

Fortgeschrittenenpraktikum für Bachelorstudenten der Physik

Versuch T6

Röntgenfluoreszenzspektroskopie

Januar 2019

Voraussetzungen

- Atomphysik - Energieniveaus, Auswahlregeln, Feinstruktur
- Erzeugung von Röntgenstrahlung
- Halbleiterdetektoren

Versuchsziel

- Röntgenfluoreszenzspektroskopie: Aufnahme der Röntgenspektren verschiedener Materialien und Bestimmung der enthaltenen Elemente

Inhaltsverzeichnis

1 Grundlagen	3
1.1 Emission von Röntgenstrahlung	3
1.2 Absorption von Röntgenstrahlung	5
1.3 Detektoren für Röntgenstrahlung	5
1.3.1 Prinzip einer Ionisationskammer	5
1.3.2 Halbleiterdetektoren	5
2 Versuchsdurchführung	7
2.1 Versuchsaufbau	7
2.1.1 Kalibrierung des MCA	8
2.1.2 Aufnahme anderer Spektren und Elementbestimmung	9
2.2 Versuchsdurchführung und -auswertung	9
2.2.1 Erstellen der Kalibrationsgerade	10
2.2.2 Auswertung der Spektren unbekannter Proben	10
2.3 Bedienung der ADMCA Software	11
2.3.1 Feineinstellung des Verstärkungsfaktors	12
2.3.2 Voreinstellung der Messzeit	12
2.3.3 Speichern der Daten	12
2.4 Das Spektrometer	12
2.5 Zusammenfassung der durchzuführenden Schritte	13

1 Grundlagen

1.1 Emission von Röntgenstrahlung

In diesem Versuch werden zwei verschiedene Möglichkeiten Röntgenstrahlung zu erzeugen genutzt: Eine Röntgenröhre und Beschuss eines Targets mit α -Strahlung.

Eine Röntgenröhre besteht aus einem evakuierten Glaskolben, in dem sich Glühkathode und Anode befinden. Zwischen Kathode und Anode liegt eine Hochspannung im kV-Bereich an, so dass die aus der Kathode austretenden Elektronen zur Anode hin beschleunigt werden. Dort gehen sie dann mit dem Anodenmaterial Wechselwirkungen ein, die dazu führen, dass Röntgenstrahlung ausgesendet wird. Das Spektrum dieser Strahlung besteht aus zwei Komponenten:

1. einem kontinuierlichen Bremsspektrum, dessen maximale Energie von der Betriebsspannung der Röhre abhängt
2. einem diskreten Linienspektrum, das dem kontinuierlichen überlagert und charakteristisch für das Material der Anode ist.

Das *kontinuierliche Bremsspektrum* entsteht, da die in das Anodenmaterial eintretenden Elektronen durch die Coulombfelder der schweren Kerne abgelenkt und gebremst werden und somit nach der klassischen Elektrodynamik elektromagnetische Wellen abstrahlen. Verliert das Elektron durch eine zentrale Wechselwirkung mit dem Kern die gesamte Energie, die es beim Durchlaufen der Beschleunigungsspannung U aufgenommen hat, wird ein Photon dieser maximalen Energie ausgestrahlt. Es gilt:

$$E_{max} = h\nu_{max} = eU. \quad (1)$$

Daher liegt die Energie der Photonen zwischen Null und einem Maximalwert, so dass ein kontinuierliches Spektrum entsteht.

Das *charakteristische Spektrum* kommt folgendermaßen zustande: Ein Elektron schlägt aus dem Inneren der Hülle eines Atoms des Anodenmaterials ein Elektron heraus, falls seine Energie E_{kin} größer ist als die Bindungsenergie E_B des Elektrons in der jeweiligen Schale: $E_{kin} \geq |E_{B_{K,L,M,\dots}}|$. Eine Anregung in eine nächst höhere Schale ist nicht möglich, da alle Zustände der inneren Schalen voll besetzt sind. Damit der Impulssatz nicht verletzt wird, muss der Atomkern einen Teil des Impulses aufnehmen. Daher ist es wegen der größeren Nähe zum Kern am wahrscheinlichsten, dass ein Elektron aus der K- oder L-Schale entfernt wird. Wird ein Elektron aus der K-Schale herausgeschlagen, dann entsteht an dieser Stelle eine Lücke, in die ein Elektron aus einer der äußeren Schalen nachrücken kann. Am wahrscheinlichsten ist es, dass ein Elektron der L-Schale in die Lücke nachrückt, da diese Schale der K-Schale am nächsten ist. Dabei wird ein Photon mit einer Energie, die der Energiedifferenz der beiden Schalen entspricht, ausgesandt. Auch Übergänge aus anderen Schalen sind möglich, allerdings mit geringerer Wahrscheinlichkeit. Je höher die Schale liegt, desto energiereicher sind die emittierten Photonen. Wenn nun ein L-Elektron in die K-Schale nachrückt, so entsteht in der L-Schale ein Loch, in das Elektronen aus höheren Schalen nachrücken können, ebenfalls unter Emission von Photonen. So entsteht das charakteristische Röntgenspektrum eines Elements.

Die Bezeichnung der Linien als K_α , K_β , ...; L_α , L_β , ... wird aus folgendem Termschema klar: Die Energie der Linien der K- und L-Serien lässt sich nach dem Moseleyschen Gesetz

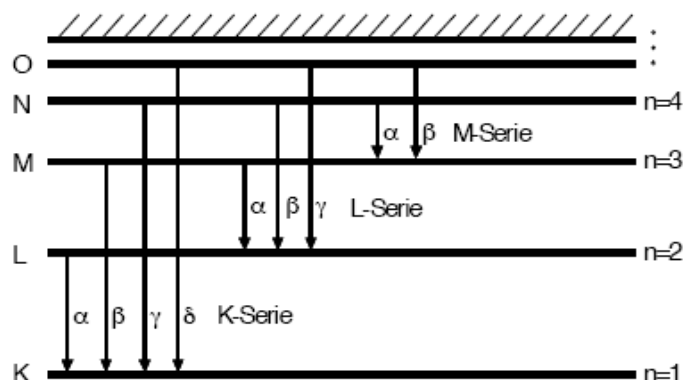


Abbildung 1: Termschema

bestimmen:

$$\begin{aligned}
 \text{K-Serie: } E_K &= R \cdot h \cdot c (Z - 1)^2 \left(\frac{1}{1^2} - \frac{1}{n^2} \right) \\
 \text{mit } n &= 2, 3, 4, \dots \text{ für } K_\alpha, K_\beta, K_\gamma, \dots \\
 \text{L-Serie: } E_L &= R \cdot h \cdot c (Z - 7,4)^2 \left(\frac{1}{2^2} - \frac{1}{n^2} \right) \\
 \text{mit } n &= 3, 4, 5, \dots \text{ für } L_\alpha, L_\beta, L_\gamma, \dots \\
 \text{und } R \cdot h \cdot c &= 13,6 \text{ eV}.
 \end{aligned} \tag{2}$$

Hierbei ist die Abschirmung der Kernladung durch die Elektronen in den Konstanten 1 (für $n = 1$) und 7,4 (für $n = 2$) berücksichtigt. Die Feinstruktur der Energieniveaus bewirkt, dass auch die Röntgenlinien eine Feinstruktur aufweisen, die bei schweren Elementen bis in den keV-Bereich gehen kann. Die Linien werden dann mit K_{α_1} , K_{α_2} bzw. K_{β_1} , K_{β_2} , ... bezeichnet.

In einem weiteren Aufbau wird die charakteristische Röntgenstrahlung nicht durch Beschuss eines Materials mit Elektronen, sondern durch Beschuss mit α -Teilchen aus einer radioaktiven Quelle ^{241}Am erzeugt. Das Prinzip bleibt jedoch das gleiche.

Da aber α -Teilchen beim Durchdringen von Materie durch elastische Stöße mit den Hüllenelektronen Energie verlieren, haben sie nur eine begrenzte Reichweite. Für die Reichweite von α -Teilchen in Luft (15 °C, 1,013 bar) gilt näherungsweise:

$$R_\alpha = 0,31 \left(\frac{E_{kin}}{\text{MeV}} \right)^{\frac{3}{2}} \text{ cm}. \tag{3}$$

Das in diesem Versuch verwendete ^{241}Am emittiert hauptsächlich α -Teilchen mit den Energien 5,484 MeV (zu 85,2 %) und 5,442 MeV (zu 12,5 %). Diese haben somit eine Reichweite von 3,98 cm bzw. 3,94 cm. Man sollte also den α -Strahler nicht allzu weit entfernt von der zu bestrahlenden Probe anbringen. Außerdem wird zu 35,3 % γ -Strahlung der Energie 59,5 keV und Np L-Röntgenstrahlung mit Energien zwischen 12 keV und 22 keV emittiert.

1.2 Absorption von Röntgenstrahlung

Bestrahlt man ein Material mit elektromagnetischer Strahlung der Energie E_0 , so können ebenfalls Elektronen der inneren Schalen aus dem Atom entfernt werden, wenn für ihre Bindungsenergie E_B gilt $|E_B| \leq E_0$. Am wahrscheinlichsten werden Elektronen ausgelöst, deren Bindungsenergie $|E_B|$ der Energie der Röntgenquanten E_0 am nächsten ist. Auch hier ist eine Anregung in höhere Schalen nicht möglich. Diesen Effekt nennt man den *inneren Photoeffekt*.

Eine Absorption der Röntgenstrahlung findet also statt, wenn das Photon ein inneres Elektron ganz aus dem Atom entfernt. Durchdringt ein Strahl monoenergetischer Röntgenquanten mit der Intensität I_0 eine Materialschicht der Dicke x , so wird seine Intensität geschwächt mit

$$I(x) = I_0 e^{-\mu \cdot x}. \quad (4)$$

Der Absorptionskoeffizient μ hängt von der Energie der einfallenden Röntgenstrahlen E_γ und von der Ordnungszahl des Materials ab $\mu = \mu(E_\gamma, \text{Material})$.

Er verläuft in Abhängigkeit von der Energie steil abfallend, steigt jedoch bei bestimmten Energien sprunghaft wieder an. Bei diesen sogenannten Absorptionskanten ist eine Energie erreicht, die gerade ausreichend ist, um ein Elektron aus der nächst inneren Schale- oder Unterschale herauszulösen. Die Lagen der Absorptionskanten geben also die Bindungsenergien der inneren Schalen wieder.

Zur Absorption von Röntgenstrahlung tragen außer Photoeffekt noch Comptoneffekt und Paarbildung bei. Diese Effekte dominieren allerdings erst bei Energien der Photonen oberhalb von 100 keV, daher spielen sie für diesen Versuch kaum eine Rolle und es soll hier nicht näher darauf eingegangen werden.

1.3 Detektoren für Röntgenstrahlung

Die meisten Detektoren für Röntgenstrahlung bauen auf dem Prinzip der Erzeugung von Ladungsträgerpaaren durch Röntgenquanten auf. Die Funktionsweise des Geiger-Müller Zählrohrs und des Halbleiterdetektors soll im folgenden beschrieben werden.

1.3.1 Prinzip einer Ionisationskammer

Die ionisierende Wirkung von Röntgenstrahlung und geladenen Teilchen bildet die Grundlage für das Prinzip der Ionisationskammern. Die in einer gasgefüllten Kammer entstandenen positiven Ionen und freien Elektronen werden an entgegengesetzt geladenen Elektroden gesammelt. Die Höhe dieser Ladung ist ein Maß für die vom Teilchen bzw. Quant in der Kammer abgegebene Energie. Falls es dort vollständig absorbiert wurde, erhält man sogar ein Maß für seine ursprüngliche Energie.

1.3.2 Halbleiterdetektoren

Wie in Gasen entstehen auch in kristallinen Festkörpern beim Durchqueren eines Photons freie Ladungsträgerpaare aus Elektronen und Ionen. Damit ein Festkörper als Detektor für ionisierende Strahlung verwendet werden kann, werden diese Ladungen (analog zur Ionisationskammer) durch ein extern anliegendes elektrisches Feld abgesaugt. Um den so entstandenen

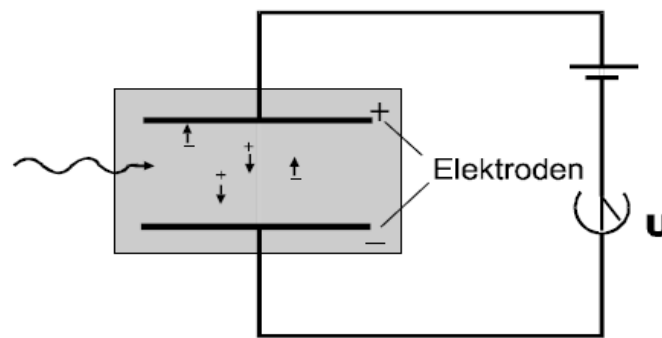


Abbildung 2: Ionisationskammer

Ionisationsstrom nachweisen zu können, muss die thermische Eigenleitung des Festkörpers so verringert werden, dass sie klein im Vergleich zum Ionisationsstrom ist. Als Strahlungsdetektoren verwendet man daher in Sperrichtung geschaltete p-n-Übergänge. Die Verarmungszone dieser Halbleiterdioden wirken bei Bestrahlung mit ionisierenden Teilchen wie das Volumen einer Ionisationskammer. Dieses Volumen kann durch die Höhe der Dotierung und der anliegenden Spannung variiert werden, allerdings erreicht man nur Dicken im μm -Bereich. Größere Messvolumina können mit p-i-n-Kombinationen erhalten werden. Dabei wird bei der

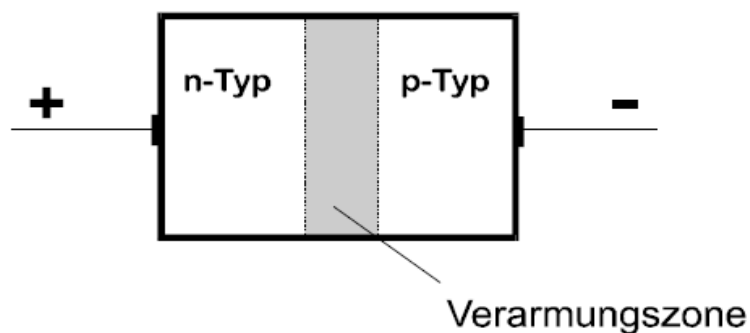


Abbildung 3: p-n-Übergang

Herstellung zwischen der p-leitenden und der n-leitenden Schicht eine eigenleitende intrinsische Zone erzeugt. In diesem Versuch verwendet man einen Reinkristalldetektor, bei dem die intrinsische Zone durch ultrareines Silizium gebildet wird. Diese Reinkristalldetektoren erreichen intrinsische Zonen von einem Zentimeter Dicke und Messvolumina von 100 Kubikzentimetern. Um die thermische Eigenleitung möglichst gering zu halten, werden diese Detektoren gekühlt, z.B. mit flüssigem Stickstoff oder - wie im Röntgenfluoreszenzversuch -

mit Peltier-Elementen.

Aufgrund ihrer guten Energieauflösung und hohen Ionisationsdichte (gute Ortsauflösung) finden Festkörperdetektoren vor allem in der Photonen- und Teilchenspektroskopie Verwendung. Dazu werden die Ladungssignale elektrisch verstärkt und in Pulshöhenanalysatoren (z.B. Vielkanalanalysatoren) gespeichert und verarbeitet.

2 Versuchsdurchführung

Am Moseleyschen Gesetz (Gl. 2) lässt sich erkennen, dass die Energien der charakteristischen Röntgenlinien für jedes Element einen unterschiedlichen, aber festen Wert haben. Nimmt man also das charakteristische Röntgenspektrum einer unbekannten Probe auf, so kann man aus den emittierten Röntgenlinien sofort auf die in der Probe enthaltenen Elemente schließen. Nach diesem Prinzip soll in hier die Elementbestimmung erfolgen.

2.1 Versuchsaufbau

Der Versuch besteht aus zwei unterschiedlichen Aufbauten. Bei einem Aufbau wird Röntgenstrahlung mit Hilfe einer Americium Quelle erzeugt während bei dem anderen eine Röntgenröhre verwendet wird.

Das hier verwendete Detektor X-123 (bzw. X-123 SDD) besteht aus dem Detektor XR100CR, dem digitalen Pulsprozessor DP5 und der Spannungsversorgung PC5. Er wurde auch auf der *Mars Pathfinder* Mission der NASA 1996 bis 1997 auf dem Microrover Sojourner eingesetzt, als Teil des Alpha-Proton-X-ray Spektrometers (APXS). Dieses ist an einem Faltmechanismus angebracht, so dass mit dem Rover verschiedene Stellen in der Nähe des Landeplatzes angefahren und dort das Spektrometer entweder auf den Boden oder aber an Felsen gepresst werden konnte. Beim APXS werden drei verschiedene Wechselwirkungen von α -Teilchen mit Materie verwendet:

1. Rutherford Rückstreuung der α -Teilchen an den Atomen der Probe (hauptsächlich leichte Elemente {C,O})
2. Produktion von Protonen aus (α,p)-Reaktionen bei leichten Elementen (hauptsächlich Na, Mg, Al, Si, S)
3. Erzeugung von charakteristischer Röntgenstrahlung (Na bis Fe und schwerere Elemente)

Da in diesem Versuch nur der Röntgendetektor zur Verfügung steht, wird hier auch nur die Erzeugung charakteristischer Röntgenstrahlung ausgenutzt. Die Photonen, die von der Probe emittiert werden, durchlaufen eine Strecke von wenigen Zentimetern Luft und werden dann im Si-PIN Detektor XR100CR absorbiert. Die entstehenden Signale werden vorverstärkt, im Verstärker und Pulsformer DP5 mit dem integrierten ADC digitalisiert und an den PC weitergeleitet, wo sie ausgewertet werden können.

Der Versuch selbst besteht aus mehreren Teilen:

1. Kalibrierung des MCAs

2. Aufnahme der Röntgenspektren verschiedener Proben und Bestimmung der enthaltenen Elemente.
3. Vergleich der zwei Aufbauten

2.1.1 Kalibrierung des MCA

Die Pulshöhe eines Signals ist ein Maß für die Energie, die ein Teilchen hatte, das im Detektor absorbiert wurde. Da bei einem Vielkanalanalysator die Signale je nach Pulshöhe auf die einzelnen Kanäle verteilt werden, muss eine Energiekalibrierung der Kanäle des MCAs vorgenommen werden, bevor eine Aussage über die Energie eines unbekannten Teilchens getroffen werden kann.

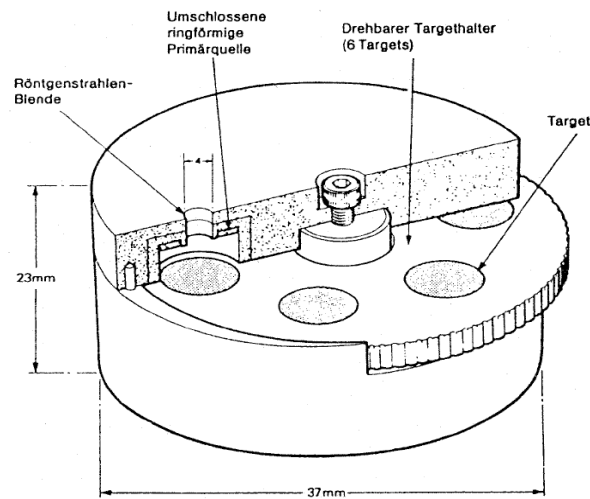


Abbildung 4: AmRoentgenquelle

Aufbau mit Americium Quelle Für den Aufbau mit der Americium Quelle wird die variable Röntgenstrahlquelle (0317LA) verwendet (Abb.4). Diese besteht aus einer ringförmigen Am-Primärquelle, die die Strahlaustrittsöffnung von 4 mm Durchmesser umgibt und einer Drehscheibe mit sechs verschiedenen Targets (Kupfer, Rubidium, Molybdän, Silber, Barium und Terbium), die nacheinander vor die Quelle gedreht und somit zur Emission charakteristischer Röntgenstrahlung angeregt werden können. Die Kalibrierungsquelle wird in der dafür vorgesehenen halbrunden Halterung vor den Detektor gestellt. Dann werden jeweils die einzelnen Targets vor die Quelle gedreht und das Spektrum aufgenommen. Die zugehörigen Energien können der im Praktikumsraum ausliegenden Tabelle entnommen werden.

Aufbau mit Röntgenröhre Zur Kalibrierung des “Röntgenaufbaus” werden drei Proben zur Verfügung gestellt: Rostfreier Stahl, Kupfer und Silber. Die zugehörigen Energien werden zu Verfügung gestellt.

Die Probe muss zunächst auf dem Probenteller platziert werden. Dabei ist unbedingt darauf zu achten, dass die Folie unter dem Probenteller nicht beschädigt wird. Kleine Proben können entweder über auf einem Stück Papier oder einer Plastiktüte platziert werden. Es ist darauf zu achten, dass sich die Probe mittig auf dem Probenteller befindet um bestmöglich ausgeleuchtet zu werden.

Im Anschluss wird die Abschirmung geschlossen und der Interlockpin heruntergedrückt. Ist der Interlock geöffnet kann die Röntgenquelle nicht aktiviert werden bzw. sie schaltet sich aus falls sie im Betrieb ist.

Nun kann die Betriebsspannung und Stromstärke am PC eingestellt werden. Ein Diagramm welche maximale Stromstärke für welche Spannung zugelassen ist befindet sich im unteren Teil des Programms. Für die Kalibrierungsmessung wird die maximale Spannung von 50kV eingestellt. Nach Einschalten der Röntgenröhre muss eine gewisse Zeit gewartet werden, bis die Stromstärke stabil ist. Die aktuelle Stromstärke wird im Programm angezeigt. Hat sie ihr Maximum erreicht kann die Messung begonnen werden.

2.1.2 Aufnahme anderer Spektren und Elementbestimmung

Um die Spektren verschiedener anderer Materialproben aufzunehmen, muss für den Aufbau mit Quelle der zweite Teil der Anordnung verwendet werden. Eine beliebige Probe der maximalen Größe 30 mm x 52 mm x 2 mm kann in die Führungen an der Rückwand geschoben werden. Ist die Probe kleiner als diese Abmessungen, muss sie zuerst auf einem Stück Pappe dieser Größe befestigt werden. Dann wird die in einer Metallhalterung befestigte ^{241}Am α -Quelle (Z3715) in die 5 mm breite Nut im Metallblock eingesetzt und der Block so vor den Detektor geschoben, dass seine Kanten mit der Detektorhalterung abschließen. Zur besseren Abschirmung wird nun der Deckel geschlossen, wobei gleichzeitig durch den Stift an der Quellenhalterung diese fixiert wird. Die Spektren verschiedener Metallproben sollen aufgenommen werden.

Da das umgebende Abschirmmaterial ebenfalls Röntgenstrahlung aussendet, wenn ein α -Teilchen oder ein Röntgenquant auftrifft, muss zudem eine Leermessung mit Pappe anstelle einer Metallprobe aufgenommen werden. Diese wird dann bei der Auswertung vom Spektrum der Probe abgezogen.

Die Bedienung des Röntgenaufbaus ist analog zur Kalibrierungsmessung.

2.2 Versuchsdurchführung und -auswertung

Bevor eine Messung gestartet werden kann, müssen verschiedene Parameter für die Verstärkung mit Hilfe der Software ADMCA so eingestellt werden, dass nach Möglichkeit der gesamte Energiebereich des ADC genutzt wird. Im Fenster für die Einstellungen kann im Reiter Gain & Pole Zero ein grober (Coarse) und ein feiner (Fine) Verstärkungsfaktoren eingestellt werden. Bei der Wahl dieser Faktoren muss beachtet werden, dass Quanten mit Energien oberhalb von ca. 60 keV im Detektor wegen der zu geringen Breite der intrinsischen Zone nicht mehr vollständig absorbiert werden können. Elemente mit größeren Energien (z.B. Blei) müssen dann über ihre L-Linien identifiziert werden. Außerdem bleiben ungefähr die ersten 300 Kanäle des MCAs leer, da dieser eine bestimmte Schwellenspannung hat, ab der er Pulse

aufnimmt. Es ist daher sinnvoll, zuerst mit der Kalibrierungsquelle, deren Energien man kennt, verschiedene Verstärkungsfaktoren auszuprobieren und sich dann erst endgültig zu entscheiden. Des Weiteren kann die Option “Pileup Rejection” aktiviert werden. Dabei werden events bei denen mehrere Photonen gleichzeitig den Detektor passieren verworfen.

Nun muss noch am MCA die Messzeit eingestellt werden. Hier hat man die Möglichkeit, einerseits die reine Messzeit vorzugeben, die durch die Torzeit des MCA bestimmt wird (live-time), andererseits kann man die tatsächlich verstreichende Zeit vorgeben (real-time). Dann kann mit den Messungen begonnen werden.

2.2.1 Erstellen der Kalibrationsgerade

Die Peakpositionen des Spektrums werden mit Hilfe eines geeigneten Fits inklusive ihrer Unsicherheit bestimmt. Nun kann man diesen Kanälen (Peaks), mit Hilfe der im Praktikumsraum ausliegenden Tabelle für Energien der charakteristischen Emissionslinien aller Elemente, die jeweiligen Energien zuordnen und somit eine Kalibrierungsgerade erstellen (Matlab, Excel, Root, ...).

Bei der Kalibrierung des MCA mit den bekannten Proben sollte man mindestens 15 Minuten messen, da der Fehler der Kalibrationsgeraden sich im Laufe der Auswertung bekanntermaßen auf die unbekannten Proben fortpflanzt. Zum besseren Vergleich der Leermessung mit den Spektren der unbekannten Proben sollten alle Messungen gleich lang dauern oder entsprechend hochgerechnet werden.

2.2.2 Auswertung der Spektren unbekannter Proben

Das Programm zur Auswertung der Spektren muss selbst in geeigneter Sprache (z.B. Matlab, ROOT, python) geschrieben werden. Folgende Anforderungen werden gestellt:

- ⇒ Die Leermessung sollte vom gemessenen Spektrum abgezogen werden.
- ⇒ Mit Hilfe der Kalibrierungsgeraden sollte die Skalierung der x-Achse in eine Energieskala umgewandelt werden.
- ⇒ Ausgabe sollte mindestens zwei Plots sein, einer der das Originalspektrum und einer der die gefitteten Daten (abzüglich der Leermessung) zeigt.

Hat man somit die Spektren unbekannter Elemente über Energien aufgetragen, lassen sich leicht die zu den Peaks gehörenden Energiewerte ablesen und so die in der Probe enthaltenen Elemente bestimmen.

Bestimmt man die Halbwertsbreiten der Peaks beispielsweise in den Eichspektren, so können Aussagen über die Energieauflösung $\frac{\Delta E}{E}$ der Anordnung getroffen werden. Dazu müssen die Eichspektren allerdings auch über Energien aufgetragen werden. Man benötigt also ein Programm ähnlich wie das obige, ohne dass eine Leermessung abgezogen wird.

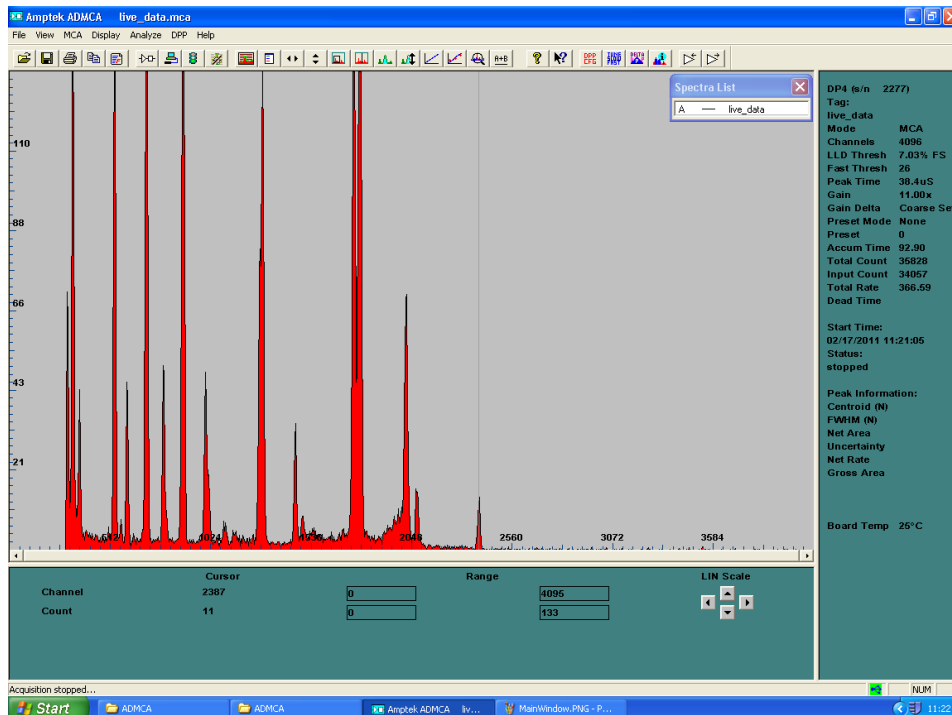







Abbildung 5: Benutzeroberfläche der ADMCA Software.

2.3 Bedienung der ADMCA Software


Das Erfassen der Daten geschieht mit dem Programm *ADMCA*. Die aufgenommen Pulse werden vom Spektrometer ihrem Kanal entsprechend aufgezeichnet und von der Software zum PC übertragen. Hier steht der Zugriff auf die Konfiguration des Spektrometers und einige rudimentäre Auswertemöglichkeiten zur Verfügung. Nach dem Starten der Software erscheint zunächst ein Dialogfenster, ob eine Verbindung zum Messgerät hergestellt werden soll. Dieses mit "Connect" bestätigen. Auf der Benutzeroberfläche (Abb. 5) befinden rechts die aktuellen Einstellungen und Statusinformationen. Unter dem Punkt "Status" sollte nach erfolgreichem Verbindungsaufbau "stopped" stehen und in der Statusleiste unten rechts ein grünes USB-Symbol erscheinen. Des Weiteren befinden sich in der Werkzeugleiste des Hauptfensters die Schaltflächen für Kontrolle und Einstellungen des MCA. Insbesondere interessant sind:

-  Startet und stoppt die Aufnahme von Daten (alternativ kann die Leertaste gedrückt werden)
-  Löscht die aktuellen Messdaten und stellt die Zeiten wieder auf Null. (alternativ mit "a")
-  Stellt die USB Verbindung zu dem X-123 wieder her, wenn diese noch nicht beim Start hergestellt wurde.
-  Öffnet das Fenster für sämtliche Einstellungen des Spektrometers. Insbesondere kann hier die Feineinstellung der Verstärkung vorgenommen werden und es kann eine feste


Messzeit angegeben werden.

 Ändert die Grobeinstellung der Verstärkung etwa um einen Faktor zwei. Der resultierende Verstärkungsfaktor ist im Hauptfenster rechts neben dem Stichwort *Gain* zu sehen.

2.3.1 Feineinstellung des Verstärkungsfaktors


Um eine möglichst gute Auflösung zu erreichen sollte der verfügbare Messbereich möglichst gut ausgenutzt werden. Dazu muss der Verstärkungsfaktor so gewählt werden, dass die energiereichsten Signale möglichst am Ende des Messbereichs aufgenommen werden. Über die Grobeinstellung kann mit den verschiedenen Probequellen schnell der Bereich ermittelt werden. Anschließend kann die Position des höchstenergetischen Peaks mit der Feineinstellung ( → Reiter *Gain & Pole Zero*, Abb. 6a) vorgenommen werden.


2.3.2 Voreinstellung der Messzeit

Damit neben der Energie der verschiedenen Linien auch die Raten verglichen werden können, müssen die Messzeiten gleich sein. Um die gewünschte Messzeit festzulegen kann unter  → Reiter MCA (Abb. 6b) eine Zeit in das Feld Preset Time eingetragen werden, die Datennahme stoppt dann automatisch bei Erreichen dieser Zeit.

2.3.3 Speichern der Daten

Vor Beginn des Versuchs sollte auf dem Desktop ein Ordner mit dem Gruppenname angelegt werden in dem die Messergebnisse gesammelt werden.

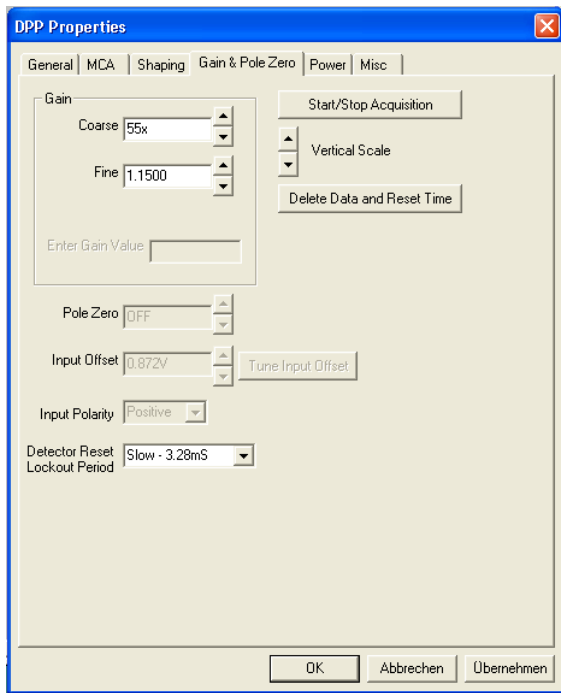
Beim Speichern der Daten ist drauf zu achten, dass dies in einem einfachen ASCII-Format geschieht um die Daten vernünftig weiter verarbeiten zu können. Mit Datei Speichern  wird eine Datei im *.mca* Format angelegt, welches sowohl das aufgezeichnete Spektrum, als auch die verwendeten Einstellungen enthält. Prüfen Sie die Lesbarkeit der Dateien mit einem Editor!

Alternativ kann man die Messdaten mit  in die Zwischenablage kopieren und manuell mit einem Editor in eine Datei speichern. Das Format enthält dann zusätzlich die Kanalnummer, jedoch nicht mehr die Einstellungen des Spektrometers.

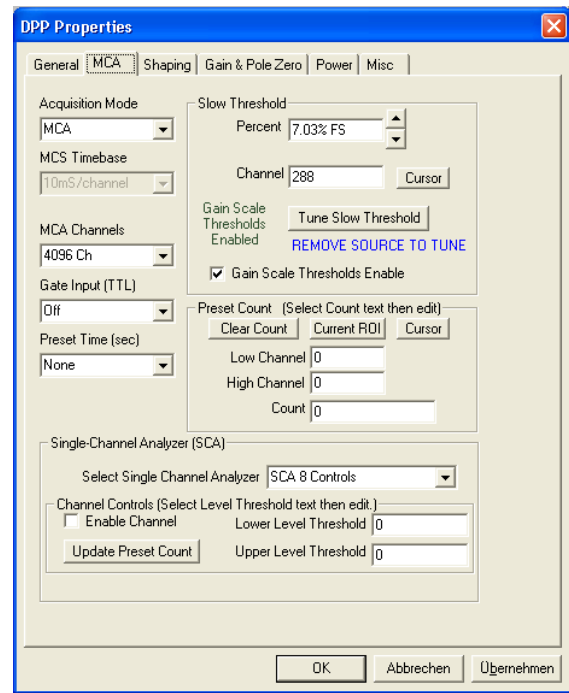
Zur späteren detaillierten Auswertung der Messergebnisse können diese entweder auf einen USB-Stick kopiert, oder mit dem Programm WinSCP auf einen anderen Rechner übertragen werden. Um die Daten z. B. auf das CIP-Pool Account zu kopieren, wird bei WinSCP unter Hostname *portal* und zusätzlich die Felder Benutzername und Passwort eingetragen. Nach dem Verbindungsaufbau steht dann eine Datei-Manager Oberfläche (ähnlich dem Norton Commander oder Midnight Commander) zur Verfügung.

2.4 Das Spektrometer

Im Versuch wird das *X-123 X-Ray Spectrometer* von AmpTek verwendet. Auf der Webseite <http://www.amptek.com/x123.html> können detaillierte Informationen zum Detek-



(a) Dialogfenster zur Einstellung des Verstärkungsfaktors.



(b) Dialogfenster zur Einstellung des Datennahme.

Abbildung 6: Einstellungen

tor und der Elektronik eingesehen werden. Eine gedruckte Kurzversion dessen ist den Versuchen beigelegt.

2.5 Zusammenfassung der durchzuführenden Schritte

- ⇒ Parameter festlegen
- ⇒ Kalibrierungsmessungen aufnehmen
- ⇒ Gaussverteilungen berechnen lassen
- ⇒ Kalibrierungsgerade erstellen
- ⇒ Spektren unbekannter Proben aufnehmen und analysieren
- ⇒ Energieauflösung $\frac{\Delta E}{E}$ bestimmen und zwischen beiden Aufbauten vergleichen
- ⇒ Mindestens eine Probe (z.B. Stahl) mit beiden Aufbauten vermessen und die Spektren vergleichen
- ⇒ Den Effekt von Pileup Rejection am Beispiel von Blei nachvollziehen. Dafür eine Messung mit und ohne PUR durchführen

- ⇒ Den Effekt verschiedener Spannungen auf das Spektrum nachvollziehen. Dafür die selbe Probe mit $20kV$, $35kV$ und $50kV$ bei jeweils angepasster Stromstärke messen.