

Ein Zählrohr-Goniometer für röntgenographische Untersuchungsverfahren

Autor(en): **Kim, Brigitte**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Bulletin des Schweizerischen Elektrotechnischen Vereins :
gemeinsames Publikationsorgan des Schweizerischen
Elektrotechnischen Vereins (SEV) und des Verbandes
Schweizerischer Elektrizitätswerke (VSE)**

Band (Jahr): **54 (1963)**

Heft 21

PDF erstellt am: **13.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-916525>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Zuverlässigkeit der Beziehungen, die an diesem meinen Arbeitsplatz in Geltung stehen, zu festigen. Ich kann im wesentlichen dem Gedanken der Freudigkeit, der die Helle der Arbeitsstätte recht eigentlich bestimmt, nach dem Mass

meiner Kräfte und mehr noch nach dem meiner inneren Anteilnahme den Weg bereiten.

Adresse des Autors:
Dr. E. Schumacher, Bolligen (BE).

Ein Zählrohr-Goniometer für röntgenographische Untersuchungsverfahren

Von Brigitte Kim, Karlsruhe

621.387.34 : 535.322.2 : 539.26

Die Einführung des Zählrohrverfahrens zum Nachweis von Röntgeninterferenzen hat zu einer erheblichen Verkürzung der Messzeit bei röntgenographischen Analysen geführt. Es wird ein Zählrohr-Goniometer beschrieben, das als Diffraktometer und nach einfachem Umbau auch als Spektrometer für Röntgenstrahlen verwendet werden kann. Verschiedene Bauteile des Goniometers lassen sich nach dem Baukastenprinzip gegeneinander austauschen und ergänzen, so dass das Goniometer an vielfältige Analysenprobleme angepasst werden kann.

L'application du procédé par tube de comptage pour déceler des interférences a permis de réduire considérablement le temps nécessaire aux mesures d'analyses radiographiques. L'auteur décrit un goniomètre à tube de comptage pouvant servir de diffractomètre, ainsi que de spectromètre pour rayons X, par simple transformation. Diverses parties du goniomètre sont des éléments normalisés interchangeables, qui se complètent, de sorte que ce goniomètre peut être adapté pour de nombreux problèmes d'analyse.

1. Allgemeines

Röntgenstrahlen lassen sich mit verschiedenen Methoden nachweisen. Am bekanntesten ist der Nachweis von Röntgenstrahlen mit photographischen Filmen. Die Schwärzung der Filme ist ein Mass für die Intensität der Strahlung. Die fluoreszierende Wirkung der Röntgenstrahlung wird zu ihrem Nachweis mit Leuchtschirmen ausgenützt. Einige chemische Substanzen, z. B. Zinksulfid (ZnS) und Cadmiumsulfid (CdS) leuchten beim Auftreffen von Röntgenstrahlen mit einer gelblich-grünen Farbe, für die das Auge sehr empfindlich ist.

Ebenfalls auf der fluoreszierenden Wirkung der Röntgenstrahlen beruht die Messung mit einem Szintillationszähler. Die beim Auftreffen auf den Leuchtstoff, den Szintillationskristall, entstehenden Lichtblitze werden hierbei nicht mit dem Auge beobachtet, sondern einem Photoelektronenvervielfacher zugeführt, der den Elektronenstrom verstärkt.

Auf der Ionisation der Gase unter Einwirkung von Röntgenstrahlen beruht die Wirkung der Ionisationskammern und Zählrohre.

Bei Feinstrukturuntersuchungen mit Röntgenstrahlen und bei Röntgenspektralanalysen werden im allgemeinen photographische Filme, Zählrohre oder Szintillationszähler verwendet. Leuchtschirme dienen meistens nur zu Kontroll- und Justierzwecken. In letzter Zeit beginnen das Zählrohr und der Szintillationszähler den Film immer mehr beim Nachweis von Röntgeninterferenzen und Röntgenspektrallinien zu verdrängen.

Die mit einem Zählrohr oder Szintillationszähler als Strahlendetektor arbeitenden Messeinrichtungen für Feinstrukturuntersuchungen werden als Zählrohr-Goniometer oder Diffraktometer¹⁾ bezeichnet. Der bei Zählrohr-Goniometern gebräuchliche Strahlengang wurde zum ersten Male beim Untersuchen von Kristallpulvern mit der Ionisationskammer

von W. H. Bragg [1]²⁾ beschrieben und zunächst von Brentano [2] für Filmkammern benützt. Jedoch erst, als Lindemann und Trost [3] diese Anordnung beim Nachweis von Röntgeninterferenzen mit Zählrohren benützten, konnte sie sich endgültig durchsetzen. Der Bragg-Brentano-Strahlengang lässt sich wie folgt beschreiben:

Die vom Strichbrennfleck einer Röntgenröhre ausgehende Röntgenstrahlung tritt durch eine Blende hindurch, die den Öffnungswinkel der Strahlung begrenzt, fällt auf ein flächenhaftes Präparat, das im Zentrum des Messkreises drehbar gelagert ist, wird an den Gitterebenen des Präparats gebeugt und gelangt durch eine Schlitzrasterblende (Sollerblende), die die Divergenz der Strahlung begrenzt, und die Detektorblende in den Detektor. Der Brennfleck der Röntgenröhre, die reflektierenden Kristallite der Probe und die Detektorblende liegen dabei auf einem Kreis, dem Fokussierungskreis, damit möglichst viele Kristallite reflektieren können und die gesamte gebeugte Strahlung fokussiert in den Detektor gelangt. Der Detektor bewegt sich mit der doppelten Winkelgeschwindigkeit wie das Präparat auf dem Umfang des Messkreises. Die im Detektor absorbierten Röntgenquanten erzeugen im Detektor elektrische Impulse, die einem Strahlungsmessgerät zugeführt werden, wo sie verstärkt, gemittelt angezeigt oder von einem Linienschreiber in Abhängigkeit vom Beugungswinkel 2θ aufgezeichnet werden.

Im folgenden soll ein Zählrohr-Goniometer beschrieben werden, das für sehr viele Aufgaben der Röntgenfeinstrukturuntersuchung und Fluoreszenzanalyse mit Röntgenstrahlen verwendet werden kann.

2. Zählrohr-Goniometer für Beugungsanalysen (Diffraktometer) [4; 5]

Der bereits beschriebene Strahlengang nach Bragg-Brentano (Fig. 1) liegt dem Zählrohr-Goniometer zu Grunde. Dieses Goniometer lässt sich nach einfachem Umbau, d. h. durch Austauschen oder Ergänzen einiger Bauteile an viele besondere Analysenprobleme anpassen.

¹⁾ Die Bezeichnung «Diffraktometer» wurde von der Internationalen Kristallographen-Union vorgeschlagen. Als «Spektrometer» werden nur die Geräte bezeichnet, die zur spektralen Zerlegung von Röntgenstrahlen dienen.

²⁾ Siehe Literatur am Schluss des Aufsatzes.

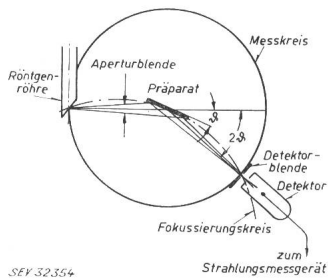


Fig. 1
Strahlengang am Zählrohr-Goniometer (Diffraktometer) bei Beugungsanalysen im Rückstrahlverfahren

Dieses Goniometer für Beugungsuntersuchungen kann sowohl, wie in Fig. 2 gezeigt, waagrecht als auch vertikal betrieben werden, falls dies etwa aus Platzersparnisgründen erforderlich sein sollte. Im Goniometer-Gehäuse 6 sind der Antriebsmotor und das Getriebe untergebracht. Mit Drucktasten kann die Richtung gewählt werden, in der der Detektor den Beugungswinkelbereich durchlaufen soll. Vor- und Rücklauf sowie Scanning-Betrieb sind möglich. Es können sieben verschiedene Winkelgeschwindigkeiten von 4 Grad/min bis $1/16$ Grad/min eingestellt werden. Die Winkelstellung des Detektors wird von einem Rollenzählwerk und der Teilung eines Handrades angezeigt.

Auf dem Goniometer-Gehäuse sind als wichtigste Bauteile die Aperturblende, der Präparatträger und der Detektorträger montiert. Die Aperturblende begrenzt das Primärstrahlbündel in der Höhe auf etwa 12 mm. Es lassen sich horizontale Aperturwinkel von $0...4^\circ$ kontinuierlich einstellen. Es können aber auch feste Blenden mit Spaltbreiten von 0,3 - 0,6 - 1,2 oder 2,4 mm verwendet werden.

Zentral auf der Präparatträgerscheibe des Goniometers ist der Präparatträgerfuss 4 aufgeschraubt, in dessen konische Bohrung der Präparatträger eingesetzt wird. Das Präparat wird von zwei Federn gegen Justierschrauben gedrückt, die so justiert sind, dass sich die Präparatoberfläche genau in der Drehachse des Goniometers befindet. Auf dem Detektorträger ist eine Sollerblende mit einem vertikalen Divergenzwinkel von 2° angebracht, davor ein Streustrahlenfänger. Hinter der Sollerblende befinden sich Halterungen für $K\beta$ -Filterschieber und Detektorblenden. Es stehen fünf verschiedene Detektorblenden mit Spaltbreiten von 0,05...1 mm

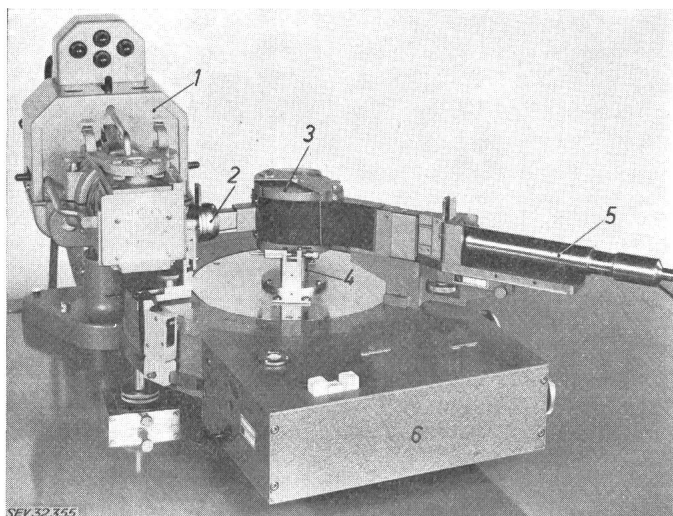


Fig. 2

Zählrohr-Goniometer für Beugungsanalysen im Reflexionsbereich

1 Halterung für die waagrecht liegende Röntgenröhre; 2 Aperturblende; 3 Strahlenschutzkappe; 4 Präparatträgerfuss; 5 Geiger-Müller-Zählrohr; 6 Goniometer-Gehäuse

zur Verfügung. In die Detektorhalterung können die üblichen Strahlungsdetektoren, nämlich Geiger-Müller-Auslösezählrohre, Szintillationszähler und Proportionalzählrohre eingesetzt werden. Während des Betriebes wird über den Präparatträger mit dem Präparat eine Strahlenschutzkappe 3 geklappt, um einen guten Strahlenschutz zu gewährleisten.

Am Goniometer können Messkreisdurchmesser von 340 und 370 mm eingestellt werden. Der erfassbare Messbereich reicht bis etwa $2\theta = 165^\circ$. Mit Hilfe einer Schneidenblende, die vor dem Präparat auf dem Präparatträgerfuss 4 angebracht werden kann, ist es möglich, im Beugungswinkelbereich kleiner Winkel bis $2\theta = 10'$ zu arbeiten. Ein besonderer Vorzug des Goniometers ist die rasche und sehr genaue Justierung nach der Cornuschen Umlegemethode.

Der Winkelbereich, der vom Detektor durchfahren wird, kann mit zwei Endschaltern eingestellt und begrenzt werden. Diese Schalter schalten den Antriebsmotor des Goniometers bei Erreichen bestimmter Winkelstellungen des Detektors aus. So wird verhindert, dass der Detektorträger gegen die Röhrenhalterung stösst und das Goniometer beschädigt wird.

Das Zählrohr-Goniometer (Diffraktometer) für Rückstrahlverfahren (Fig. 2) kann für Beugungsanalysen an Kristallpulvergemischen und mikrokristallinen Festkörpern verwendet werden. Vor allem ist es geeignet für Routinemessungen an Substanzen, die durch Interferenzen in einem engen Winkelbereich charakterisiert werden.

Als besondere Anwendungsgebiete seien genannt: Quantitative Austenitbestimmungen, Spannungsmessungen, Analysen von Kristallpulvergemischen und Teilchengrößenbestimmungen. Auch Präzisionsmessungen von Gitterkonstanten lassen sich mit vergleichsweise geringen Korrekturen vornehmen.

Das in Bild 2 dargestellte Diffraktometer für Messungen im Reflexionsbereich kann nach einfachem Umbau auch für Durchstrahlverfahren verwendet werden.

Bei der *Durchstrahlungstechnik* wird auf die Fokussierung nach *Bragg-Brentano* verzichtet. Um trotzdem auswertbare Interferenzen zu erhalten, wird der Öffnungswinkel des Primärstrahlbündels wesentlich kleiner bemessen (Fig. 3). Der dadurch bedingte Intensitätsverlust wird kompensiert, indem man ohne Detektorblende arbeitet. Der für Rückstrahlverfahren verwendete Präparatträger ist für Durchstrahlverfahren (Transmissionstechnik) gegen einen speziellen Durchstrahlpräparatträger und der rechteckige Streustrahlenfänger der Aperturblende gegen eine Eingangsblende 1 mit runder Öffnung ($3\text{ mm } \phi$) auszutauschen. Diese Eingangsblende blendet ein Primärstrahlbündel aus, dessen Durchmesser in der Goniometermitte 4 mm beträgt. Der

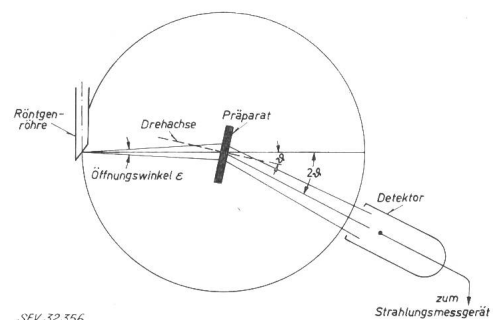


Fig. 3

Strahlengang am Zählrohr-Goniometer (Diffraktometer) bei Beugungsanalysen im Durchstrahlverfahren

Durchstrahlpräparatträger besteht aus einer Grundplatte, auf der vertikal eine Drehplatte 4 spielfrei gelagert ist, auf die ein Präparatrahmen mit dem zu untersuchenden Präparat (Folien, Drähte oder Fasern) aufgespannt wird. Die Drehplatte wird mit einem Synchronmotor in 12 min einmal um eine horizontale Achse gedreht. In dieser Anordnung rotiert das Präparat um seine Oberflächennormale. Während einer Umdrehung kommen sämtliche Netzebenen im bestrahlten Probenvolumen zur Reflexion, deren Zonenachse die Drehachse ist. Die Drehachse bildet dabei mit dem Zentralstrahl des Primärstrahlbündels den Glanzwinkel θ . Wird der Detektor unter dem Beugungswinkel 2θ aufgestellt, so tastet er die Intensität auf dem Umfang des zum Beugungswinkel 2θ gehörenden Interferenzringes ab. Beugungswinkel von $0^\circ \dots 90^\circ$ können eingestellt werden.

Das Zählrohr-Goniometer mit Durchstrahlpräparatträger eignet sich für Texturbestimmungen an faser- und drahtförmigen Präparaten sowie an Blechen und Folien, die eine Symmetrie bezüglich einer Achse haben (uniaxiale Texturen). Das insbesondere bei Kunststoffen interessante Verhältnis von kristallinem und amorphem Phasenanteil lässt sich ebenfalls ermitteln, auch wenn die kristallinen Anteile in Vorzugsrichtungen orientiert sind. Bei allen diesen Messungen ist das Zählrohr dem Film wegen der vergleichsweise kurzen Messzeit vorzuziehen.

3. Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Einkristalluntersuchungen

Bei den beiden Ausführungen des Zählrohr-Goniometers für Rückstrahl- und Durchstrahltaufnahmen tastet der Detektor jeweils den Diagrammäquator ab. Zum Untersuchen von Einkristallen ist dies jedoch nicht ausreichend. Auch die Interferenzen ausserhalb des Diagrammäquators müssen erfasst werden. Dies lässt sich ebenfalls mit dem beschriebenen Zählrohr-Goniometer erreichen (Fig. 4). Hierzu wird der Detektor räumlich schwenkbar angeordnet. Der Detektorträger ist an einem Schwenkarm 5 befestigt, der auf einem Vertikalbogen 4 auf den gewünschten Schichtwinkel eingestellt wird. Will man Schichtlinienaufnahmen nach der Art einer Drehkristallaufnahme machen, so wird der Schichtwinkel vor der Messung fest eingestellt. Schichtwinkel von $0 \dots 50^\circ$ sind erfassbar. Während der Kristall schnell gedreht wird, tastet der Detektor den Beugungswinkelbereich auf einer Schichtlinie ab. Wiederholt man diese Messung für verschiedene Schichtlinien, so erhält man Diagramme, die einer mit Filmkammern aufgenommenen Drehkristallaufnahme entsprechen. Das Goniometer gestattet es darüber hinaus, die Azimutwinkel der Reflexe sowie die Reflexintensitäten zu bestimmen. Der Detektor wird hierfür auf einen Reflex fest eingestellt und der Kristall langsam um seine Achse gedreht. So können die verschiedenen Reflexionsstellungen und die zugehörigen Azimutwinkel an einer Skala abgelesen und die Intensitäten mit einem Schreiber registriert werden. Das bei Drehkristallaufnahmen mit Filmkammern so schwierige und zeitraubende Einjustieren einer Kristallachse in die Drehachse des Goniometerkopfes ist mit dem Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Einkristalluntersuchungen ebenfalls in kurzer Justierzeit möglich. Hierzu werden Kristall und Detektor von Hand eingestellt. Zum Zusatz für Einkristalluntersuchungen zum Zählrohr-Goniometer (Fig. 4) gehört ausser dem Vertikalbogen 4 mit Schwenkarm 5 und Detek-

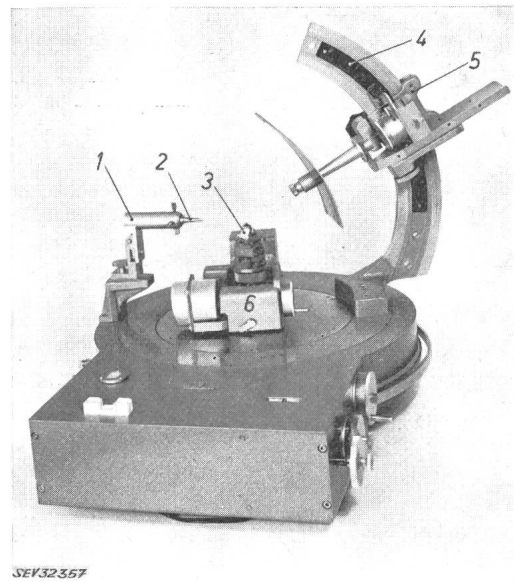


Fig. 4

Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Einkristalluntersuchungen

1 Aperturblende; 2 Austrittsblende; 3 Goniometerkopf; 4 Vertikalbogen mit Schichtwinkelskala; 5 Schwenkarm für den Detektor; 6 Getriebeaufsatz

torhalterung ein Getriebeaufsatz 6, der es gestattet, den Kristall wahlweise langsam oder schnell mit einer Umdrehungsgeschwindigkeit von $1^\circ/\text{min}$ (50 Hz) oder 144 U./min (50 Hz) zu drehen, je nach der Aufgabenstellung. Auch das Einstellen von Hand ist möglich. Um den Kristall mit grosser Genauigkeit in die Drehachse justieren zu können, empfiehlt es sich, einen Goniometerkopf 3 nach internationaler Norm zu verwenden. Zum Ausblenden eines feinen Primärstrahlbündels wird eine Aperturblende 1 mit einer runden Austrittsblende 2 von 1 mm oder 0,5 mm Durchmesser verwendet.

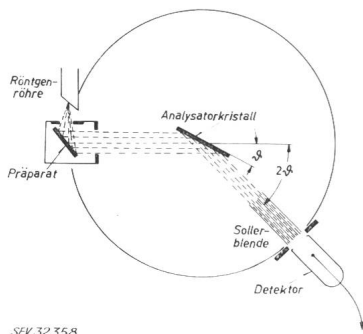
Als Detektor kann ein Szintillationszähler oder ein Geiger-Müller-Auslösezählrohr verwendet werden. Szintillationszähler sind Geiger-Müller-Zählrohren vorzuziehen.

Das beschriebene Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Einkristalluntersuchungen findet für viele Aufgaben der Strukturforchung mit Röntgenstrahlen Verwendung. Physikalisch und chemisch wichtige Richtungen in Einkristallen können bestimmt werden, indem Reflexe bekannter Miller'scher Indizes aufgesucht werden. Auch die Gitterkonstanten eines Raumgitters und die Translationsgruppe eines Bravais-Gitters lassen sich ermitteln. Weiterhin findet das Goniometer, wie schon erwähnt, Verwendung beim Justieren von Einkristallen, die anschliessend z. B. mit einer Buerger-Kammer oder einer Weissenberg-Böhm-Kammer untersucht werden sollen. Ist man nicht sicher, ob ein vorliegender Kristall mono- oder polykristallin ist, so lässt sich dies ebenfalls schnell entscheiden.

4. Das Zählrohr-Goniometer als Spektrometer [6; 7; 8]

Ein grosser Vorteil des beschriebenen Zählrohr-Goniometers ist, dass es sich nach einfachem Umbau auch als Spektrometer verwenden lässt. Mit einem Zusatz für Fluoreszenzanalysen (RFA) in Luft (Fig. 5) ist es ein einfaches Gerät für Analysen von festen, flüssigen und pulverförmigen Präparaten auf Elemente der Ordnungszahlen 22 bis 92.

Der dem Spektrometer zugrundeliegende Strahlengang unterscheidet sich von dem in Fig. 1 dargestellten Strahlen-



SEV 32.358

Fig. 5

Strahlengang bei Röntgen-Fluoreszenzanalysen

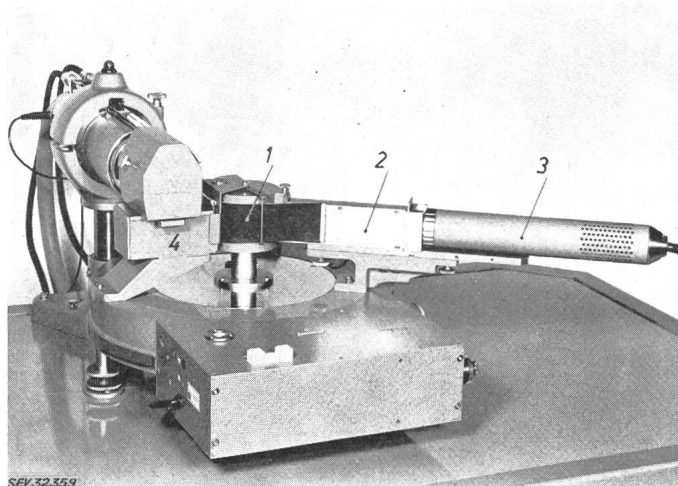
gang für Beugungsanalysen. Man verwendet keine monochromatische, sondern polychromatische Röntgenstrahlung grosser Intensität. Diese regt das zu untersuchende Präparat zum Aussenden von Eigenstrahlung an. Die Eigenstrahlung des Präparates wird von einem in der Goniometermitte angeordneten Analysatorkristall mit bekanntem Netzebenenabstand nach Wellenlängen spektral zerlegt. Jeweils die zur Oberfläche parallele Netzebenenchar des Analysatorkristalls reflektiert die vom Präparat ausgesandte Strahlung.

Eine vor dem Detektor angebrachte Sollerblende blendet von den am Kristall reflektierten Strahlen ein paralleles Bündel aus, das anschliessend in den Detektor gelangt (Fig. 6). Der Detektor tastet auf dem Umfang des Messkreises den Beugungswinkelbereich ab, während der Kristall gedreht wird. Aus den gemessenen Beugungswinkeln 2θ der Spektrallinien und dem bekannten Netzebenenabstand d des Analysatorkristalls lassen sich so mit Hilfe der Braggschen Gleichung:

$$2d \sin \theta = n \lambda$$

die Wellenlängen λ berechnen. Aus den gemessenen Intensitäten der Spektrallinien kann schliesslich die chemische Zusammensetzung des Präparats bestimmt werden.

Mit dem Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Röntgen-Fluoreszenzanalysen können sowohl qualitative Analysen in Verbindung mit einem Präzisions-Linienschreiber als auch quantitative Analysen durchgeführt werden. Bei quantitativen Analysen werden Impulszahl und Zählzeit vom Strahlungsmessgerät angezeigt und können mit einem Drucker registriert werden.



SEV 32.359

Fig. 6

Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Fluoreszenzanalysen in Luft (RFA)

- 1 Strahlenschutzkappe; 2 Sollerblende; 3 Szintillationszähler;
- 4 Präparatwechslergehäuse

Für Fluoreszenzanalysen in Luft wird auf das Goniometer-Gehäuse mit Kristallträger (Präparatträger beim Diffraktometer) der im wesentlichen aus einem Präparatwechslergehäuse 4 in Fig. 6, mit Präparatwechsler, einem Detektorträger mit Sollerblende und einer Strahlenschutzkappe 1 bestehende Zusatz für RFA montiert. Im Präparatwechsler wird das Präparat so angebracht, dass seine Oberfläche mit dem Zentralstrahl des Röntgenstrahlbündels einen Winkel von 45° bildet. Es können Präparate bis zu einer Grösse von maximal $30 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ oder 26 mm Durchmesser $\times 10 \text{ mm}$ eingesetzt werden. Der Präparatwechsler wird in das Präparatwechslergehäuse eingesetzt, an dessen Oberseite sich das Eintrittsfenster für die primäre Röntgenstrahlung befindet. Eine Strahlenfalle im Wechslergehäuse erlaubt ein strahlensicheres Wechseln des Präparates. Sowohl das in das Wechslergehäuse einfallende als auch das am Präparat reflektierte Röntgenstrahlbündel können durch Wahl geeigneter Blenden verschieden begrenzt werden.

Der Analysatorkristall wird in gleicher Weise in der Goniometermitte angebracht wie das Präparat bei Beugungsanalysen im Rückstrahlverfahren mit dem Diffraktometer. Als Kristallträger wird der Präparatträger des Diffraktometers verwendet.

Am Detektorträger können die üblichen Strahlungsdetektoren für weiche Röntgenstrahlen befestigt werden (Szintillationszähler, Durchflusszählrohre und Geiger-Müller-Zählrohre). Vor dem Detektor wird eine Sollerblende mit $0,15^\circ$ oder mit $0,4^\circ$ Öffnungswinkel sowie eine Detektorblende auf dem Detektorträger angebracht. Vorn an der Sollerblende wird eine Strahlenschutzkappe 1, in Fig. 6, montiert, die den Kristallträger mit dem Analysatorkristall vollständig abdeckt. An der Strahlenschutzkappe ist ein Bleigummischirm mit einer beweglichen Halterung befestigt, die auf dem Präparatwechslergehäuse aufliegt. So wird verhindert, dass Fluoreszenzstrahlung in den Messraum austritt.

Der beschriebene Aufbau des Zählrohr-Goniometers für Fluoreszenzanalysen in Luft ist vorteilhaft in der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung bei Analysen auf Elemente der Ordnungszahl $Z = 22 \dots 92$ einzusetzen. Das Zählrohr-Verfahren ermöglicht beträchtliche Zeitersparnis gegenüber anderen Verfahren und erreicht die Genauigkeit der chemischen Schiedsanalyse. Die beschriebene Zählrohranordnung zeichnet sich durch gute Reproduzierbarkeit quantitativer Analyseergebnisse und das Fehlen von Anregungsschwierigkeiten aus. Mit ihr können Dickenmessungen an metallischen und nichtmetallischen Oberflächenschichten vorgenommen werden. Auch in Kombination mit Anreicherungs- und Trennverfahren lässt sich das Röntgen-Verfahren einsetzen.

Um auch Fluoreszenzanalysen auf Elemente der Ordnungszahl $12 \dots 21$ (Mg bis Sc) vornehmen zu können, muss der gesamte Raum, in dem der Strahlengang verläuft, evakuiert werden, da die von diesen Elementen ausgesandte weiche Eigenstrahlung von der Luft stark absorbiert wird. Dies lässt sich mit dem Vakuum-Zusatz zum Zählrohr-Goniometer erreichen, bei dem der Strahlengang vom Röhrenfenster bis zum Detektorfenster vollständig im Vakuum verläuft (Fig. 7). Der Vakuum-Zusatz besteht im wesentlichen aus einem Probenwechsler 2, einem Kristallwechsler 3 und einem Detektorträger 5 mit einer Sollerblende. Mit dem Probenwechsler werden die Präparate in den vollständig im

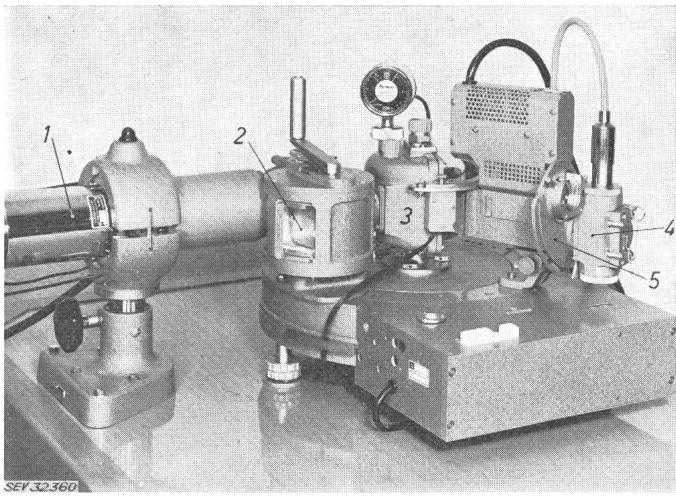


Fig. 7

Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Fluoreszenzanalysen im Vakuum
 1 Hochleistungs-Röntgenröhre; 2 Probenwechsler; 3 Kristallwechsler;
 4 Durchflusszählrohr; 5 Detektorträger

Vakuum verlaufenden Strahlengang eingeschleust. Er enthält drei Präparate-Kammern, von denen sich eine stets in Messstellung, die nächste in Vorbereitungsstellung befindet und die dritte neu gefüllt werden kann. Damit ist eine kontinuierliche Analysenfolge möglich. Über eine kurze Vorsolterblende ist der Probenwechsler mit dem Kristallwechsler 3 verbunden, in dem sich der Analysatorkristall befindet. In den Kristallwechsler können zwei Analysatorkristalle, z. B. ein LiF- und ein Gipskristall eingesetzt werden, die durch Drehen einer Rändelschraube einfach gewechselt werden können. So ist es möglich, ohne Umbau der Apparatur und ohne Unterbrechen des Vakuums während der Messung schnell den Kristall zu wechseln, wenn dies erforderlich sein sollte. Einer der Kristalle befindet sich in Arbeitsstellung. Dem Kristallwechsler ist ein Sollerblendenkanal nachgeschaltet, an dessen Ende sich der Detektorträger 5 befindet. Am Detektorträger können zwei Detektoren gleichzeitig montiert werden, von denen sich jeweils einer in Meßstellung befindet.

Der Vakuum-Zusatz am Zählrohr-Goniometer ist darauf abgestimmt, Fluoreszenzanalysen in kontinuierlicher Folge bei kleinstem Zeitaufwand vorzunehmen. Ausser auf Elemente der Ordnungszahl $Z = 12 \dots 21$ können auch Fluoreszenzanalysen auf Elemente mit grösserer Ordnungszahl bis $Z = 29$ durchgeführt werden. Hierzu ist jedoch kein Vakuum erforderlich. Bei Analysen von Flüssigkeiten auf Elemente der Ordnungszahl $12 \dots 20$ ist der Vakuum-Zusatz wegen des hohen Dampfdruckes der Flüssigkeiten nicht zu evakuieren, sondern mit Helium oder Wasserstoff zu spülen. Zum Analysieren von Elementen der Ordnungszahl $16 \dots 27$ (S bis Co) in Lösung kann auch der Kristallwechsler bis zum Eintrittsfenster des Detektors allein evakuiert werden, wenn man zwischen Probenwechsler und Verbindungsrohr zum Kristallwechsler eine Folie einsetzt. So wird man unabhängig von atmosphärischen Einflüssen.

Hat man nur sehr geringe Substanzmengen für die Analyse zur Verfügung oder sollen kleine Probenbereiche ge-

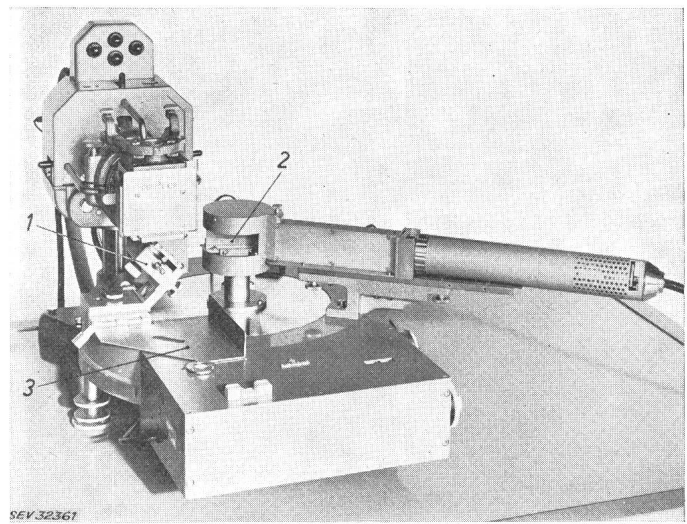


Fig. 8

Zählrohr-Goniometer mit Zusatz für Fluoreszenzanalysen kleinster Mengen und Bereiche
 1 Präparatträger; 2 Analysatorkristall; 3 Streustrahlenblende

trennt von ihrer Umgebung untersucht werden, so ist es erforderlich, den anregenden Primärstrahl äusserst scharf auszublenzen. Dies ist mit einem speziellen Präparatträger 1 zum Zählrohr-Goniometer (Fig. 8) möglich, der gezielte Analysen bis herab zu Probenoberflächen von $0,1 \text{ mm}^2$ ermöglicht.

Es können Substanzmengen bis zu einigen μg und Probenbereiche von $1,0 \dots 0,1 \text{ mm}$ Durchmesser analysiert werden. Ein Evakuieren der Apparatur ist nicht möglich, so dass nur Elemente der Ordnungszahl $22 \dots 92$ erfasst werden können. Diese Apparatur ist überall dort einzusetzen, wo Einschlüsse in Erz-, Mineral- oder Metallschliffen sowie in Gläsern, oder kleine Kriställchen, Metall- oder Pulver-Körner analysiert werden sollen. Auch Diffusionserscheinungen und Konzentrationsverteilungen über grössere Probenbereiche lassen sich mit dem Zählrohr-Goniometer mit Mikro-zusatz schnell untersuchen.

Literatur

- [1] Bragg, W. H.: Application of the Ionisation Spectrometer to the Determination of the Structure of Minute Crystals. Proc. Phys. Soc. (London) 33(1921), Juni, S. 222...224.
- [2] Brentano, J. C. M.: An X-Ray Goniometer Using Beams of Large Aperture for Photographically Recording Crystal-Powder Reflections. Proc. Phys. Soc. (London) 49(1937)270, S. 61...77.
- [3] Trost, A.: Über Zählrohre mit Dampfzusatz. Z. Phys. 105(1937) 7/8, S. 399...444.
- [4] Neff, H.: Neue Verfahren der röntgenographischen Strukturanalyse mit Zählrohren. Siemens-Z. 32(1958)5, S. 379...384.
- [5] Neff, H.: Röntgenographische Analysenverfahren. VDI-Z 102 (1960)30, S. 1433...1437.
- [6] Tögel, K.: Spektrochemische Analyse mit Röntgenstrahlen. Siemens-Z. 32(1958)5, S. 371...379.
- [7] Tögel, K.: Über Röntgenfluoreszenzanalyse im Vakuum auf Elemente der Ordnungszahlen 12 bis 22. Siemens-Z. 34(1960)10, S. 726...733.
- [8] Tögel, K.: Röntgenfluoreszenzanalyse kleinster Mengen und Bereiche. Siemens-Z. 36(1962)7, S. 497...501.

Adresse des Autors:

Frau Brigitte Kim, Diplom-Physikerin, Siemens & Halske AG, Wernerwerk für Messtechnik, Karlsruhe (Deutschland).