

Fortgeschrittenenpraktikum für Bachelorstudenten der Physik

Versuch T6

Röntgenfluoreszenzspektroskopie

1. März 2011

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	6
1.3.1	Prinzip einer Ionisationskammer	6
1.3.2	Halbleiterdetektoren	6
2	Digitale Signalverarbeitung: Eine kurze Übersicht	8
2.1	Signal und Spektrum	8
2.2	Faltung	9
2.3	Abtasten und Rekonstruktion	9
3	Versuchsdurchführung	13
3.1	Versuchsaufbau	13
3.1.1	Kalibrierung des MCA	14
3.1.2	Aufnahme anderer Spektren und Elementbestimmung	14
3.2	Versuchsdurchführung und -auswertung	15
3.2.1	Erstellen der Kalibrationsgerade	17
3.2.2	Auswertung der Spektren unbekannter Proben	19
3.3	Bedienung der ADMCA Software	20
3.3.1	Feineinstellung des Verstärkungsfaktors	21
3.3.2	Voreinstellung der Messzeit	21
3.3.3	Speichern der Daten	21
3.4	Das Spektrometer	22
3.5	Zusammenfassung der durchzuführenden Schritte	22

1 Grundlagen

In diesem Kapitel werden die Grundlagen, die zur Durchführung des Versuchs benötigt werden, zusammengefasst.

1.1 Emission von Röntgenstrahlung

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 Bremspektrum, 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 Bremspektrum* 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: $E_{\max} = h \cdot \nu_{\max} = eU$. 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: $E_{\text{kin}} \geq |E_B^{K,L,M,\dots}|$. 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

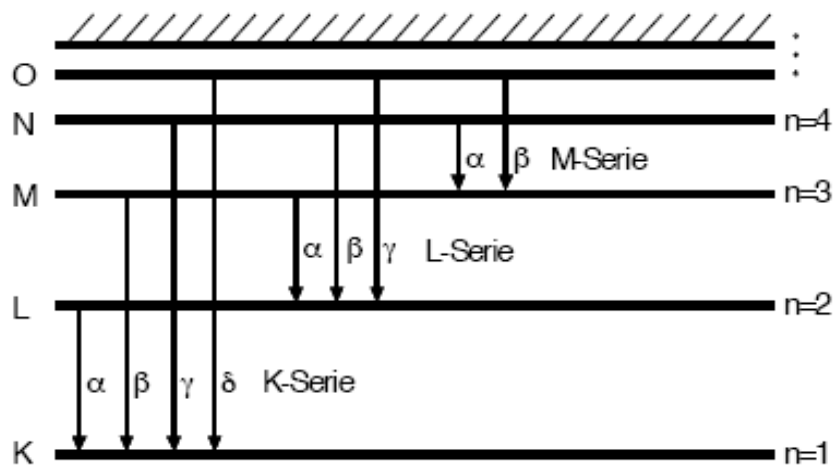


Abbildung 1: Bsp. für ein Termschema.

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 $K_\alpha, K_\beta, \dots; L_\alpha, L_\beta, \dots$ wird aus dem Termschema in Abb. 1 klar.

Die Energie der Linien der K - und L -Serien lässt sich nach dem Moseley'schen Gesetz bestimmen:

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

mit:

R = Rydberg-Konstante

h = Planck'sches Wirkungsquantum

c = Lichtgeschwindigkeit

$$R \cdot h \cdot c = 13,6 \text{ eV.}$$

Hierbei ist die Abschirmung der Kernladung durch die Elektronen in den Konstanten mit Wert 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 $K_{\alpha_1}, K_{\alpha_2}, \dots$ bzw. $K_{\beta_1}, K_{\beta_2}, \dots$ bezeichnet.

In diesem Versuch 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:

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

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 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:

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x}. \quad (3)$$

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 (s. Abb. 2). 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 Quanten oberhalb

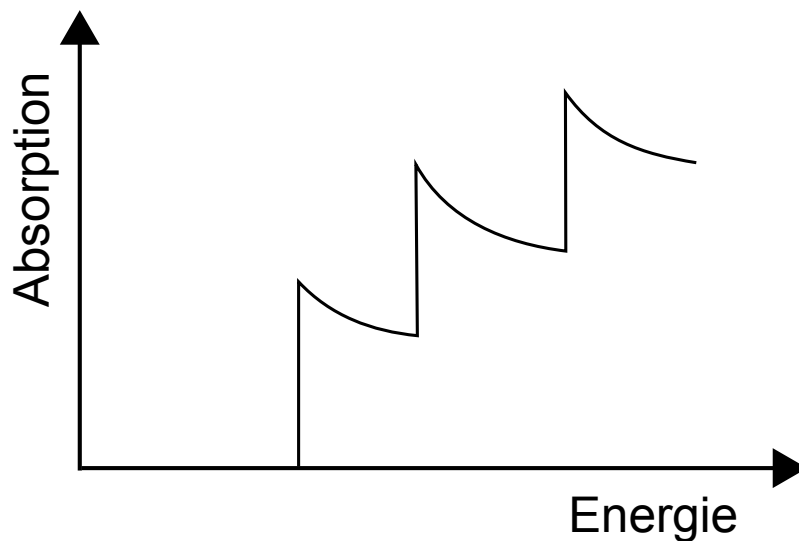


Abbildung 2: Schematische Darstellung von Absorptionskanten [Wik11].

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 (s. Abb. 3).

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 Ionisationsstrom nachweisen zu können, muss die thermische Eigenleitung des Festkörpers so

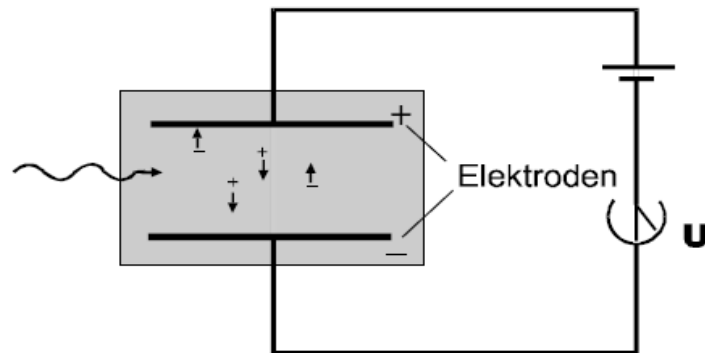


Abbildung 3: Funktionsprinzip einer Ionisationskammer.

verringert werden, dass sie klein im Vergleich zum Ionisationsstrom ist. Als Strahlungsdetektoren verwendet man daher in Sperrichtung geschaltete p-n-Übergänge (s. Abb. 4).

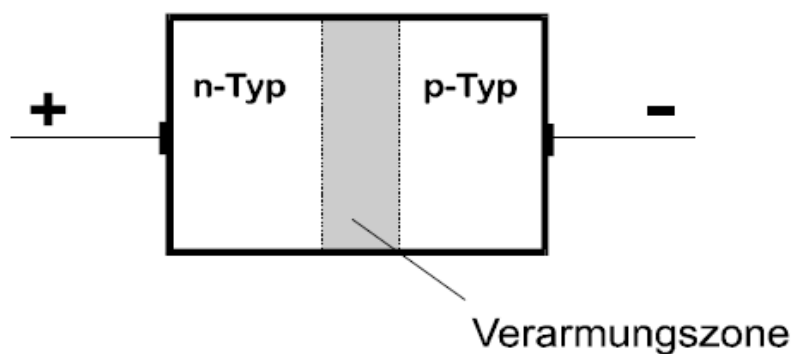


Abbildung 4: In Sperrichtung geschalteter p-n-Übergang.

Die Verarmungszonen 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 in der Größenordnung von μm . Größere Messvolumina können mit p-i-n-Kombinationen erzeugt werden. Dabei wird bei der 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 $\sim 1\text{ cm}$ Dicke und Messvolumina von $\sim 100\text{ cm}^3$. 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 Digitale Signalverarbeitung: Eine kurze Übersicht

Dieses Kapitel bietet eine kurze Übersicht über die Grundlagen der Signalverarbeitung und erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Für eine detailliertere Beschreibung kann man Sekundärliteratur wie beispielsweise [OL07] hinzuziehen.

2.1 Signal und Spektrum

Unter einem *Signal* $x(t)$ versteht man eine Funktion der Zeitvariablen t . Man unterscheidet zwischen zeitanalogen und -diskreten Signalen, wobei das zeitdiskrete Signal im Gegensatz zum zeitanalogen nur an diskreten Werten definiert ist. Unter einem *Spektrum* versteht man die Zerlegung eines Signals in Kosinus- und Sinusschwingungen. Die mathematische Definition eines Spektrums geschieht über die *Fourier-Transformierte* $X(f)$ des Signals $x(t)$, sie lautet:

$$X(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(t) e^{-i2\pi ft} dt. \quad (4)$$

Die Fourier-Transformierte $X(f)$ bildet mit der *inversen Fourier-Transformierten* $x(t)$ ein Transformationspaar. Letztere ist wie folgt definiert:

$$x(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} X(f) e^{i2\pi ft} df. \quad (5)$$

Die Paarbeziehung zwischen $x(t)$ und $X(f)$ wird häufig auch mit dem Symbol $\circ \text{---} \bullet$ verdeutlicht:

$$x(t) \quad \circ \text{---} \bullet \quad X(f). \quad (6)$$

$X(f)$ ist nach Gl. (4) eine komplexe Funktion der reellen Frequenzvariablen f . Somit kann $X(f)$ dargestellt werden durch:

$$X(f) = R(f) + iI(f) = |X(f)| e^{i\Phi(f)}. \quad (7)$$

$R(f)$ ist der reelle Teil des Spektrum, $I(f)$ der imaginäre. $|X(f)|$ wird als *Amplitudenspektrum* bezeichnet und $\Phi(f)$ ist das *Phasenspektrum*. Es ist ebenfalls möglich, die Fourier-

Transformation mit der Kreisfrequenz ω anstelle der Frequenz f zu definieren. Als Fourier-Transformationspaar ergibt sich dann :

$$X(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(t) e^{-i\omega t} dt \quad (8)$$

$$x(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} X(\omega) e^{i\omega t} d\omega. \quad (9)$$

2.2 Faltung

Unter der Faltung zweier Signale $x_1(t)$ und $x_2(t)$ versteht man folgende Integraloperation:

$$y(t) = x_1(t) * x_2(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} x_1(\tau) \cdot x_2(t - \tau) d\tau. \quad (10)$$

Eine Faltung im Zeitbereich entspricht einer Multiplikation im Frequenzbereich, genauso wie eine Faltung im Frequenzbereich einer Multiplikation im Zeitbereich entspricht. In Formelzeichen lassen sich diese beiden Theoreme folgendermaßen ausdrücken:

$$y(t) = x_1(t) * x_2(t) \quad \circ \text{---} \bullet \quad Y(f) = X_1(f) \cdot X_2(f) \quad (11)$$

$$y(t) = x_1(t) \cdot x_2(t) \quad \circ \text{---} \bullet \quad Y(f) = X_1(f) * X_2(f). \quad (12)$$

Um eine Faltung im Frequenzbereich durchzuführen, ist dementsprechend folgende Integraloperation anzuwenden:

$$Y(f) = X_1(f) * X_2(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} X_1(\nu) X_2(f - \nu) d\nu \quad (13)$$

Die beiden Theoreme erlauben es, eine aufwendige Faltungsoperation in einem Bereich durch eine einfache und anschauliche Multiplikation im anderen Bereich zu ersetzen. In manchen Fällen ist es allerdings sinnvoll, direkt zu falten, um sich die Fourier- und inverse Fourier-Transformation zu ersparen. Abb. 5 stellt noch einmal den Zusammenhang zwischen Signal, Spektrum, Faltung und Multiplikation graphisch dar, wobei in diesem Fall die Faltung im Zeitbereich durchgeführt wird.

2.3 Abtasten und Rekonstruktion

Um ein Signal digital verarbeiten zu können, muss es an diskreten Werten abgetastet werden. Mathematisch gesehen erhält man das abgetastete Signal $x_a(t)$, indem man das Signal $x(t)$

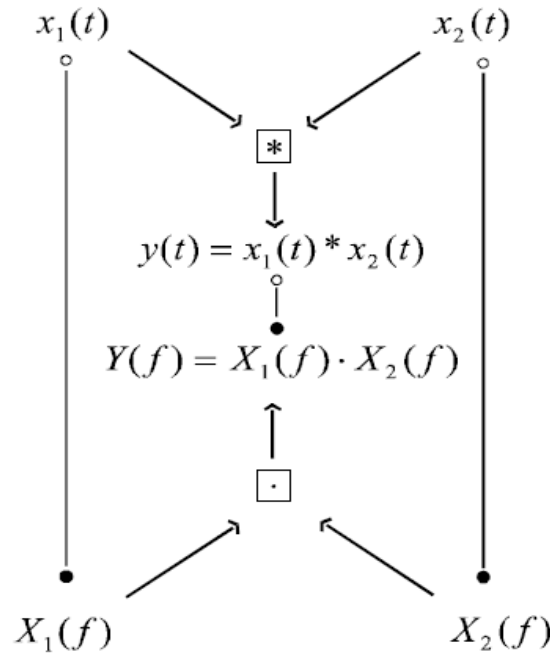


Abbildung 5: Veranschaulichung des Faltungstheorems.

mit einem periodischen Diracpuls $\delta_T(t) = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \delta(t - nT)$ multipliziert:

$$x_a(t) = x(t) \cdot \delta_T(t) = x(t) \cdot \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \delta(t - nT), \quad (14)$$

wobei $T = 1/f_a$ die Periode des Diracpulses, also die Abtastperiode ist. Das abgetastete Signal besteht somit aus einer Folge von *gewichteten Diracpulsen*. Mit dem oben definierten Faltungsintegral lässt sich das Spektrum des abgetasteten Signals berechnen. Dazu wird zuerst die Fouriertransformierte des periodischen Diracpulses $\Delta_T(f) = \frac{1}{T} \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \delta(f - kf_a)$ gebildet und anschließend mit $X(f)$ gefaltet:

$$X_a(f) = X(f) * \frac{1}{T} \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \delta(f - kf_a) = \frac{1}{T} \sum_{k=-\infty}^{+\infty} X(f - kf_a) \quad (15)$$

Neben der Skalierung der Ordinate unterscheidet sich das Spektrum $X_a(f)$ des abgetasteten Signals durch seine Periodizität (mit der Abtastfrequenz f_a) vom ursprünglichen Spektrum $X(f)$.

Nun soll die Frage geklärt werden, wie aus dem abgetasteten Signal das ursprüngliche Signal rekonstruiert werden kann. Dazu wird das Spektrum $X_a(f)$ des abgetasteten Signals $x_a(t)$ betrachtet. Wie man aus Abb. 6 & 7 erkennen kann, erhält man das ursprüngliche Spektrum, indem man das abgetastete Spektrum mit einem Tiefpassfilter $H(f)$ multipliziert.

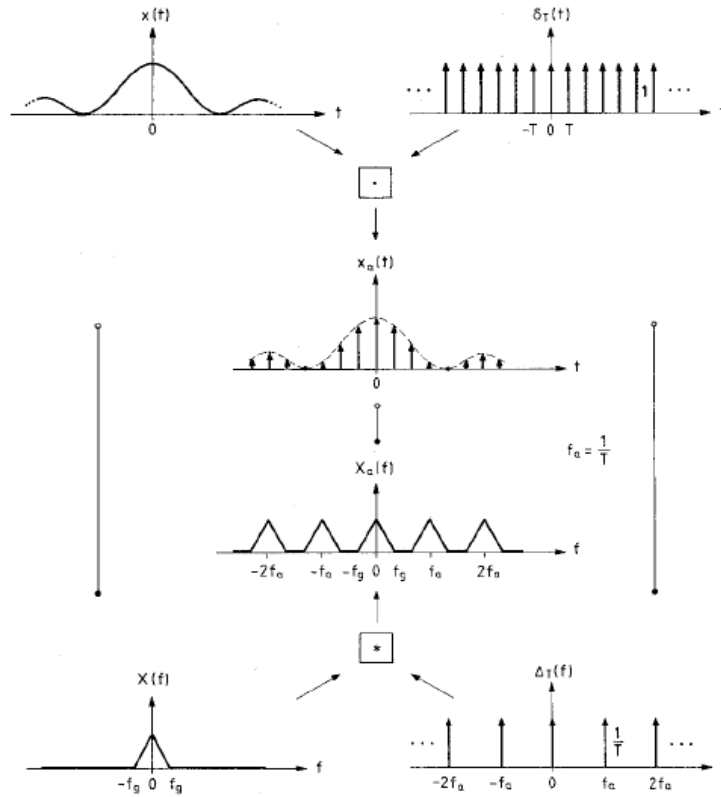


Abbildung 6: Graphische Darstellung des Abtastvorgang.

Dieses Filter erfüllt im Frequenzbereich folgende Bedingung:

$$H(f) = \begin{cases} \frac{1}{f_a} & \text{für } |f| < \frac{f_a}{2} \\ 0 & \text{für } |f| \geq \frac{f_a}{2} \end{cases} \quad (16)$$

Für dieses wie auch für jedes andere Filter gilt wieder, dass ein Produkt des Abtastspektrums mit der Übertragungsfunktion (Spektrum des Filters) im Frequenzbereich äquivalent zu einer Faltung im Zeitbereich ist. Hierzu muss natürlich erst die inverse Fouriertransformation für die Übertragungsfunktion gebildet und anschließend mit dem abgetasteten Signal $x_a(t)$ gefaltet werden.

Beim Betrachten von Abb. 7 wird klar, wie hoch die Abtastfrequenz mindestens sein muss, damit aus dem Spektrum des abgetasteten Signals das ursprüngliche Spektrum und damit das ursprüngliche Signal rekonstruiert werden kann. Aus dieser Betrachtung kann das Abtasttheorem abgeleitet werden:

Abtasttheorem (Shannon-Theorem). Die Abtastfrequenz f_a muss echt größer sein als das Doppelte der Grenzfrequenz f_g , wobei f_g die höchste im Spektrum vorkommende Frequenz ist:

$$f_a > 2 f_g. \quad (17)$$

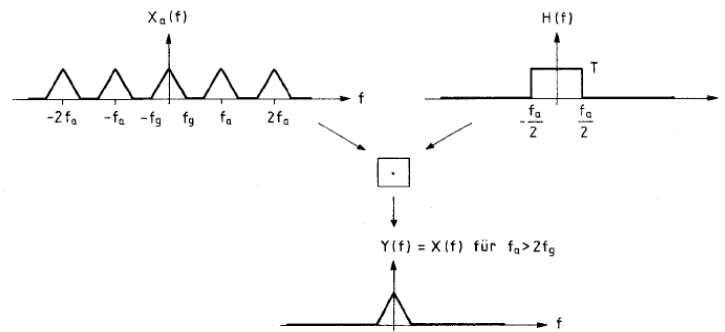


Abbildung 7: Rekonstruktion mit Hilfe eines Tiefpassfilters.

Wird das Abtasttheorem verletzt, d. h. wird ein Signal unterabgetastet, können sogenannte *Aliasing-Effekte* auftreten: durch Unterabtastung werden Komponenten des Spektrums vorge-
täuscht, die im Signal gar nicht vorhanden sind, da sich die periodisch wiederholten Spektren überlappen (Abb. 8).

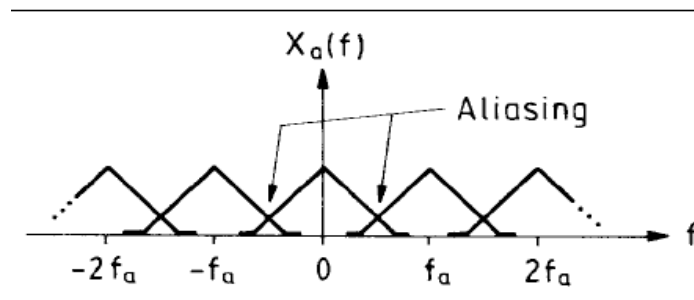


Abbildung 8: Beispiel für Bandüberlappungsfehler.

Daher kann das ursprüngliche Spektrum nicht fehlerlos rekonstruiert werden. Als Beispiel dieses Effektes im Zeitbereich sei hier eine harmonische Schwingung der Frequenz f_0 gezeigt, die mit einer Abtastfrequenz von $f_a = 0,8 f_0$ abgetastet wurde (Abb. 9a). Die Abtastwerte sind in Abb. 9b eingezeichnet. Man erkennt, dass eine Abtastung der in Abb. 9c gezeigten harmonischen Schwingung mit der gleichen Abtastfrequenz exakt die gleichen Abtastwerte liefern würde. Im Signal a ist eine Schwingung dieser Frequenz jedoch nicht enthalten.

Falls die Abtastfrequenz schon a priori festgelegt ist, können nach dem Abtasttheorem nur Frequenzanteile fehlerlos verarbeitet werden, die kleiner als die halbe Abtastfrequenz sind. Daher müssen Signale mit Frequenzanteilen oberhalb der halben Abtastfrequenz vor der Mes-
sung mit einem Tiefpassfilter vorgefiltert werden. Insgesamt ist noch anzumerken, dass obige Regeln für beliebige reelle Funktionen gelten, die nicht von der Zeit sondern beispielsweise vom Ort abhängen. Auch hier ist der Begriff Frequenz (oder Ortsfrequenz) gebräuchlich, obwohl sie hier keine Frequenz im üblichen physikalischen Sinne darstellt. Außerdem muss beachtet werden, dass in der digitalen Signalverarbeitung nicht immer zwischen den Begriffen Frequenz

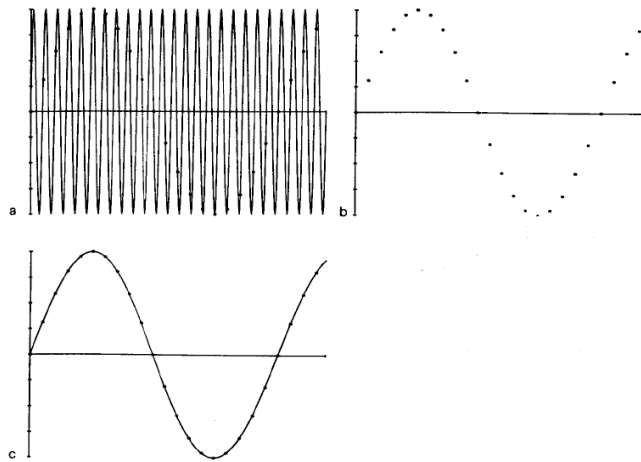


Abbildung 9: Beispiel für Aliasing-Effekte.

f und Kreisfrequenz ω unterschieden wird. Daher können sich einige der oben genannten Definitionen, insbesondere die der Fouriertransformation, in der Literatur unterscheiden.

3 Versuchsdurchführung

Am Moseleyschen Gesetz (Gl. (1)) 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 hier die Elementbestimmung erfolgen.

3.1 Versuchsaufbau

Das hier verwendete Gerät X-123 besteht aus dem Detektor XR100CR, dem digitalen Pulsprozessor DP5 und der Spannungsversorgung PC5. Der Detektor XR100CR 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 war 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 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 ADC¹ digitalisiert und an den PC weitergeleitet, wo sie ausgewertet werden können.

Der Versuch selbst besteht aus zwei Teilen:

1. Kalibrierung des MCA².
2. Aufnahme der Röntgenspektren verschiedener Proben zur Bestimmung der enthaltenen Elemente.

3.1.1 Kalibrierung des MCA

Die Pulshöhe eines Signals ist ein Maß für die Energie, die ein Teilchen (Photon) hatte, das im Detektor absorbiert wurde. Da der MCA die Signale abhängig von der Pulshöhe auf die einzelnen Kanäle verteilt werden, muss eine Energiekalibrierung dieser Kanäle vorgenommen werden, bevor eine Aussage über die Energie eines unbekannten Teilchens getroffen werden kann. Hierzu wird die variable Röntgenstrahlquelle (0317LA) verwendet (Abb. 10). Diese Quelle 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 Eichquelle 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.

3.1.2 Aufnahme anderer Spektren und Elementbestimmung

Um die Spektren verschiedener anderer Materialproben aufzunehmen, muss der zweite Teil der Anordnung verwendet werden. Eine beliebige Probe der maximalen Größe 30 mm × 52 mm ×

¹Analog Digital Converter

²Multi Channel Analyser (engl. Vielkanalanalysator)

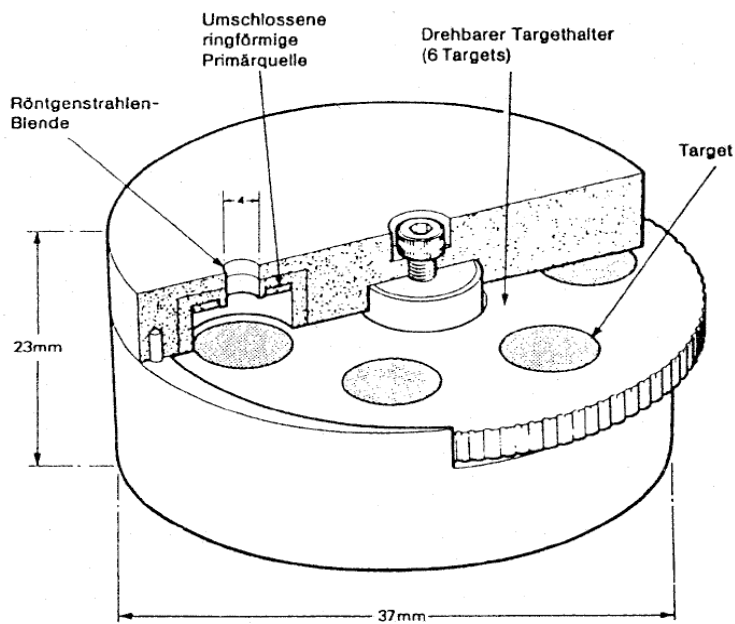


Abbildung 10: Variable Americium-Röntgenquelle.

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.

3.2 Versuchsdurchführung und -auswertung

Bevor eine sinnvolle Messung gestartet werden kann, müssen die 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 (s. a. Kap. 3.3) 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 wegen der zu geringen Breite der intrinsischen Zone nicht mehr vollständig absorbiert werden können. Elemente mit größeren Energien (z. B. Blei)

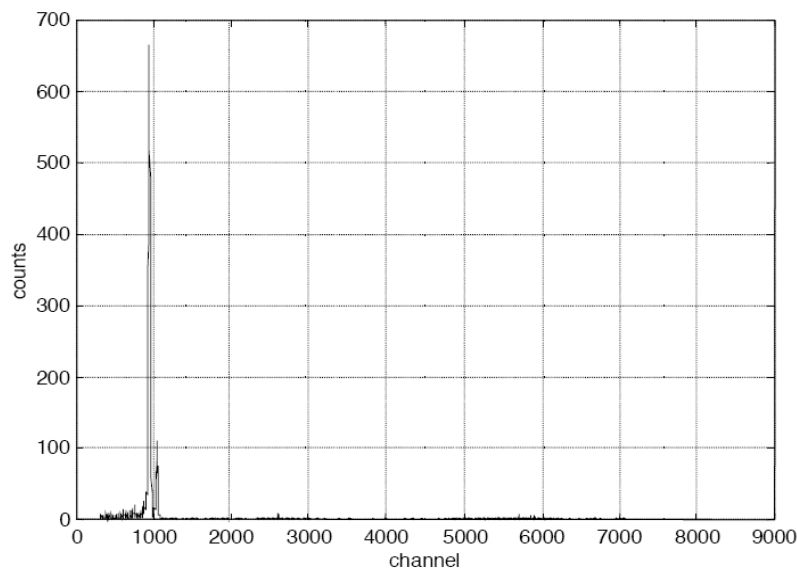


Abbildung 11: Beispiel eines aufgezeichneten Energiespektrums.

müssen dann über ihre L-Linien identifiziert werden. Außerdem bleiben ungefähr die ersten 300 Kanäle des MCA leer, da dieser eine bestimmte Schwellenspannung hat, ab der er Pulse aufnimmt. Es ist daher sinnvoll, zuerst mit der Eichquelle, deren Energien man kennt, verschiedene Verstärkungsfaktoren auszuprobieren und sich dann erst endgültig zu entscheiden. Im Reiter *Shaping* ist eine Einstellung zur „Rise Time Discrimination“ (RTD) zu finden. Damit wird im Verstärker eine interne Schwelle festgesetzt, die nur Pulse mit steiler Anstiegsflanke durchlässt. Da Pulse von „echten“ Quanten im Gegensatz zum Rauschen eine sehr steile Flanke haben, tragen somit (im Idealfall) nur diese zum Spektrum bei. So kann ein (großer) Teil des Rauschens unterdrückt werden.

Röntgenquanten unterhalb von 2 keV können dann allerdings nicht mehr detektiert werden. Daher ist eine Messung mit RTD nur dann sinnvoll, wenn man ausschließlich Energien oberhalb dieser Schwelle erwartet bzw. aufnehmen möchte.

Nun muss noch am MCA die Messzeit eingestellt werden (s. a. Kap. 3.3.2). 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.

Die Daten können und sollen im ASCII-Format gespeichert werden und mit entsprechender Auswertungssoftware eingelesen werden (s. a. Kap. 3.3.3). Abb. 11 zeigt ein Beispielspektrum.

3.2.1 Erstellen der Kalibrationsgerade

Da das vom MCA aufgenommene Spektrum sehr viele hohe Frequenzen beinhaltet, ist das Ablesen der genauen Kanalnummer bzw. der genauen Energie am Maximum des Peaks recht schwierig. Daher ist es sinnvoll, erst ein Tiefpassfilter auf die Daten anzuwenden, so dass der Mittelwert deutlich leichter abgelesen werden kann.

Betrachtet man die Kanäle 1 - 8192 als eine Periode des Signals, so hat man damit sozusagen $N = 8192$ diskrete Abtastwerte. Die diskrete Fourier-Transformation (DFT) dieser Abtastwerte wird berechnet durch:

$$X(k) = \sum_{n=1}^N x(n) e^{-i(2\pi/N)(k-1)(n-1)}, \quad k = 1, \dots, N \quad (18)$$

mit:

k = diskrete Frequenzvariable

n = diskrete Zeitvariable

N = Anzahl Abtastwerte, Anzahl Frequenzwerte

$X(k)$ = diskrete Fourier-Transformierte an der Stelle k

Weiterhin gilt:

$$f = (k - 1) \cdot f_a / N \quad (f_a = \text{Abtastfrequenz}) \quad (19)$$

$X(n)$ = Abtastwert von $x(t)$ an der Stelle $t = nT$

Oft wird die *Fast Fourier Transform* (FFT) verwendet, diese ist jedoch nur eine andere Methode, die DFT schnell an den N Frequenzstellen auszuwerten. Abb. 12 zeigt die Fourier-Transformierte des Signals aus Abb. 11.

Nach dem Abtasttheorem von Shannon (Gl. (17)) muss bei einem Signal wie dem hier gemessenen mit 8192 diskreten Abtastwerten und einer Abtastfrequenz von $f_a = \frac{1}{\text{Kanal}}$ die höchste vorkommende Frequenz

$$f_g < \frac{f_a}{2} = f_x = \frac{1}{2} \quad (20)$$

sein, entsprechend (Gl. (19)). Das heißt also, dass dieses Spektrum höchstens $k_g = 4096 (< k_x)$ verschiedene Frequenzen beinhaltet.

Da zu einem diskreten Signal stets ein periodisches Spektrum gehört (und zu einem periodischen Spektrum immer ein diskretes Signal), lässt sich das oben gezeigte Frequenzspektrum $|X(k)|$ folgendermaßen interpretieren: der Wert von $X(k)$ an der Stelle $k = 0$, d.h. bei der

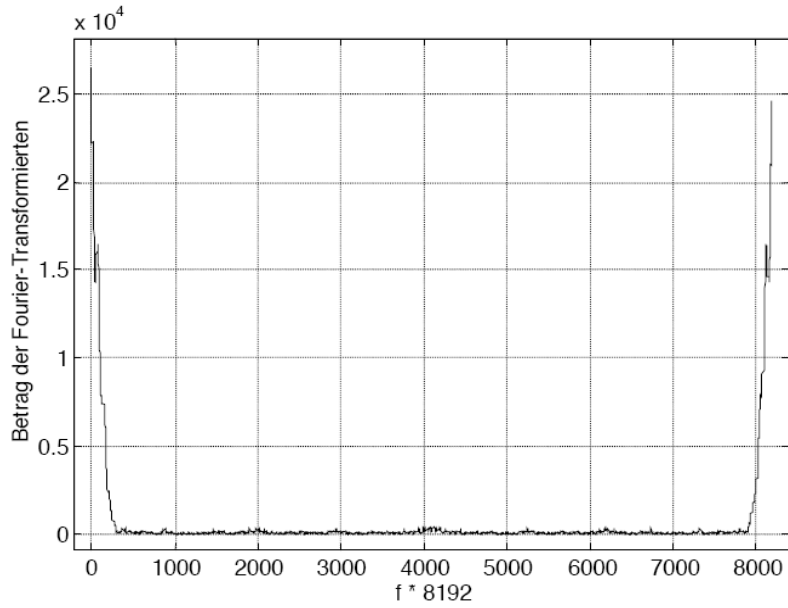


Abbildung 12: Beispiel für ein Frequenzspektrum.

Frequenz Null, entspricht dem arithmetischen Mittelwert der über eine Periode T gemittelten Zeitfunktion (hier *Kanalfunktion*) $x(n)$. Dann folgen der positive Teil der ersten Periode des Spektrums (von 1 bis 4096) und die erste Hälfte der zweiten Periode (von 4097 bis 8191). Der negative Anteil wird nicht dargestellt, da das Frequenzspektrum zu Null symmetrisch ist. Möchte man nun ein sinnvolles Filter anwenden, um zur besseren Bearbeitung des gemessenen Energiespektrums die hochfrequenten Anteile herauszufiltern, muss man sich zuerst darüber klar werden, welche Linien des Frequenzspektrums die Informationen beinhalten und welche nur das Rauschen darstellen.

Es ist bekannt, dass die Messwerte einer Energie E gaußförmig um den Erwartungswert \bar{E} streuen, also kann man, wenn man den Frequenzinhalt eines rein gaußförmigen Signals untersucht, herausfinden, welche maximalen Frequenzen dieses Signal hat. Dazu sollte man zuerst am ursprünglichen Energiespektrum jeweils die Parameter \bar{E} und σ der allgemeinen Gaußverteilung

$$W(E) = A \cdot e^{-\frac{(E-\bar{E})^2}{2\sigma^2}} \quad (21)$$

sowie das Verhältnis der Höhen der K_α - und K_β -Peaks halbwegs genau ablesen.

Mit diesen Parametern kann man sich nun z. B. in **Matlab** oder **ROOT** über dem Vektor $x = (1, \dots, 8192)$ eine entsprechende Verteilung mit zwei Gaußkurven unterschiedlicher Höhe berechnen lassen und eine Fourier-Transformation darauf anwenden, deren Ergebnis man sich über $(0, \dots, 8191)$ (!) plotten lässt (vgl. Gl. (18): man erhält die DFT an den Stellen $f = (k - 1) \cdot f_a/N$). An diesem Spektrum lässt sich nun ablesen, welche Frequenzen vom Tiefpassfilter abgeschnitten werden können.

Verfährt man auf diese Weise mit (mindestens) drei verschiedenen Elementen der Eichquelle (Cu sollte eines dieser Elemente sein) und wählt von diesen *Cut-Frequenzen* das Maximum, so kann man mit dem dadurch bestimmten Filterparameter k_{cut} alle mit dieser Verstärkung aufgenommenen Energiespektren tiefpassfiltern. Dabei werden alle Frequenzen, die oberhalb des Maximums k_{cut} liegen, auf Null gesetzt. Nun kann das Frequenzspektrum zurücktransformiert werden und der Realteil der entstandenen Werte zur weiteren Auswertung verwendet werden.

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 Kalibrationsgerade erstellen (Matlab, 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.

3.2.2 Auswertung der Spektren unbekannter Proben

Zur Auswertung der Ergebnisse für unbekannte Proben liegt kein Programm vor. Es sollte mit Matlab oder ROOT geschrieben werden. Folgende Anforderungen werden gestellt:

- ⇔ Die Leermessung sollte vom gemessenen Spektrum abgezogen werden.
- ⇔ Die Messwerte sollen gegebenenfalls nach der oben beschriebenen Methode gefiltert werden. Dabei sollte es möglich sein, verschiedene Filterparameter einzugeben.
- ⇔ Mit Hilfe der Kalibrationsgerade 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 (und gefilterten) 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 Kalibrationsspektren, so können Aussagen über die Energieauflösung $\frac{\Delta E}{E}$ der Anordnung getroffen werden. Dazu müssen die Kalibrationsspektren allerdings auch über Energien aufgetragen werden. Man benötigt also ein Programm ähnlich wie das obige, ohne dass eine Leermessung abgezogen wird. Bei der Bestimmung der Energieauflösung ist noch zu beachten, dass ein Filter eventuell die Halbwertsbreiten der Peaks verändern kann.

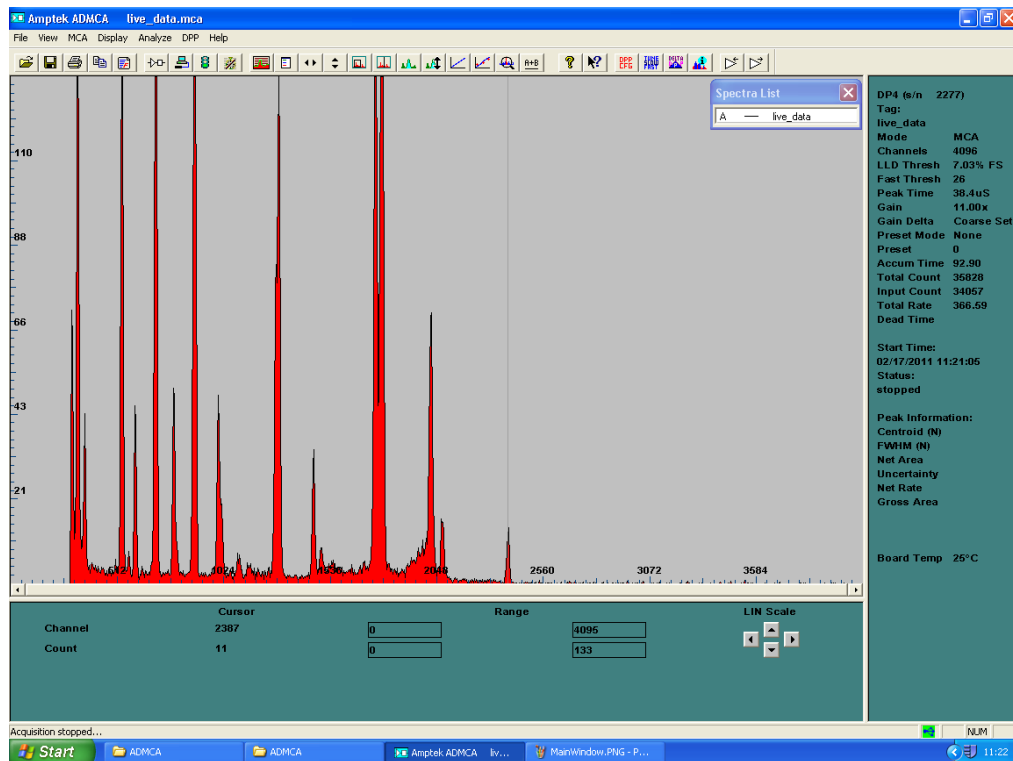


Abbildung 13: Benutzeroberfläche der ADMCA Software

3.3 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. 3.3) befinden rechts die aktuellen Einstellungen und Statusinformationen. Unter dem Punkt „Status“ sollte nach erfolgreichem Verbindungsaufbau „stopped“ stehen und in der Status-Leiste 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.

3.3.1 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. 14) vorgenommen werden.


3.3.2 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. 15) eine Zeit in das Feld *Preset Time* eingetragen werden, die Datennahme stoppt dann automatisch bei Erreichen dieser Zeit.

3.3.3 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 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.

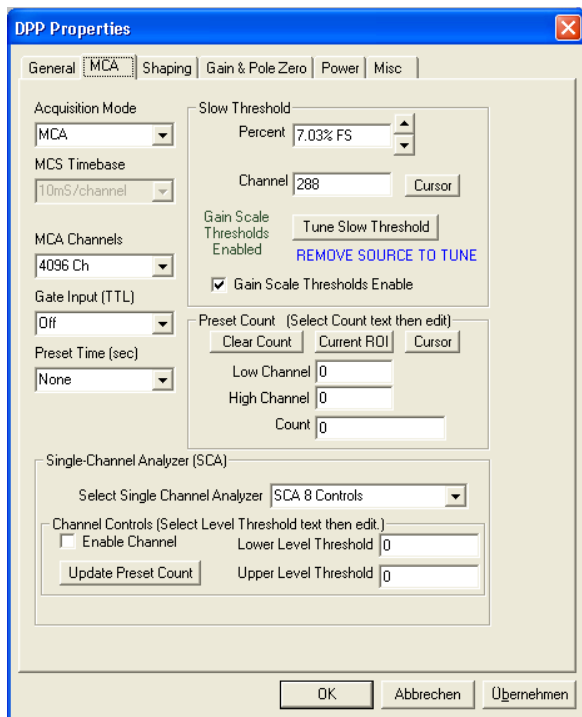


Abbildung 14: Dialogfenster zur Einstellung des Datennahmezeit

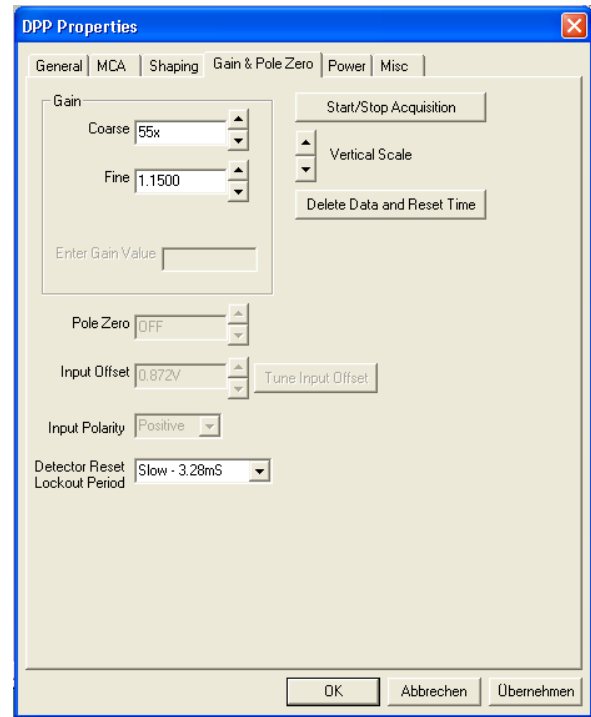


Abbildung 15: Dialogfenster zur Einstellung des Verstärkungsfaktors

Nach dem Verbindungsaufbau steht dann eine Datei-Manager Oberfläche (ähnlich dem *Norton Commander* oder *Midnight Commander*) zur Verfügung.

3.4 Das Spektrometer

Im Versuch wird das *X-123 X-Ray Spectrometer* von AmpTek verwendet. Die Skizze in Abbildung 3.4 zeigt den inneren Aufbau des Gerätes. Auf der Webseite <http://www.amptek.com/x123.html> können detaillierte Informationen zum Detektor und der Elektronik eingesehen werden. Eine gedruckte Kurzversion dessen ist den Versuchen beigelegt.

3.5 Zusammenfassung der durchzuführenden Schritte

- ⇔ Parameter festlegen
- ⇔ Kalibrationsmessungen aufnehmen
- ⇔ Gaußverteilungen berechnen lassen
- ⇔ gegebenenfalls Filter anwenden
- ⇔ Kalibrationsgerade erstellen

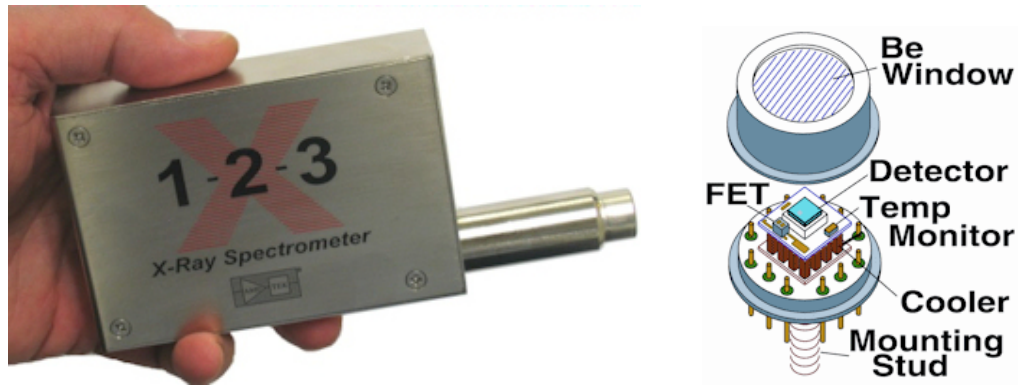


Abbildung 16: Ansicht und Aufbau des X-123 Spektrometers von Amptek

- ⇒ Spektren unbekannter Proben aufnehmen
- ⇒ Programm zur Auswertung schreiben (darf zu Hause erledigt werden)
- ⇒ Energieauflösung $\frac{\Delta E}{E}$ bestimmen

Literatur

- [OL07] J.-R. Ohm and H. D. Lüke. *Signalübertragung*. Springer, 2007.
- [Wik11] Wikipedia. The Free Encyclopedia. <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/c/c9/Absorptionskanten.svg>, 2011.