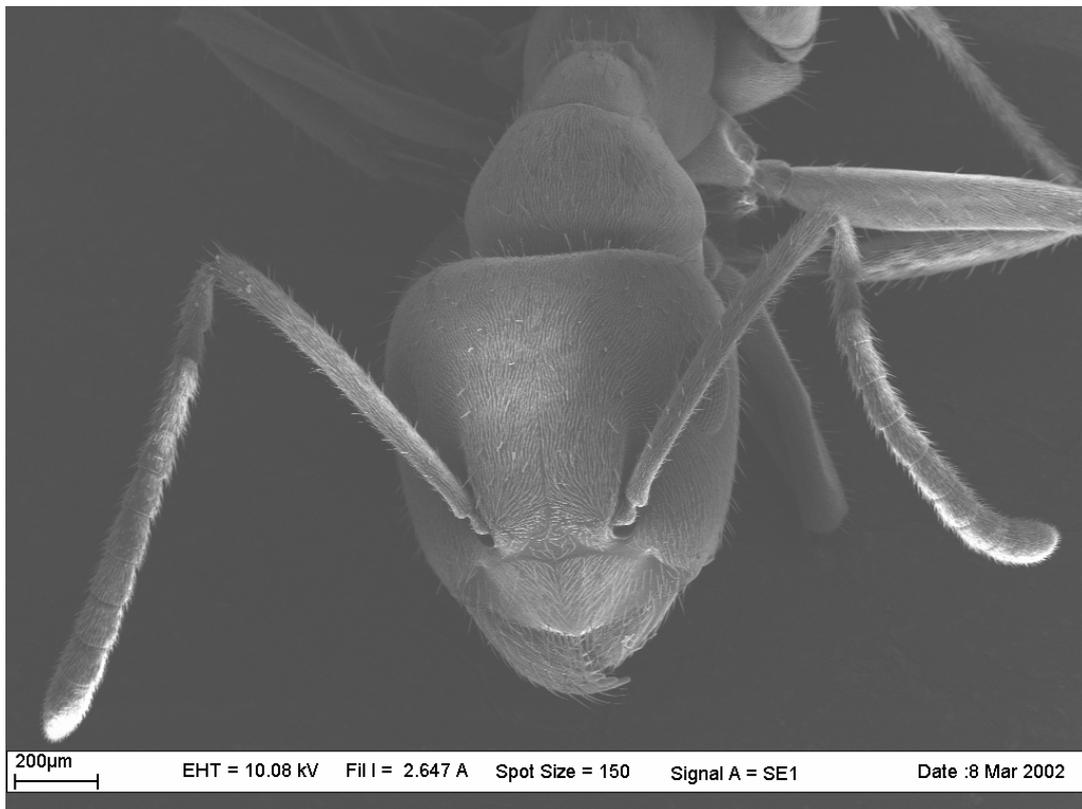


SS 2003  
Physik-Praktikum

## **Rasterelektronenmikroskopie**



REM-Bild einer Ameise

Labor für Rasterelektronenmikroskopie  
Raum S 04.-112  
Dr. J. Kraut  
FHTE Esslingen  
Fachbereich Grundlagen  
Kanalstrasse 33  
73728 Esslingen  
Tel.: 0711-3973436

Inhalt:

- S. 3 Aufbau und Funktionsweise eines Elektronenmikroskops
- S. 7 Bilderzeugung mittels Sekundär- und Rückstreuelektronen
- S. 10 Detektorsysteme
- S. 11 Elementmikroanalyse durch Röntgenfluoreszenz
- S. 13 Röntgendetektor
- S. 14 Röntgenfluoreszenzspektrum
- S. 16 Röntgenfluoreszenzanalyse am Beispiel einer 50-Cent-Münze

## **Aufbau und Funktionsweise eines Rasterelektronenmikroskops**

Abbildung 1: Rasterelektronenmikroskop LEO 1455VP

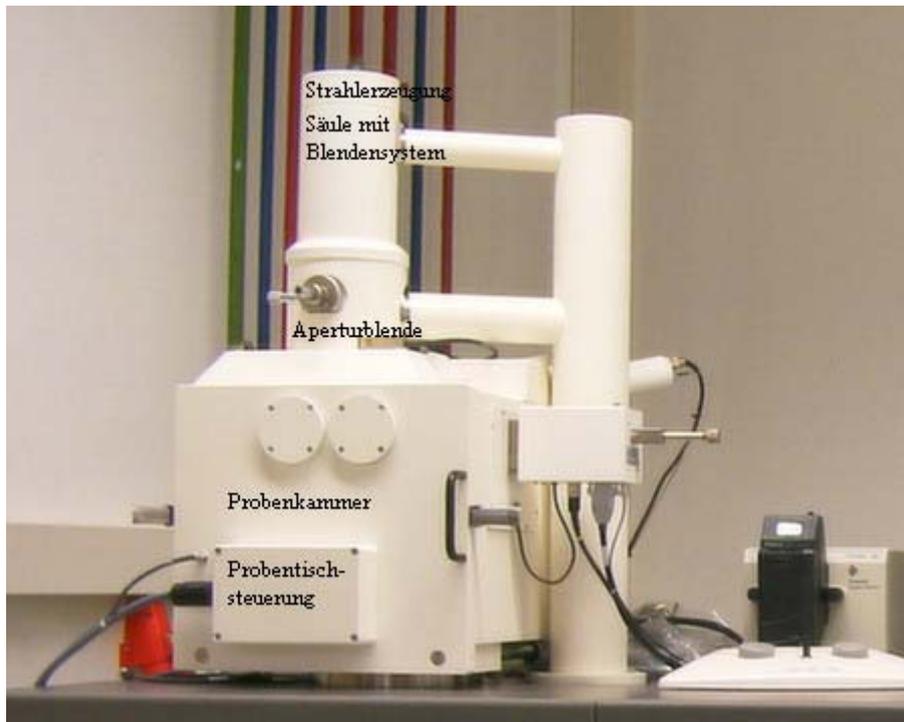


Abbildung 1 zeigt das Rasterelektronenmikroskop, das im Fachbereich Grundlagen für Untersuchungen von Werkstoffoberflächen und Beschichtungen, sowie zur Schadensanalytik zur Verfügung steht. Im Kopf der Säule des Elektronenmikroskops befindet sich der sogenannte Wehneltzylinder, der eine Kathode mit einem dünnen Wolframdraht enthält (Abb. 2). Durch Heizen des Wolframdrahtes werden thermische Elektronen emittiert. Die Elektronenwolke im Wehneltzylinder wird durch Anlegen einer Spannung von ca. 100 V bis ca. 30 000 V zwischen Wehneltzylinder und Anode aus dem Zylinder abgesaugt und zur Anode beschleunigt. Durch die Blendenöffnungen von Wehneltzylinder und Anode wird die Elektronenwolke auf die Form eines dünnen Strahls begrenzt.

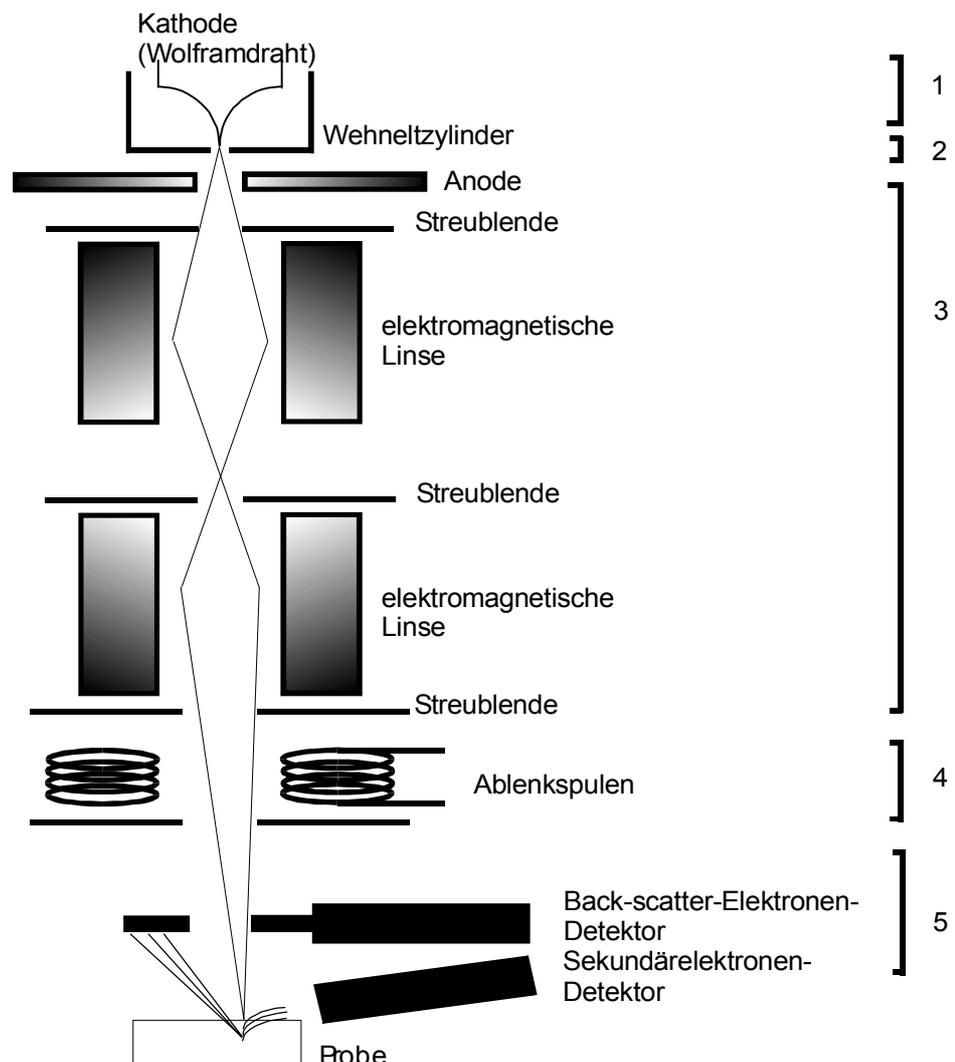
Abbildung 2: Wehneltzylinder und Wolframkathode



Die Intensität des erzeugten Strahls ist abhängig von der Anzahl der emittierten Elektronen. Je stärker die Kathode geheizt wird, desto mehr Elektronen werden emittiert. Bei weiterer Erhöhung des Heizstromes tritt eine Sättigung des Emissionsstromes ein, die den optimalen Arbeitspunkt darstellt. Wird nach Erreichen des Sättigungsbereiches der Heizstrom weiter hochgefahren, werden keine zusätzlichen Elektronen emittiert, also keine höhere Strahlintensität erzielt, sondern lediglich die Lebensdauer der Kathode aufgrund der hohen Belastung verkürzt. Als Arbeitspunkt wird also der Heizstrom eingestellt, bei dem der Sättigungsbereich gerade erreicht ist. Die Energie der Elektronen ist abhängig von der angelegten Spannung zwischen Kathode und Anode und liegt zwischen 100 eV und 30 000 eV.

Abbildung 3: Rasterelektronenmikroskop, Funktionsschema

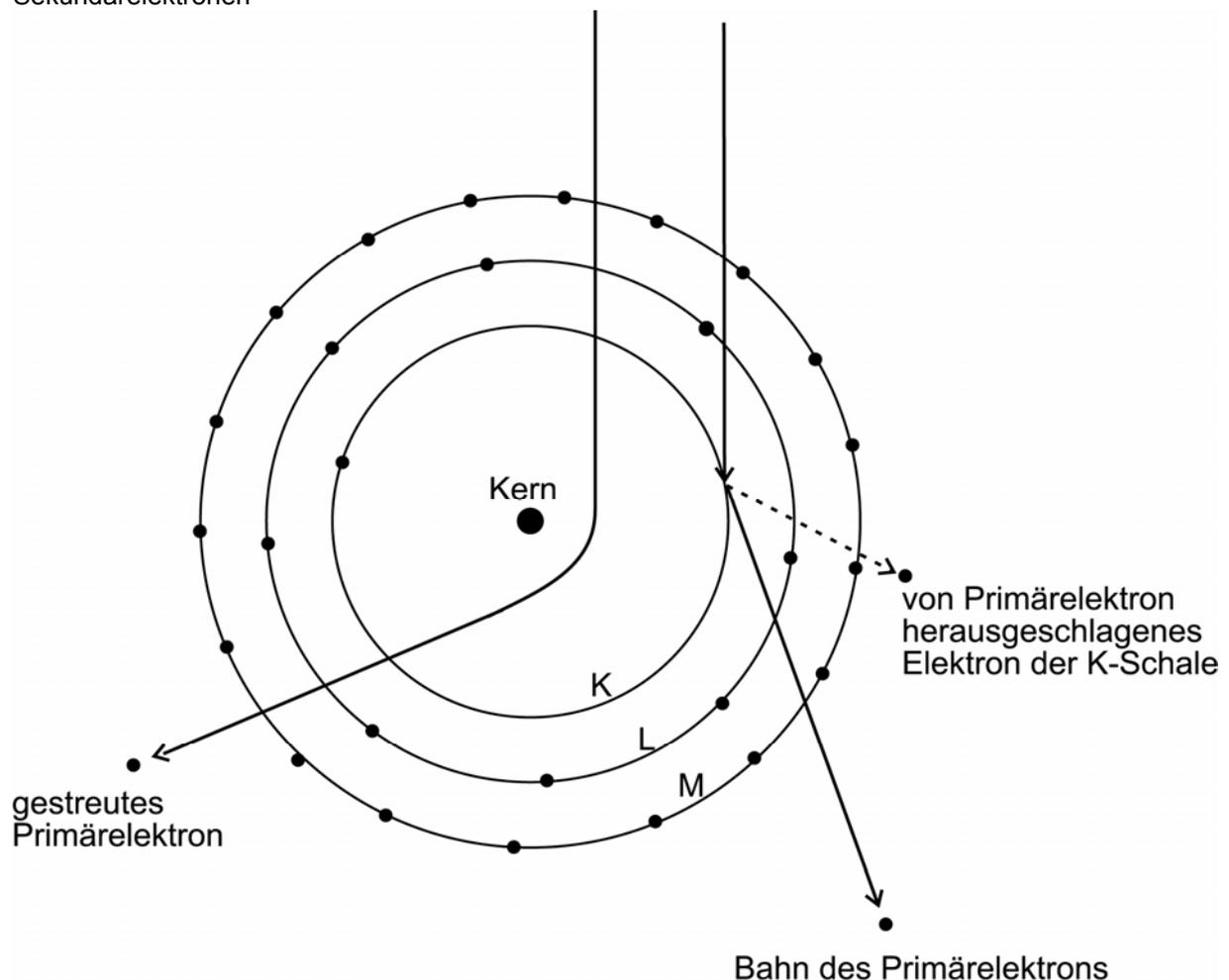
Ein Elektronenmikroskop besteht aus der Erzeugungseinheit für den Elektronenstrahl (1), der Beschleunigungseinheit für den Elektronenstrahl (2), der Mikroskopsäule mit dem Linsensystem zur Bündelung des Strahles (3), der Rastereinheit zur Abbildung einer Fläche (4), den Detektoren zur Signalaufnahme (5) und der Verarbeitungseinheit für die Darstellung des Bildes.



Durch elektromagnetische Linsen in der Säule wird der Elektronenstrahl gebündelt und auf die Probenoberfläche fokussiert, analog zur Bündelung und Fokussierung von Licht durch optische Linsen (Abb. 3). Aperturblenden begrenzen den Strahl und fangen ausserhalb des Strahlenbündels laufende Elektronen ab. Ablenkspulen am Ende des Linsensystems lenken den Strahl auf einen Punkt der im Fokus liegenden Probe. Sie sind an einen Scan-Generator angeschlossen, der das zeilenweise Abtasten der Probenoberfläche, also das Abrastern einer Fläche, ermöglicht.

Der Elektronenstrahl dringt beim Auftreffen auf die Probe noch eine gewisse Tiefe ins Material ein. Es treten dabei zwei Effekte auf, die zur Bilderzeugung genutzt werden können. Zum einen werden eingestrahelte Elektronen in der Nähe von Atomkernen durch Wechselwirkung der negativ geladenen Elektronen mit den positiv geladenen Kernen in ihrer Bahn abgelenkt (gestreut) (Abb. 4). Durchläuft ein Elektron mehrere solcher Streuprozesse kann es in seiner Bahn so weit abgelenkt werden, dass es wieder entgegengesetzt zur Einstrahlrichtung aus der Probenoberfläche austritt. Das Elektron wurde also zurückgestreut. Man spricht hierbei von Rückstreu- bzw. Back-Scatter-Elektronen. Zum anderen können die eingestrahelten Elektronen auf Elektronen der Probenatome treffen und diese in einem Stossprozess aus der Atomhülle herauschlagen. Die so freigesetzten Elektronen werden als Sekundärelektronen (im Gegensatz zu den eingestrahelten sogenannten Primärelektronen) bezeichnet.

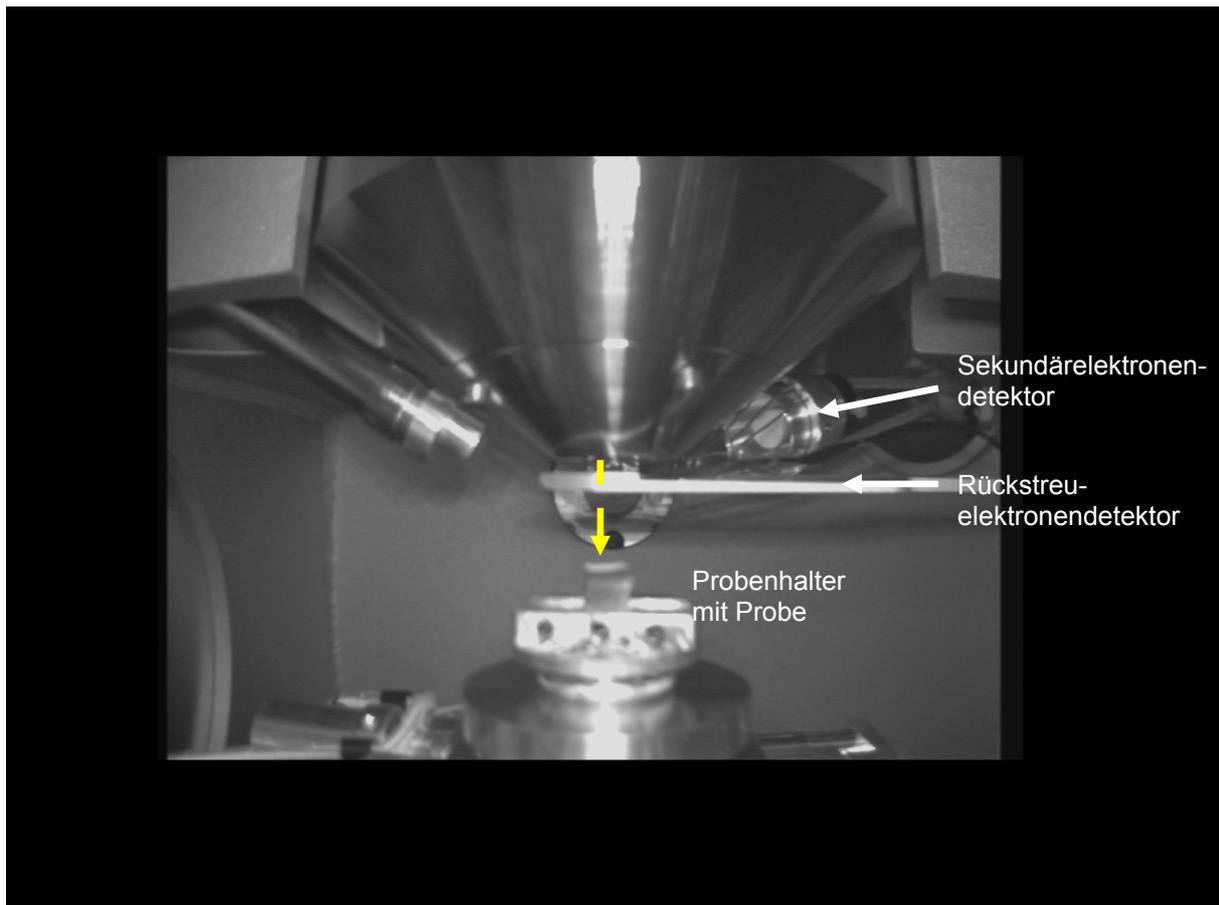
Abbildung 4: Bohrsches Atommodell mit Darstellung der Entstehung von Rückstreu- und Sekundärelektronen



Die Sekundärelektronen besitzen nach Verlassen der Atomhülle nur sehr geringe kinetische Energie und können nur recht kurze Weglängen in der Probe zurücklegen. Daher treten nur die Sekundärelektronen aus der Probenoberfläche aus, die nahe der Oberfläche erzeugt werden. Die Sekundärelektronen werden zum grossen Teil durch eine Saugspannung und damit ein elektrisches Feld zum Detektor gelenkt. Die Rückstreuelektronen besitzen eine wesentlich höhere kinetische Energie. Da es sich bei ihnen um die eingestrahlenen Primärelektronen handelt, entspricht ihre Energie der durch die angelegte Beschleunigungsspannung erzeugten kinetischen Energie abzüglich der Energie, die durch Stossprozesse (Erzeugen von Sekundärelektronen) und Energieverluste bei der Streuung verloren geht. Die höherenergetischen Rückstreuelektronen können nicht wesentlich durch das Feld zwischen Probe und Sekundärelektronendetektor umgelenkt werden und werden in alle Richtungen abgestrahlt. Sie können mittels eines grossflächigen BSE-Detektors (back-scatter-electron-Detektor), der sich über der Probe befindet, registriert werden (Abb. 5).

Abbildung 5: Probenkammer des Elektronenmikroskops

Die Primärelektronen werden durch eine Öffnung im Rückstreuelektronendetektor auf die Probe gestrahlt (gelber Pfeil). Der Rückstreuelektronendetektor befindet sich direkt oberhalb der Probe, der Sekundärelektronendetektor sitzt seitlich versetzt im hinteren Bereich der Probenkammer. Die Sekundärelektronen werden mit dem am Gitter des Detektors anliegenden Spannung in Richtung Detektor "gesaugt". (Links oben ist der Detektor für die Röntgenstrahlung erkennbar.)



## **Bilderzeugung mittels Sekundär- und Rückstreuelektronen**

Sekundärelektronen (SE): Topografiekontrast

Die durch Stösse mit den eingestrahlenen Primärelektronen aus den Atomhüllen herausgeschlagenen Elektronen des Probenmaterials, die sogenannten Sekundärelektronen, besitzen nur geringe kinetische Energie ( $< 50$  eV). Aufgrund der geringen kinetischen Energie und den dementsprechend kurzen Weglängen, die die Sekundärelektronen zurücklegen, können nur die Elektronen aus der Probenoberfläche austreten, die sehr nahe an der Oberfläche entstehen. Die Informationstiefe der SE-Bilder ist daher sehr gering (1 - 10 nm). Die Anzahl der austretenden Sekundärelektronen ist durch die Weglänge des einfallenden Elektronenstrahles in der oberflächennahen Randschicht bestimmt. Bei Flächen, die zum Strahl hin geneigt sind, ebenso wie an Kanten und Lamellen treten mehr Sekundärelektronen aus, da hier die erreichbare oberflächennahe Schicht grösser ist als bei massiven Körpern, deren Oberfläche senkrecht zur Einfallsrichtung des Primärstrahls steht. Kanten und Lamellen erscheinen dadurch heller, massive Objekte dagegen dunkler (siehe Abbildung 7). Das SE-Bild ist also stark von der Topografie der Oberfläche abhängig (Topografiekontrast).

Rückstreuelektronen (BSE): Materialkontrast

Die Elektronen des einfallenden Strahls (Primärelektronen) werden unter Beibehaltung ihrer Energie abgelenkt (Elektronenstreuung). Die Streuung der Primärelektronen erfolgt durch Umlenkung der Flugbahnen im Feld der Atomkerne des Probenmaterials. Schwere Elemente mit einer grösseren positiven Kernladung lenken die Elektronen stärker ab als leichte Elemente mit niedrigen Kernladungszahlen. Eine stärkere Umlenkung bedeutet eine erhöhte Wahrscheinlichkeit von Rückstreuung in Richtung Probenoberfläche. Bereiche, die aus schwereren Elementen bestehen, erscheinen durch die grössere Zahl rückgestreuter Elektronen heller als Bereiche, die vorwiegend leichte Elemente enthalten. Im REM-Bild ist daher ein Materialkontrast sichtbar (Abbildung 8). Die Streuung führt mit zunehmender Eindringtiefe zu einer Verbreiterung des Elektronenstrahls. Es kommt zur Ausbildung eines etwa birnenförmigen Interaktionsvolumens (Abb 6).

Die theoretisch maximale Informationstiefe, aus der Informationen über die Probenzusammensetzung erhalten werden können, entspricht der halben Weglänge der Elektronen im Probenmaterial (beispielsweise bei 10 kV Anregungsspannung ca.  $2 \mu\text{m}$  in Aluminium und ca.  $0.5 \mu\text{m}$  in Gold). In diesem Fall werden die Elektronen durch einen einzigen elastischen Stoss wieder in Richtung Probenoberfläche reflektiert. Realistischerweise muss man von einer Vielzahl von Streuprozessen ausgehen, bei denen die Elektronen in beliebige Raumrichtungen gestreut werden. Simuliert werden kann dies durch statistische Berechnungen, die auf dem Prinzip der Monte-Carlo-Berechnung beruhen (Abbildung 6).

Abbildung 6: Monte-Carlo-Simulation zur Darstellung der Bahnen von Primärelektronen in einer Probe

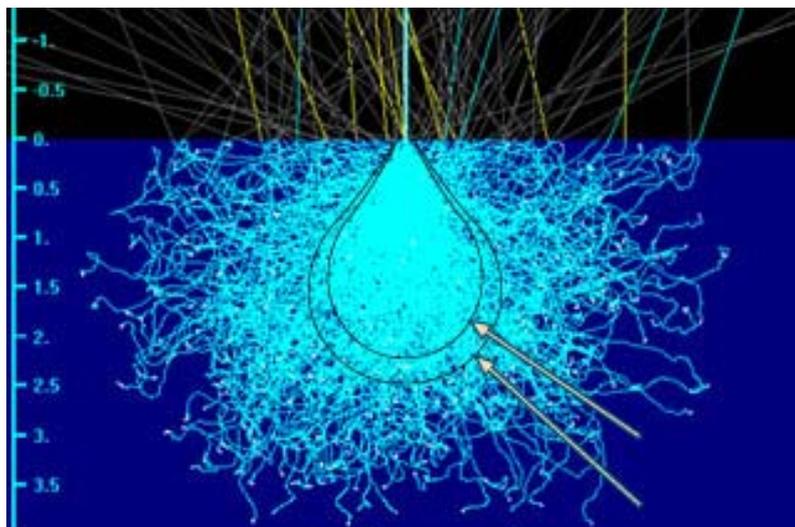


Abbildung 7: Sekundärelektronen-Bild einer Lötzinprobe.

Die Oberflächenstruktur tritt deutlich hervor. Dünne Schichten (Lamellen, Kanten) an der Oberfläche erscheinen besonders hell. An den unterschiedlichen Helligkeiten der einzelnen Bereiche ist erkennbar, dass ein System aus zwei getrennten Phasen vorliegt. Die unterschiedliche Helligkeit im SE-Bild wird indirekt durch die unterschiedliche Zahl von back-scatter-Elektronen erzeugt. Besonders deutlich tritt der Unterschied zwischen beiden Phasen bei Darstellung des Materialkontrastes durch back-scatter-Aufnahmen (s. Abb. 8) hervor.

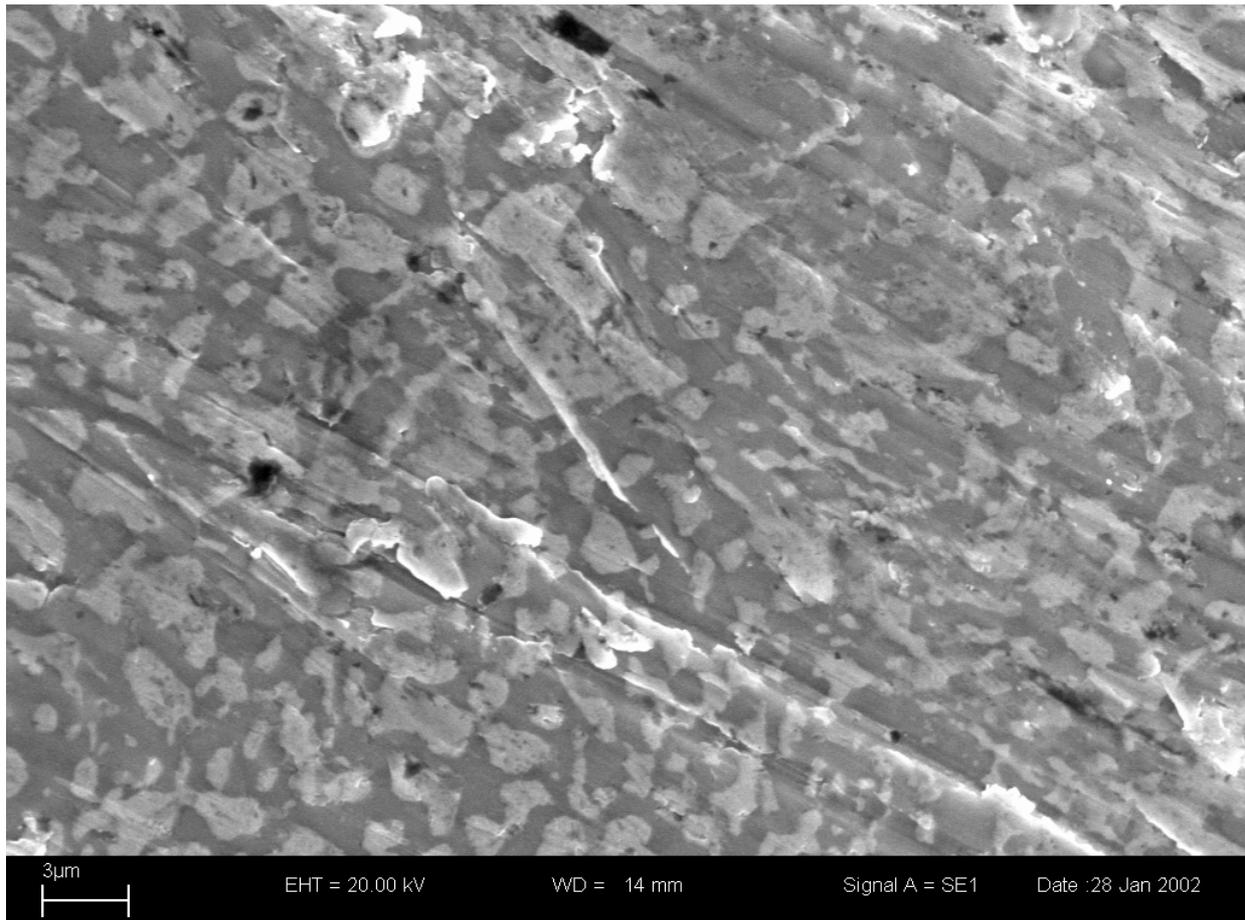
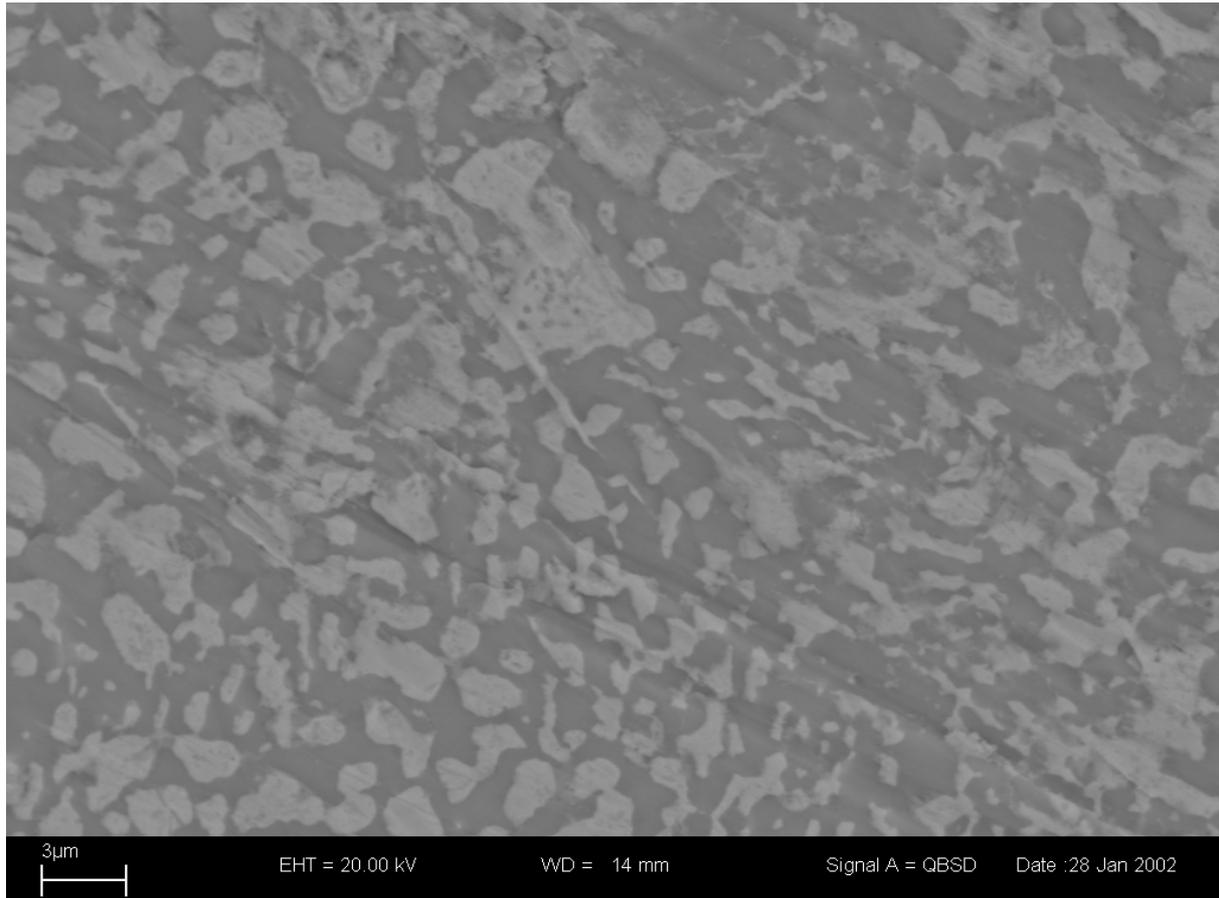


Abbildung 8: Back-Scatter-Elektronen-Bild der Lötzinprobe aus Abb. 7

Klar erkennbar ist der Materialkontrast zwischen Blei- und Zinn-haltigen Phasen (Ordnungszahl von Zinn = 50, Ordnungszahl von Blei = 82). Die bleihaltige Phase erscheint aufgrund der stärkeren Rückstreuung an den schweren Kernen heller als die zinnhaltige Phase. Da die Rückstreuelektronen aus grösseren Tiefen kommen, sind Oberflächeneffekte wie dünne Lamellen und Kanten nicht erkennbar.



Lumineszenz: (variable-pressure-mode)

Während die Erzeugung von Sekundärelektronen durch das Herausschlagen von Elektronen aus den Hüllen der Atome des Probenmaterials Energie verbraucht, wird beim umgekehrten Vorgang, also der Rekombination von freien Elektronen und positiven Ionen, Energie frei. Sie wird in Form von Lichtquanten abgegeben. Dieser Vorgang wird als Kathodenlumineszenz bezeichnet. Die entstehenden Lichtblitze werden von einem Lichtleiter aufgefangen und an einen Detektor weitergeleitet. Da die in der Probe entstehenden Lichtblitze ausserhalb der Probe nicht sichtbar sind, müssen ausserhalb der Probe Rekombinationen von rückgestreuten Elektronen und Ionen möglich sein. Daher wird in einer Gasatmosphäre mit variablem, geringem Druck ( $10^1$  bis  $10^2$  Pa, zum Vergleich: Atmosphärendruck =  $10^5$  Pa) gearbeitet und damit die aus der Oberfläche ausgetretenen Elektronen nachgewiesen.

Üblicherweise werden die Sekundärelektronen oder die Rückstreuelektronen zur Bilderzeugung genutzt, je nach dem, ob eher die Materialverteilung (Materialkontrast bei Rückstreuelektronenbildern) oder eher die Oberflächenmorphologie (Sekundärelektronenbilder) von Interesse ist. Die Lumineszenz spielt dagegen eine untergeordnete Rolle.

## **Detektorsysteme:**

Sekundärelektronen-Detektoren

Ein SE-Detektor besteht im Wesentlichen aus einem Metallgitter für die Saugspannung und einer Scintillatoreinheit mit einem Photomultiplier (Abb. 5). Durch einzelne Sekundärelektronen werden in der Scintillatoreinheit zunächst Lichtblitze erzeugt, die dann im nachgeschalteten Photomultiplier in ein messbares Signal umgesetzt werden.

Rückstreuelektronen-Detektoren  
(back-scatter-electron detector)

Als Detektoren für Back-scatter-Elektronen können Halbleiterdetektoren, im Prinzip also Solarzellen, verwandt werden. Im Detektor kann ein Elektron genauso wie ein Photon des sichtbaren Lichts in der Solarzelle weitere Elektronen anregen und einen Strom erzeugen. Das so entstehende elektrische Signal dient dann zum Nachweis der Back-scatter-Elektronen.

Variable-pressure-Detektor

Die durch die Rekombination von Elektronen und positiven Ionen im Gas oberhalb der Probe entstehenden Photonen werden durch einen Lichtleiter zu einer Photozelle geleitet und dort in elektrische Impulse umgesetzt.

## **Elementmikroanalyse durch Röntgenfluoreszenz**

Zur Beschreibung der bei der Bestrahlung mit Elektronen entstehenden Röntgenstrahlung wird das Bohrsche Atommodell zugrunde gelegt (s. Abb. 4 und 9). Das Modell beschreibt Atome als Systeme mit einem positiven Kern, um den auf definierten Bahnen negativ geladene Elektronen im energetischen Gleichgewicht (d.h. ohne Aufnahme oder Abgabe von Energie) kreisen. Die Bahnen, auch Schalen genannt, werden mit den Buchstaben K, L, M, N usw. benannt.

### **Charakteristische Strahlung**

Bei der inelastischen Streuung der Primärelektronen und hochenergetischen Rückstreuerelektronen mit den Atomen des Probenmaterials werden Elektronen aus den Schalen der Atome herausgeschlagen. Da die Elektronen auf den inneren Schalen eine geringere potentielle Energie besitzen, werden diese freien Plätze sofort von Elektronen aus weiter außen liegenden Schalen aufgefüllt. Dabei wird die Differenz der potentiellen Energien der jeweiligen Schalen, die einen festen Wert besitzt, als Strahlung (Photon) mit einer festen Wellenlänge frei. Die Schalen werden also immer von innen nach außen besetzt, d.h. die weiter außen liegenden Schalen werden erst besetzt, wenn die innen liegenden Schalen voll aufgefüllt sind.

Wird eines der beiden Elektronen der innersten Schale (K-Schale) herausgeschossen, wechselt ein Elektron aus der L- oder M-Schale in die freie Position der K-Schale. Die Energiedifferenz und damit die frei werdende Energie ist relativ groß und wird in Form von Röntgenstrahlung einer festen Wellenlänge abgegeben. Diese Strahlung wird als charakteristische Strahlung bezeichnet. Die beim Übergang von der L- in die K-Schale freiwerdende Energie wird als  $K\alpha$ -Strahlung bezeichnet (Abb. 9), die beim Übergang von der M- in die K-Schale freiwerdende Energie als  $K\beta$ -Strahlung. Analog spricht man bei der Besetzung frei gewordener Positionen in der L-Schale durch M-Elektronen von  $L\alpha$ - und bei Besetzung mit N-Elektronen von  $L\beta$ -Strahlung.

Da Elemente mit höherer Ordnungszahl eine größere positive Ladung besitzen, sind auch die potentiellen Energien der Elektronen auf den jeweiligen Schalen größer und damit auch die Energiedifferenzen. Die Energie der  $K\alpha$ -Linie wächst beispielsweise mit zunehmender Ordnungszahl von 1.74 keV bei Silizium bis zu 25.27 keV bei Zinn. Die Energieniveaus der Elektronenschalen sind also abhängig vom jeweiligen Feld des Kerns, d.h. jedes Element hat eine typische Verteilung der Energieniveaus und dementsprechend charakteristische Energiedifferenzen zwischen den Niveaus. In Abhängigkeit von der Energiedifferenz ist die bei den Elektronenübergängen emittierte Röntgenstrahlung also ebenfalls charakteristisch für ein bestimmtes Element (daher die Bezeichnung „Charakteristische Strahlung“). Durch Messung der Fluoreszenzenergien können somit die Elemente einer Probe identifiziert werden, durch Messung der Fluoreszenzintensität (Anzahl der emittierten Röntgenquanten) können die Konzentrationen der Elemente bestimmt werden.

### **Bremsstrahlung**

Die Ablenkung der hochenergetischen Elektronen im Feld der Atomkerne ist physikalisch eine Beschleunigung, da sich die Richtung der Flugbahnen ändert. Zur Beschleunigung der Elektronen wird daher ein, wenn auch geringer, Energiebetrag benötigt, der ebenfalls in Form von Photonen, also Strahlungsenergie, frei wird. Da die Größe der Beschleunigung jeden Wert zwischen „keine Richtungsänderung und Umkehr“ haben kann, liegt der frei werdende Energiebetrag zwischen 0 keV und der Energie der Primärelektronen, die der Beschleunigungsspannung entspricht. Die Bremsstrahlung hat daher ein kontinuierliches Spektrum an Energien und wird auch als „Kontinuum“ bezeichnet.

Abbildung 9: Bohrsches Atommodell mit Darstellung der Entstehung von charakteristischer Strahlung und Bremsstrahlung. Der Einfachheit halber ist nur die Entstehung der  $K\alpha$ -Strahlung dargestellt. Abb. 11 zeigt einen Ausschnitt des Modells mit der gleichzeitig zur  $K\alpha$ -Strahlung entstehenden  $K\beta$ - und  $L\alpha$ -Strahlung.

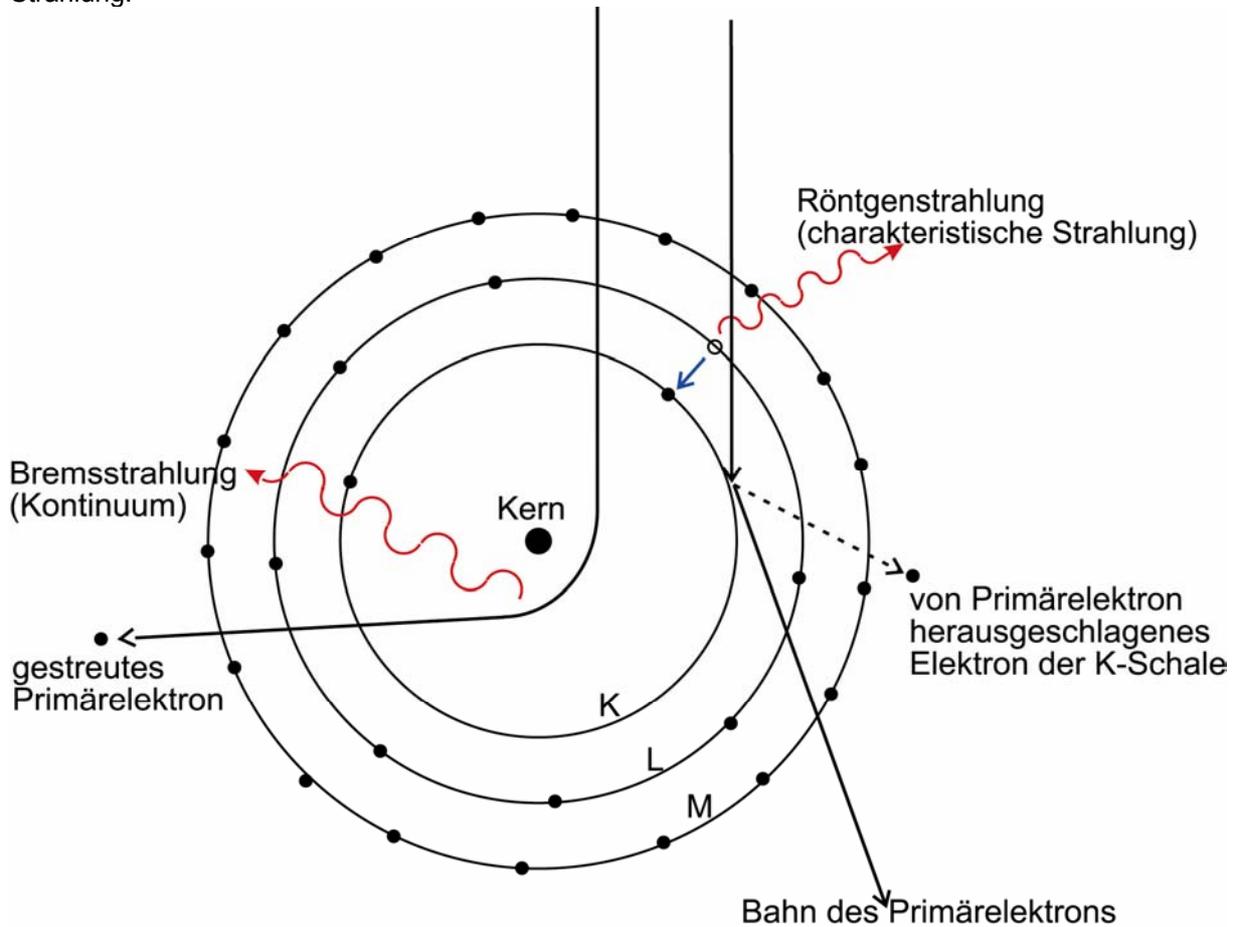
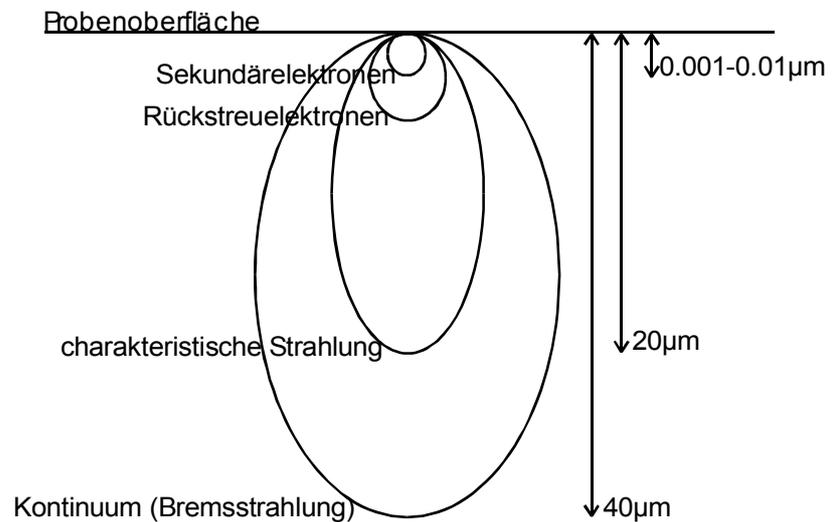


Abbildung10: Austrittstiefen von Sekundär- und Back-scatter-Elektronen, sowie charakteristischer und Kontinuumsstrahlung.



## Röntgendetektor

Je nach Detektorsystem unterscheidet man zwischen energie-dispersiven und wellenlängen-dispersiven Röntgenfluoreszenzdetektoren (EdX- und WdX-Detektoren). Im hier verwendeten EdX-Detektor wird ein Halbleiterdetektor verwendet, der simultan das gesamte Spektrum der Strahlung innerhalb eines zuvor gewählten Energiebereiches misst. In der WdX wird die Röntgenstrahlung wellenlängenabhängig aufgespalten und der interessierende Wellenlängenbereich schrittweise abgefahren.

Die Halbleiterdetektoren funktionieren wie eine Solarzelle, nur wird hier nicht sichtbares Licht, sondern Röntgenstrahlung zur Erzeugung von Elektronen benutzt. Sie enthalten beispielsweise Lithium-dotiertes Silizium. Durch die auftreffende Strahlung werden freie Elektronen erzeugt (analog zur Energieübertragung beim Stoss zwischen Primärelektronen und Elektronen in Atomhüllen kann auch durch Energieübertragung zwischen Lichtquant und Elektron in der Atomhülle das Elektron aus der Hülle herausgeschlagen werden). Jedes Elektron erzeugt durch Beschleunigung in einem hohen elektrischen Feld durch Stossionisation eine Elektronenlawine, die als elektrischer Impuls gemessen werden kann. Pro Röntgenquant wird also (bei einer theoretischen Ausbeute von 100%) ein Impuls gezählt. Die Summe der pro Energiestufe gezählten Impulse wird dann als Maß für die Intensität der Strahlung dieser Energie verwendet.

## **Röntgenfluoreszenzspektrum (x-ray fluorescence: XRF)**

In einem XRF-Spektrum wird üblicherweise die Intensität bzw. die Anzahl der registrierten Impulse (in cts = counts oder cps = counts per second) der gemessenen Strahlung gegen die Energie (in keV) aufgetragen.

Das Spektrum setzt sich aus zwei Anteilen zusammen, der Bremsstrahlung und der charakteristischen Strahlung. Die Bremsstrahlung bildet im Spektrum den Untergrundsbereich, während die charakteristische Strahlung in Form schmaler Peaks höherer Intensität erkennbar ist. Die Peaks werden auch als Linien bezeichnet ( $K\alpha$ -Linie,  $K\beta$ -Linie,  $L\alpha$ -Linie usw.).

Wie oben erwähnt, können die enthaltenen Elemente an der Fluoreszenzenergie, d.h. an der Lage der Peaks im Spektrum, erkannt werden. Die Fluoreszenzintensität, d.h. die gemessene Zählrate, die der Fläche des Peaks im Spektrum entspricht, liefert die Information über die in der Probe enthaltene Menge des jeweiligen Elementes. Bei der Peakflächenbestimmung muss aber der Untergrund, also der Betrag der Bremsstrahlung im Bereich des Peaks, abgezogen werden, um die Nettointensität des Signals zu ermitteln. Dies geschieht durch Computerprogramme, die die gemessenen Peaks über Fitfunktionen an errechnete Peaks anpassen. Wichtig hierbei ist, dass die Peaks der jeweiligen Linien ( $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$  ...) einzeln liegen und somit symmetrisch sind. Liegen zwei Linien eng beieinander, so kann der Detektor auf Grund seiner endlichen Energieauflösung diese beiden nicht mehr trennen und es wird im Spektrum nur ein einzelner Peak gemessen, der sich als umhüllende Kurve der beiden einzelnen Linien ergibt. Diese Umhüllende weist dann normalerweise zwei unterschiedlich steil abfallende Flanken auf, ist also nicht symmetrisch. Ein Vergleich der Kurvenformen der errechneten Peaks, die als ungestörte Linien berechnet werden, mit den Kurvenformen der gemessenen Peaks zeigt, ob tatsächlich einzelne Linien vorliegen. Auf diese Art kann die Anwesenheit eines zweiten Elementes erkannt und in die Analysenberechnung einbezogen werden.

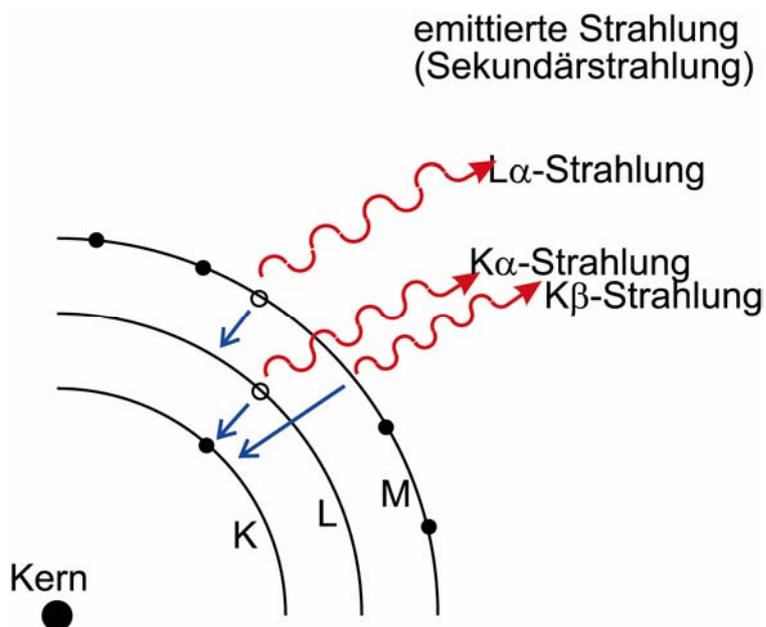
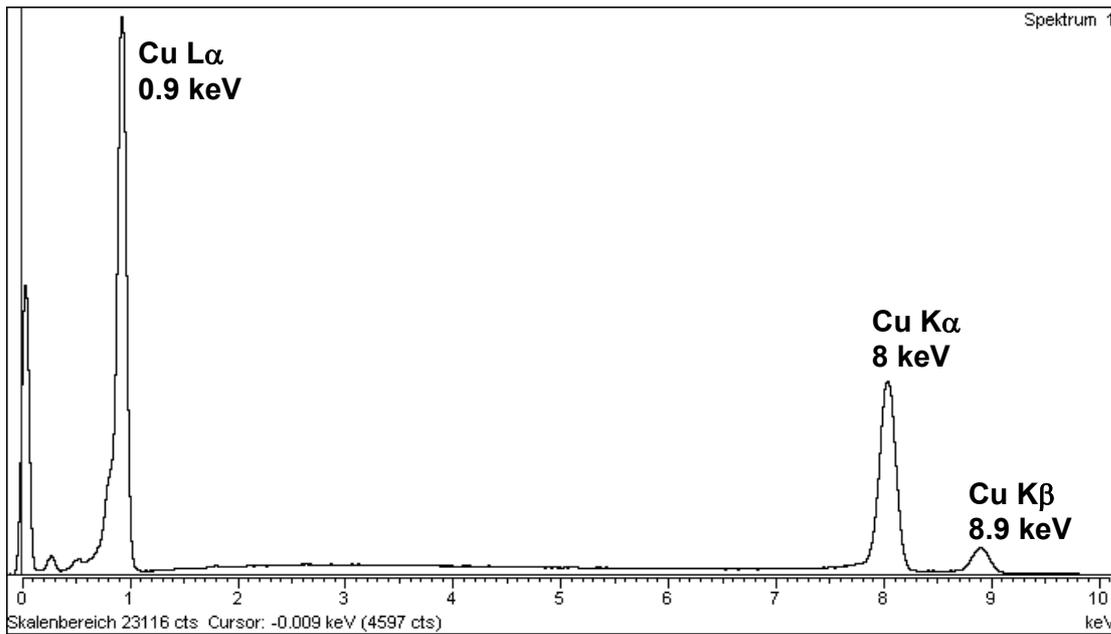
### **Nachweisgrenzen und Fehler**

Grundvoraussetzung für die Erkennung und Berechnung eines Peaks ist, dass er sich deutlich genug vom Untergrundrauschen abhebt. Die Grösse der Peakfläche hängt mit der Konzentration des jeweiligen Elements in der Probe zusammen. Daher ist die Mindestkonzentration eines jeden Elementes vom Verhältnis zwischen Peak und Höhe des Untergrunds im jeweiligen Bereich des Peaks abhängig. Diese Mindestkonzentration wird als Nachweisgrenze bezeichnet. Häufig wird als Untergrenze ein Wert von

$$I_N = 3(I_U)^{-1/2}$$

angesetzt, wobei  $I_N$  = Nettointensität des Elementpeaks,  $I_U$  = Intensität des Untergrundsignals. Bei dieser sog. 3-sigma-Statistik liegt die Wahrscheinlichkeit, dass der wahre Wert innerhalb der Fehlergrenzen des errechneten Wertes liegt, bei 99,6%. Die Nachweisgrenzen werden angegeben als relativer Wert in Prozent (oder auch in ppm = parts per million oder ppb = parts per billion). Bezugsgrösse ist die Masse (Gewichtsprozent) oder die Teilchenzahl (Atomprozent).

Abbildung 11: Darstellung der Elektronenübergänge der  $K\alpha$ -,  $K\beta$ - und  $L\alpha$ -Strahlung und das daraus resultierende Spektrum am Beispiel von Kupfer. Im Spektrum ist die Intensität der Strahlung aufgetragen gegen die Energie.



## **Röntgenanalyse am Beispiel einer 50-Cent-Münze (Cu-Al-Zn-Sn-Legierung, „nordisches Gold“)**

Abbildung 12 zeigt das Sekundärelektronenbild eines Ausschnitts einer 50-Cent-Münze. Das XRF-Spektrum einer solchen Münze ist in Abbildung 13 wiedergegeben. Es tritt dabei im Bereich von 8.6 keV bis 8.8 keV eine Linienüberlagerung zwischen Kupfer- und Zinksignalen auf. Die Linienüberlagerung ist nochmals dargestellt im Ausschnitt des Spektrums in Abbildung 14. Die Kupfer- $K\alpha$ -Linie bei 8.05 keV tritt als starker ungestörter Peak mit symmetrisch abfallenden Flanken auf. Die Zink- $K\alpha$ -Linie bei 8.64 keV jedoch liegt sehr nahe an der Kupfer- $K\beta$ -Linie mit 8.9 keV. Bei 8.7 keV gehen die Flanken des Zn- $K\alpha$ - und des Cu- $K\beta$ -Peaks ineinander über. Die Bestimmung der Zn- $K\alpha$ -Intensität aus der Peakfläche erfordert daher die Berechnung der Form des ungestörten Peaks bei Abwesenheit von Kupfer.

Abbildung 15 zeigt die relativen Fehler (Schwankungsbreiten) der Konzentrationen, die für die im Centstück enthaltenen Elemente Zink, Aluminium und Zinn bestimmt wurden. Aluminium und Zink liegen in Gehalten von ca. 5 Gew-% vor. Dadurch, dass das Al-Signal ungestört ist, ist der relative Fehler der Konzentrationsbestimmung von Aluminium kleiner als der relative Fehler der Bestimmung von Zink, in dem neben dem messtechnisch bedingten Fehler noch der bei der rechnerischen Peakflächenbestimmung erzeugte Fehler enthalten ist.

Je geringer der Gehalt eines Elementes in einer Probe ist, desto grösser ist der relative Fehler bei der Konzentrationsbestimmung. Dies hat seine Ursache einerseits in einer grösseren Schwankung der Anregungswahrscheinlichkeit (Verteilung weniger Atome auf ein grosses Volumen), sowie in einer grösseren Ungenauigkeit der Berechnung kleiner, schlecht ausgebildeter Peaks. Das im Centstück in einer Konzentration von ca. 1 Gew-% enthaltene Zinn kann daher nur in einer Genauigkeit von etwa 10 %-relativ (10 %-relativ heisst, die Angabe ist bezogen auf den Wert von 1 Gew-%) bestimmt werden. Das Zinn liegt also in einer Konzentration von 1 Gew-%  $\pm$  0.1 Gew-% vor.

Abbildung 12: Sekundärelektronenbild einer 50-Cent-Münze

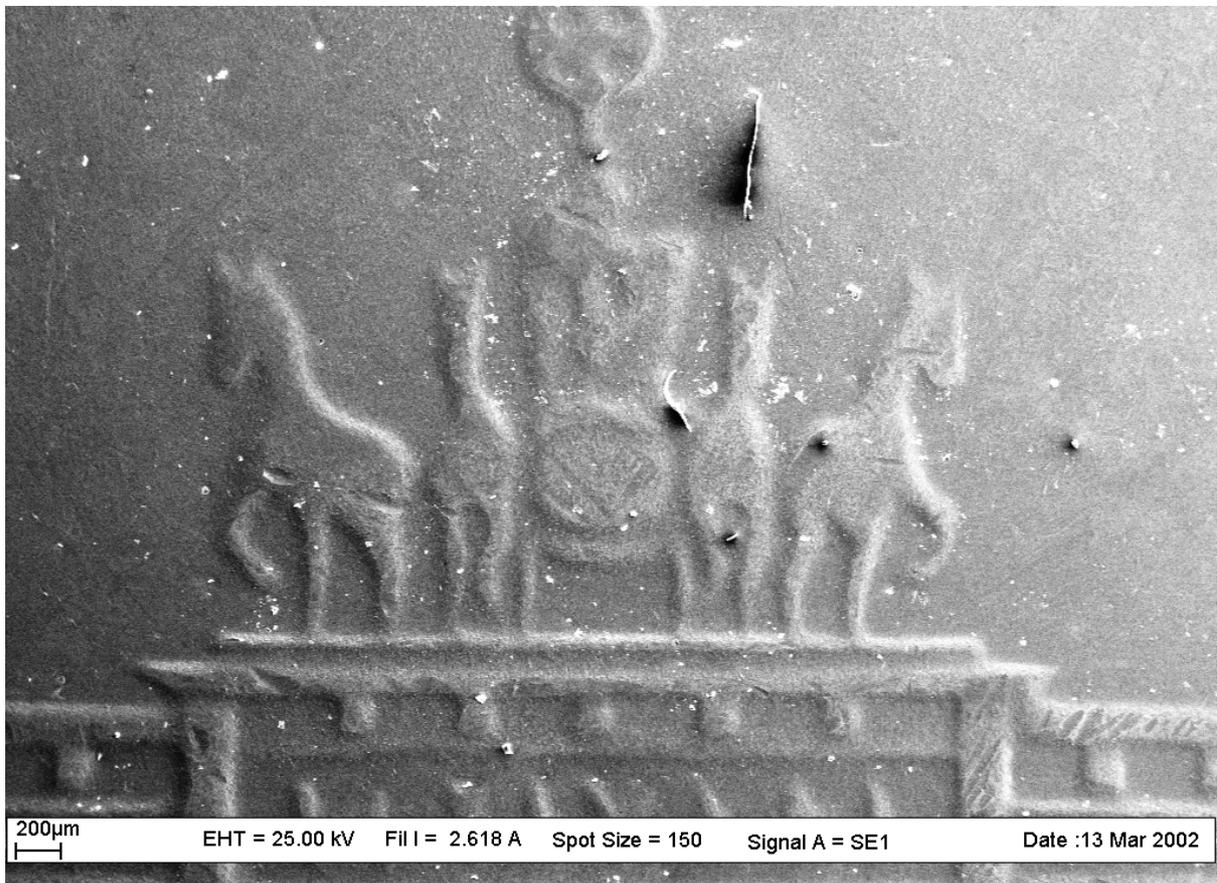


Abbildung 13:  
XRF-Spektrum eines 50-Cent-Stücks  
Oberfläche aus Nordischem Gold (Cu-Al-Zn-Sn-Legierung)  
gemessen mit 25 kV, Messzeit: 600 sec, Aufnahmezeit: 1 kcps

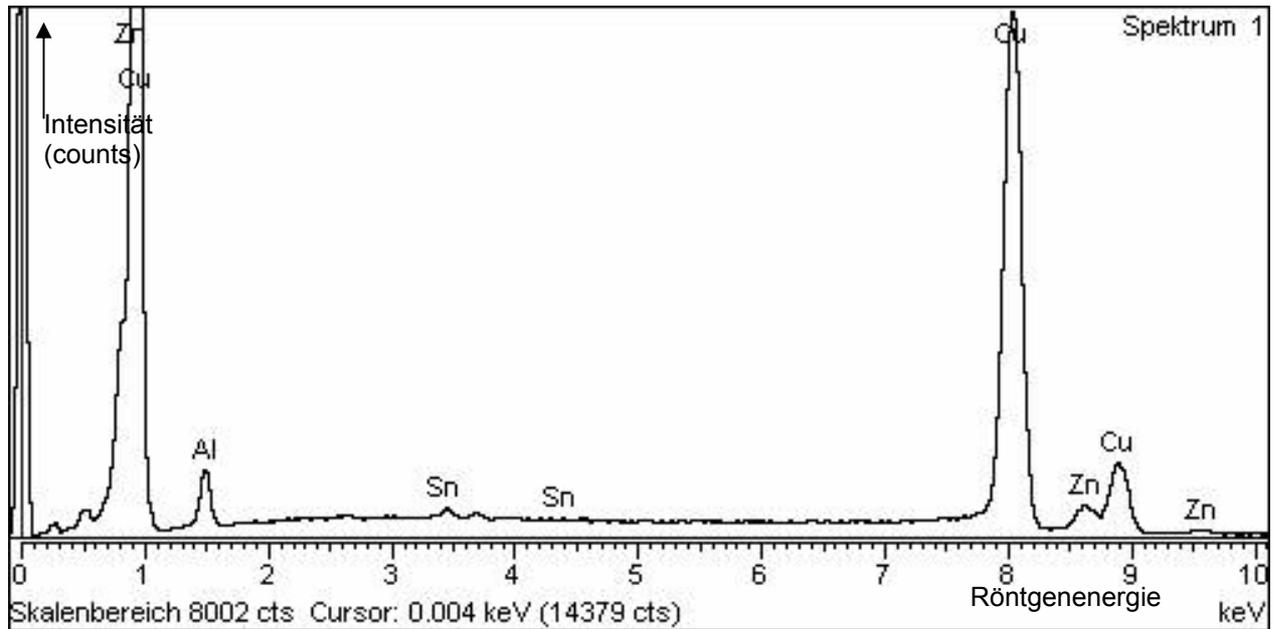


Abbildung 14:  
Ausschnitt aus XRF-Spektrum eines 50-Cent-Stücks  
Oberfläche aus Nordischem Gold (Cu-Al-Zn-Sn-Legierung)  
gemessen mit 25 kV, Messzeit: 600 sec, Aufnahmezeit: 1 kcps

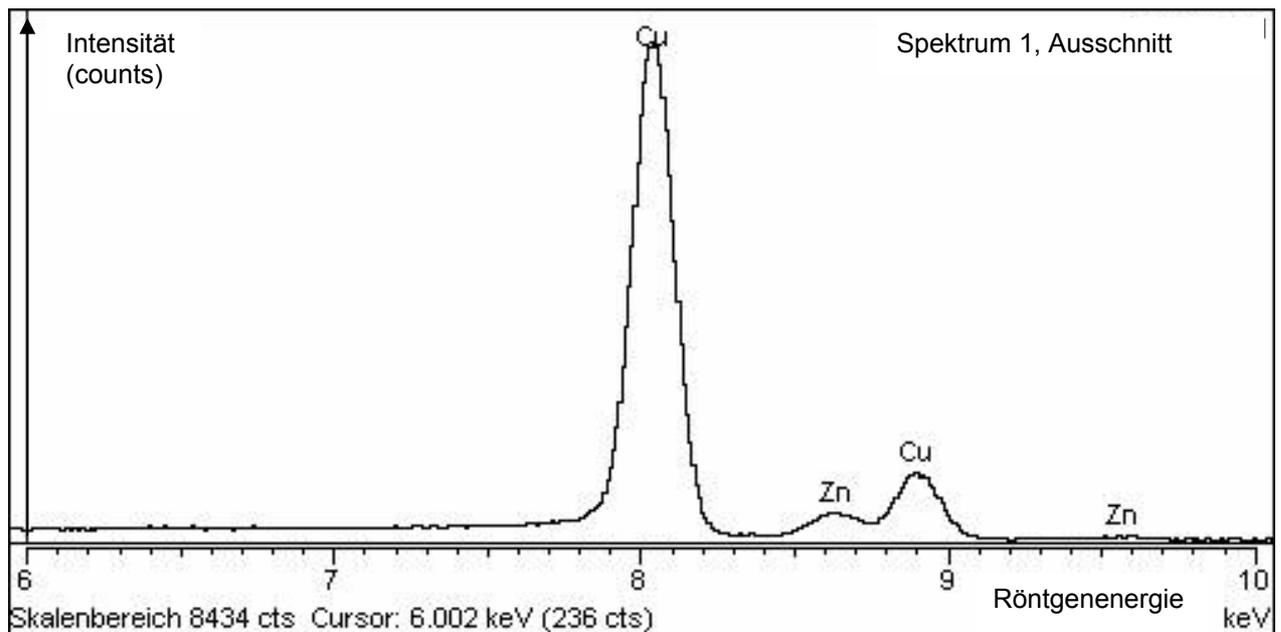


Abbildung 15:

