

# 4 Experimenteller Teil

## 4.1 Das TRF-Spektrometer „EXTRA II“

Alle TRF-Messungen wurden mit dem TRF-Spektrometer „EXTRA II“ der Fa. Richard Seifert & Co. (Ahrensburg) durchgeführt. Mit Hilfe des TRFS „EXTRA II“ können bis zu 25 Elemente simultan bestimmt werden. Das Elementspektrum erstreckt sich von der Ordnungszahl  $Z = 14$  (Silicium) bis  $Z = 92$  (Uran). Abbildung 4.1 zeigt eine schematische Darstellung des Spektrometers. Die wichtigsten Kenngrößen und Leistungsdaten sind in den folgenden Tabellen 4.1 - 4.2 aufgeführt.

### 4.1.1 Strahlungsanregung

Die Strahlungsanregung erfolgt im TRF-Spektrometer „EXTRA II“ mit Hilfe einer Coolidge-Röntgenröhre mit geheizter Kathode und gekühlter Anode in einem abgeschmolzenen Metall-Glas-Zylinder. An der Glühkathode werden Elektronen emittiert, die durch eine Gleichspannung zur Anode hin beschleunigt werden und beim Aufprall aus dieser Photonen herausschlagen. Die so erzeugte Röntgenstrahlung tritt durch ein seitliches, etwa 0,5 mm dünnes Beryllium-Fenster aus und trifft auf die Probe. Als Anodenmaterialien werden meist Molybdän, Wolfram, Kupfer, Chrom oder Rhodium verwendet. Die Röhren werden von Gleichspannungsgeneratoren mit maximal 100 kV und bis zu 80 mA versorgt [49].

Im TRF-Spektrometer „EXTRA II“ sind zwei Feinstruktur-Röntgenröhren mit Strichfokussierung (Linienfokus: 0,04 x 8 mm) mit Anodenmaterialien aus Molybdän bzw. Wolfram eingebaut. Für beide Röhren gelten die maximalen Betriebsparameter von 60 kV und 50 mA. Um die Röhren nicht zu stark zu belasten, werden diese nur mit einer Maximalleistung von 2000 W betrieben.

Um Totalreflexion für Photonen bis zu 60 keV Energie zu erreichen, sind nach Gleichung 2.2 Grenzwinkel von 1 bis 2 Bogenminuten einzustellen. Dies ist aus mechanischen Gründen nur schwer zu realisieren. Als Abhilfe werden Tiefpaßfilter eingesetzt, durch die der höherenergetische Anteil der Primärstrahlung eliminiert wird. Dabei arbeitet man bei Grenzwinkeln  $\phi_c$  von etwa 4 bis 10 Bogenminuten. Einfache Tiefpaßfilter werden durch Verwendung dünner (10 - 100  $\mu\text{m}$  starke) Metallfolien aus Nickel, Kupfer oder Molybdän realisiert, die in Abhängigkeit von den Absorptionskanten ihrer Metallatome den höherenergetischen Anteil der Röntgenstrahlung absorbieren. Die Wirksamkeit solcher Folien ist allerdings begrenzt.

Zur effektiven Eliminierung der hochenergetischen Strahlung bedient man sich eines Tiefpaßfilters, der auf Totalreflexion beruht. Strahlung wird hier totalreflektiert, sofern die Photonenenergie kleiner ist, als es dem Grenzwinkel nach Gleichung 2.2 entspricht; der höherenergetische Anteil der Strahlung dringt in das Reflektormaterial ein und wird absorbiert. Der Filter besteht aus nanometerstarken, sich abwechselnden Schichten hoher und niedriger Dichte (z.B. Wolfram/Kohlenstoff) [48]. Bei Anregung mit der Mo-Röhre wird der Tiefpaßfilter auf 20 keV, bei Verwendung der W-Röhre auf 40 keV eingestellt.

Tabelle 4.1: *Strahlungsanregung des TRF-Spektrometers „EXTRA II“*

Feinstruktur-Röntgenröhren mit Strichfokussierung	Typ „SF60“, Fa. Rich. Seifert & Co., Ahrensburg
Anodenmaterial	Mo, W
Beschleunigungsspannung	max. 60 kV
Anodenstrom	max. 50 mA
Röhrenleistung	max. 2000 W
Linienfokus	0,04 x 8 mm
Anodenwinkel	0 °
Strahlenaustrittswinkel	6 °
Eigenfilterung	0,4 mm Be
Kühlungsart	Wasserumlaufkühlung
Kühlwasserbedarf	min. 3,5 L/min