

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
12. September 2014 (12.09.2014)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2014/135429 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation:
G01N 23/223 (2006.01) *G01B 15/02* (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2014/053799
- (22) Internationales Anmeldedatum:
27. Februar 2014 (27.02.2014)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
10 2013 102 270.7 7. März 2013 (07.03.2013) DE
- (71) Anmelder: **HELMUT FISCHER GMBH INSTITUT FÜR ELEKTRONIK UND MESSTECHNIK** [DE/DE];
Industriestraße 21, 71069 Sindelfingen (DE).
- (72) Erfinder: **RÖSSIGER, Volker**; Sindelfinger Straße 63,
71069 Sindelfingen (DE).
- (74) Anwalt: **PATENTANWÄLTE MAMMEL UND MASER**; Tilsiter Str. 3, 71065 Sindelfingen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: OPTICAL MIRROR, X-RAY FLUORESCENCE ANALYSIS DEVICE, AND METHOD FOR X-RAY FLUORESCENCE ANALYSIS

(54) Bezeichnung : OPTISCHER SPIEGEL, RÖNTGENFLUORESCENZANALYSEGERÄT UND VERFAHREN ZUR RÖNTGENFLUORESCENZANALYSE

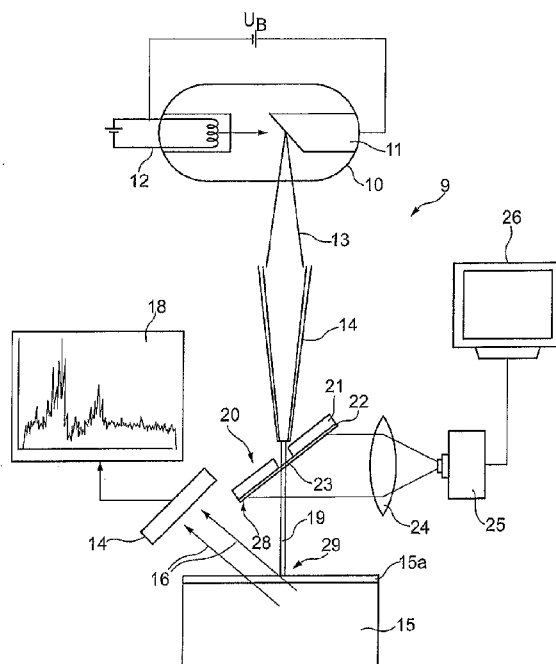


Fig. 1

(57) Abstract: The invention relates to an x-ray fluorescence analysis device, comprising an x-ray source (10) for irradiating a sample (15) with x-radiation (19), an x-ray detector (17) for measuring x-ray fluorescence radiation (16) emitted by the sample (15), and a camera (25) for producing an optical control image (26) of the irradiated measurement point (29) of a sample (15) by means of the optical mirror (20) arranged at an angle in the beam path of the x-ray source (10), which optical mirror comprises a carrier (21) having a mirror layer (28) provided on the carrier (21). In order to create an x-ray fluorescence device by means of which realistic control recordings of the sample to be analysed, in particular of the sampled surface point, are possible, the invention provides that the optical mirror (20) has a passage window (23) for the x-radiation (19), which is formed by an opening (23) in the carrier (21) and a foil (22) forming the mirror layer (28) and covering the opening (23) on an outer surface of the carrier (21).

(57) Zusammenfassung:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

Um ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät mit einer Röntgenquelle (10) zur Bestrahlung einer Probe (15) mit Röntgenstrahlung (19), einem Röntgendetektor (17) zur Messung von der Probe (15) abgestrahlter Röntgenfluoreszenzstrahlung (16) und einer Kamera (25) zur Erzeugung einer optischen Kontrollabbildung (26) der bestrahlten Messstelle (29) einer Probe (15) über den schräg im Strahlengang der Röntgenquelle (10) angeordneten optischen Spiegel (20) zu schaffen, der einen Träger (21) mit einer an dem Träger (21) vorgesehenen Spiegelschicht (28) umfasst, bei dem naturgetreue Kontrollaufnahmen der zu analysierenden Probe, insbesondere der beprobten Oberflächenstelle, möglich sind, weist der optische Spiegel (20) erfindungsgemäß ein Durchtrittsfenster (23) für die Röntgenstrahlung (19) auf, welches aus einer Aussparung (23) im Träger (21) und einer die Aussparung (23) an einer Außenseite des Trägers (21) überdeckenden Folie (22) ausgebildet ist, welche die Spiegelschicht (28) bildet.

Beschreibung**[0001] Optischer Spiegel, Röntgenfluoreszenzanalysegerät und Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse**

[0002] Die vorliegende Erfindung betrifft einen optischen Spiegel, insbesondere für ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät, sowie ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät mit einer Röntgenquelle zur Bestrahlung der Probe mit Röntgenstrahlung, einem Röntgendetektor zur Messung von der Probe abgestrahlten Röntgenfluoreszenzstrahlung und einer Kamera zur Erzeugung einer optischen Abbildung der bestrahlten Stelle der Probe über einen schräg im Strahlengang der Röntgenquelle angeordneten optischen Spiegel. Außerdem betrifft die Erfindung ein entsprechendes Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse, insbesondere zur Bestimmung der Dicken dünner Schichten.

[0003] Die Röntgenfluoreszenzanalyse ist ein zerstörungsfreies Verfahren zur qualitativen und quantitativen Materialanalyse. Es beruht auf dem Prinzip, dass durch Bestrahlung einer Probe mit polychromatischer Röntgenstrahlung Elektronen aus den inneren Schalen der die Probe bildenden Atome herausgelöst werden. Die dabei entstehenden Löcher werden durch Elektronen aus den äußeren Schalen aufgefüllt. Bei diesen Übergängen entsteht charakteristische Fluoreszenzstrahlung im Röntgenbereich, die von einem Detektor aufgezeichnet wird und Aufschluss über die elementare Zusammensetzung der Probe gibt.

[0004] Die Röntgenfluoreszenzanalyse wird insbesondere auch zur Schichtdickenmessung dünner Schichten und Schichtsysteme eingesetzt. Da Röntgenstrahlung dünne Schichten durchdringt, wird auch im darunterliegenden Material Röntgenfluoreszenzstrahlung erzeugt, die wiederum auf ihrem Weg zum Detektor in darüberliegenden Schichten durch Absorption abgeschwächt wird. Durch Auswertung des Spektrums im Bereich der Wellenlängen von Röntgenstrahlung kann sowohl die Materialzusammensetzung als auch die vorhandene Schichtdicke bestimmt werden. Um eine gute räumliche Auflösung zu erreichen, wird der Messfleck, also der von der Primärstrahlung erfasste Bereich der Probe, meist recht klein gewählt.

- [0005] Bei der Untersuchung von Proben mittels Röntgenfluoreszenzanalyse ist es erforderlich, den Messfleck über eine optische Abbildung der Probeoberfläche einzustellen. Dies erfolgt in der Regel durch eine Kamera. Um ein parallaxefreies Abbild einer Messstelle der Probe zu erzeugen, muss die Kontrollaufnahme aber möglichst parallel zum Röntgenstrahl aufgenommen werden. Hierzu wird unter einem Winkel ein optischer Spiegel im Strahlengang angeordnet, auf den die Kamera blickt. Damit der Spiegel den Röntgenstrahl auf seinem Weg zur Messstelle jedoch nicht absorbiert, besitzt dieser im Durchtrittsbereich des Röntgenstrahls ein Loch. Ein solcher optischer Spiegel ist aus der DE 33 14 281 A1 bekannt. Dieser optische Spiegel hat jedoch den Nachteil, dass er in großer Entfernung von der Probenoberfläche angebracht sein muss, um ein ungestörtes Bild zu erzeugen.
- [0006] Ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät, bei dem zur Erzeugung einer Kontrollaufnahme ein Spiegel mit einem Loch zum Durchtritt des Röntgenstrahls eingesetzt wird, ist z.B. aus der DE 197 10 420 A1 bekannt. Bei der EP 1 348 949 B1 wird zudem eine fokussierende Röntgenoptik eingesetzt, die durch eine Aussparung im Kontrollspiegel hindurch geführt ist. Analoges ist aus der DE 32 39 379 C2 bekannt, welche einen Spiegel offenbart, bei welchem die Größe des Lochs zum Durchtritt des Röntgenstrahles einstellbar ist.
- [0007] Aus der US 4,406,015 A sind des Weiteren ein Röntgenfluoreszenzanalyse-gerät sowie ein Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse bekannt, bei welchem im Primärstrahl ein Spiegel angeordnet ist, welcher eine auf einer SiO₂-Platte aufgedampfte Aluminiumschicht oder auf einem Kunststofffilm eine aufgedampfte Aluminiumschicht aufweist. Der Spiegel umfasst somit eine vollflächige Aluminiumschicht auf einem vollflächigen, aus Kunststoff ausgebildeten Träger oder einer vollflächigen SiO₂-Platte.
- [0008] Beide Ausführungsformen weisen den Nachteil auf, dass diese vollflächigen Träger die Intensität der zum Messgegenstand gerichteten Röntgenstrahlung verringern, wodurch höhere Messzeiten erforderlich sind. Darüber hinaus weist die Ausführungsform mit dem aus Kunststoff

bestehenden Träger den Nachteil auf, dass sich im Lauf der Zeit aufgrund der Bestrahlung mittels Röntgenstrahlung dieser Kunststoff zersetzt.

- [0009] Die Aufgabe der Erfindung ist es, einen optischen Spiegel, ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät sowie ein Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse dahingehend zu verbessern, dass naturgetreue Kontrollaufnahmen an der Messstelle der zu analysierenden Probe möglich sind und wenn sich diese in sehr kleinem Abstand zum Spiegel befindet.
- [0010] Die Aufgabe wird durch die Merkmale der Ansprüche 1, 9 und 12 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind den abhängigen Ansprüchen zu entnehmen.
- [0011] Gelöst wird die Aufgabe durch einen optischen Spiegel, der ein Durchtrittsfenster für die Röntgenstrahlung aufweist, welches durch eine Aussparung im Träger und einer die Aussparung überdeckenden Folie, welche die Spiegelschicht bildet, gebildet ist. Ein solcher optischer Spiegel ist einerseits für die Röntgenstrahlung, insbesondere die Primärstrahlung der Röntgenstrahlung, mit einer hohen Intensität durchlässig, da nur die Folie durchstrahlt wird und für die optische Strahlung zur Erfassung einer Abbildung von der Oberfläche der Messstelle der Probe undurchlässig ist, so dass ein vollständiges Bild von der Messstelle durch eine Kamera erfassbar ist.
- [0012] Durch einen solchen optischen Spiegel kann eine Miniaturoptik geschaffen werden, wodurch der Abstand zwischen einem Fokus auf der Probe und einer Röntgenoptik unter Beibehaltung der Positionen des optischen Spiegels für eine direkte Betrachtung der Probe gering gehalten werden kann. Dadurch wird ein kompakter beziehungsweise kleinbauender Aufbau eines Röntgenfluoreszenzgerätes erzielt.
- [0013] Vorzugsweise wird die Folie aus einem Kunststoff, besonders bevorzugt aus Polyethylenterephthalat, hergestellt. Kunststoffe bestehen hauptsächlich aus Kohlenstoff mit einer Kernladungszahl von nur 6. Da die Röntgenabsorption eine sehr starke Abhängigkeit von der Kernladungszahl z des zu durchdringenden Materials aufweist (etwa $\sim z^4$), ist die Schwächung durch eine Kunststofffolie sehr gering. Aus

Polyethylenterephthalat, kurz PET, lassen sich äußerst reißfeste Folien herstellen, insbesondere wenn eine solche Folie biaxial gereckt wird.

- [0014] Um eine spiegelnde Beschichtung auf der Folie zu erhalten oder eine Spiegelschicht zu bilden, kann die Folie metallisiert werden. Eine Metallisierung kann beispielsweise durch Sputtern (Kathodenzerstäubung) oder Vakuumbedampfen auf einfache Weise hergestellt werden.
- [0015] Vorzugsweise wird eine Spiegelbeschichtung aus Aluminium aufgebracht, da Aluminium von den für eine Verspiegelung in Betracht kommenden Metallen die niedrigste Kernladungszahl aufweist und sich außerdem sehr gut sputtern lässt.
- [0016] Eine solche auf dem Träger aufgebrachte Folie kann äußerst dünn, zum Beispiel mit einer Stärke von nur wenigen Mikrometern ausgeführt werden, so dass die primäre Röntgenstrahlung, deren Absorption exponentiell zur Dicke des zu durchdringenden Materials abhängt, kaum geschwächt wird.
- [0017] Damit ein formstabiler optischer Spiegel erhalten wird, besitzt der Träger einen flächenförmigen Grundkörper, der vorzugsweise aus Glas besteht, welcher im Bereich des Durchtrittsfensters eine Aussparung, vorzugsweise ein rundes Loch, aufweist. Die verspiegelte Folie kann auf den Träger aufgespannt oder aufgeklebt werden, wobei die Klebestellen beispielsweise nur im Randbereich vorgesehen werden brauchen.
- [0018] Insbesondere durch das Aufkleben der Folie auf dem Träger kann eine spannungsfreie Anordnung der Folie im Bereich der Aussparung im Träger erzielt werden. Somit ist im Bereich der Durchdringung des Spiegels nur die Folie wirksam, die jedoch kaum einen Identitätsverlust der Röntgenstrahlung hervorruft.
- [0019] Alternativ kann der optische Spiegel als Träger auch einen Rahmen aufweisen, auf oder über den die verspiegelte Folie gespannt ist.
- [0020] Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird des Weiteren durch ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät gelöst, bei dem ein optischer Spiegel mit einem Durchtrittsfenster für die Röntgenstrahlung eingesetzt wird, welcher einen Träger mit einer Aussparung umfasst, die an einer Außenseite des Trägers mit einer die Spiegelschicht bildenden Folie überdeckt ist.
- [0021] Dadurch kann von der Messstelle der Probe eine optische Abbildung

erfasst werden, welche zur Kontrolle der Messung ausgewertet werden kann.

- [0022] Als Kamera kann vorzugsweise ein Endoskop, beispielsweise ein Videoendoskop, eingesetzt werden. Durch die damit erzielte kompakte Bauform wird eine fokussierende Röntgenoptik eingesetzt und sehr nah an die Probenoberfläche positioniert. Hierdurch wird eine sehr gute räumliche Auflösung erreicht.
- [0023] Bevorzugt wird vor den Spiegel in Strahlrichtung gesehen eine Mono- oder Polykappilarlinse positioniert um den Primärstrahl zu fokussieren und einen kleineren Messfleck auf der Messoberfläche zu erzielen.
- [0024] Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird des Weiteren durch ein Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse einer Probe gelöst, bei der ein optischer Spiegel einen Träger mit einem Durchtrittsfenster, wie beispielsweise eine Durchbrechung oder Aussparung, für die Röntgenstrahlung aufweist, welches an einer Außenseite des Trägers von einer eine Spiegelschicht bildenden Folie überdeckt ist, so dass nur die Folie des optischen Spiegels von einer Röntgenstrahlung durchdrungen und ein vollständiges und verzerrungsfreies optisches Bild von der Messstelle beziehungsweise Probenoberfläche der Probe an der als Spiegelschicht ausgebildeten Folie reflektiert und von der Kamera erfasst wird. Dadurch kann eine verbesserte Auswertung und Überwachung der Messung an der Messstelle der Probe erzielt werden. Zudem ist ein Verfahren der Probe zwischen einem Röntgenstrahl und benachbart dazu positionierten Spiegel zur Erfassung einer vollständigen Abbildung der Messstelle der Probe nicht erforderlich. Da der optische Spiegel als kleinbauende Optik ausgebildet sein kann und zwischen der Röntgenstrahlung und der Messstelle bei einer Messung verbleiben kann.
- [0025] Die Erfindung sowie weitere vorteilhafte Ausführungsformen und Weiterbildungen derselben werden im Folgenden anhand der in den Zeichnungen dargestellten Beispiele näher beschrieben und erläutert. Die der Beschreibung und den Zeichnungen zu entnehmenden Merkmale können einzeln für sich oder zu mehreren in beliebiger Kombination erfindungsgemäß angewandt werden. Es zeigen:

- [0026] Figur 1 eine schematische Darstellung eines Röntgenfluoreszenzanalysegerätes mit einem erfindungsgemäßen optischen Spiegel,
- [0027] Figur 2 eine isometrische Ansicht des optischen Spiegels in einer ersten Ausführungsform und
- [0028] Figur 3 eine isometrische Ansicht des optischen Spiegels in einer zweiten Ausführungsform.
- [0029] Das in Figur 1 gezeigte Röntgenfluoreszenzanalysegerät 9 besitzt als Röntgenquelle eine Röntgenröhre 10 üblicher Bauweise mit einer Glühkathode 12, von welcher Elektronen emittiert und durch eine angelegte Beschleunigungsspannung U_B gegen eine Anode 11 beschleunigt werden. Dort werden die Elektronen abgebremst und erzeugen Röntgenstrahlung 13. Der Wellenlängenbereich der polychromatischen Röntgenstrahlung 13 hängt von der Beschleunigungsspannung U_B , welche typischerweise im Bereich einiger 10 kV, z.B. im Ausführungsbeispiel bei 50 kV, liegt, und dem Anodenmaterial, beispielsweise Wolfram, ab.
- [0030] Die Röntgenstrahlung 13 wird dann vorzugsweise durch eine Röntgenoptik 14, welche im Ausführungsbeispiel durch eine Mono- oder Polykapillarlense gebildet wird, fokussiert. Alternativ kann auch nur ein einfacher Kollimator zum Ausblenden eines Strahlenbündels 19 eingesetzt werden.
- [0031] Das ausgeblendete oder fokussierte Strahlenbündel 19 trifft dann auf eine Probe 15. Die Probe 15 umfasst beispielsweise eine Schicht 15a oder ein Schichtsystem. Das Strahlenbündel 19 dringt zumindest teilweise in die Schicht 15a ein oder durch die obere Schicht 15a oder das Schichtsystem der Probe 15 hindurch. In dem bestrahlten Bereich wird Röntgenfluoreszenzstrahlung 16 erzeugt, die von einem Röntgendetektor 17, beispielsweise einem Halbleiterdetektor, gemessen wird. Durch eine Auswertung eines gemessenen Energiespektrums 18 der Röntgenfluoreszenzstrahlung 16 auf an sich bekannte Weise kann die Materialzusammensetzung der Probe 15 und/oder die Schichtdicke der Schicht(en) 15a oder des Schichtsystems bestimmt werden.

- [0032] Gleichzeitig ermöglicht das Röntgenfluoreszenzanalysegerät eine direkte Videobeobachtung der Probenoberfläche an der Messstelle 29. Dies dient zur Kontrolle und vereinfacht beispielsweise die Positionierung der Probe 15 zur Messposition. Außerdem kann so zu jeder Röntgenfluoreszenzmessung eine optische Kontrollaufnahme des beprobten Bereichs beziehungsweise der Messstelle 29 gespeichert werden, um so später einwandfrei die Lokalisation der Messstelle 29 nachvollziehen zu können.
- [0033] Damit eine parallaxefreie Kontrollaufnahme erzeugt werden kann, wird die Bildaufnahme von der Messstelle 29 parallel zu dem Röntgenstrahl 19 aufgenommen. Hierzu ist unter einem Winkel ein optischer Spiegel 20 im Strahlengang angeordnet. Eine Abbildungsoptik, hier eine Linse 24, bildet das Spiegelbild der Probenoberfläche der Messstelle 29 auf eine Kamera 25, beispielsweise eine digitale CCD-Kamera, ab. Bevorzugt ist eine Endoskop-Kamera vorgesehen, die kleine Abmessungen aufweist und in einem kurzen Abstand zum optischen Spiegel positionierbar ist. Das Bild der Kamera 25 wird auf einem Monitor 26 dargestellt und kann mit einem Messdatensatz abgespeichert und ausgewertet werden.
- [0034] Damit der optische Spiegel 20 den Röntgenstrahl 13 möglichst wenig schwächt, hat dieser ein Durchtrittsfenster 30 für den Röntgenstrahl 13. Dieses Durchtrittsfenster 30 ist durch eine Aussparung 23 im Träger 21 gebildet, welche auf einer Seite des Trägers 21 von einer durchgehenden Folie 22 als Spiegelschicht 28 überdeckt ist. Die Außenseite der Folie 27 ist verspiegelt. Der Träger 21 ist mit dieser verspiegelten Außenseite der Folie 22 zur Messstelle 29 geneigt ausgerichtet, so dass die Röntgenstrahlung 13 zunächst in die Aussparung 23 des Trägers 21 eintritt und hindurchtritt sowie anschließend die Folie 22 durchdringt oder durch die Folie 22 hindurchtritt. Der Träger 21 besteht vorzugsweise aus Glas.
- [0035] Die Absorption von Röntgenstrahlung weist einerseits eine exponentielle Abhängigkeit von der zu durchdringenden Materialstärke, andererseits eine sehr starke Abhängigkeit proportional zur vierten Potenz der Kernladungszahl Z des durchdrungenen Materials auf. Als Trägermaterial

für den Spiegel 20 kann zwar Glas zum Einsatz kommen (Silizium hat eine Kernladungszahl von 14), jedoch kann der Röntgenstrahl 13 durch die Aussparung 23 ungehindert hindurchtreten.

- [0036] Auf der zur Kamera 25 zugewandten Unterseite des optischen Spiegels 20 befindet sich eine durchgehende, dünne Folie 22, vorzugsweise aus Kunststoff. Die Kunststoffe bestehen im Wesentlichen aus Kohlenstoff, welcher eine Kernladungszahl von 6 hat. Darüber hinaus können Kunststofffolien äußerst dünn, im Bereich weniger Mikrometer, dennoch aber sehr widerstandsfähig und reißfest, gefertigt werden. Ein bevorzugter Kunststoff zur Herstellung der Folie 22 ist Polyethylenterephthalat, kurz PET. Insbesondere biaxial orientierte Polyester-Folien aus PET, welche unter den Bezeichnungen Mylar, Melinex oder Hostaphan bekannt sind, eignen sich für den erfindungsgemäßen Einsatz.
- [0037] Zur Verspiegelung wird die Kunststofffolie 22 metallisiert, indem beispielsweise durch Sputtern (Kathodenzerstäubung) oder Vakuumbedampfung eine spiegelnde Metallbeschichtung auf die Folie aufgebracht wird. Wegen der möglichst kleinen Kernladungszahl eignet sich als Beschichtungsmaterial besonders Aluminium (Kernladungszahl 13), welches sich auch noch besonders gut Sputtern lässt.
- [0038] Metallisierte PET-Folien, die für die vorliegende Verwendung geeignet sind, weisen eine typische Materialstärke von beispielsweise weniger als 100 µm auf und haben eine hohe Reißfestigkeit. Die Dicke der spiegelnden Metallbeschichtung kann bei weniger als 100 nm liegen. Aufgrund der äußerst geringen Materialstärke der metallisierten Folie 22 und deren niedrigen Kernladungszahl ist sie für Röntgenstrahlung 13 annähernd durchsichtig. Es gelingt damit also, einen durchgehenden optischen Spiegel 20 mit für Röntgenstrahlung 13 annähernd durchsichtigem Durchtrittsfenster 30 zu schaffen.
- [0039] Die Folie 22 kann auf den flächigen Grundkörper des Trägers 21 aufgeklebt, aufkaschiert oder aufgespannt werden. Die Klebestellen können dabei auf den Randbereich des Trägers 21 beschränkt sein. In Figur 2 wird ein solcher Spiegel 20 beispielhaft gezeigt. Der Träger 21 hat als Durchtrittsfenster 30 ein rundes Loch, durch welches ein Röntgenstrahl

13 hindurchtreten kann. Auf einer Außenseite des Trägers 21 ist die Folie 22 aufgespannt und überdeckt das Loch 23.

- [0040] Anstelle eines Trägers 21 aus einer Glasplatte mit rundem Loch kann der Träger 21 auch als lediglich ein rechteckiger Rahmen ausgeführt werden, über den die Folie 22 gespannt wird. Eine solche Ausführungsform mit einem Rahmen 21 als Träger ist beispielhaft in Figur 3 gezeigt. Diese Ausführungsform hat den Vorteil, dass ein größerer Bereich als Durchtrittsfenster 30 zur Verfügung steht, so dass die Röntgenoptik zum Ab-scannen der Messstelle 29 relativ zur Probe 15 bewegt werden kann, anstatt die Probe 15 unter der Röntgenoptik 14 zu verschieben.
- [0041] Der Abstand zwischen der Röntgenoptik 14 und der Probe 15 beträgt im Ausführungsbeispiel etwa 15 mm. Größere Abstände sind möglich, führen jedoch zu einer schlechteren Fokussierung des Röntgenstrahls 13 und damit einer schlechteren räumlichen Auflösung des Röntgenfluoreszenzanalysegerätes 9. Wegen der kleinen Abmessungen eignet sich besonders ein Videoendoskop, bei dem Abbildungsoptik 24 und Digitalkamera 25 in Form eines Endoskops integriert sind.
- [0042] Die vorbeschriebenen Merkmale sind jeweils für sich erfindungswesentlich und können beliebig miteinander kombinierbar sein.
- [0043]

Ansprüche

1. Optischer Spiegel für ein Röntgenfluoreszenzanalysegerät mit einer Röntgenquelle (10) zur Bestrahlung einer Probe (15) mit Röntgenstrahlung (19), einem Röntgendetektor (17) zur Messung von der Probe abgestrahlter Röntgenfluoreszenzstrahlung (16) und einer Kamera (25) zur Erzeugung einer optischen Kontrollabbildung (26) der bestrahlten Messstelle (29) einer Probe (15) über den schräg im Strahlengang der Röntgenquelle (10) angeordneten optischen Spiegel (20), der einen Träger (21) mit einer an dem Träger (21) vorgesehenen Spiegelschicht (28) umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass der optische Spiegel (20) ein Durchtrittsfenster (23) für die Röntgenstrahlung (19) aufweist, welches aus einer Aussparung (23) im Träger (21) und einer die Aussparung (23) an einer Außenseite des Trägers (21) überdeckenden Folie (22) ausgebildet ist, welche die Spiegelschicht (28) bildet.
2. Optischer Spiegel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie (22) aus einem Kunststoff, vorzugsweise aus Polyethylenterephthalat, besteht.
3. Optischer Spiegel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie (22) metallisiert ist.
4. Optischer Spiegel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie (22) eine Beschichtung aus Aluminium aufweist.
5. Optischer Spiegel nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie (22) eine Stärke in einem Bereich von wenigen Mikrometern aufweist.
6. Optischer Spiegel nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Träger (21) einen flächenförmigen Grundkörper, der vorzugsweise aus Glas besteht, aufweist, welcher im Bereich des Durchtrittsfensters (23) eine Aussparung, vorzugsweise ein rundes Loch, aufweist.
7. Optischer Spiegel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie (22) auf dem Träger (21) aufgeklebt ist und spannungsfrei die Aussparung (23) des Trägers (21) überdeckt.
8. Optischer Spiegel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Träger (21) einen Rahmen aufweist, auf oder über

den die verspiegelten Folie (22) gespannt ist.

9. Röntgenfluoreszenzanalysegerät mit einer Röntgenquelle (10) zur Bestrahlung einer Probe (15) mit Röntgenstrahlung (19), einem Röntgendetektor (17) zur Messung von der Probe abgestrahlter Röntgenfluoreszenzstrahlung (16) und einer Kamera (25) zur Erzeugung einer optischen Kontrollabbildung (26) der bestrahlten Stelle der Probe (15) über einen schräg im Strahlengang der Röntgenquelle (10) angeordneten optischen Spiegel (20), der einen Träger (21) mit einer an dem Träger (21) vorgesehenen Spiegelschicht (28) umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass der optische Spiegel (20) nach einem der Ansprüche 1 bis 8 ausgebildet ist.
10. Röntgenfluoreszenzanalysegerät nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Kamera (25) als Endoskop, vorzugsweise als Videoendoskop, ausgeführt ist.
11. Röntgenfluoreszenzanalysegerät nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass vor dem optischen Spiegel (20) eine Mono- oder Polykappillarlinse angeordnet ist.
12. Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse einer Probe (15), insbesondere zur Bestimmung der Dicken dünner Schichten, wobei die Probe (15) mit polychromatischer Röntgenstrahlung (19) aus einer Röntgenquelle (10) bestrahlt wird, wobei von der Probe (15) abgestrahlte Röntgenfluoreszenzstrahlung (16) mit einem Röntgendetektor (17) gemessen wird und wobei mit einer Kamera (25) eine optische Kontrollabbildung (26) der Messstelle (29) der Probe (15) über einen schräg im Strahlengang der Röntgenquelle (10) angeordneten optischen Spiegel (20), der einen Träger (21) mit einer an dem Träger (21) vorgesehenen Spiegelschicht (28) umfasst, erzeugt wird, dadurch gekennzeichnet, dass der Träger (21) ein Durchtrittsfenster (23) für die Röntgenstrahlung (19) aufweist, welches an einer Außenseite des Trägers (21) von einer die Spiegelschicht (28) bildenden Folie (22) überdeckt ist, wobei die Folie (22) im Bereich der Aussparung (23) des Trägers (21) des optischen Spiegels (20) von einer Röntgenstrahlung (13) durchdrungen und ein optisches Bild von einer Messstelle (29) der Probe (15) an der Folie (22) reflektiert und von der Kamera

(25) erfasst wird.

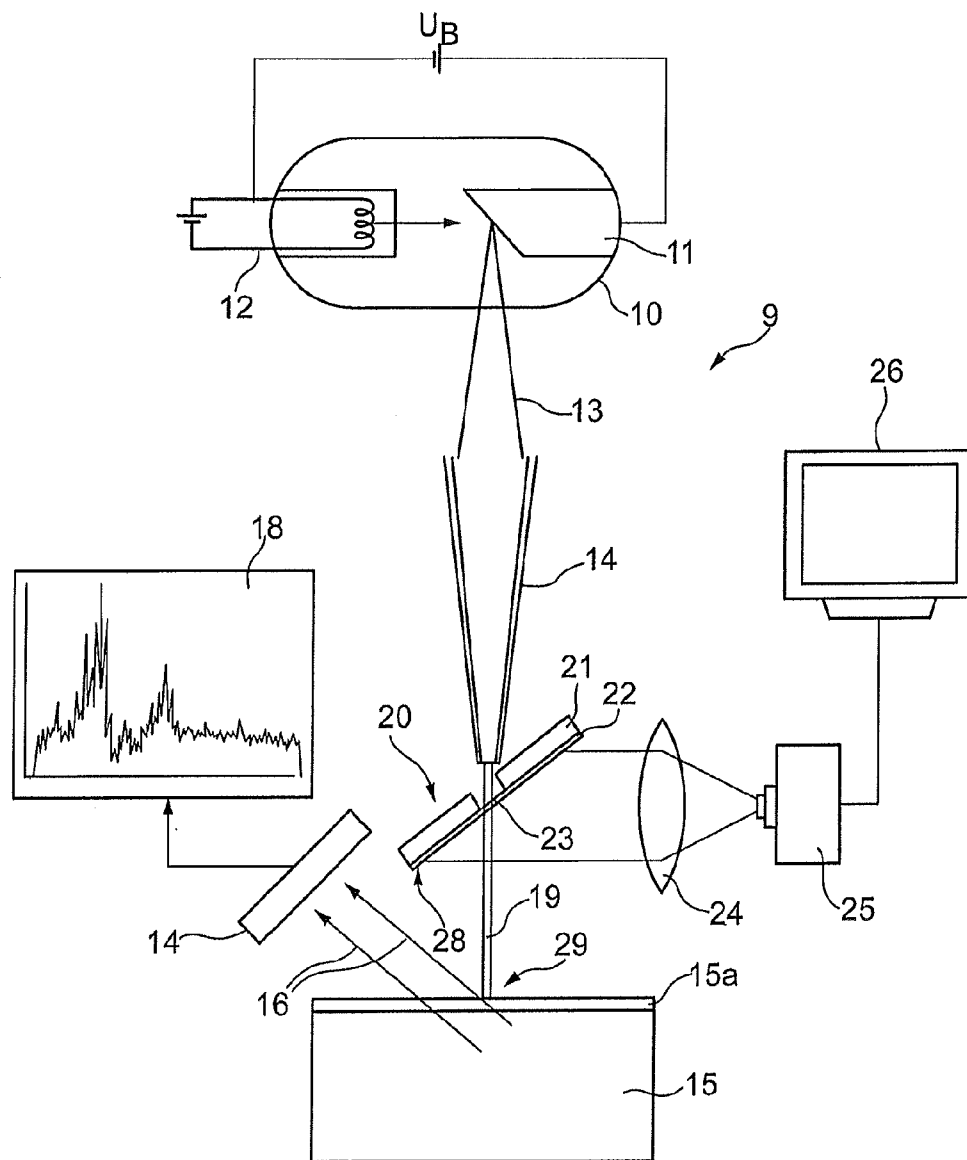


Fig. 1

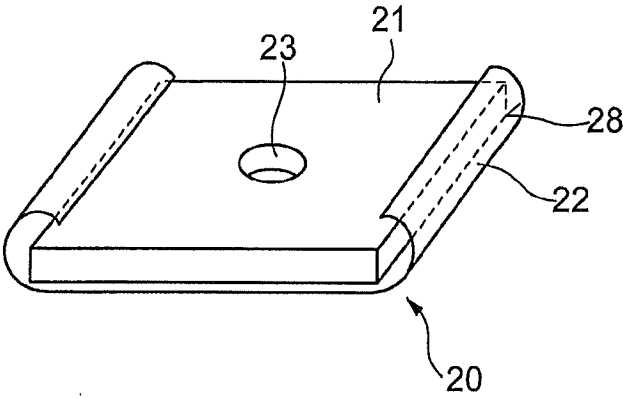


Fig. 2

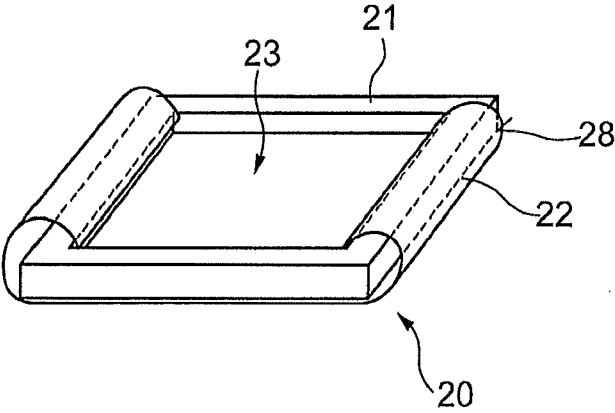


Fig. 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2014/053799

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. G01N23/223 G01B15/02
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N G01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2009/190722 A1 (WINDT DAVID L [US]) 30 July 2009 (2009-07-30)	1-8
Y	paragraph [0029] - paragraph [0030] figures 3a-3c	9-12
X	GB 2 095 960 A (SEIKO INSTR & ELECTRONICS) 6 October 1982 (1982-10-06)	1-8
Y	page 1, line 92 - line 98 figure 3	9-12
X	US 4 406 015 A (KOGA TOSHIYUKI [JP]) 20 September 1983 (1983-09-20)	1-8
A	cited in the application column 3, line 20 - line 27 figure 16	9-12
	----- -/--	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 April 2014

Date of mailing of the international search report

22/04/2014

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Baranski, Jörg

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2014/053799

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 33 14 281 A1 (HELMUT FISCHER GMBH & CO [DE]) 25 October 1984 (1984-10-25) cited in the application the whole document -----	1-12
A	US 2005/069092 A1 (XIAODONG XU [CN] ET AL) 31 March 2005 (2005-03-31) paragraph [0020] - paragraph [0023] figures 1, 2 -----	1-12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2014/053799

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2009190722 A1	30-07-2009	AU 2009209249 A1 CA 2709215 A1 EP 2247240 A2 JP 5231574 B2 JP 2011510711 A KR 20100107508 A US 2009190722 A1 WO 2009097323 A2	06-08-2009 06-08-2009 10-11-2010 10-07-2013 07-04-2011 05-10-2010 30-07-2009 06-08-2009
GB 2095960 A	06-10-1982	CA 1194619 A1 DE 3203747 A1 FR 2499245 A1 GB 2095960 A JP S57129156 U NL 8200299 A US 4461017 A	01-10-1985 02-09-1982 06-08-1982 06-10-1982 12-08-1982 01-09-1982 17-07-1984
US 4406015 A	20-09-1983	DE 3137186 A1 JP S5758300 U NL 8102926 A US 4406015 A US 4534049 A	06-05-1982 06-04-1982 16-04-1982 20-09-1983 06-08-1985
DE 3314281 A1	25-10-1984	NONE	
US 2005069092 A1	31-03-2005	CN 1603945 A DE 102004046035 A1 JP 3984961 B2 JP 2005103244 A US 2005069092 A1	06-04-2005 14-04-2005 03-10-2007 21-04-2005 31-03-2005

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. G01N23/223 G01B15/02
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
G01N G01B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 2009/190722 A1 (WINDT DAVID L [US]) 30. Juli 2009 (2009-07-30)	1-8
Y	Absatz [0029] - Absatz [0030] Abbildungen 3a-3c	9-12

X	GB 2 095 960 A (SEIKO INSTR & ELECTRONICS) 6. Oktober 1982 (1982-10-06)	1-8
Y	Seite 1, Zeile 92 - Zeile 98 Abbildung 3	9-12

X	US 4 406 015 A (KOGA TOSHIYUKI [JP]) 20. September 1983 (1983-09-20)	1-8
	in der Anmeldung erwähnt	
A	Spalte 3, Zeile 20 - Zeile 27 Abbildung 16	9-12

	-/-	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

4. April 2014

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

22/04/2014

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Baranski, Jörg

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 33 14 281 A1 (HELMUT FISCHER GMBH & CO [DE]) 25. Oktober 1984 (1984-10-25) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument -----	1-12
A	US 2005/069092 A1 (XIAODONG XU [CN] ET AL) 31. März 2005 (2005-03-31) Absatz [0020] - Absatz [0023] Abbildungen 1, 2 -----	1-12

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2014/053799

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 2009190722	A1	30-07-2009	AU	2009209249 A1	06-08-2009
			CA	2709215 A1	06-08-2009
			EP	2247240 A2	10-11-2010
			JP	5231574 B2	10-07-2013
			JP	2011510711 A	07-04-2011
			KR	20100107508 A	05-10-2010
			US	2009190722 A1	30-07-2009
			WO	2009097323 A2	06-08-2009

GB 2095960	A	06-10-1982	CA	1194619 A1	01-10-1985
			DE	3203747 A1	02-09-1982
			FR	2499245 A1	06-08-1982
			GB	2095960 A	06-10-1982
			JP	S57129156 U	12-08-1982
			NL	8200299 A	01-09-1982
			US	4461017 A	17-07-1984

US 4406015	A	20-09-1983	DE	3137186 A1	06-05-1982
			JP	S5758300 U	06-04-1982
			NL	8102926 A	16-04-1982
			US	4406015 A	20-09-1983
			US	4534049 A	06-08-1985

DE 3314281	A1	25-10-1984	KEINE		

US 2005069092	A1	31-03-2005	CN	1603945 A	06-04-2005
			DE	102004046035 A1	14-04-2005
			JP	3984961 B2	03-10-2007
			JP	2005103244 A	21-04-2005
			US	2005069092 A1	31-03-2005



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105008905 A

(43) 申请公布日 2015. 10. 28

(21) 申请号 201480011675. 4

(22) 申请日 2014. 02. 27

(30) 优先权数据

102013102270. 7 2013. 03. 07 DE

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 09. 01

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2014/053799 2014. 02. 27

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/135429 DE 2014. 09. 12

(71) 申请人 赫尔穆特费舍尔股份有限公司电子
及测量技术研究所

地址 德国辛德尔芬根

(72) 发明人 V·勒西格

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

代理人 李隆涛

(51) Int. Cl.

G01N 23/223(2006. 01)

G01B 15/02(2006. 01)

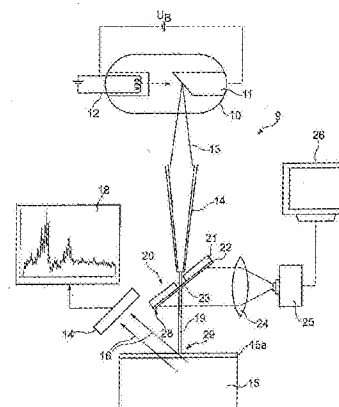
权利要求书2页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

光学镜、X射线荧光分析装置以及X射线荧光
分析方法

(57) 摘要

本发明涉及一种用于X射线荧光分析装置，包括X射线源(10)，用来利用X射束(19)辐照试样(15)；X射线探测器(17)，用于测量由所述试样(15)发出的X射线荧光辐射(16)；以及摄像机(25)，用于经由光学镜(20)产生试样(15)的被辐照的测量位置(29)的光学控制图像(26)，所述光学镜在所述X射线源(10)的射束路径中成角度地布置，所述光学镜包括载体(21)，在所述载体(21)上设置有镜层(28)。为了创建X射线荧光装置，由其真实控制记录待分析试样、尤其采用的表面点是可行的，本发明提供了光学镜(20)具有用于X射束(19)的通窗(23)，其由载体(21)中的开口(23)以及形成镜层(28)的膜(22)形成，所述膜在载体(21)的外表面上覆盖开口(23)。



1. 一种用于 X 射线荧光分析装置的光学镜, 其中, 所述 X 射线荧光分析装置具有 X 射线源 (10), 用来利用 X 射束 (19) 辐照试样 (15); X 射线探测器 (17), 用于测量由所述试样发出的 X 射线荧光辐射 (16); 以及摄像机 (25), 用于经由所述光学镜 (20) 产生试样 (15) 的被辐照的测量位置 (29) 的光学控制图像 (26), 所述光学镜在所述 X 射线源 (10) 的射束路径中成角度地布置, 所述光学镜包括载体 (21), 在所述载体 (21) 上设置有镜层 (28),

其特征在于

所述光学镜 (20) 具有用于 X 射束 (19) 的通窗 (23), 其中所述通窗由所述载体 (21) 中的凹口 (23) 以及在所述载体 (21) 的外侧上覆盖所述凹口 (23) 的膜 (22) 形成, 所述膜形成所述镜层 (28)。

2. 根据权利要求 1 所述的光学镜, 其特征在于, 所述膜 (22) 由塑料制成、优选由聚对苯二甲酸乙二酯制成。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的光学镜, 其特征在于, 所述膜 (22) 被金属化。

4. 根据权利要求 3 所述的光学镜, 其特征在于, 所述膜 (22) 具有由铝制成的涂层。

5. 根据前述权利要求任一所述的光学镜, 其特征在于, 所述膜 (22) 具有范围在几微米内的厚度。

6. 根据前述权利要求任一所述的光学镜, 其特征在于, 所述载体 (21) 具有平坦的基体, 所述基体优选由玻璃制成, 所述基体在所述通窗 (23) 的区域内具有凹口、优选圆孔。

7. 根据前述权利要求任一所述的光学镜, 其特征在于, 所述膜 (22) 被粘接至所述载体 (21) 并且以无张力的方式覆盖所述载体 (21) 的凹口 (23)。

8. 根据权利要求 1 至 5 任一所述的光学镜, 其特征在于, 所述载体 (21) 具有框架, 镜面化的膜 (22) 被铺设到所述框架上或附到所述框架上。

9. 一种 X 射线荧光分析装置, 其包括 X 射线源 (10), 用来利用 X 射束 (19) 辐照试样 (15); X 射线探测器 (17), 用于测量由所述试样发出的 X 射线荧光辐射 (16); 以及摄像机 (25), 用于经由光学镜 (20) 产生试样 (15) 的被辐照的位置的光学控制图像 (26), 所述光学镜在所述 X 射线源 (10) 的射束路径中成角度地布置, 所述光学镜包括载体 (21), 在所述载体 (21) 上设置有镜层 (28), 其特征在于, 所述光学镜 (20) 是根据权利要求 1 至 8 任一所述形成的光学镜。

10. 根据权利要求 9 所述的 X 射线荧光分析装置, 其特征在于, 所述摄像机 (25) 被实施为内窥镜、优选被实施为视频内窥镜。

11. 根据权利要求 9 所述的 X 射线荧光分析装置, 其特征在于, 单毛细管镜片或多毛细管镜片布置在所述光学镜 (20) 之前。

12. 一种用于对试样进行 X 射线荧光分析的方法, 尤其是用于确定薄层的厚度, 其中, 所述试样 (15) 利用来自 X 射线源 (10) 的复色 X 射束 (19) 被辐照, 由所述试样 (15) 发出的 X 射线荧光辐射 (16) 利用 X 射线探测器 (17) 被测量, 所述试样 (15) 的测量位置 (29) 的光学控制图像 (26) 利用摄像机 (25) 经由光学镜 (20) 产生, 所述光学镜在所述 X 射线源 (10) 的射束路径中成角度地布置, 所述光学镜包括载体 (21), 在所述载体 (21) 上设置有镜层 (28), 其特征在于,

其特征在于

所述光学镜 (20) 具有用于 X 射束 (19) 的通窗 (23), 其中所述通窗由在所述载体 (21)

的外侧上形成所述镜层 (28) 的膜 (22) 覆盖,所述膜 (22) 在所述光学镜 (20) 的载体 (21) 的凹口 (23) 的区域内由 X 射束 (13) 穿透,并且,光学图像由所述试样 (15) 在所述膜 (22) 上的测量位置 (29) 所反映,且所述光学图像通过所述摄像机 (25) 被检测。

光学镜、X 射线荧光分析装置以及 X 射线荧光分析方法

技术领域

[0001] 本发明涉及光学镜、尤其是用于 X 射线荧光分析装置的光学镜；以及涉及 X 射线荧光分析装置，其中所述 X 射线荧光分析装置具有用 X 射线辐射来辐照试样的 X 射线源、用于测量由试样发出的 X 射线荧光辐射的 X 射线探测器、以及摄像机，其中所述摄像机经由在 X 射线源的射束路径上成角度布置的光学镜产生试样的被辐照的位置的光学图像。此外，本发明涉及用于 X 射线荧光分析的对应方法，尤其用于确定薄层厚度的方法。

背景技术

[0002] X 射线荧光分析是一种用于定性和定量材料分析的无损方法。该方法是基于这样的原理，通过用复色 X 射线辐射来辐照试样，电子从形成试样的原子的内壳释放。原子之间的间隙由来自内壳的电子充满。在这些转换的过程中，X 射线范围内的特征荧光辐射出现，其通过探测器被记录并且提供了关于试样的元素成分的信息。

[0003] X 射线荧光分析特别还适合用于薄层和层系统的层厚测量。因为 X 射线穿透薄层，所以 X 射线荧光辐射也在位于薄层下方的材料中产生，这种 X 射线荧光辐射转在其通向探测器的路径上于位于上方的层中由于吸收而被削弱。材料成分以及当前的层厚度都可以通过评价 X 射线辐射的波长范围内的光谱而被确定。为了实现良好的空间分辨率，测量点、所谓的试样的由主辐射所检测的区域必须被选成相当小。

[0004] 在借助于 X 射线荧光分析的试样研究中，必须经由试样表面的光学图像来调整测量点。这通常采用摄像机来实现。然而，为了产生试样的测量位置的无视差的图像，控制拍摄必须尽可能地与 X 射线光束 /X 射束平行。为此目的，光学镜布置在光束路径中与摄像头成一角度指向。然而，为了镜不会在通向测量位置的路径上吸收 X 射线光束，镜必须在 X 射线光束的通过区域内具有一孔。这种光学镜由 DE 33 14 281 A1 是可知的。然而，这种光学镜的不足之处在于为产生无干扰的图像其必须在一距试样表面的远距离处被固定。

[0005] 具有用于通过 X 射线光束的孔的光学镜被用于产生控制拍摄的 X 射线荧光分析装置例如由 DE 197 10 420 A1 是可知的。在 EP 1 348 949 B1 中，对焦 X 射线光学器件附加地被采用，其被引导通过控制镜中的凹部。同样的情况由 DE 32 39 379 C2 可知，该公开文献公开了一种镜，其中，孔的尺寸能够为了 X 射线光束的通过而被调节。

[0006] 此外，X 射线荧光分析装置以及用于 X 射线荧光分析的方法由 US 4,406,015 A 是已知的，其中，镜被布置在主射束中，所述镜具有被蒸镀到 SiO₂板上的铝层或者被蒸镀到塑料膜上的铝层。镜因此包括由塑料形成的全表面载体上的或全表面 SiO₂板上的铝层。

[0007] 两个实施例的不足之处在于，这些全表面载体降低了指向测量物体的 X 射线辐射的强度，因而需要更多的测量时间。附加地，载体由塑料制成的实施例的不足之处在于，在整个时间过程内，塑料由于 X 射线辐射的辐照而被侵蚀。

发明内容

[0008] 本发明的目的是改进光学镜、X 射线荧光分析装置以及用于 X 射线荧光分析的方

法,以使得在待分析的试样的测量位置可以实现自然控制拍摄,并且这是在试样位于距镜的非常短的距离处时。

[0009] 该目的通过权利要求 1、9 和 12 的特征来实现。有利的实施例由从属权利要求得出。

[0010] 该目的通过一种光学镜得以实现,所述光学镜具有用于 X 射线辐射的通窗,其中所述通窗由所述载体中的凹口以及在载体的外侧上覆盖凹口的膜形成,所述膜形成镜层。这种光学镜一方面可透 X 射束,尤其是 X 射线辐射的主辐照,具有高强度,因为仅仅膜是透光的,并且不可透光学辐射,以检测试样的测量位置的表面的图像,从而测量位置的完整的图像能够由摄像机检测。

[0011] 微型光学器件可以通过这种光学镜产生,因而,试样上的焦点与 X 射线光学器件之间的距离可以通过以下方式保持较低,即维持光学镜的位置以便直接观察试样。因此,实现了 X 射线荧光分析装置的紧凑的或节省空间的构造。

[0012] 优选地,膜由塑料制成、特别优选由聚对苯二甲酸乙二酯制成。塑料主要包括具有原子数仅为 6 的碳。由于 X 射线吸收对于待透过的材料的原子数 z 具有非常强烈的依赖性(大约 $\sim z^4$),所以由塑料膜导致的削弱非常低。特别抗撕的膜可以由聚对苯二甲酸乙二酯、简称 PET 制成,特别是如果这种膜是双轴向伸展的话。

[0013] 为了在膜上获得反射性涂层或者为了形成镜层,膜可以被金属化处理。金属化例如能够以简单的方式借助于溅镀(阴极雾化)或真空镀实现。

[0014] 优选地,由铝制成的镜涂层被应用,这是因为铝具有被认为用于镜面化的金属的最低原子数并且还能够非常优良地被溅镀。

[0015] 施加至载体的这种膜能够被实施成是特别地薄,例如具有仅仅几微米的厚度,从而主 X 射束很难被削弱,其吸收以指数的方式取决于待透过的材料厚度。

[0016] 为了能够获得稳定的光学镜,载体具有平坦的基体,所述基体优选由玻璃制成,在通窗的区域内具有凹口、优选圆孔。镜面化的膜可以被铺设到或者被粘接到载体上,其中,粘接点仅仅需要例如被设置在边缘区域中。

[0017] 特别地,通过将膜粘接到载体上可以实现膜在载体的凹口的区域内的无应力的布置。因此,膜仅仅在镜的透光的区域内是活性的,然而这很难造成 X 射束的强度损失。

[0018] 替代性地,光学镜还可以具有框架来作为载体,镜面化的膜被铺设到所述框架上或附着所述框架。

[0019] 此外,本发明的目的通过一种 X 射线荧光分析装置得以实现,其中,采用了具有用于 X 射束的通窗的光学镜,所述光学镜包括具有凹口的载体,所述凹口由膜覆盖,所述膜在所述载体的外侧上形成了镜层。

[0020] 光学图像因而可以通过试样的测量位置得以检测,所述光学图像可以为了测量控制而被分析。

[0021] 内窥镜可以被用作摄像机,例如视频内窥镜。由于以这种方式实现的紧凑构造类型,聚焦 X 射线光学器件被采用,并且其非常靠近试样表面地被定位。因而获得了非常好的空间分辨率。

[0022] 优选地,在射束的方向上观看,单毛细管镜片或多毛细管镜片被定位在镜之前,从而聚焦主射束,并且实现测量表面上的较小的测量拍摄。

[0023] 此外,本发明的目的通过一种用于对试样进行 X 射线荧光分析的方法得以实现,其中,光学镜包括具有用于 X 射束的通窗的载体,所述通窗例如通孔或凹口,所述通窗在载体的外侧上由膜覆盖,所述膜形成了镜面,以使得仅仅光学镜的膜由 X 射束透过,并且完整且无变形的光学图像由试样在膜上的测量位置或试样表面所反映,所述膜被形成为镜层,并且所述光学图像由摄像机检测到。

[0024] 因此,可以实现在试样的测量位置处的测量的改进的评价和监测。附加地,为了检测试样的测量位置的完整图像而使得试样在 X 射束与其相邻定位的镜之间的移动是不必要的。这是因为光学镜能够被形成为节省空间的光学器件并仍可在测量期间位于 X 射束与测量位置之间。

附图说明

[0025] 本发明及其其它有利实施例和改型借助于附图所示的实例以下更加详细地被描述和解释。根据本发明,由说明书和附图得到的特征可以单独地或者以任何组合方式一起地被采用。其中示出了:

[0026] 图 1 是根据本发明的具有光学镜的 X 射线荧光分析装置的示意图;

[0027] 图 2 是第一实施例的光学镜的立体图;并且

[0028] 图 3 是第二实施例的光学镜的立体图。

具体实施方式

[0029] 如图 1 所示的 X 射线荧光分析装置 9 包括具有传统构造的 X 射线管 10,所述 X 射线管具有作为 X 射线源的热阴极 12,电子从所述热阴极发出并且利用加速电压 U_b 而被加速冲撞阳极 11。在所述阳极处,电子被制动并且产生 X 射线射束 /X 射束 13。复色 X 射束 13 的波长范围取决于加速电压 U_b ,加速电压 U_b 通常范围从大约 10kV,例如在示意性实施例中到 50kV,并且阳极材料例如为钨。

[0030] X 射束 13 然后优选地通过 X 射线光学器件 14 被对焦 / 聚焦,其中所述 X 射线光学器件在示意性实施例中由单管 / 单毛细管 (monocapillary) 或多管 / 多毛细管 (polycapillary) 镜片形成。替代性地,仅仅简单的准直仪也可以被用于消隐射束 19。

[0031] 消隐的或聚集的射束 19 然后冲击试样 15。试样 15 例如包括层 15a 或层系统。射束 19 至少部分地穿透层 15a 或者透过试样 15 的上层 15a 或层系统。在被辐照的区域内,产生 X 射线荧光射束 16,其由诸如半导体探测器的 X 射线探测器 17 检测。试样 15 的材料成分和 / 或层 15a 或层系统的层厚可以利用以公知的方式评价 X 射线荧光射束 16 的测量的能量谱 18 而被确定。

[0032] 同时,X 射线荧光分析装置使得直接视频观察测量点 29 处的试样表面。这用于进行控制并且例如简化了试样 15 相对于测量点的定位。此外,采样的区域的或者测量位置 29 的光学控制拍摄因而能够针对每个 X 射线荧光测量被存储,从而随后能够完美地理解测量位置 29 的方位。

[0033] 为了能够产生无视差的控制拍摄,测量位置 29 的图像与 X 射束 19 并行地被捕获。为此目的,光学镜 20 在射束路径中成角度地布置。成像光学器件例如镜片 24 将测量位置 29 的试样表面的图像显示到摄像机 25、例如数码 CCD 摄像机上。优选地,内窥镜摄像机被

提供,其具有小的尺寸并且能够被定位在距光学镜一短距离处。摄像机 25 的图像被显示在监视器 26 上并且能够被存储并利用测量数据组被分析。

[0034] 为了光学镜 20 能够尽可能小地削弱 X 射束 13,该光学镜具有用于 X 射束 13 的通窗 30。该通窗 30 由载体 21 中的凹口 23 形成,所述凹口在载体 21 的一侧上由作为镜层 28 的透光膜 22 覆盖。膜 27 的外侧是镜面化的。载体 21 用膜 22 的该镜面化的外侧相对于测量位置 29 以倾斜的方式布置,从而 X 射束 13 首先进入并穿过载体 21 的凹口 23,并且随后透过膜 22 或者穿过膜 22。载体 21 优选包括玻璃。

[0035] X 射束的吸收一方面具有关于待穿透的材料厚度的指数依赖性,并且另一方面具有与所穿透的材料原子数 Z 的四次方成正比的非常强烈的依赖性。玻璃实际上可以用作用于镜 20 的载体材料(硅具有 14 的原子数),但是 X 射束 13 能够无阻碍地透过凹口 23。

[0036] 连续的薄膜 22 优选由塑料制成,位于光学镜 20 的朝向摄像机 25 的下侧上。塑料大体上包括碳,其原子数为 6。附加地,塑料膜可以被制造成是特别地薄,厚度是在几微米的范围内,但是特别耐用且抗撕的。用于制造膜 22 的优选塑料是聚对苯二甲酸乙二酯,简称 PET。特别地,根据本发明,由 PET 制成的、已知名称为 Mylar、Melinex 或 Hostaphan 的双轴向聚酯膜是合适使用的。

[0037] 为了镜面化,塑料膜 22 被金属化处理,例如镜面化的金属涂层通过溅镀(阴极雾化)或真空镀被施涂至膜。由于尽可能小的原子数,所以铝(原子数 13)特别适合作为涂层材料,其仍可以特别良好地被溅镀。

[0038] 适合用于当前应用的金属化的 PET 膜具有例如小于 $100\text{ }\mu\text{m}$ 的典型材料厚度,并且具有高等级的抗撕性。反射性金属化涂层的厚度可以小于 100nm 。由于金属化的膜 22 的极低的材料厚度及其低原子数,所以该膜实质上对于 X 射束 13 而言是透明的。因此,它还成功地创建了具有实质上透明的通窗 30 的连续的光学镜 20。

[0039] 膜 22 可以被粘接、被层压或被铺设到载体 21 的平坦的基体上。粘接点可以被限于载体 21 的边缘区域。在图 2 中,这种镜 20 例如被示出。载体 21 具有作为通窗 30 的圆孔,X 射束 13 可以透过所述圆孔。膜 22 铺设在载体 21 的外侧上并且覆盖孔 23。

[0040] 作为对由玻璃板制成的具有圆孔的载体 21 的替代,载体 21 还可以被实施为仅仅矩形的框架,膜 22 铺设附着在所述框架上。具有作为载体的框架 21 的该实施例在图 3 中例如示出。该实施例的优点在于,较大的区域可以用作为通窗 30,从而 X 射线光学器件可以被移动以便相对于试样 15 来扫描测量点 29,而不是在 X 射线光学器件 14 下方移动试样 15。

[0041] X 射线光学器件 14 与试样 15 之间的距离在示意性实施例中达到大约 15mm 。较大的距离是可行的,但是会导致 X 射束 13 的较差聚焦并因此导致 X 射线荧光分析装置 9 的较差的空间分辨率。由于较小的尺寸,所以视频内窥镜是特别合适的,其中,成像光学器件 24 和数码摄像机 25 集成为内窥镜的形式。

[0042] 上述特征针对本发明本身而言均是重要的并且能够彼此以任何方式组合。

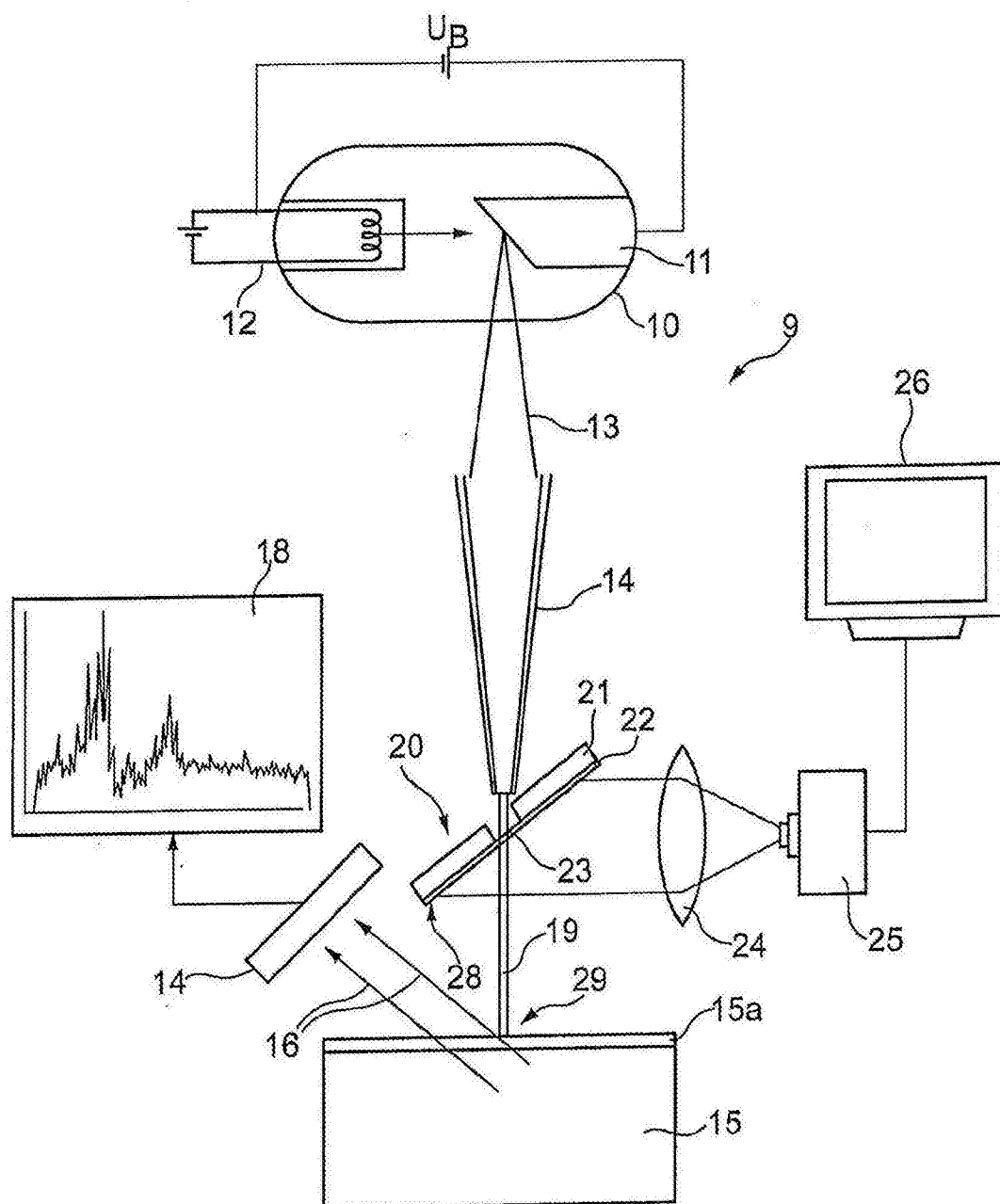


图 1

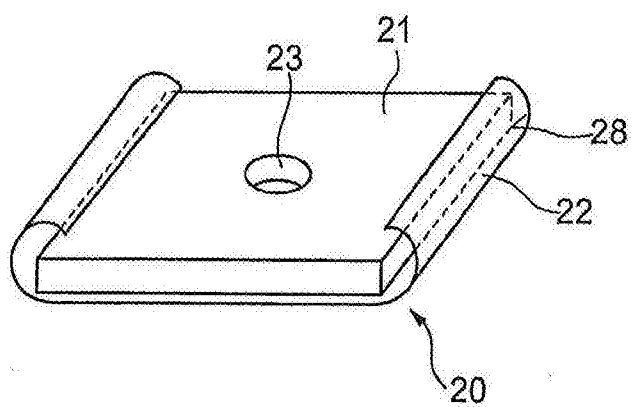


图 2

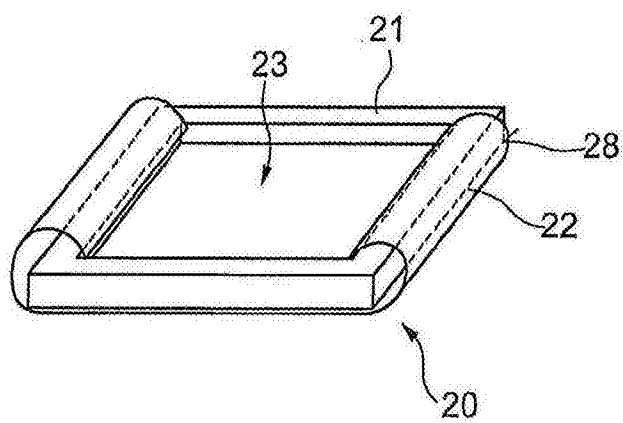


图 3

Abstract

The invention relates to an x-ray fluorescence analysis device, comprising an x-ray source (10) for irradiating a sample (15) with x-radiation (19), an x-ray detector (17) for measuring x-ray fluorescence radiation (16) emitted by the sample (15), and a camera (25) for producing an optical control image (26) of the irradiated measurement point (29) of a sample (15) by means of the optical mirror (20) arranged at an angle in the beam path of the x-ray source (10), which optical mirror comprises a carrier (21) having a mirror layer (28) provided on the carrier (21). In order to create an x-ray fluorescence device by means of which realistic control recordings of the sample to be analysed, in particular of the sampled surface point, are possible, the invention provides that the optical mirror (20) has a passage window (23) for the x-radiation (19), which is formed by an opening (23) in the carrier (21) and a foil (22) forming the mirror layer (28) and covering the opening (23) on an outer surface of the carrier (21).