereich nachweisbarer Konzentrationen	0,1 ... 100 %
Bereich nachweisbarer Volumina	10^{-9} ... 5 mm ³
Bereich nachweisbarer Massen	10^{-13} ... 10^{-3} g
Volumenbereich lateral	1 µm ... 10 mm
Volumenbereich in der Tiefe	1 µm ... 50 µm
Analysenunsicherheit	0,1 ... 1 % für Haupt- und Nebenbestandteile

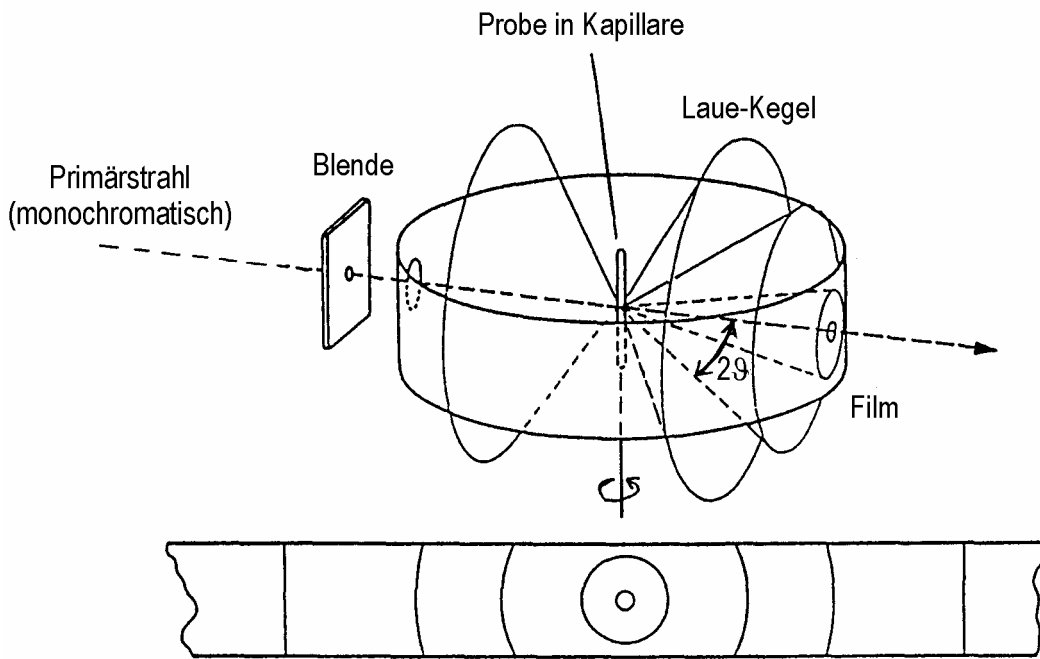


Verlauf der Protonenenergie (a), der abgegebenen Dosis (b) und der Ausbeute (c) an Photonen, die aus einer dünnen Schicht an die Oberfläche gelangen, als Funktion der Eindringtiefe. Bei einem Festkörper entsprechen 10 mg/cm^2 etwa $10 \mu\text{m}$. Da der Wirkungs-querschnitt für die Erzeugung charakteristischer Röntgen-strahlung mit abnehmender Energie sinkt (Kurve c), beträgt die effektive, analysierte Probentiefe nur einen Bruchteil (10...50 %) der Eindringtiefe.

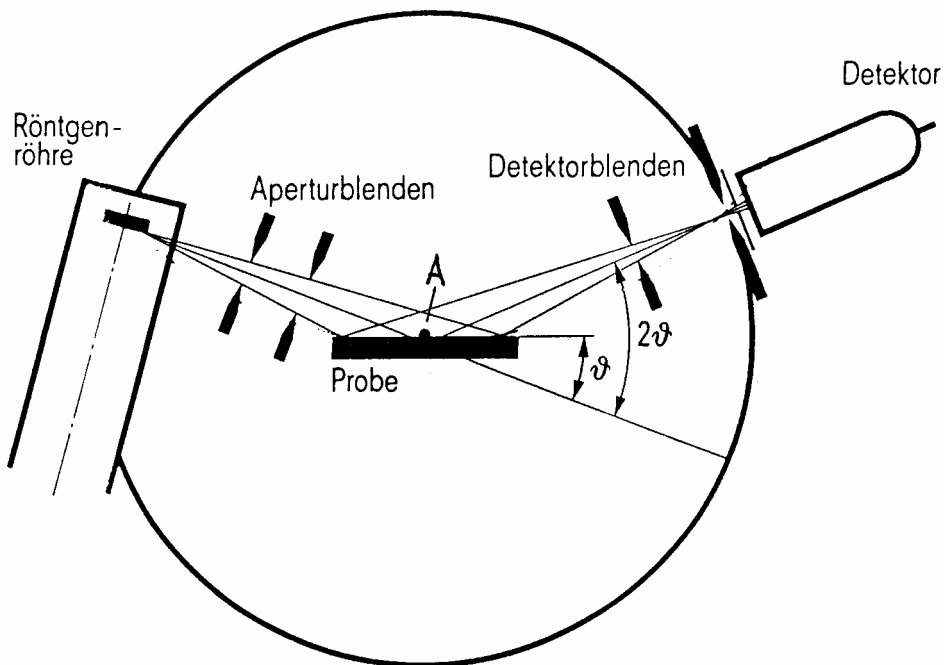


Schema eines PIXE-Spektrometers.

Der Faraday-Becher dient zur Messung der gesamten Protonenladung bei sehr dünnen Proben, der Si-Detektor zur Einzelionennmessung nach Rutherford-Rückstreuung bei dicken Proben.

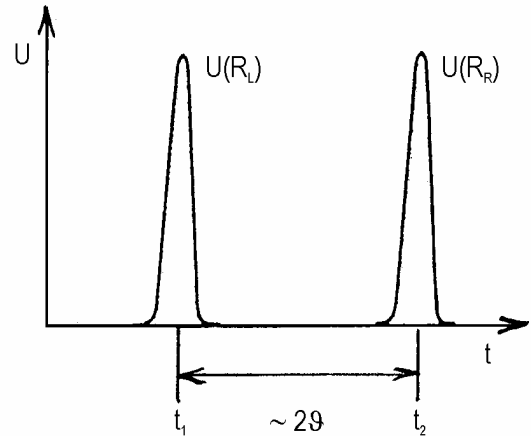
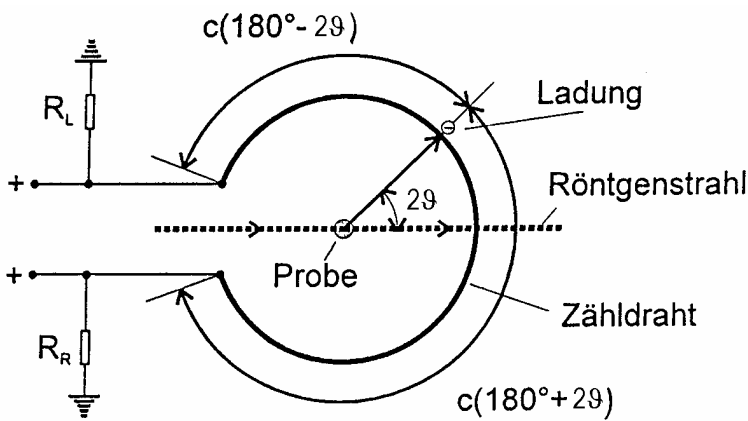


Prinzip des Debye-Scherrer-Verfahrens zur Bestimmung des Gitterbaus von Kristallen. Die polykristalline Probe befindet sich in einer Kapillare mit einem Durchmesser von etwa 0,5 . . 1 mm. Die Kapillare rotiert, um für möglichst viele Netzebenenscharen die Reflexionsbedingung statistisch gleichmäßig zu erfüllen. Unten ist das Beugungsbild auf dem abgewickelten Film dargestellt.



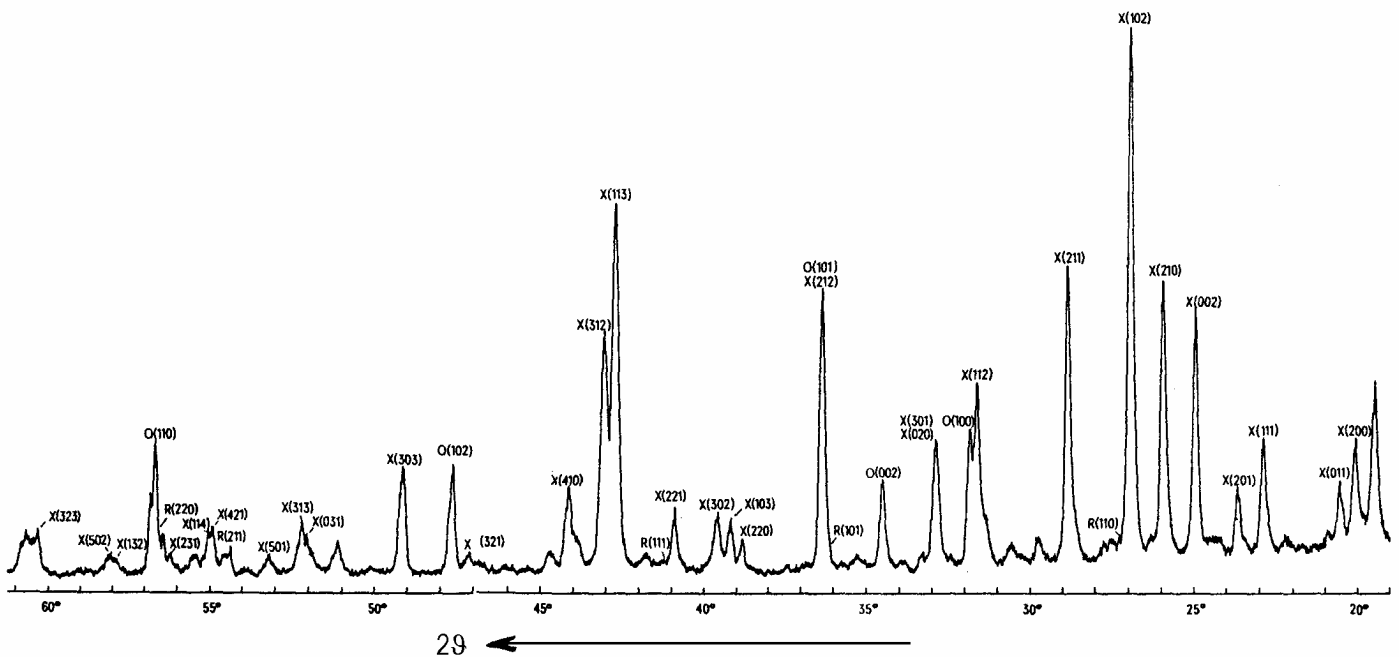
Strahlengang im Pulverdiffraktometer

Die Röntgenröhre ist mit einem Kantenfilter zur Erzeugung monochromatischer Strahlung ausgestattet. Die Probengröße beträgt etwa 50 mm x 50 mm x 8 mm. Der Detektor ist meist ein Szintillationszähler. Probe und Detektor werden um die Achse A gedreht.



Prinzip des ortsempfindlichen Detektors

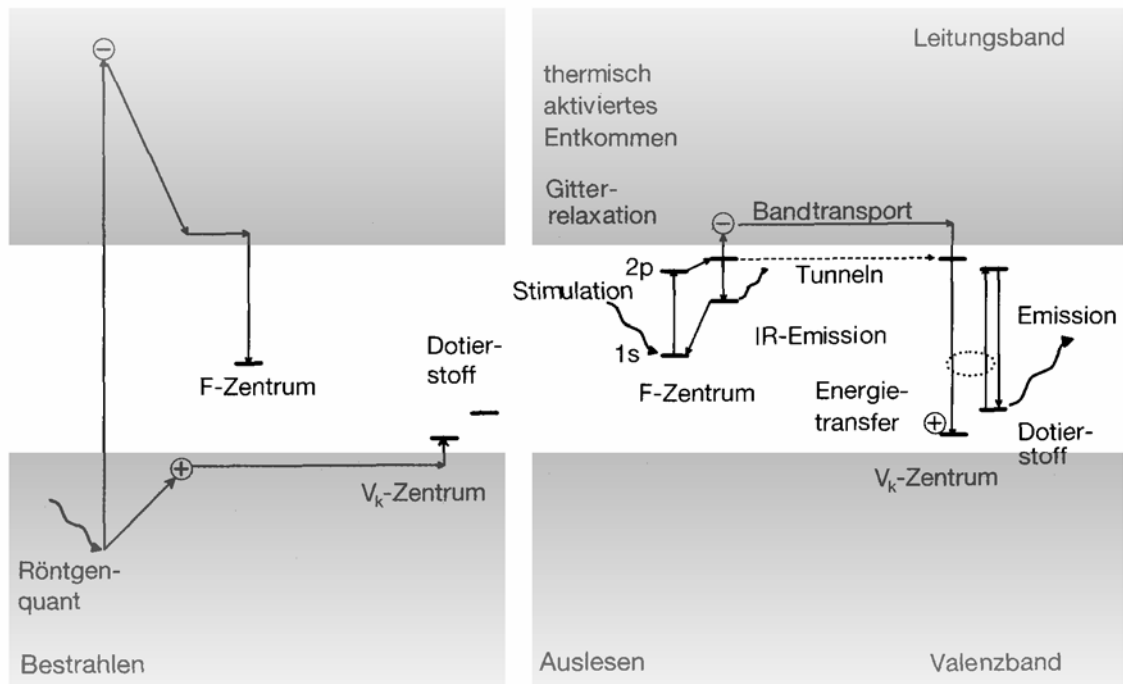
Die am Zähldraht ausgelösten Ladungen fließen nach beiden Richtungen ab. An R_L entsteht zur Zeit $t_1 = c(180^\circ - 2\theta)$ ein Impuls, an R_R zur Zeit $t_2 = c(180^\circ + 2\theta)$. Die Zeitdifferenz $t_2 - t_1 = c4\theta$ wird gemessen.



Ausschnitt aus einem Pulver-Beugungsdiagramm von Autolack.

Es ist: X = BaSO₄; O = ZnO; R = Rutil (TiO₂ tetragonal).

In Klammern sind die Millerschen Indizes der jeweiligen Netzebenenscharen angegeben.



Speicherleuchtstoffe sind dotierte Alkali- oder Erdalkalihalogenidverbindungen (z.B. RbBr:Tl oder BaFBr:Eu). Im Inneren existieren Halogenleerstellen und Dotierstoffionen.

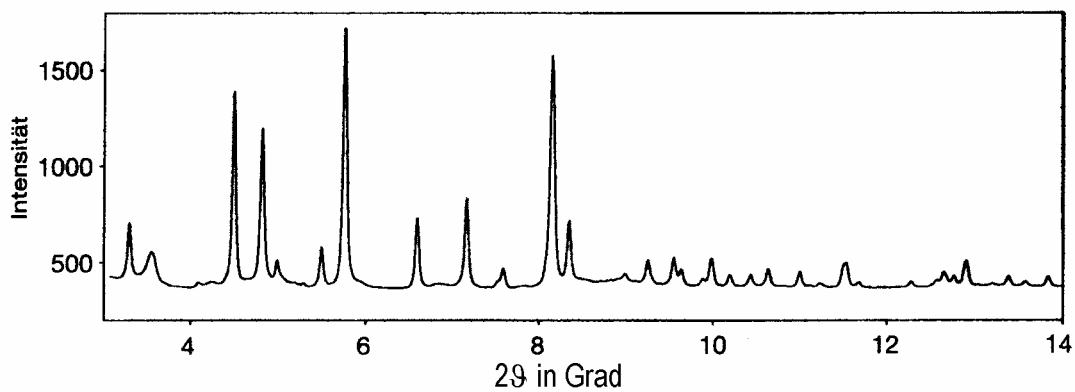
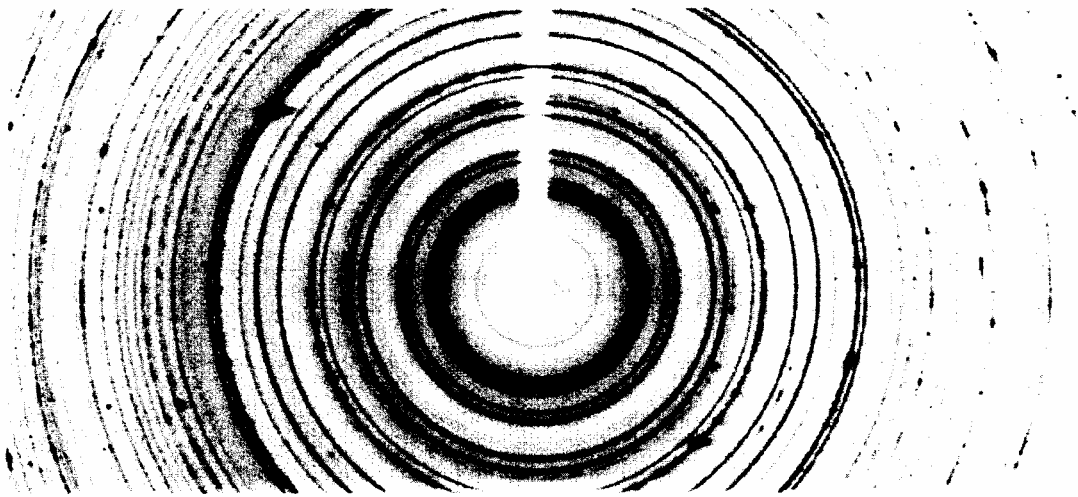
Belichtung:

Ein Röntgenquant erzeugt ein Elektron-Loch-Paar. Das Elektron wird von einer elektrostatisch anziehenden Halogenleerstelle eingefangen und bildet dort ein sog. F-Zentrum. Das Loch bildet in der Nähe des nächstgelegenen Dotierstoffions ein sog. V_k -Zentrum, das mit dem Dotierstoffion einen Komplex bildet. Damit sind die Ladungen in diesen Zentren zunächst metastabil gespeichert und fixiert.

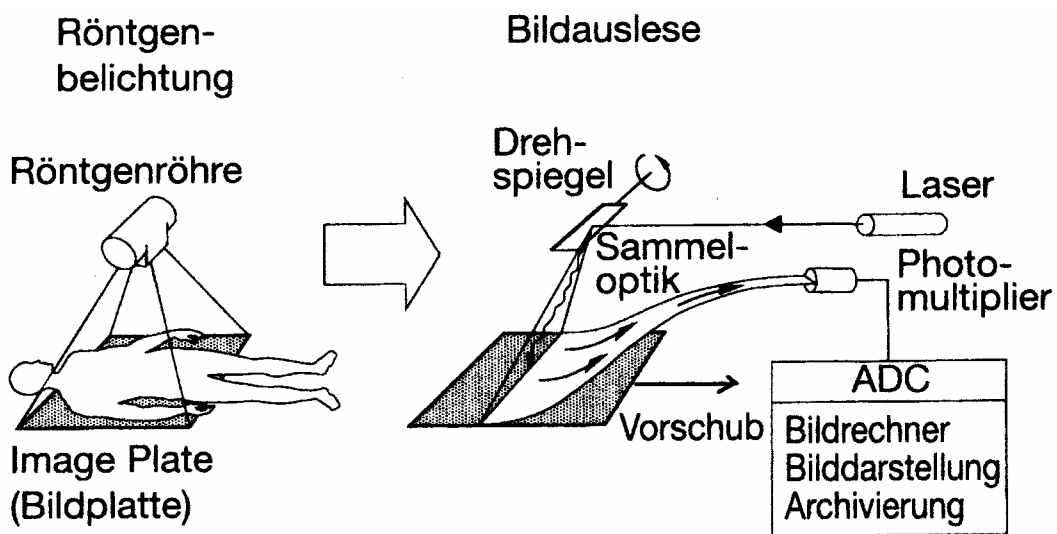
Auslesung durch photostimulierte Lumineszenz (PSL):

Durch optische Anregung mit rotem Licht (z.B. 620 nm) wird das Elektron aus dem 1s-Grundzustand des F-Zentrums in dessen 2p-Zustand angeregt. Anschließend relaxiert das Kristallgitter, wobei das F-Zentrum in einen relaxierten angeregten Zustand gelangt, der näher an der Leitungsband-Unterkante liegt. Von dort kann das Elektron durch einen thermisch aktivierten Bandtransport oder durch Tunneln mit dem V_k -Zentrum rekombinieren. Während der Rekombination wird Energie freigesetzt und auf den Dotierstoff übertragen. Dieser strahlt die Energie als Licht kürzerer Wellenlänge (z.B. 388 nm) ab. Dieses Licht kann über eine Sammeloptik und einem Photomultiplier gemessen werden. In einem konkurrierenden, nicht relevanten Prozess kann das relaxierte angeregte F-Zentrum mit sehr geringer Wahrscheinlichkeit auch durch Abgabe eines IR-Lichtquants in den relaxierten Grundzustand übergehen.

Die Bildfläche beträgt 25x30 cm (in Entwicklung: 80x80 cm). Die Bildpunktgröße ist etwa 80x80 μm . Die Gesamtquantenausbeute für die Röntgenstrahlung erreicht fast 100 %. Die Auslesegeschwindigkeit hängt von der Nachleuchtdauer der PSL ab. Eine 25x30 cm - Platte kann in etwa 9 s ausgelesen werden. Die Löszeit ist etwa 3 s. Es kann also alle 12 s ein Röntgenbild aufgenommen werden.



Röntgenbeugungsbild und -spektrum einer pulverisierten Fe_2O_3 -Probe bei $T = 375 \text{ K}$ und $p = 5 \text{ GPa} = 5 \cdot 10^4 \text{ bar}$, aufgenommen mit einem Bildplattendetektor (Röntgenenergie 50 keV , Belichtungszeit 20 s). Die erreichte Winkelauflösung beträgt $0,04^\circ$.



Röntgendiagnostik mit dem Bildplattendetektor