

### 4.1.2 Probenzuführungssystem

Für (Routine-) Analysen mehrerer Proben verfügt das TRF-Spektrometer „EXTRA II“ über einen automatischen Probenwechsler, der maximal 35 Probenträger fassen kann.

Im Gegensatz zur Oberflächenanalyse, bei der der Probenträger selbst das zu analysierende Objekt ist, werden bei der Spurenanalyse sehr hochwertige Materialien als Träger für die zu analysierenden Proben benötigt. Diese müssen sehr rein sein und die Oberfläche muß optische Qualität haben, d.h. die Rauhtiefe sollte  $\leq 6$  nm sein und die Ebenheit  $\leq 0,1$  Bogenminuten betragen. Für Quarzglas, Silicium, Germanium und Glaskohlenstoff treffen diese Anforderungen zu. Dies gilt bedingt auch für Perspex<sup>©</sup> oder Plexiglas<sup>©</sup>. Die drei letztgenannten Materialien bieten gegenüber Quarzglas, welches am häufigsten eingesetzt wird, den Vorteil, daß im Spektrum kein Si-Signal auftritt, welches den Nachweis leichter Elemente stören würde. Als Nachteil ist für diese Probenträgermaterialien aber die nicht vorhandene Inertheit gegenüber vielen Säuren und organischen Lösungsmitteln zu nennen. Daher werden bei allen folgenden Messungen Quarzglas-träger verwendet. Die Trägerplatten haben einen Durchmesser von 30 mm und eine Stärke von 2 - 3 mm.

Tabelle 4.2: Probenzuführungssystem des TRF-Spektrometers „EXTRA II“

Probenträgermagazin	max. 35 Proben
Probenträger-Material	Quarzglas (SiO <sub>2</sub> ), SUPRASIL <sup>©</sup> , einseitig optisch poliert auf $\lambda/5$ Ebenheit (Fa. Heraeus Quarzglas GmbH, Hanau)
Probenträger-Abmessungen	Durchmesser: 30 mm Dicke: 3 mm
Grenzwinkel der Totalreflexion für Mo-K <sub><math>\alpha</math></sub> -Anregung und SiO <sub>2</sub> -Probenträger	6' (= 1,75 mrad)
Eindringtiefe in den SiO <sub>2</sub> -Probenträger	3 nm

### 4.1.3 Detektionseinheit und elektronische Datenerfassung

Die von der Probe emittierte polychromatische Röntgenfluoreszenzstrahlung wird von einem direkt über der Probe angeordneten Halbleiterdetektor aufgefangen und in ihre monochromatischen Komponenten zerlegt. Für Photonen mit Energien unter 40 keV werden sogenannte Si(Li)-Detektoren verwendet. Dabei handelt es sich um einen Silicium-Kristall, dessen Gitter-Fehlstellen mit Lithium-Atomen aufgefüllt sind, um nicht Ladungsträger für den Strahlungsnachweis zu verlieren. Trifft ein Röntgenquant auf den Kristall, so erzeugt er eine Spur von Elektron-Loch-Paaren, bis seine Energie aufgebraucht ist. Bei angelegter Hochspannung wird auf diese Weise ein Ladungsstoß erzeugt, der über einen Feldeffekt-Transistor (FET) in einen Spannungsimpuls verwandelt wird. Dieser wird dann über einen Vor- und einen Hauptverstärker weiterverarbeitet. Die Impulse des Hauptverstärkers werden in einem Analog-Digital-Wandler digitalisiert und einem Impulshöhenanalysator mit 1024 Kanälen zugeführt. Die Zuweisung zu den einzelnen Kanälen erfolgt entsprechend ihrer Amplitude. Die Summe der einzelnen Impulsereignisse dient als Maß für die spektrale Intensität. Der Speicherinhalt sämtlicher Kanäle stellt das gesamte Röntgenspektrum der analysierten Probe dar. Um Röntgenspektren bis zu 10, 20 oder 40 keV abzubilden, betragen die Kanalbreiten entsprechend 10, 20 oder 40 eV.

Der Si(Li)-Einkristall und der Vorverstärker werden mit flüssigem Stickstoff (77 K) gekühlt, um den Zustand der Lithiumbesetzung einzufrieren und den Dunkelstrom, d.h. das thermische Rauschen des FET zu reduzieren. Zum Schutz der 30 mm<sup>2</sup> aktiven Detektoroberfläche vor Feuchtigkeit dienen zum einen ein dünnes Berylliumfenster und zum zweiten eine Mylarfolie. Zur Erfassung der Fluoreszenzstrahlung eines möglichst großen Raumwinkels befindet sich der Detektor ca. 1 mm oberhalb der zu analysierenden Probe.

Die Auswertung der Signale des Impulshöhenanalysators erfolgt im TRF-Spektrometer „EXTRA II“ mit Hilfe eines Mikrocomputers („QX 2000“, Fa. Link Analytical Systems Ltd., London) und einer implementierten Quantifizierungssoftware. Die Übertragung der mit Hilfe des QX 2000 gewonnenen (internen) Daten in ein DOS-lesbares (externes) Format wurde mit Hilfe der Terminalsoftware von MS Windows<sup>©</sup> über eine serielle Schnittstelle durchgeführt.