

Spektrometrischer Nachweis von ultraleichten Elementen

10.12.14 | Autor / Redakteur: Alexei Erko*, Aniuar Bjeoumikhov**, Norbert Langhoff*** et al. / Dipl.-Chem. Marc Platthaus

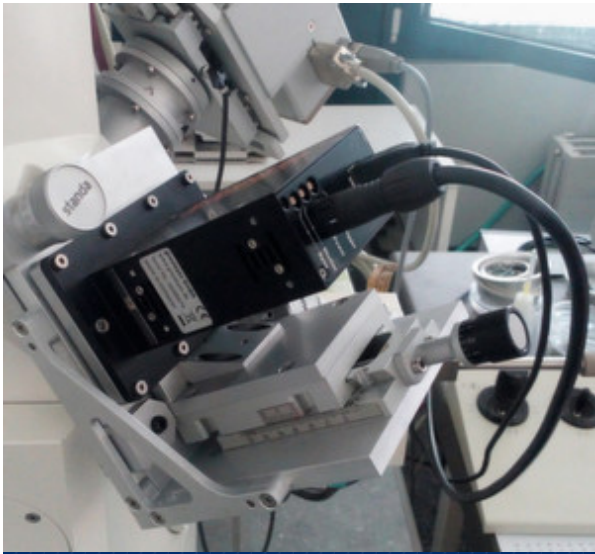


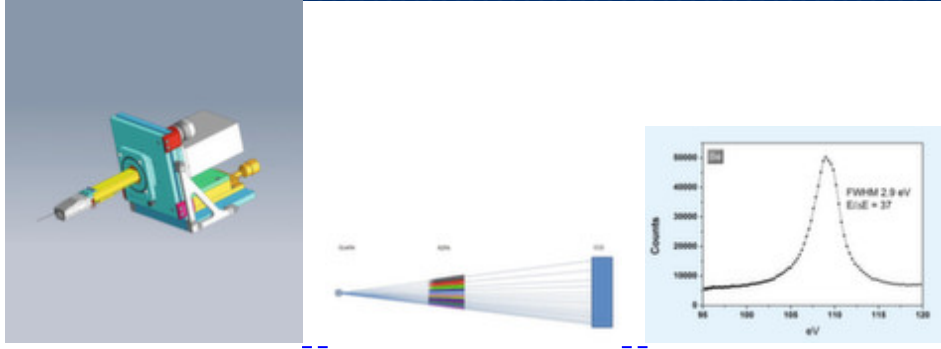
Abb. 1a: Bild des neuen WDS-Instruments, das mit Standard-Gehäuse und Standard-Flansch an ein Rasterelektronenmikroskop (Zeiss-EVO 40) angeschlossen ist. (Bild: HZB)

Ein neu entwickeltes wellenlängen-dispersives Spektrometer liefert im Energiebereich von 50 bis 1120 eV quasi-kontinuierliche Spektralmessungen. Hohe Auflösungen in diesem Energiebereich sind wichtig, um die leichteren Elemente des Periodensystems nachweisen zu können – interessant insbesondere für die Forschung an Energiematerialien wie Solarzellen, Batterien, solaren Brennstoffen und Katalysatoren.

Alle existierenden energiedispersiven Spektrometer (EDX), die Halbleiterdetektoren (PIN bzw. SDD-Detektoren) verwenden, weisen eine ungenügende Energieauflösung im Bereich unter 1000 eV auf. Demgegenüber zeichnen sich wellenlängendispersiv Spektrometer (WDX), die Gitter-Kristalle oder Multilayer nutzen, durch entschieden bessere Energieauflösungen aus. Allerdings werden bei diesem Spektrometer die Spektren durch Drehung des Dispersionselementes sequentiell registriert, sodass längere Messzeiten in Kauf genommen werden müssen.

Die Firma Jeol hat vor Kurzem ein Konzept für ein WDS-Spektrometer veröffentlicht, das in der Lage ist, die Lücke im Niedrigenergiebereich bei spektroskopischen Messungen mit REM (Rasterelektronenmikroskop) und TEM (Transmissions-Elektronenmikroskop) durch Anwendung einer Kombination aus zwei optischen Elementen, eines komplett externen Kollimationsspiegels und eines variable line spacing (VLS)-Gitters [1,2], abzudecken.

Berlin (HZB) haben, in Zusammenarbeit mit dem Institut für wissenschaftliche Gerätebau (IfG) und dem Institut für Angewandte Photonik (IAP), ein parallel wirkendes WDX-Spektrometer für die Rasterelektronenmikroskopie entwickelt. Darin sind Reflektion, Fokussierung und Dispersion in einem optischen Element kombiniert (s. Abb. 1). Das neue WDX bietet die hochauflösende simultane Spektren-Erfassung im Energiebereich unterhalb von ~ 2000 eV an und kann ergänzend zum (EDX) der Analyse von ultra-leichten Elementen dienen.



[Fotostrecke starten: Klicken Sie auf ein Bild \(6 Bilder\)](#)

Sehr gute Langzeitstabilität der Messungen

Das neuartige Spektrometer nutzt Reflexion-Zonen-Platten-Anordnung (RZP) (s. Abb. 2). Es besteht aus bis zu 200 einzelnen parallel angeordneten Dispersions/Reflektions-Elementen, die sich auf dem gleichen Substrat befinden. Es sind weder eine zusätzliche Optik noch mechanische Bewegungen notwendig. Da der Raumbedarf dieser Optik gering ist, kann ein solches WDX-Spektrometer in ein Rasterelektronenmikroskop ohne Änderungen in der Elektronenoptik integriert werden. Das WDX kann gleichzeitig mit anderen Detektoren verwendet werden, beispielsweise Sekundär-Elektronen-Detektoren (EDS).

Die Vorrichtung zur Justage des Spektrometers befindet sich vollständig außerhalb des Vakuumrezipienten. Damit wird eine hervorragende Langzeitstabilität der Messungen erreicht. Die RZP-Anordnung wird in eine spezielle austauschbare Halterung montiert und kann mit minimalem Aufwand mithilfe eines Bajonettsystems gewechselt werden. Für die erste Version des WDX wurde ein Messbereich von 54 eV bis 1116 eV gewählt. Der ausgewählte Energiebereich gliedert sich in 17 Unterbereiche. Deren Energien und die entsprechenden chemischen Elemente sind nachstehend aufgeführt. Der sagittale Öffnungswinkel der RZP liegt zwischen 15 mrad und 2,4 mrad, je nach Energie. Die meridionale Akzeptanz entspricht 21,7 mrad. Durch die parallele Anordnung mehrerer Kanäle für die gleiche Energie kann der Öffnungswinkel (Lichtstärke) erheblich erweitert werden [3].

Nachweis von ultraleichten Elementen

Weiche Röntgenemissionsspektren von K-Linien für leichte Elemente von Li, Be, B, C, N, O und L-Linien von Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn und Ga wurden gemessen (s. Abb. 3).

Das gesamte Energie-Auflösungsvermögen der Größenordnung $E/\Delta E$ wurde mit 80 bis 160 gemessen [4]. Das Spektrometer wurde auch mit verschiedenen reinen metallischen Elementen sowie mit Verbindungen wie LiF, FeO, NiCr, CuNi usw. getestet. In diesem Fall lag die Nachweisgrenze in der Größenordnung unterhalb von 1 Gew. %.

Im gleichen mechanischen Aufbau des Spektrometers wurde auch ein optisches „Mehrkanal“-Dispersions-Element eingesetzt. Das optische Layout dieses Spektrometers ist ähnlich wie das des zuvor beschriebenen, aber in diesem Fall wurden 200 RZPs hergestellt, um den Energiebereich von 100 bis 1000 eV quasi-kontinuierlich abzudecken (s. Abb. 4). Ein Energieschritt für ein solches Mehrkanalspektrometer ist optimiert für ein festes energiespektrales Auflösungsvermögen ähnlich dem vorhergehenden, 17-Kanäle-WDX.

Literatur

[1] M. Terauchi, H. Takahachi, N. Handa, T. Murano, M. Koike, T. Kawachi, T. Imazono, M. Koeda, T. Nagano, H. Sasai, Y. Oue, Z. Yonezawa, and S. Kuramoto, “A new WDS spectrometer for Valence Electron Spectroscopy based on Electron Microscopy,” JEOL News 47, 23 (2012)

[2] JEOL SS-94000 SXES, <http://www.jeol.co.jp/news/detail/20140807.845.html>

[3] J. Kern, J. Hattne, R. Tran, R. Alonso-Mori, H. Laksmono, S. Gul, R.G. Sierra, J. Rehanek, A. Erko, R. Mitzner, Ph. Wernet, U. Bergmann, N. K. Sauter, V. Yachandra, J. Yano, "Methods development for diffraction and spectroscopy studies of metalloenzymes at X-ray free-electron lasers", *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences* (2014), 369, 1647, 20130590.

[4] A. Erko, A. Firsov, R. Gubzhokov, A. Bjeoumikhov, A. Günther, N. Langhoff, M. Bretschneider, Y. Höhn, R. Wedell, "New parallel wavelength-dispersive spectrometer based on scanning electron microscope" *Optics Express* (2014), 22 (14), 16897-16902

* A. Erko, A. Firsov, A. Hafner: Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB), Institut für Nanometeroptik und Technologie (FG-INT), 12489 Berlin

* *R. Gubzhokov, A. Bjeoumikhov, A. Günther, M. Bretschneider: Institute for Scientific Instruments GmbH (IFG), 12489 Berlin

* **Norbert Langhoff, R. Wedell: Institut für angewandte Photonik e.V. (IAP Rudower Chaussee 29/3, 12489 Berlin

Copyright © 2015 - Vogel Business Media

Dieser Beitrag ist urheberrechtlich geschützt.
Sie wollen ihn für Ihre Zwecke verwenden?
Infos finden Sie unter www.mycontentfactory.de.

Dieses PDF wurde Ihnen bereitgestellt von <http://www.laborpraxis.vogel.de>

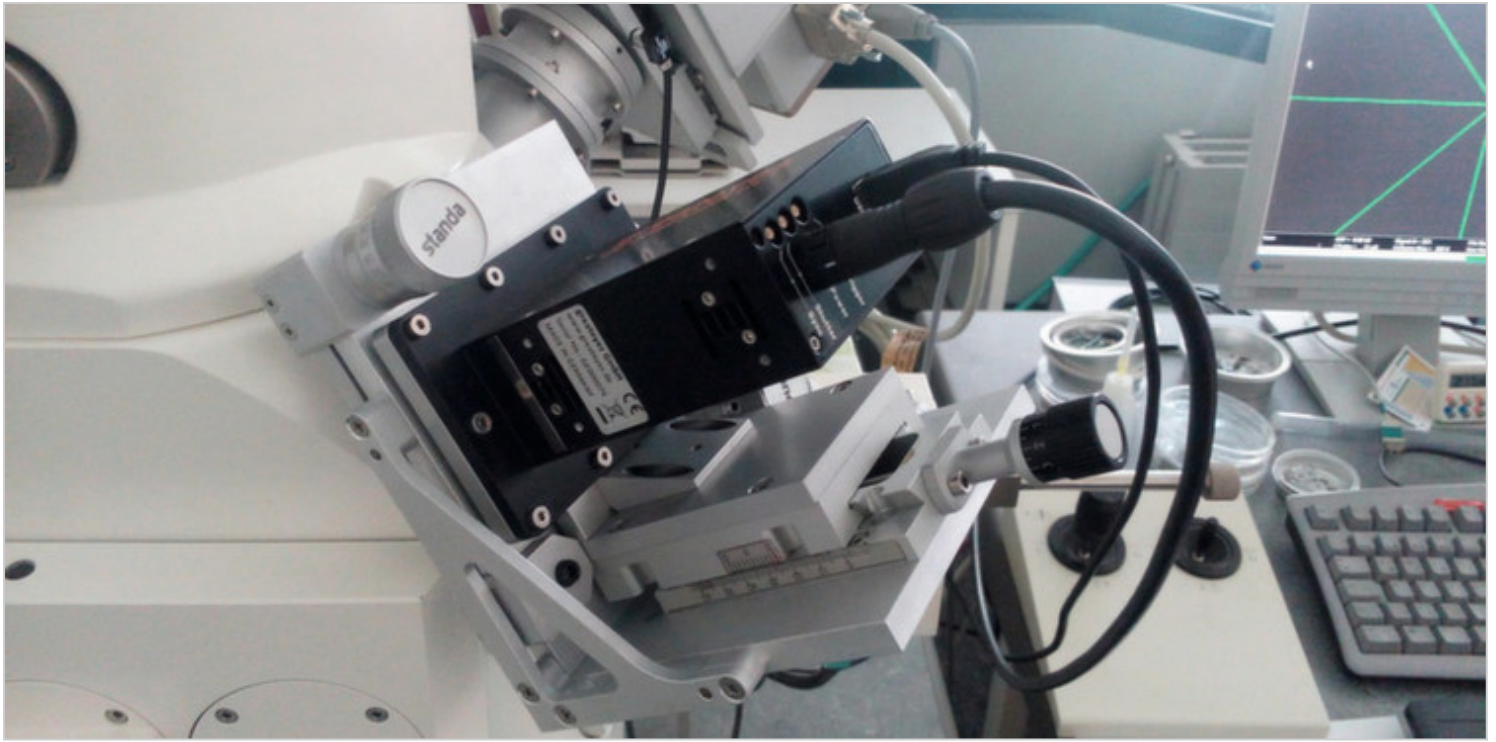


Abb. 1a: Bild des neuen WDS-Instruments, das mit Standard-Gehäuse und Standard-Flansch an ein Rasterelektronenmikroskop (Zeiss-EVO 40) angeschlossen ist. (Bild: HZB)

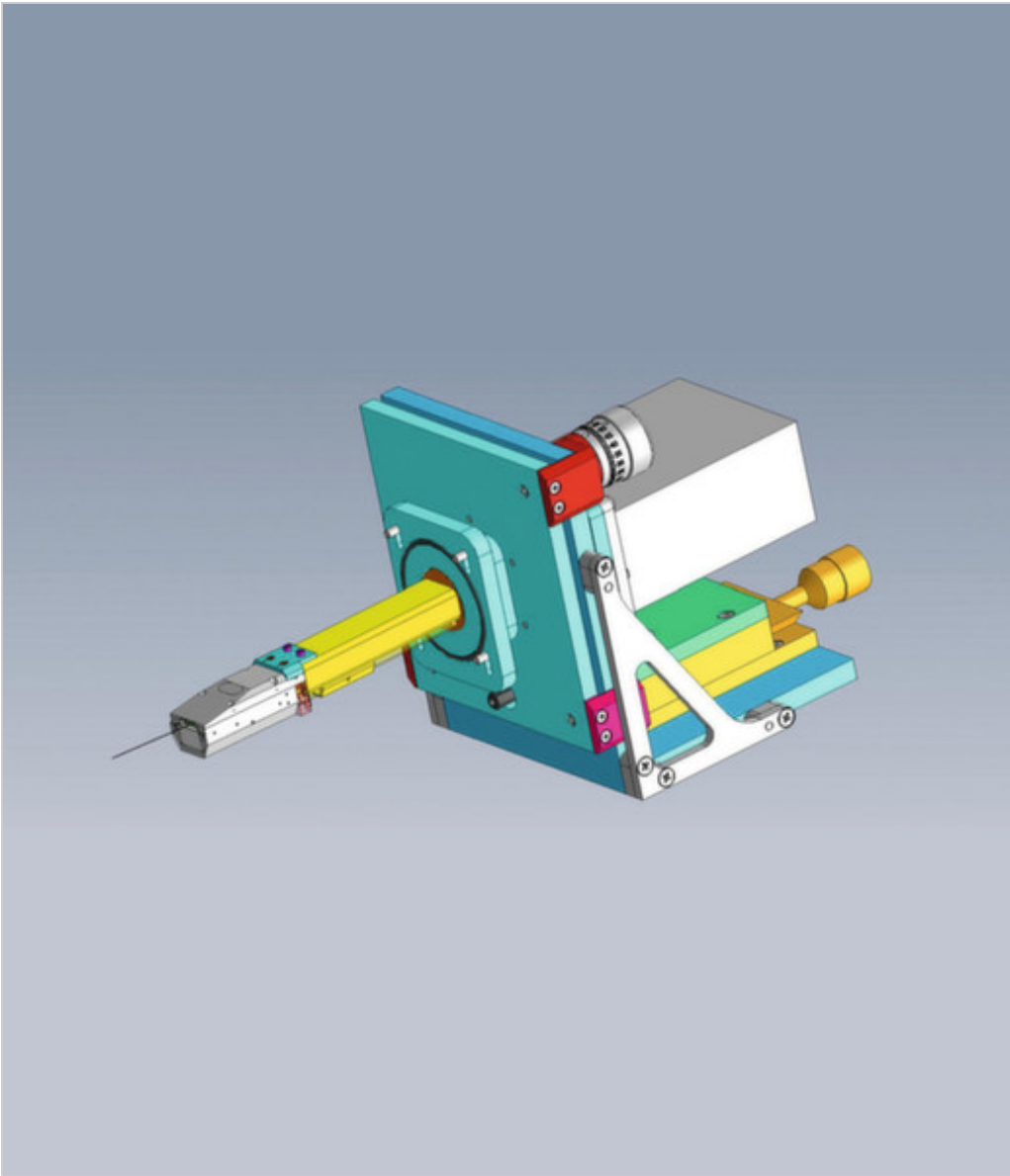


Abb. 1b: Schematische Darstellung (Bild: HZB)

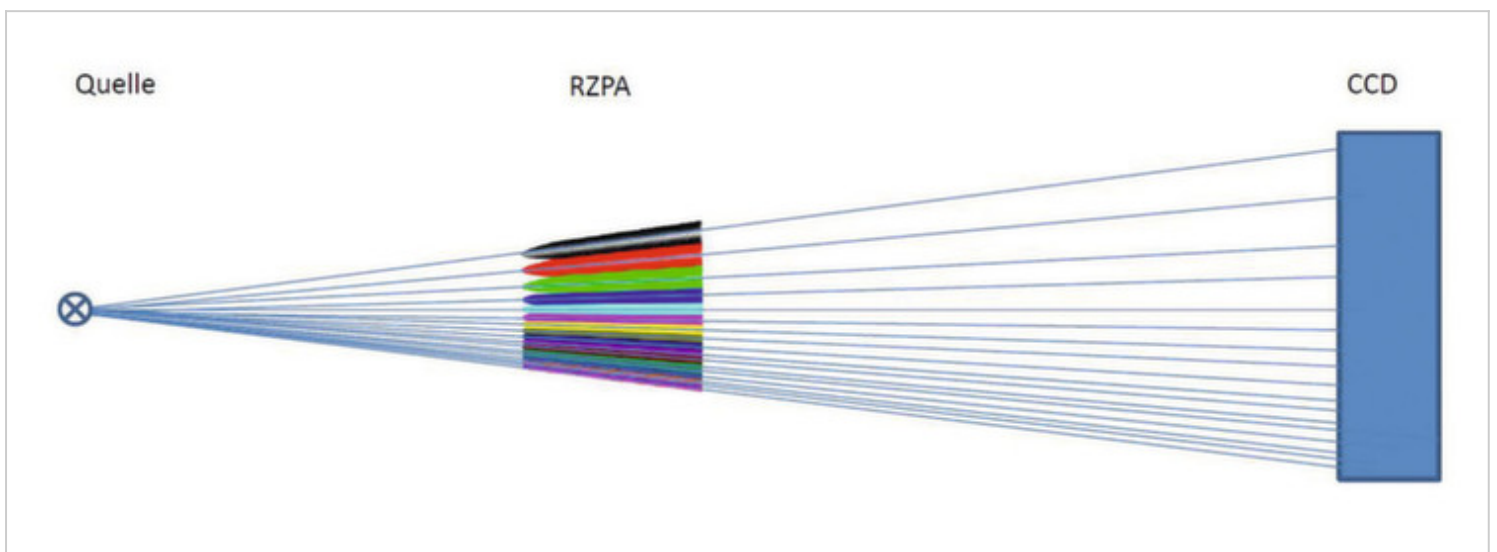


Abb. 2: Schematische Sicht auf das parallele energiedispersive Spektrometer, ausgelegt für den Energiebereich 54–1116 eV. Das Schema zeigt neun RZPs platziert auf demselben Substrat. Der Öffnungswinkel der RZP Anordnung beträgt 21,7 mrad (V) x 110 mrad (H). (Bild: HZB)

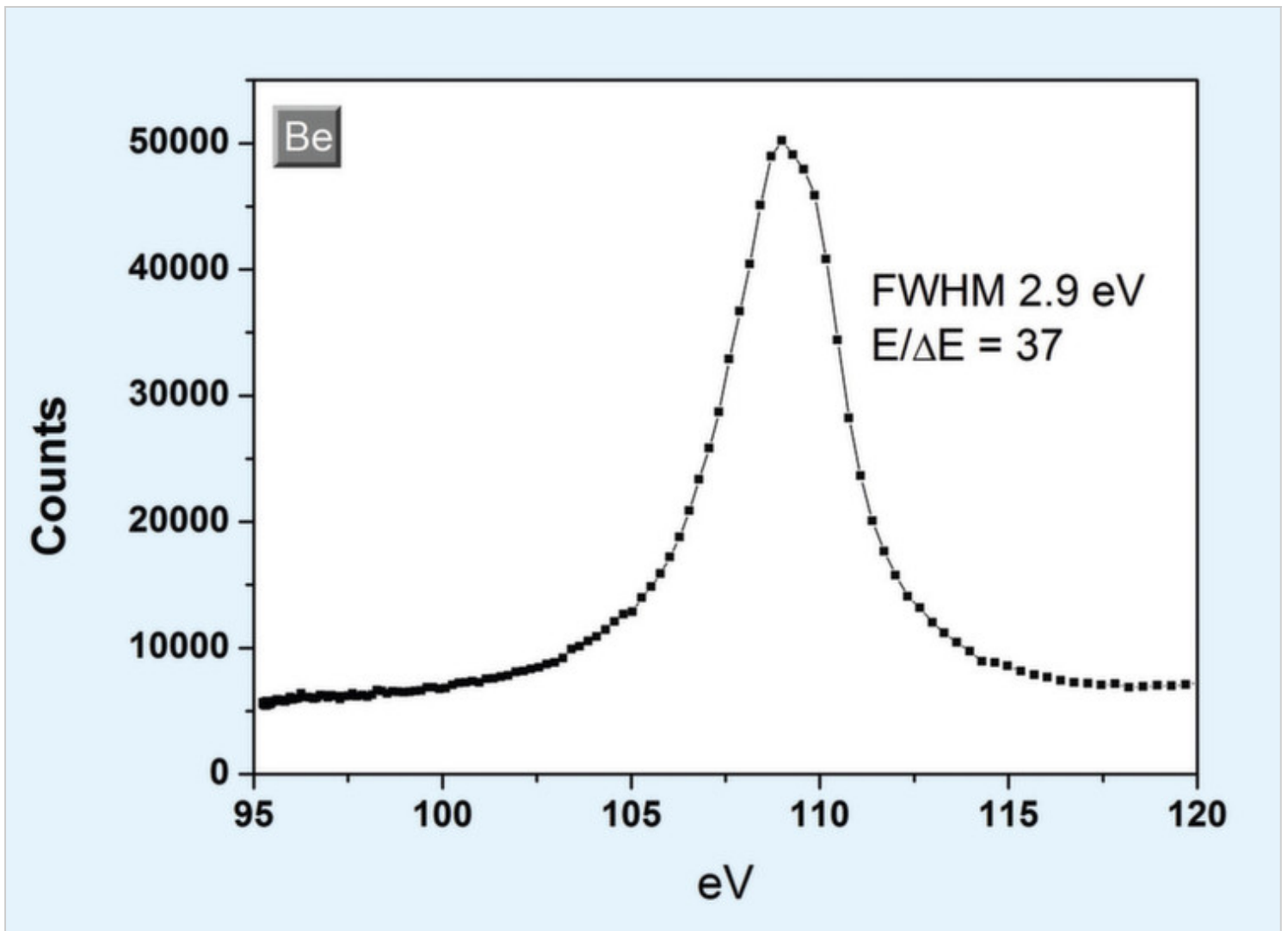


Abb. 3a: Messergebnisse der Spektren von Beryllium (K-Schale) ... (Bild: HZB)

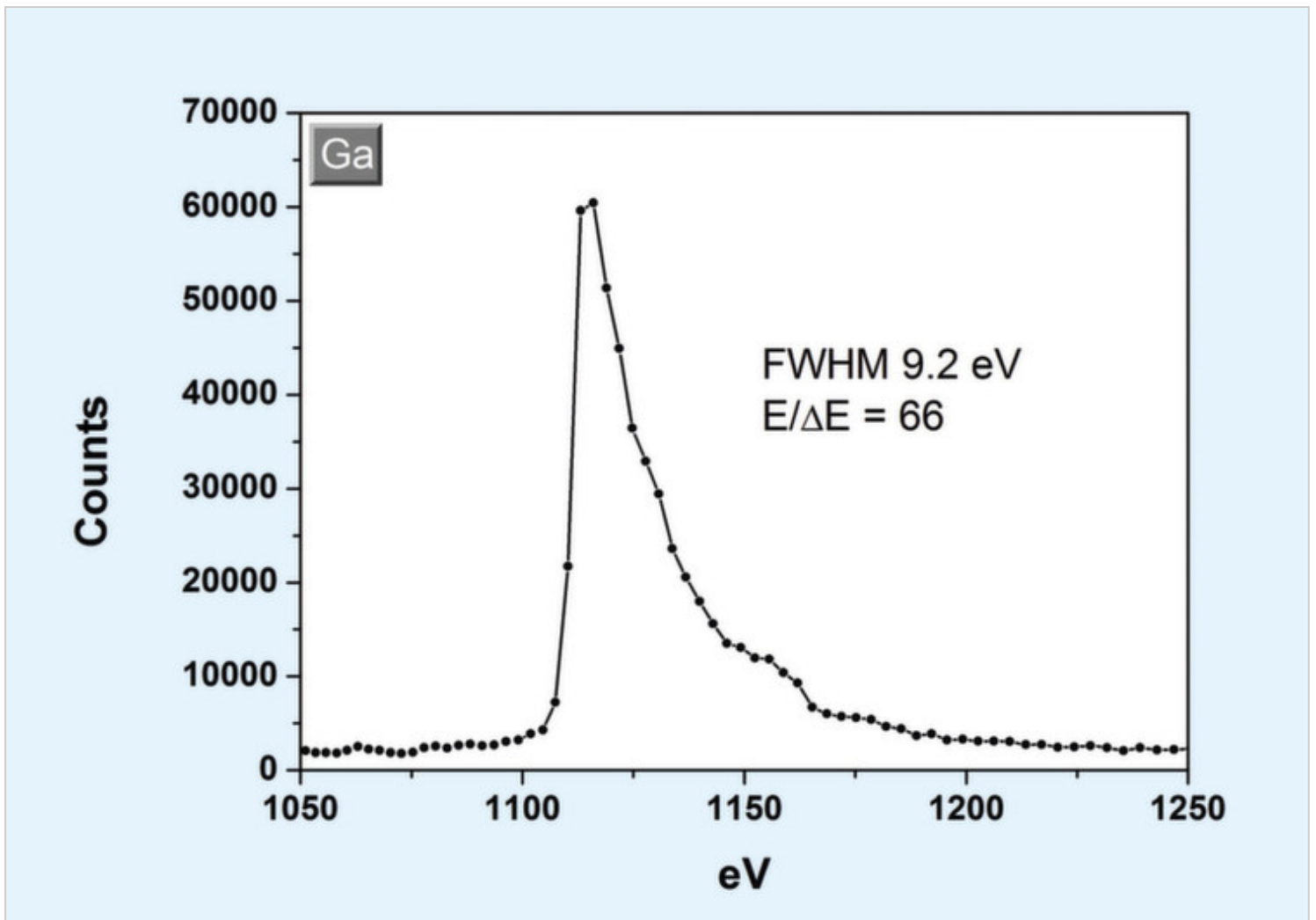


Abb. 3b: ... und Gallium (L-Schale) (Bild: HZB)

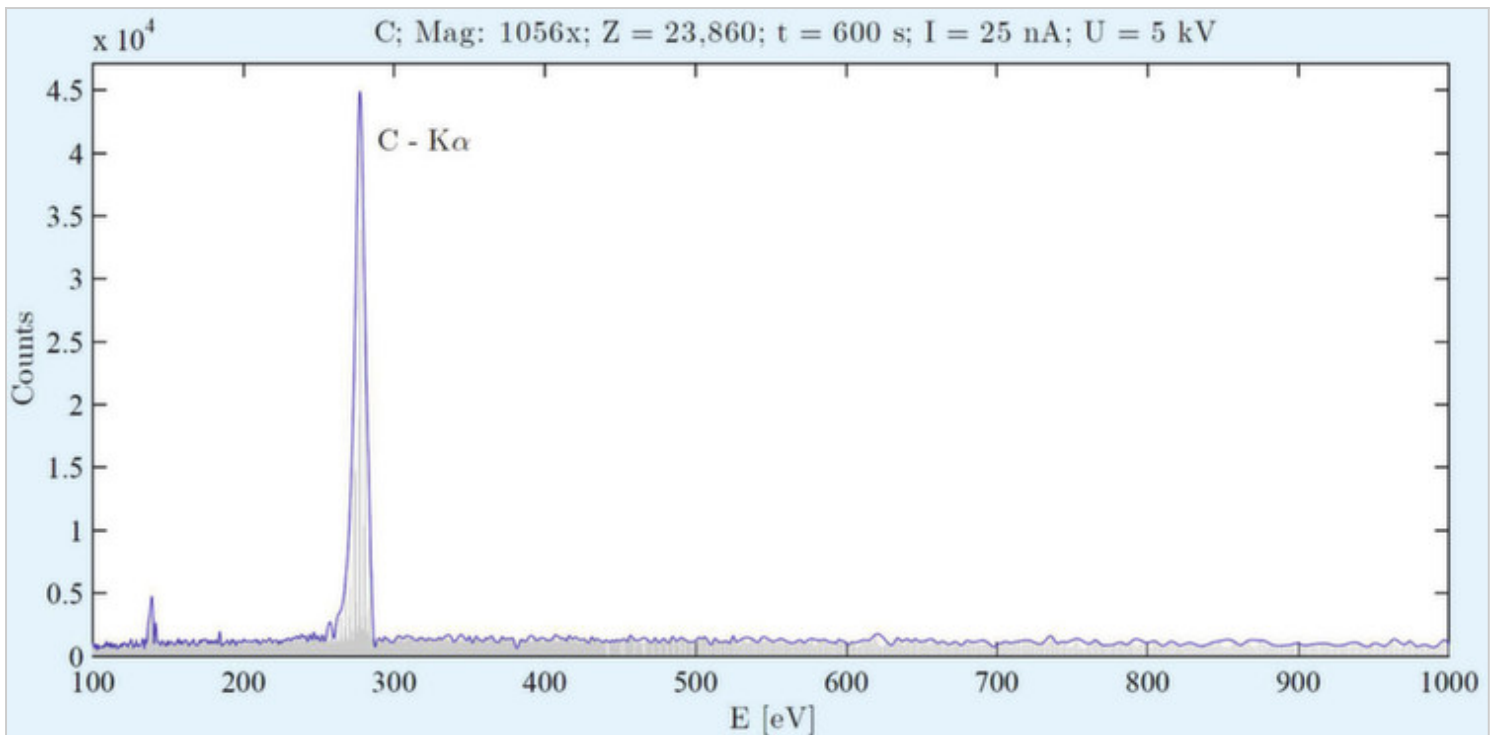


Abb. 4a: Messergebnisse der Spektren von C K und ... (Bild: HZB)

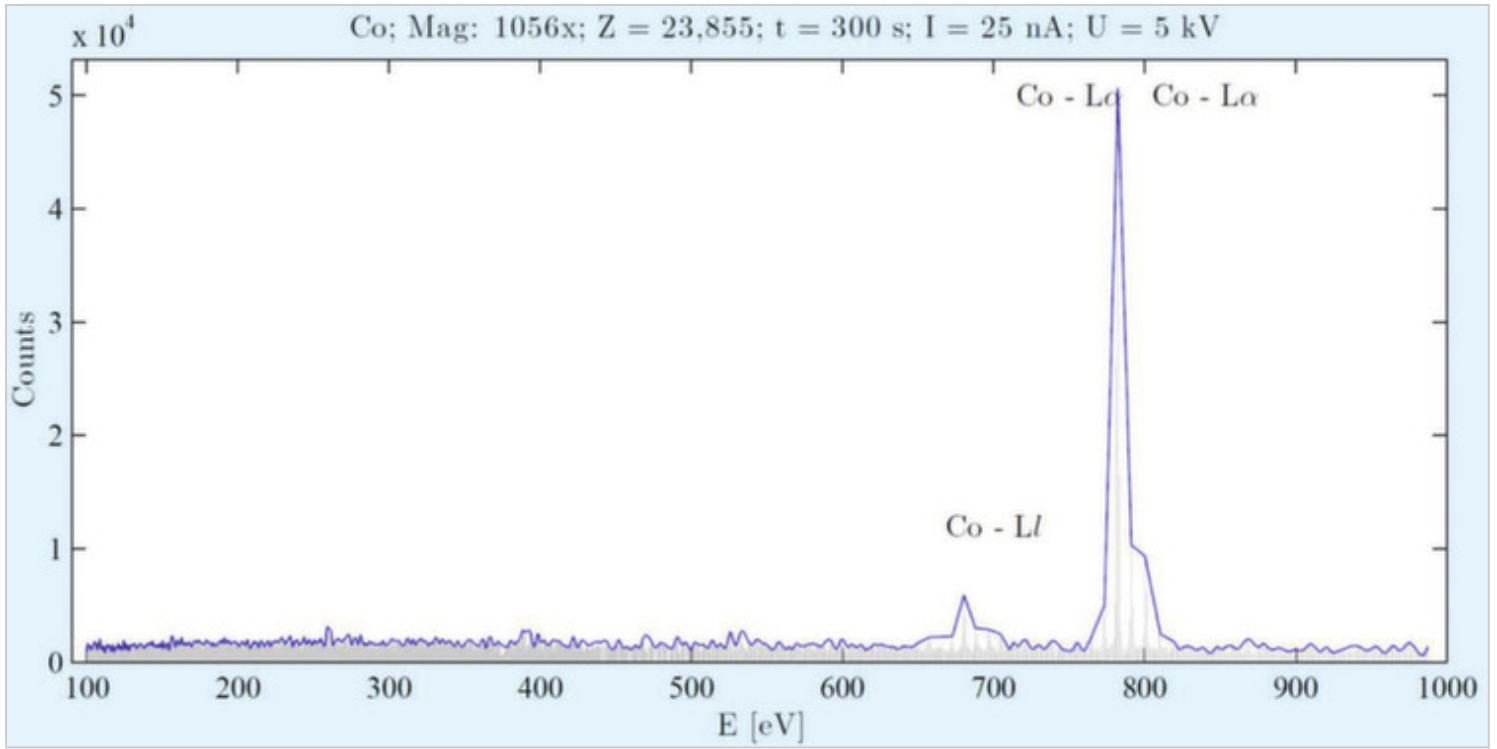


Abb. 4b: ... Co L mit dem „Mehrkanal“-Spektrometer (100 s Messzeit) (Bild: HZB)