



Doctoral Thesis

Quantitative Spurenanalyse mit ioneninduzierter Röntgenstrahlung

Author(s):

Bonani, Georges

Publication Date:

1977

Permanent Link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000132974> →

Rights / License:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

Diss. ETH 6025

QUANTITATIVE SPURENANALYSE MIT
IONENINDUZIERTER ROENTGENSTRAHLUNG

A B H A N D L U N G

zur Erlangung

des Titels eines Doktors der Naturwissenschaften

der

E I D G E N O E S S I S C H E N T E C H N I S C H E N
H O C H S C H U L E Z U E R I C H

vorgelegt von

G E O R G E S B O N A N I

Dipl. Phys. ETH Zürich

geboren am 3. April 1946

von Martisberg (Kt. Wallis)

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. J. Lang, Referent
Prof. Dr. W. Wölfli, Korreferent

1977

3. ZUSAMMENFASSUNG

Bei der Bestrahlung neutraler Targetatome mit Photonen oder Elektronen werden nicht nur die äusseren Elektronenschalen ionisiert, sondern es werden stets auch Fehlstellen in den innersten Schalen erzeugt. Beim Auffüllen solcher Lerrstellen durch Elektronen aus den äusseren Schalen wird charakteristische Röntgenstrahlung (oder Augerelektronen) emittiert, die zur Elementenanalyse verwendet werden kann. Erfolgt die Anregung der Atome nicht wie bisher üblich mit Elektronen, sondern mit Protonen, so kann die Empfindlichkeit dieser altbekannten physikalischen Elementenbestimmungsmethode erheblich gesteigert werden. Zur Messung der Röntgenspektren wurden hochauflösende Si(Li)-Halbleiterdetektoren verwendet. Diese neue, vielseitige Spurenanalysenmethode erlaubt es, in einem einzigen Messvorgang sämtliche in einer Probe vorhandenen Spurenelemente mit Ordnungszahlen grösser als 10 gleichzeitig nachzuweisen.

Die Nachweisempfindlichkeit der protonen- und der elektroneninduzierten Röntgenfluoreszenzanalyse wird im wesentlichen durch Bremsstrahlung begrenzt, die aus der Wechselwirkung der geladenen Teilchen mit dem Probenmaterial herrührt. In den Ionen-induzierten Röntgenspektren besteht der Untergrund zur Hauptsache aus Bremsstrahlung von Sekundärelektronen, die durch die einfallenden Ionen im Target erzeugt werden. Systematische Untersuchungen der Emissionswirkungsquerschnitte für charakteristische Röntgenstrahlung und der Untergrundstrahlung, die mit Protonen und Sauerstoffionen verschiedener Energien durchgeführt wurden, ergaben, dass die grösste Nachweisempfindlichkeit der Ionen-induzierten Röntgenanalysemethode mit Protonen im Energiebereich zwischen 2 und 4 MeV erreicht wird. Sie liegt für die meisten Elemente im Bereich zwischen 0.1 und 1 ppm.

Die Nachweisempfindlichkeit der protonen-induzierten Röntgenanalyse ist im Vergleich zu derjenigen der elektron-induzierten um 2 - 3 Grössenordnungen besser. Da selbst kleinste Probenmengen von wenigen Mikrogramm noch mit dieser hohen Empfindlichkeit analysiert werden können und zur Anregung der charakteristischen Röntgenstrahlung geladene Teilchen verwendet werden, wurden zur Analyse auch fein fokussierte Protonenstrahlen benutzt. Die aufgebaute "Protonen-Mikrosonde" erlaubt es, routinemässig quantitative Analysen von Spurenelementen mit einer Ortsauflösung bis 10 μm durchzuführen. Ein digital gesteuertes Abtastsystem ermöglicht es, die Ortsverteilung der Elemente in einer Probe quantitativ auszuwerten.

Anhand von praktischen Beispielen werden die Möglichkeiten der protonen-induzierten Röntgenanalysemethode gezeigt.

4. ABSTRACT

When characteristic X-rays are excited by means of an ion beam in the MeV/AMU range and measured with a high resolution Si(Li)-detector, all trace elements with $Z \geq 10$ can be determined simultaneously in any solid specimen. It is shown that the highest sensitivity in this multi-element analysis method is not obtained with heavy ions but with protons having energies between 2 and 4 MeV. With these projectiles a concentration sensitivity of 0.1 - 1 ppm is obtained for all elements. This is about 2 - 3 orders of magnitude better compared to electron induced X-ray spectroscopy. Small samples down to a few micrograms can be analysed with the same sensitivity. The advantages and limitations of this analytical method are discussed.

A finely focused proton beam with a probe size of 10 μm has been used to analyse trace elements within very small regions. Using a scanning system, it is also possible to determine the local distribution of the trace elements. The main aim of this investigation, rather than the achievement of the highest possible resolution, was the development of a standard analytical procedure and data handling system permitting quantitative determination of trace element concentrations in selected areas. For this purpose a digitally controlled electrostatic scanning system interfaced with a computerized data handling system was designed, constructed and tested. The application of this system and of the procedure is shown by several examples.