

DIN EN 13925-3



ICS 19.100

**Zerstörungsfreie Prüfung –
Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien –
Teil 3: Geräte;
Deutsche Fassung EN 13925-3:2005**

Non-destructive testing –
X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials –
Part 3: Instruments;
German version EN 13925-3:2005

Essais non destructifs –
Diffraction des rayons X appliquée aux matériaux polycristallins et amorphes –
Partie 3: Appareillage;
Version allemande EN 13925-3:2005

Gesamtumfang 43 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist im Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet worden. Für die deutsche Mitarbeit ist der NMP 822 „Durchstrahlungsprüfung und Strahlenschutz“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Deutsche Fassung

**Zerstörungsfreie Prüfung —
Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen
Materialien —
Teil 3: Geräte**

Non destructive testing —
X ray diffraction from polycrystalline and amorphous
materials —
Part 3: Instruments

Essais non destructifs —
Diffraction des rayons X appliquée aux matériaux
polycristallins et amorphes —
Partie 3: Appareillage

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. März 2005 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Beschreibung der Geräte	5
4.1 Allgemeines.....	5
4.2 Röntgenstrahlungsquellen.....	6
4.2.1 Allgemeines.....	6
4.2.2 Herkömmliche Strahlungsquellen (Röntgenröhren und Drehanoden-Quellen).....	6
4.2.3 Synchrotronstrahlungsquellen.....	6
4.3 Optische Baugruppen für den einfallenden und den gebeugten Röntgenstrahl.....	7
4.3.1 Allgemeines.....	7
4.3.2 Monochromatoren.....	7
4.3.3 Strahlabmessungen und -geometrie.....	10
4.4 Detektoren.....	13
4.4.1 Detektorarten.....	13
4.4.2 Räumliche Auflösung von Detektoren.....	14
4.4.3 Energieauflösung von Detektoren.....	14
4.5 Goniometer.....	14
4.5.1 Allgemeines.....	14
4.5.2 Positionierung des Präparats.....	16
4.6 Präparathalteraufnahme.....	18
4.7 Datenerfassungssystem.....	18
5 Charakterisierung der Bauteile des Geräts	18
6 Justierung und Kalibrierung des Geräts	22
6.1 Allgemeines.....	22
6.2 Justierung.....	23
6.3 Kalibrierung.....	23
7 Leistungsprüfung und -überwachung	23
Anhang A (informativ) Beziehung zwischen den Normen für die Röntgenpulverdiffraktometrie (Verbindung zu den Themen innerhalb der Normen)	25
Anhang B (informativ) Justierung von Bragg-Brentano-Diffraktometern	26
Anhang C (informativ) Verfahren zur Charakterisierung der Geräteleistung	27
C.1 Allgemeines.....	27
C.2 Lage, Intensität und Breite einer begrenzten Anzahl von Beugungslinien.....	27
C.3 Winkelabweichungskurve.....	27
C.3.1 Allgemeines.....	27
C.3.2 Beispiel für die Anwendung einer Winkelkalibrierkurve.....	29
C.4 Linienbreite.....	29
C.5 Intensitätsdiagramme.....	30
C.6 Analyse der Linienform.....	31
C.7 Gitterparameter.....	31
C.8 Verwendung des Fundamentalparameter-Verfahrens zur Beurteilung der Leistung des Geräts.....	31
C.9 Anpassung des gesamten Diffraktogramms.....	32
Anhang D (informativ) Beispiele für Berichtsvordrucke für die Charakterisierung von Geräten	33
Literaturhinweise	40

Vorwort

Dieses Dokument (EN 13925-3:2005) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2005 zurückgezogen werden.

Diese Europäische Norm „Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien“ setzt sich aus folgenden Teilen zusammen:

- prEN 1330-11, Zerstörungsfreie Prüfung — Terminologie — Teil 11: Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien
- EN 13925-1, Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 1: Allgemeine Grundlagen
- EN 13925-2, Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 2: Verfahrensabläufe
- prEN 13925-3, Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 3: Geräte
- prEN (WI 00138070), Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 4: Referenzmaterialien

Zur Erläuterung der Beziehung zwischen den in den verschiedenen Normen beschriebenen Themen ist in Anhang A eine Übersicht angegeben, aus der sich die typischen Arbeitsabläufe für die Röntgenpulverdiffraktometrie (XRPD) ergeben.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Die Röntgenpulverdiffraktometrie (XRPD — X-Ray Powder Diffraction) ist eine sehr aussagefähige Methode der Zerstörungsfreien Prüfung (ZfP), die es gestattet, eine große Anzahl von physikalischen und chemischen Werkstoffkenngrößen zu bestimmen. Zu diesen Kenngrößen gehören die Art und Menge der enthaltenen Phasen, die kristallographische Elementarzelle und Struktur, die kristallographische Textur, die Makroelastizität, die Kristallgröße und Mikroelastizität und die radiale Elektronendichteverteilung.

Das Ziel dieses Dokuments ist es, diejenigen Aspekte der verschiedenen röntgenpulverdiffraktometrischen Verfahren und ihrer Anwendungen zu beschreiben, die von allgemeiner Gültigkeit sind, ohne jedoch spezifische und detaillierte Normen für jedes einzelne Anwendungsgebiet und jeden einzelnen Analysenverfahrenstyp zu definieren.

Hauptziele dieser Norm sind deshalb:

- Prüflaboratorien, die auf verschiedenen Anspruchsniveaus arbeiten, von der routinemäßigen Prüfung bis hin zur Forschung, praktische Anleitung, ein vereinheitlichtes Konzept und eine vereinheitlichte Terminologie für die Anwendung der Röntgenpulverdiffraktometrie in der Zerstörungsfreien Prüfung zur Verfügung zu stellen, ebenso wie Informationen über die Aussagefähigkeit und die Grenzen dieser Methode;
- Grundlagen für die Qualitätssicherung in Röntgenpulverdiffraktionslaboratorien bereitzustellen, die es gestatten, die Funktionstüchtigkeit der Geräte zu prüfen und zu überwachen bzw. die Vergleichbarkeit von Prüfergebnissen, die mit verschiedenen Geräten gewonnen wurden, zu sichern;
- eine einheitliche Grundlage (unter Vermeidung unnötiger Restriktionen) für zukünftige, detailliertere ZfP-Produktnormen und verwandte Qualitätssicherungsanwendungen bereitzustellen, die diejenigen Aspekte umfasst, die für die Mehrzahl der Anwendungsgebiete gültig sind.

Um die unmittelbare Anwendbarkeit der Norm in einer möglichst großen Zahl von Laboratorien und Anwendungsgebieten zu gewährleisten, wurden Diffraktometer, die auf der Bragg-Brentano-Geometrie beruhen, am detailliertesten berücksichtigt.

Strahlenschutz. Die Bestrahlung eines beliebigen Teils des menschlichen Körpers mit Röntgenstrahlung kann schwere Gesundheitsschäden hervorrufen. Es ist deshalb wichtig, dass überall, wo eine Röntgenstrahlungsanlage betrieben wird, ein ausreichender Strahlenschutz für das Bedienpersonal und für alle in der Umgebung befindlichen Personen gewährleistet wird. Geeignete Maßnahmen, die dieses sicherstellen, und Angaben zu den Grenzwerten für die Exposition sind in den in dem jeweiligen Land geltenden Gesetzen und Verordnungen zum Strahlenschutz enthalten. In Fällen, wo in einem Land keine offiziellen Regelungen und Empfehlungen existieren, sind die aktuellen Empfehlungen der Internationalen Kommission für Strahlenschutz zu verwenden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Kenngrößen der für die Röntgenpulverdiffraktometrie („Pulver“ nach Definition in EN 13925-1:2003, Abschnitt 5) verwendeten Geräte als Grundlage für ihre Kontrolle und damit für die Qualitätssicherung der Messungen nach dieser Technik fest. Für die Leistungsprüfung eines Diffraktometers sind Indikatoren angegeben. Bei der Ausführung und den vorgesehenen Anwendungsbereichen der verschiedenen Typen und Fabrikate von Röntgenpulverdiffraktometern gibt es große Unterschiede. Dieses Dokument versucht, durch Einhaltung gemeinsamer Grundlagen von diesem Bereich möglichst viel zu erfassen. Um eine leichtere Anwendung dieser Norm zu ermöglichen, wird die Bragg-Brentano-Konfiguration wegen ihrer weiten Anwendung am detailliertesten betrachtet. Zur Erfassung bestimmter Gerätetypen oder -konfigurationen und bestimmter Anwendungsbereiche können zusätzliche Betrachtungen und Anpassungen erforderlich sein. In Anhang B sind einige dieser Gerätetypen beschrieben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

prEN 1330-11:2004, *Zerstörungsfreie Prüfung — Terminologie — Teil 11: Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien*

EN 13925-2:2003, *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 2: Verfahrensabläufe*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach prEN 1330-11:2004.

4 Beschreibung der Geräte

4.1 Allgemeines

Diese Beschreibung ist insbesondere für Geräte vorgesehen, die in den in EN 13925-1 beschriebenen Bereichen angewendet werden. Für weiter reichende Anwendungen können zusätzliche Betrachtungen erforderlich sein.

Ein Diffraktometer besteht im Allgemeinen aus:

- Goniometer;
- Röntgenstrahlungsquelle;
- der Optik für den einfallenden Strahl, die Monochromatisierung, Filterung, Kollimation und/oder Fokussierung oder Parallelität des Strahls umfassen kann;
- Optik für den gebeugten Strahl, die Monochromatisierung, Filterung, Kollimation und Fokussierung oder die Herstellung der Parallelität des Strahls umfassen kann;
- Präparathalteraufnahme;
- Detektor;
- Datenerfassungssystem.

Diese Teile des Gerätes werden im Folgenden näher betrachtet. Es ist weiterhin ein Datenverarbeitungssystem erforderlich, mit dem die Gerätemessungen ausgeführt werden. Manuelle oder computergesteuerte Datenverarbeitungssysteme müssen in den Datenverarbeitungsverfahren von EN 13925-2 enthalten sein.

Für Analysen, die reproduzierbare Messungen der Lage, Breite und Form des Linienprofils erfordern, werden gut geregelte Umgebungsbedingungen (Temperatur und Druck) unbedingt empfohlen.

Die Luftfeuchte ist oft wesentlich, weil Verbindungen, die im Präparat enthalten sind, mit ihr reagieren oder sie absorbieren können, was zu einer Änderung ihrer Gitterkonstanten führen kann, z. B. bei Tonmineralien.

Für alle in diesem Abschnitt beschriebenen Gerätekomponenten sind die zu regelnden zugehörigen Hauptkenngrößen in Abschnitt 5 angegeben.

4.2 Röntgenstrahlungsquellen

4.2.1 Allgemeines

Für Messungen in der Röntgenpulverdiffraktometrie gibt es mehrere Arten von Röntgenstrahlungsquellen, die von herkömmlichen Laborquellen bis zu intensiven und stark gebündelten Synchrotronquellen reichen. Jede Quelle besitzt Vorzüge, die sie für spezielle Analysearten empfiehlt. Im Folgenden sind die hauptsächlichsten Arten von Röntgenstrahlungsquellen beschrieben.

4.2.2 Herkömmliche Strahlungsquellen (Röntgenröhren und Drehanoden-Quellen)

Röntgenstrahlen entstehen durch Beschuss einer Metallanode mit Elektronen, die thermoelektrisch erzeugt und in einem starken elektrischen Feld beschleunigt werden, das von einem Hochspannungsgenerator erzeugt wird. Der größte Teil der kinetischen Energie der Elektronen wird in Wärme umgewandelt, die die Leistung der Röhren begrenzt und eine effiziente Kühlung der Anode erforderlich macht. Eine Erhöhung der Strahlungsdichte um etwa zwei Größenordnungen kann durch die Verwendung von Drehanoden anstelle der Röntgenröhren erreicht werden. Mikrofokusquellen arbeiten bei relativ niedrigen Werten der elektrischen Leistung, liefern aber Röntgenstrahlung hoher Brillanz, da der Elektronenstrahl innerhalb der Röntgenröhre elektrostatisch oder magnetisch auf die Anode fokussiert wird. Das emittierte Spektrum einer herkömmlichen Röntgenstrahlungsquelle, die bei einer ausreichend hohen Spannung betrieben wird, besteht aus einem kontinuierlichen Untergrund einer polychromatischen Strahlung mit einer scharfen Kante bei kurzen Wellenlängen, die durch die angewandte maximale Spannung bestimmt wird. Überlagert wird dies von einer begrenzten Anzahl von schmalen charakteristischen Linien, deren Wellenlängen für das Anodenmaterial charakteristisch sind. Die emittierte Strahlung ist nicht polarisiert.

Die Art der Röntgenstrahlungsquelle, der Elektronenemissionsstrom und die Beschleunigungsspannung, die durch den Hochspannungsgenerator erzeugt wird, besitzen einen markanten Einfluss auf die Intensität der Röntgenstrahlen und ihre Energieverteilung. Der Emissionsstrom und die Beschleunigungsspannung einer herkömmlichen Röntgenröhre ergeben gewöhnlich über einen Zeitraum von Tagen eine reproduzierbare Einstellung der Intensität und des Energiespektrums des Röntgenstrahls. Die Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass die absolute Intensität der Röntgenstrahlen bei im Wesentlichen gleichen Quellen sehr unterschiedlich ist und mit zunehmendem Alter der Strahlungsquelle abnimmt.

4.2.3 Synchrotronstrahlungsquellen

Ein Strahl geladener Teilchen, die in einem elektrischen Feld stark beschleunigt und in einem Magnetfeld abgelenkt werden, emittiert ein kontinuierliches Röntgenstrahlenspektrum, das eine bis um das 10^{13} -fache größere Strahlungsdichte gegenüber Röntgenröhren besitzt. Es wird „Synchrotronstrahlung“ genannt. Diese erhöhte Strahlungsdichte betrifft das gesamte Energiespektrum. Eine Monochromatisierung des Strahls führt typischerweise zu Beugungsintensitäten, die um eine oder zwei Größenordnungen höher sind als die herkömmlicher Quellen.

Die Hauptvorteile der Anwendung dieser Synchrotronstrahlung bei Messungen in der Röntgenpulverdiffraktometrie sind:

- nahezu ideale Parallelstrahl-Beugungsgeometrie;
- stark monochromatisierte Strahlung, deren Wellenlänge auswählbar ist;
- sehr kleiner und fast symmetrischer Beitrag des Geräts zu der beobachteten Linienbreite, was zu einfacherer Charakterisierung der Linienprofile und einer sehr guten Winkelauflösung führt.

Diese Röntgenstrahlungsquellen erfordern eine Überwachung der Zeitabhängigkeit der Intensität des Primärstrahls (der Strahlfluss kann sich signifikant während des Versuchs verringern) und eine Wellenlängenkalibrierung. Die emittierte Strahlung ist in der Ablenkungsebene der geladenen Teilchen stark polarisiert.

4.3 Optische Baugruppen für den einfallenden und den gebeugten Röntgenstrahl

4.3.1 Allgemeines

Die Hauptkenngrößen des einfallenden und des gebeugten Strahls sind ihr Wellenlängenspektrum, ihre Ausbreitungsrichtung, ihre Querschnittsfläche und die Form am Präparat sowie ihr Grad der Kollimation (axiale und äquatoriale Divergenz) und die Fokussierung. Die Geräteeinheiten, die diese Kenngrößen bestimmen, werden „Strahloptik“ genannt. Die Wirkungen dieser Einheiten werden mit der allgemeinen Bezeichnung „Strahlkonditionierung“ bezeichnet.

Die im Folgenden beschriebenen Geräteeinheiten werden dazu verwendet, unterschiedliche Grade der spektralen Reinheit der Strahlung und verschiedene Geometrien, d. h. einen so genannten „fokussierten“ Strahl, „monochromatisierten“ Strahl, „kollimierten“ Strahl oder „Parallel“strahl zu erhalten.

4.3.2 Monochromatoren

4.3.2.1 Allgemeines

Die mit Laborquellen üblicherweise verwendeten Wellenlängen sind die charakteristischen Spektrallinien spezieller Anodenmaterialien.

Für viele Anwendungen der Röntgenpulverdiffraktometrie ist es von Vorteil, alle anderen von der Röntgenstrahlungsquelle oder dem Präparat emittierten Spektralkomponenten zu beseitigen. Bei Verwendung der $K_{\alpha 1,2}$ -Doppellinie ist es manchmal vorteilhaft, zusätzlich die $K_{\alpha 2}$ -Linie zu unterdrücken, d. h. mit der stark monochromatischen $K_{\alpha 1}$ -Linie zu arbeiten.

Geräte zur Monochromatisierung können einzeln oder in Kombination eingesetzt werden.

4.3.2.2 Filter und K_{β} -Filter

Eine Teilmonochromatisierung kann mit K_{β} -Filtern bewirkt werden, d. h. mit Folien aus einem Metall, das so ausgewählt wird, dass eine Absorptionskante zwischen den Wellenlängen der von der Quelle emittierten K_{α} - und K_{β} -Strahlung liegt.

Mit K_{β} -Standardfiltern kann die K_{β} -Intensität auf etwa zwei Größenordnungen unter die K_{α} -Intensität verringert werden. Ein solches Filter schwächt auch die Intensität der K_{α} -Doppellinie um üblicherweise den Faktor 2 und verringert die von der Quelle herrührende polychromatische Strahlung. Manchmal werden zwei Filter zu so genannten „Differentialfiltern“ kombiniert [1].

Spektralfilter müssen mit Vorsicht verwendet werden, da die Absorptionskanten des Filtermaterials Stufen im Untergrund nahe jeder der beobachteten Beugungslinien hervorrufen. Derartige Stufen behindern eine genaue Analyse, wenn das vollständige Linienprofil oder die vollständigen Linienprofile verwendet wird/werden, zum Beispiel bei der Analyse von Linienverbreiterungen.

In einigen Fällen ist eine Schwächung des einfallenden oder des gebeugten Strahls zweckmäßig. Hierzu wird eine Folie verwendet, die aus einem Metall (oft Aluminium) besteht, das keine Absorptionskante in der Nähe der verwendeten Strahlungswellenlänge besitzt.

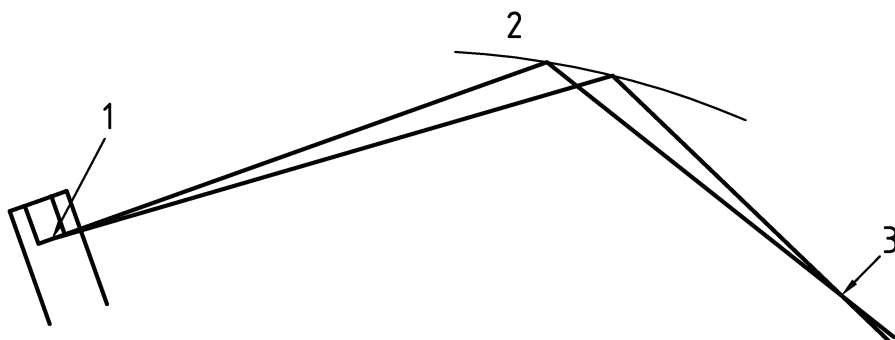
4.3.2.3 Kristallmonochromatoren

Die Monochromatisierung der Strahlung wird am häufigsten durch Beugung an einem Kristall erreicht. Es kann unterschieden werden:

- a) ein Mosaikkristall. Die relative Energie- oder Wellenlängenauflösung ($\Delta E/E$ bzw. $\Delta \lambda/\lambda$) beträgt typischerweise einige Prozent. Der größte Teil der K_{β} -Strahlung und der kontinuierlichen polychromatischen Strahlung wird beseitigt. Die Orientierungen der kohärent beugenden Teile des Mosaikkristalls (im Allgemeinen Graphit) werden bei vielen handelsüblichen Monochromatoren über etwa 0,4 Grad aufgefächert. Für derartige Kristalle können mehr als 50 % der einfallenden Intensität der $K_{\alpha 1,2}$ -Doppellinie erhalten bleiben. Mosaikkristall-Monochromatoren werden gewöhnlich in den gebeugten Strahl gebracht. In dieser Konfiguration beseitigen sie auch die Fluoreszenzstrahlung von allen in dem Präparat enthaltenen chemischen Elementen, mit Ausnahme des in der Anode enthaltenen Elements.
- b) ein Einkristall. Die Energieauflösung ist typischerweise besser als zwei Promille. Die beiden Komponenten der $K_{\alpha 1,2}$ -Doppellinie können getrennt und die $K_{\alpha 2}$ -Strahlung beseitigt werden. Diese Art der Monochromatisierung verursacht einen erheblichen Intensitätsverlust, da typischerweise nur etwa 15 % der einfallenden Intensität einer Spektrallinie erhalten bleiben. Einkristall-Monochromatoren (gewöhnlich fast fehlerfreie Einkristalle aus Quarz, Silizium oder Germanium) werden in der Regel im Primärstrahl einer Fokussierungsanordnung verwendet. Der Intensitätsverlust kann durch die mit der Monochromatisierung einhergehende Verringerung der axialen Divergenz des Strahls weitgehend ausgeglichen werden, wodurch die Notwendigkeit zur Verwendung eines Satzes von Soller-Blenden entfällt (siehe 4.3.3.3.2).

Um eine sehr viel bessere Auflösung als mit einem Einkristall zu erreichen, können zwei oder mehr Kristalle (zum Beispiel [2]) kombiniert werden. Es ist sicherzustellen, dass die Harmonischen der gewählten Wellenlänge beseitigt werden, indem geeignete Blenden (Spalte) in dem Monochromator angebracht werden, oder durch andere Mittel.

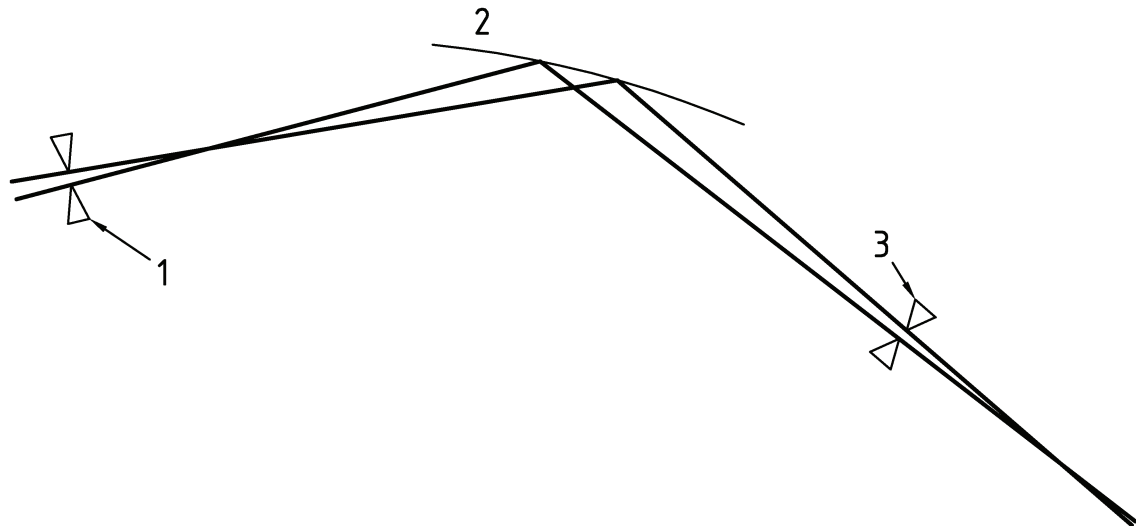
Diese Elemente können im einfallenden und/oder gebeugten Strahl verwendet werden (siehe Bilder 1 und 2).



Legende

- 1 Brennfleck der Röntgenröhre
- 2 Monochromator
- 3 Scheinbare Quelle (auf dem Goniometerkreis)

Bild 1 — Position des Monochromators in dem einfallenden Strahl



Legende

- 1 Empfangsblende
- 2 Monochromator
- 3 Detektorblende

Bild 2 — Position des Monochromators in dem gebeugten Strahl

4.3.2.4 Elektronisches Filter

Die elektronische Filterung verwendet Photonen-zähl-detektoren (siehe 4.4) und wird häufig als Impulshöhen-diskriminierung oder „Diskriminierung“ oder „Energiediskriminierung“ bezeichnet. Sie wählt elektronisch die Impulse aus, die von den Photonen der für die Untersuchung ausgewählten Strahlung herrühren.

Mit einem z. B. Peltier-gekühlten Festkörperdetektor kann eine Wirkung erreicht werden, die einer Teilmonochromatisierung ähnelt. Die relative Energieauflösung dieser Systeme liegt in derselben Größenordnung wie die eines Mosaikkristall-Monochromators (etwa ein Prozent), d. h., sie ist ausreichend, die K_{β} -Komponente und den größten Teil des kontinuierlichen Untergrunds zu beseitigen, jedoch nicht die $K_{\alpha 1,2}$ -Doppellinie zu trennen. Detektoren dieser Art haben typischerweise eine hohe Zähleffektivität, sind jedoch anfällig gegen Totzeiteffekte (prEN 1330-11). Letztere führen zu einem nichtlinearen Verhalten oberhalb etwa 10^4 gezählten Impulsen pro Sekunde für alle vom Detektor registrierten Wellenlängen, ob sie für die Messung verwendet werden oder nicht. Es ist deshalb darauf zu achten, die maximale beobachtete Zählrate auf einen Wert zu begrenzen, bei dem der Detektor korrekt arbeitet. Erforderlichenfalls muss eine geeignete Totzeitkorrektur vorgenommen werden.

4.3.2.5 Mehrschichtspiegel

Mehrschichtspiegel bestehen gewöhnlich aus aufeinander folgenden dünnen Schichten zweier Elemente (z. B. W und C), die auf einem geeignet gekrümmten Substrat aufgebracht sind. Die Schichten haben eine Dicke in der Größenordnung von einigen Wellenlängen der verwendeten Röntgenstrahlung [3].

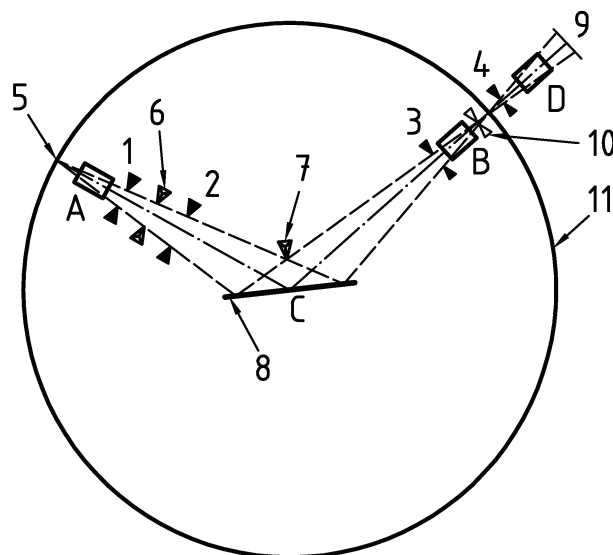
Mehrschichtspiegel für Röntgenstrahlung werden hauptsächlich für die Umwandlung eines divergenten Strahls in einen intensiven parallelen oder konvergenten Strahl verwendet (siehe 4.3.3.3.4). Die Spiegeleinheit wirkt außerdem als Monochromator, indem sie die K_{β} - und die polychromatische Strahlung der Quelle unterdrückt. Die Dicke der auf die Oberfläche aufgetragenen Schichten ändert sich entlang der Spiegellänge so, dass das Braggsche Gesetz über einen Bereich von Strahldivergenzwinkeln und die entsprechenden Einfallswinkel am Spiegel gilt. Diese Systeme erreichen einen Reflexionsgrad nahe 100 % und liefern somit eine hochintensive Strahlung. Eine übliche Konfiguration verwendet einen gestuften Parabolspiegel zur Umwandlung der divergenten einfallenden Strahlung der Quelle in einen intensiven, nahezu parallelen Strahl. Zur Umwandlung der divergenten Strahlung der Quelle in einen konvergenten (fokussierten) Strahl können gestufte elliptische Spiegel verwendet werden. Für spezielle Anwendungen können mehrere Spiegel im einfallenden und/oder gebeugten Strahl kombiniert werden.

4.3.3 Strahlabmessungen und -geometrie

4.3.3.1 Allgemeines

Die geometrischen Abmessungen des einfallenden und gebeugten Röntgenstrahls können mit Kollimatoren und Blenden geregelt werden. Die geometrischen Abmessungen können auch durch Kristallmonochromatoren und gestufte Mehrfachschichtspiegel wesentlich verändert werden.

Die im Folgenden beschriebenen Gerätekomponten definieren Strahlabmessungen und -geometrie sind in Bild 3 schematisch dargestellt.



Legende

- 1, 2 Mögliche Position der Divergenz-Antistreustrahlenblende
- 3, 4 Mögliche Position der Antistreustrahlenblende vor dem Detektor
- 5 Quelle
- 6 Divergenzblende
- 7 Messerschneide
- 8 Präparatoberfläche
- 9 Detektorfenster
- 10 Empfangsblende
- 11 Goniometerkreis
- A, B, D Mögliche Position des Soller-Blendensystems
- C Mitte der Präparate und des Goniometerkreises

Bild 3 — Schematische Anordnung der Elemente zur Steuerung von Strahlabmessung und -geometrie bezogen auf den Mittelpunkt des Goniometerkreises (C)

4.3.3.2 Blenden

4.3.3.2.1 Allgemeines

In dem einfallenden und gebeugten Strahlengang können verschiedene Arten von Blenden angeordnet werden, mit denen gewöhnlich die äquatoriale und axiale (siehe 4.5.1) Divergenz des Strahlengangs begrenzt werden. Blenden können auch dazu verwendet werden, unerwünschte Streuung zu verringern, den Radius des Fokussierungskreises und die Winkelauflösung festzulegen. Sie bestehen häufig aus einem Metall mit hoher Röntgenstrahlungsabsorption. Für bestimmte Messungen (z. B. für kristallographische Texturmessungen) werden orthogonale Blendenpaare verwendet, um die äquatoriale und axiale Strahldivergenz zu begrenzen. In 4.3.3.2.2 bis 4.3.3.2.7 werden nur spaltförmige Blenden behandelt, weil diese in der Röntgenpulverdiffraktometrie häufiger verwendet werden als andere Blenden.

In [4] wird eine zweckmäßige quantitative geometrische Behandlung von Blenden für Bragg-Brentano-Diffraktometer beschrieben.

4.3.3.2.2 Blenden mit variabler Öffnung

Mechanisch oder computergesteuerte Blenden können als variable Divergenz-, Antistreustrahlen- und Empfangsblenden verwendet werden. Eine Blende mit variabler Öffnung wird am häufigsten in Diffraktometern mit Bragg-Brentano-Geometrie verwendet, um eine konstante bestrahlte Oberfläche des Präparats bei sich änderndem Winkel zwischen einfallendem Strahl und Präparatoberfläche aufrechtzuerhalten. Dadurch ändert sich das bestrahlte Präparatvolumen bei der 2θ -Abtastung.

In Verbindung mit einer variablen Divergenzblende kann eine abgestimmte variable Antistreustrahlenblende verwendet werden. Dies kann für die Verringerung unerwünschter Streuung bei geringen 2θ -Winkeln besonders effektiv sein.

4.3.3.2.3 Divergenzblenden

Die Divergenzblende wird zwischen Röntgenröhre und Präparat angeordnet. Sie begrenzt die äquatoriale Divergenz des einfallenden Strahls.

4.3.3.2.4 Antistreustrahlenblenden

Die Antistreustrahlenblende verringert die unerwünschte Streuung, die durch die Wechselwirkung des einfallenden und des gebeugten Strahls mit der Luft, der Präparathalteraufnahme und den Komponenten des optischen Systems hervorgerufen wird. Sie wird in den Strahlengang der Röntgenstrahlen direkt vor oder nach dem Präparat oder nach der Empfangsblende angeordnet. Sie kann einzeln oder in Kombination verwendet werden. Bei genauer Justierung begrenzt sie nicht den einfallenden oder gebeugten Strahl, und sie verändert nicht die Beugungsgeometrie.

4.3.3.2.5 Messerschneide

Für ebene Präparate kann die so genannte „Messerschneide“ verwendet werden. Sie ist ein gerades Blech oder ein flacher Keil mit einer geraden Kante, die dicht zur Präparatoberfläche und parallel zu dieser und zur Goniometerachse angeordnet ist. Eine Messerschneide verringert die unerwünschte Streuung durch Begrenzung der bestrahlten Fläche des Präparates. Sie hat dieselbe Funktion wie die Divergenz- und Antistreustrahlenblende. Die Messerschneide kann stationär oder variabel angebracht und mechanisch oder computergesteuert sein.

4.3.3.2.6 Empfangsblenden

Eine Empfangsblende dient dazu, denjenigen Anteil der Strahlung auszuwählen, der bei einem gegebenen Beugungswinkel vom Detektor registriert wird. Sie befindet sich in dem gebeugten Strahl, und zwar entweder vor dem Detektor oder aber vor dem im gebeugten Strahl stehenden Monochromator, falls ein solcher vorhanden ist.

Bei Bragg-Brentano-Geometrie muss die Empfangsblende auf den Fokussierungskreis gesetzt werden (siehe 4.5.1). Ihre Größe ist ein wesentlicher Faktor, der die Winkelauflösung mitbestimmt. Sie wird manchmal „Fokussierungsblende“ oder „Auflösungsblende“ genannt.

4.3.3.2.7 Detektorblenden

Eine Detektorblende wählt die durch das Präparat gebeugte Strahlung aus, die den Detektor erreichen darf. Sie verhindert, dass unerwünschte Strahlung den Detektor erreicht, z. B. von den Bauteilen des Geräts gestreute Strahlung oder K_β -Strahlung, wenn der Monochromator auf K_α -Strahlung eingestellt ist. Die Empfangsblende wird häufig als Detektorblende benutzt.