# Protokoll zur Übung Röntgenfluoreszenzanalyse

im Rahmen des Praktikums Instrumentelles und Bioanalytisches Labor an der TU Wien

Durchgeführt bei Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Friedbacher

Verfasser des Protokolls: Gwendolin Korinek 0625083 & Daniel Bomze 0726183

Versuche durchgeführt am 7.12.2009

## 1 Einleitung

## 1.1 Aufgabenstellung

Ziel der Übung war es, mit einem energiedispersiven RFA-Gerät eine unbekannte Legierung zu analysieren. Zunächst wurde in einem qualitativen Analyseschritt die Zusammensetzung einer Probe bestimmt. Anschließend wurden drei weitere Proben zur Verfügung gestellt und die Konzentration dieser vier Proben bekannt gegeben. Mit Hilfe dieser Proben wurde eine Kalibration durchgeführt und anschließend eine quantitative Analyse einer unbekannten Probe durchgeführt.

## 1.2 Theoretische Grundlagen

Röntgenstrahlen sind hochenergetische elektromagnetische Strahlen, die bei zwei verschiedenen Vorgängen beobachtet werden können:

- 1. Beim Abbremsen (inelastische Streuung) beschleunigter geladener Teilchen (meist Elektronen) im elektrostatischen Feld der Anode einer Röntgenröhre wird eine kontinuierliche elektromagnetische Strahlung emittiert. Diese Strahlung wird als Bremsstrahlung bezeichnet. Sie hängt von der Beschleunigungsspannung U der Elektronen, vom Elektronenstrom i sowie von der Ordnungszahl Z des Anodenmaterials ab.
- 2. Durch Entfernung eines Elektrons aus einer Rumpfschale eines Atoms und gleichzeitige Absorption eines Röntgenquants kann ebenfalls Röntgenstrahlung entstehen. Das Atom verlässt diesen instabilen Zustand entweder durch Emission eines Auger-Elektrons oder indem ein Elektron aus einer höheren Schale die entstandene Lücke nachbesetzt und dabei charakteristische Röntgenquanten emittiert werden. Man spricht von charakteristischer, diskreter Röntgenstrahlung, da die energetischen Übergänge elementspezifisch sind. Im Versuch wurde zur Anregung der Probe die Methode der Sekundäranregung gewählt, dabei wird die Probe durch Beschuss mit Röntgenquanten angeregt.

Für die qualitative Analyse einer Legierung mittels Röntgenfluoreszenzanalyse nützt man die charakteristische direkte Röntgenstrahlung. Diese wird angeregt, indem zunächst Elektronen an einer Heizkathode erzeugt und durch ein angelegtes Potential zur Anode

beschleunigt. Beim Aufprall auf der Anode treten die oben beschriebenen Effekte auf und es kommt zur Emission von Röntgenquanten, mittels derer die Probe angeregt wird. Allerdings tritt dieser Effekt nur bei etwa 1% der auftreffenden Elektronen auf, während die Energie der restlichen auftreffenden Elektronen in Wärme umgewandelt wird, sodass die Anode gekühlt werden muss. Als Anodenmaterial wurde im Versuch Rh verwendet.

Die Probe wurde mit Hilfe eines energiedispersiven Spektrometer vermessen. Dieses zeichnet sich gegenüber wellenlängendispersiven Spektrometern dadurch aus, dass simultan die Anzahl und die Energie der emittierten Quanten gemessen werden kann. Es wird anders als beim wellenlängendispersiven Spektrometer kein Analysatorkristall benötigt, dafür jedoch ein Vielkanalanalysator. Vorteile energiedispersiver Geräte sind z. B. kürzere Messdauer, höhere Quantenausbeute und dadurch geringere Eingangsleistung der Röntgenröhre, einfachere Auswertung der Spektren, während als Nachteil vor allem die schlechtere Auflösung der Detektoren und die erforderliche Kühlung der Halbleiterdetektoren zu nennen ist.

Als Detektor wurde ein energiedispersiver, Lithium-gedrifteter Si-Detektor verwendet. Dieser besteht aus einem Si-Einkristall. Trifft nun ein Röntgenquant auf, so werden Elektronen aus dem Valenzband in das Leitungsband gehoben und Elektron-Loch-Paare gebildet. Werden alle Elektronen auf der Anode gesammelt, bevor sie mit Löchern rekombinieren, so ist die Höhe des daraus erhaltenen Spannungsimpulses proportional zur Energie des Röntgenquants.

Die qualitative Analyse erfolgt, indem die Spektrallinien eines aufgenommenen Spektrums den K- und L-Serien der Elemente zugeordnet werden. Aus den relativen Linienintensitäten innerhalb einer Serie kann oft auf ein Element geschlossen werden. Die Zuordnung der Spektrallinien zu den jeweiligen Elementen und deren K-Serien bzw. L-Serien erfolgte im Versuch durch die Software des Gerätes.

Die quantitative Analyse beruht auf der Tatsache, dass die Intensitäten der Spektrallinien im Röntgenspektrum einer Probe von den Konzentrationen der Analyten in der Probe abhängen. Verschiedenen Größen wie etwa Wechselwirkungen zwischen Röntgenstrahlung und dem Probenmaterial, Einflüsse der Probenmatrix oder apparative Einflüsse können sich jedoch auf diesen Zusammenhang zwischen Intensitäten und Konzentrationen auswirken.

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009 Bomze Daniel 0726183 Korinek Gwendolin 0625083

## 2 Praktischer Teil

#### 2.1 Versuchsdurchführung

Für die Übung wurde das PW4025 X-Ray Spektrometer von PANalytical verwendet. Zu Übungsbeginn war das Gerät bereits eingeschaltet und auf Betriebstemperatur. Für die qualitative Bestimmung wurde Probe C, die zur Verfügung gestellt worden ist, untersucht. Der Gerätedeckel wurde geöffnet und die Probe mit der polierten Seite nach unten in die Metallhalterung eingelegt. Nun wurde der Gerätedeckel geschlossen. Über die MiniPAL Software konnten nun die gewünschten Parameter ausgewählt werden. Alle Messungen erfolgten bei einer Messzeit von 30 Sekunden. Die Probe wurde bei Beschleunigungsspannungen von 5, 10, 15, 20, 25 und 30 kV sowie mit allen fünf zur Verfügung stehenden Filtern (Kapton, Al, Al-Dünnfilter, Ag, Mo) und ohne Filter vermessen. Insgesamt wurden also 36 Messungen durchgeführt. Die Messungen wurden immer unter der Option *auto current* durchgeführt. Zu beachten war auch, dass das Gerät alle 60 Minuten automatisch eine Kalibrationsmessung durchführte (*Gain*). Nach dieser Kalibrationsmessung musste die zu vermessende Probe manuell wieder in die Messposition gebracht werden.

Anhand der aufgenommenen Spektren (siehe Anhang) konnte nun auf die Zusammensetzung der Legierung geschlossen werden. Mittels der Analyse der einzelnen Spektren wurden jene Messbedingungen festgestellt, die für die quantitative Analyse am besten geeignet erschienen: - es wurden jeweils die Einstellungen für jene Spektren mit den intensivsten Linien der zu untersuchenden Metalle ausgewählt. Nachdem die enthaltenen Elemente richtig bestimmt worden waren, wurden die Konzentrationen von Probe C sowie der drei weiteren bekannten Proben A, B und D bekannt gegeben (siehe Tabelle 2.1).

Für die qualitative Messung musste eine Application erstellt werden, in der für das Messsystem vorgegeben wurde, was unter welchen Bedingungen gemessen werden sollte. Außerdem mussten die bekannten Konzentrationen der Standards, die Strom- und Spannungswerte an der Röntgenröhre sowie die zu vermessenden Elemente eingegeben werden. Für jedes zu bestimmende Element konnte bei Bedarf eine eigene Messbedingung gewählt werden. Die Messzeit wurde wiederum mit 30 Sekunden vorgegeben. Die erforderlichen Messparameter wurden nach den bereits vorher ermittelten optimalen Messbedingungen eingestellt. Nachdem die Application erstellt worden war, konnten die vier Standardproben mit Hilfe der Applikation vermessen werden. Anschließend wurde für jedes zu bestimmende Element eine Kalibrationsfunktion erstellt, die Regressionsge-

4

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009

rade wurde direkt durch die MiniPAL-Software erstellt. Die unbekannte Probe konnte nun gemessen werden. Die Messung erfolgte fünf Mal, um einen Mittelwert und Standardabweichung angeben zu können. Zu diesem Zweck wurde die Option *repeat factor* auf 5 eingestellt.

Zusätzlich zur Messung mit Standard wurde die Probe auch ohne Standards vermessen. Die hierbei erhaltenen Ergebnisse sollten mit jenen der kalibrierten Messung verglichen werden. Alle aufgezeichneten Spektren sowie die Regressionsgeraden der Kalibrierfunktionen wurden als Bilddateien exportiert. Die Ergebnisse der Vermessung der unbekannten Probe wurden in Excel exportiert.

#### 2.2 Auswertung

#### 2.2.1 Qualitative Analyse

Nach den ersten erfolgten Messungen mussten zunächst die tatsächlich in der Probe vorhandenen Elemente bestimmt werden, da die Software automatisch den aufgezeichneten Spektren sehr viele verschiedene Linien zuordnete. Von diesen Zuordnungen waren allerdings nur die wenigsten tatsächlich sinnvoll. Abbildung 2.1 zeigt ein Spektrum mit automatisch von der Software zugeordneten Spektrallinien (Kapton-Filter, 25 kV, Probe C, Messzeit 30 Sekunden).



Abbildung 2.1: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter bei 25kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Zur besseren Übersichtlichkeit wurde aus dem oben gezeigten Spektrum ein kleiner Bereich herausgezoomt.



Abbildung 2.2: Vergrößert dargestellter Ausschnitt der Abbildung 2.1

Viele der automatisch hinzugefügten Elemente konnten ausgeschlossen werden, da sich die Intensitäten bei den zugeordneten Linien im Bereich des Rauschens befanden. Somit konnten beispielsweise die Elemente La, Cs, Os, Hf, Lu, Yb, Tm ausgeschlossen werden. Die Zuordnung von Tb ist beispielsweise auch nicht sinnvoll, da der Peak, auf dem die Zuordnung erfolgte, eindeutig der Fe- $K_{\alpha}$ -Linie zugeordnet werden kann. Ho kann ausgeschlossen werden, da die zugeordnete Linie zwischen den Peaks der Fe-K-Serie eine sehr niedrige Intensität besitzt. Der Mo-Peak hingegen ist klein, aber plausibel, da im betreffenden Bereich nur die Mo- $K_{\alpha}$ -Linie zugeordnet werden konnte. Weiters wurde die Vermutung, dass sich Mo in der Probe befindet, vor allem durch die Messungen mit Ag-Filter bestätigt (siehe Abb. 2.3).



Abbildung 2.3: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter bei 25 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30 s

In Abbildung 2.3 ist ein Mo-Peak zu sehen, dessen Peakfläche sich deutlich vom Nullwert unterscheidet. Auch in den mit Al- und Al-Dünnfilter durchgeführten Messungen ist der Mo-Peak klar zu erkennen. Dies soll exemplarisch anhand eines mit Al-Filter aufgenommenen Spektrums bestätigt werden (siehe Abb. 2.4).

6

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 2.4: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter bei 30 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30 s

Auf die Unterschiede zwischen den einzelnen Spektren aufgrund unterschiedlicher Beschleunigungsspannungen und Filter soll später noch genauer eingegangen werden.

Bei den 36 durchgeführten Messungen konnte bei einigen Filtern beobachtet werden, dass bei sehr niedrigen Beschleunigungsspannungen (5 bzw. 10kV) kaum noch Signale aufgezeichnet wurden. Bei den betreffenden Spektren warnte die Software während der Aufzeichnung: "Count rate is very low". Die Spektren wurden aber trotz dieses Warnhinweises aufgezeichnet, jedoch für die weitere Analyse nicht ausgewertet. Abbildung 2.5 zeigt ein solches Spektrum.



Abbildung 2.5: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter bei 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30 s

Die hier aufgezeichneten Signale sind alle im Bereich des Rauschens zu finden und konnten daher in der Probe nicht eindeutig nachgewiesen werden. Bei einer ebenfalls bei 5 kV durchgeführten Messung konnten innerhalb des Rauschbereiches Spuren von Zinn und Antimon gefunden werden. Dies kann möglicherweise auf den Innenraum des Gerätes oder auf Spuren von zuvor untersuchten Proben zurückgeführt werden. Abbildung 2.6 zeigt die entsprechende Messung.

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 2.6: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter und 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Aus den aufgenommenen Spektren konnte geschlossen werden, dass Eisen, Kupfer, Nickel sowie Molybdän in der untersuchten Probe enthalten waren.

#### Zuordnung der Linien

Wie bereits vorher beschrieben, konnten aufgrund verschiedener Überlegungen einige Linien ausgeschlossen werden. Die restlichen Linien konnten den entsprechenden Elementen problemlos zugeordnet werden. In den ohne Filter aufgenommenen Spektren zeigt Eisen mit seinen  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$ -Linien die Peaks mit den höchsten Intensitäten, gefolgt von der Cu-K alpha und Ni- $K_{\alpha}$ -Linie. Die Cu- $K_{\beta}$  und Ni- $K_{\beta}$ -Linien besitzen sehr geringe Intensitäten, die  $K_{\alpha}$ -Linie von Mo hat ebenfalls eine sehr geringe Intensität. Es fällt auf, dass die Mo- $K_{\alpha}$ -Linie in einem energetisch weitaus höheren Bereich liegt, bei ca. 17,5 keV. Aufgrund der hohen Ordnungszahl des Mo sind die Energieübergänge größer und daher auch die emittierten Röntgenquanten wesentlich energiereicher.

#### Interferenzen

Es konnten in den aufgenommenen Spektren keine nennenswerten Interferenzen beobachtet werden bzw. traten diese aufgrund der niedrigen Intensitäten nicht auf. Die Peaks der Cu- $K_{\alpha}$  und Ni- $K_{\beta}$ -Linien würden sich vermutlich beispielsweise etwas überlagern, wenn die Intensität der Ni- $K_{\beta}$ -Linie höher wäre. Auch die Ni- $K_{\alpha}$ -Linie und die Fe- $K_{\beta}$ -Linie könnten nur schlecht aufgelöst werden, was aber aufgrund der eher niedrigen Intensität kaum relevant ist.

9

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009

#### Artefakte

Bei allen Messungen traten keine nennenswerten Artefakte auf. Bei ca. 4,7 keV sowie bei 12,9 keV sind sehr intensitätsschwache, breite Peaks zu sehen. Diese sind jedoch so gering, dass sie vermutlich dem Rauschen des Gerätes zugeordnet werden können.

#### Vergleich der Spektren

#### 1. Vergleich der verschiedenen Filter

Vergleicht man die Spektren bei 20 kV bei allen verwendeten Filtern, so lässt sich feststellen, dass die Intensitäten der gemessenen Linien mit der Höhe der Ordnungszahl des verwendeten Filtermaterials abnehmen. Da es sich bei Kapton um ein organisches Polymer handelt, wird dieses mit der Ordnungszahl 12 betrachtet. Hier muss der durch Autocurrent von der Software automatisch eingestellte Anodenstrom beachtet werden. Da dieser nicht für alle vorgenommenen Einstellungen konstant bleibt, kann somit nur ein grober Trend festgestellt werden.

#### 2. Vergleich der Beschleunigungsspannungen

Gemäß dem Gesetz von Duane-Hunt sind vereinfacht formuliert die Energie der emittierten Röntgenstrahlung und die verwendete Beschleunigungsspannung zueinander direkt proportional, sodass bei Erniedrigung der Beschleunigungsspannung die Energie nicht mehr ausreicht, um schwerere Elemente anzuregen. Aus diesem Grund fehlt die Mo- $K_{\alpha}$ -Linie bei Messungen mit niedrigeren Beschleunigungsspannungen. Allgemein lässt sich feststellen, dass das Bremsspektrum mit höheren Beschleunigungsspannungen höhere Intensitäten besitzt und das S/N Verhältnis daher bei Messungen mit höheren Beschleunigungsspannungen unter Umständen negativ beeinflusst wird.

#### Auswahl der optimalen Messbedingungen

Für die Vermessung von Molybdän wurde der Ag-Filter bei 30 kV gewählt, da hier der Mo-Peak die höchste Intensität aufwies. In Abb. 2.7 ist ein bei diesen Messbedingungen aufgenommenes Spektrum dargestellt.



Abbildung 2.7: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter und 30 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Da die Intensitäten für Fe in diesem Spektrum zur Bestimmung aufgrund der hohen Fe-Konzentration ebenfalls gut geeignet sind und auch Cu einen ausreichend hohen  $K_{\alpha}$ -Peak liefert, wurden Fe und Cu ebenfalls mit dieser Methode vermessen. Nur der Ni-Peak ist im dargestellten Spektrum eher klein, auch aufgrund der niedrigen Ni-Konzentration in der Probe. Für die Vermessung von Ni wurde daher ein anderes Spektrum ausgewählt. Es konnte beobachtet werden, dass der Ni-Peak bei der Vermessung mittels Kapton-Filter etwas höher ausfiel. Abbildung 2.8 zeigt das Spektrum der Probe C bei den für Ni ausgewählten Parametern.



Abbildung 2.8: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter und 30 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

11

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009

#### 2.2.2 Quantitative Analyse

Mit Hilfe der bekannten der Standards, deren Element-Gehalt angegeben war, konnten Kalibrationsgeraden bestimmt werden.

Standard	Fe [%]	Mo [%]	Cu [%]	Ni [%]
A	89,28	3,72	6	1
В	$90,\!68$	$2,\!33$	1	6
C	$91,\!61$	$1,\!4$	5	2
D	92,21	0,79	4	3

Tabelle 2.1: Gehaltsangaben der Standards A, B, C und D

Tabelle 2.1 gibt Auskunft über die Zusammensetzung der Standards A, B, C und D. Daraus wurden folgende Regressionsgeraden bestimmt

Channel	Cu	Fe	Mo	Ni
Steigung k	$0,\!053156$	$54,\!33064$	-0,05179	$0,\!138907$
Achensabschnitt d	$0,\!070547$	0,013048	0,009552	0,069659
Korrelation $\mathbb{R}^2$	0,9953	$0,\!99148$	0,99962	0,99979

Tabelle 2.2: Parameter der Kalibrationsgeraden

Tabelle 2.2 zeigt die Parameter der Kalibrationsgeraden für die verschiedenen Elemente der Probe. Es fällt eine sehr gute Korrelation auf.



Abbildung 2.9: Regressionsgerade aus den Messwerten der Standards für Cu

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 2.10: Regressionsgerade aus den Messwerten der Standards für Fe



Abbildung 2.11: Regressionsgerade aus den Messwerten der Standards für Mo



Abbildung 2.12: Regressionsgerade aus den Messwerten der Standards für Ni Abbildungen 2.9, 2.10, 2.11 und 2.12 geben die Regressionsgeraden der jeweiligen Ele-

Instrumentelles und Bioanalytisches	13	Bomze Daniel 0726183
Labor WS 2009		Korinek Gwendolin 0625083

mente wieder.

Daraus errechnete das Programm eine Kalibrationsgerade mittels derer auf den Gehalt der Probe X geschlossen werden konnte.

Probe	Fe [%]	Ni [%]	Cu [%]	Mo [%]
1/5	91,09	4	4	$1,\!89$
2/5	$90,\!86$	4	4	$1,\!87$
3/5	$90,\!93$	4	3	$1,\!90$
4/5	$90,\!87$	4	3	$1,\!88$
5/5	$90,\!95$	4	3	$1,\!83$
Mittelwert	90,94	4	4	$1,\!88$
Standardabweichung	0,09	0	0	$0,\!03$

Tabelle 2.3: Ergebnisse der quantitativen Analyse der ProbeXinkl. Mittelwert und Standardabweichung

Tabelle 2.3 gibt Aufschluss über die ermittelte Zusammensetzung der Probe X über 5 Messungen und deren Mittelwerte. Dabei wurden die Ergebnisse auf die signifikanten Stellen, bezogen auf die signifikanten Stellen der Standards bezogen. Gut erkennbar ist, dass alle Werte innerhalb des Konzentrationsbereichs der Standards liegen und weiters im linearen Bereich der Kalibrationsgeraden liegen. Anschließend wurde noch eine standardlose Messung durchgeführt. Diese wurde mit den selben Parametern wie die Messung mit Standards vorgenommen. Tabelle 2.4 gibt die Ergebnisse der Messung an.

Element	Gehalt [%]
Fe	91,8
Ni	$3,\!5$
Cu	3
Mo	1,8
Os	$0,\!03$

Tabelle 2.4: Ergebnisse der standardlosen Messung der Probe $\boldsymbol{X}$ 

Sofort sieht man, dass zusätzlich zum Eisen, Nickel, Kupfer und Molbdän noch Osmium erkannt wurde.



Abbildung 2.13: Spektrum der ProbeXbei standardloser Messung bei 30kV mit Silberfilter. Messzeit 30s



Abbildung 2.14: Vergrößerter Ausschnitt der Abbildung 2.13

In Abbildung 2.14 sieht man sehr deutlich, dass die Peaks, die als Osmium gedeutet wurden, dem Rauschen entsprechen und daher als Artefakte zu betrachten sind.

	Fe	Ni	Cu	Mo
Messung mit Standard	90,94	4	4	$1,\!88$
standardlose Messung	$91,\!8$	$^{3,5}$	3	$^{1,8}$
rel. Fehler	$0,\!94$	$12,\!50$	$25,\!00$	$4,\!26$

Tabelle 2.5: Vergleich der standardlosen und der Messung mit Standard

Wie in Tabelle 2.5 zu sehen ist, ist die quantitative Analyse mit Hilfe von Standards vor allem bei der Erkennung von Nebenbestandteilen wesentlich exakter. Der Fehler für Eisen wäre für die standardlose Messung noch akzeptabel, die anderen gemessenen Abweichungen sind jedoch viel zu groß, um sinnvolle quantitative Angaben machen zu können. Die standardlose Messung ist jedoch gut geeignet, um einen raschen Einblick in die Zusammensetzung einer Probe zu bekommen. Allerdings muss berücksichtigt werden, dass auch teilweise unplausible Elemente detektiert werden, wie in unserem Fall beispielsweise Osmium. Für die quantitative Analyse einer unbekannten Probe ist somit eine Vermessung mit Standards bekannter Konzentrationen unerlässlich.

Instrumentelles und E	Bioanalytisches
Labor WS 2009	

### 2.3 Fehlerbetrachtung

Vor Beginn des Versuchs war darauf geachtet worden, dass das Gerät ausreichend lange in Betrieb war, damit der Detektor auf Betriebstemperatur war. Ein allfälliger durch unzureichend langes Abwarten nach Einschalten des Gerätes auftretender Fehler konnte somit vermieden werden.

Es wurde darauf geachtet, nur die ausgegebenen Proben in die vorgesehenen Halterungen einzusetzen, um den Detektor nicht zu beschädigen und das Gerät nicht zu verunreinigen. Dennoch könnten sich allfällige Spuren von Verunreinigungen im Gerät befunden haben. Diese waren in den ausgewerteten Spektren jedoch nur im Bereich des Rauschens zu finden, der dadurch verursachte Fehler ist somit vernachlässigbar.

Die Integration der Peaks könnte sich insofern auf das Ergebnis auswirken, als teilweise durch die Software geringe Anteile der Peakflächen nicht mitintegriert wurde. Diese kleinen Anteile der Peakfläche waren jedoch erst nach starkem Hineinzoomen in die Peakflächen erkennbar. Es wird vermutet, dass dies den größten Fehler darstellt, jedoch sollten die Abweichungen in den Ergebnissen gering sein (im Bereich eines relativen Fehlers von weniger als 1%).

Da der Korrelationskoeffizient der Regressionsgeraden nicht ganz bei 1 liegt, hat auch die Erstellung der Kalibrierfunktion einen kleinen Einfluss auf das Ergebnis. Bei allen Kalibrierfunktionen lag der Wert jedoch sehr nahe bei 1, sodass sich dieser Fehler nur kaum auf das Ergebnis auswirken sollte.

## 3 Anhang

### 3.1 Restliche Spektren



Abbildung 3.1: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter und 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.2: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter und 10 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

17

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.3: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter und 15 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.4: Spektrum der Probe C mit Silber-Filter und 20 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.5: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter und 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.6: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter und 10 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.7: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter und 15 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.8: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter und 20 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.9: Spektrum der Probe C mit Aluminium-Filter und 25 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.10: Spektrum der Probe ${\rm C}$ mit Kapton-Filter und 10 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.11: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter und 15 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.12: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter und 20 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.13: Spektrum der Probe C mit Kapton-Filter und 25 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.14: Spektrum der Probe C mit Molybdaen-Filter und 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.15: Spektrum der Probe ${\rm C}$ mit Molybdaen-Filter und 10 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.16: Spektrum der Probe C mit Molybdaen-Filter und 15 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.17: Spektrum der Probe C mit Molybdaen-Filter und 20 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.18: Spektrum der Probe ${\rm C}$ mit Molybdaen-Filter und 25 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.19: Spektrum der Probe C mit Molybdaen-Filter und 30 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.20: Spektrum der Probe ${\rm C}$ ohne Filter und 5 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.21: Spektrum der Probe C ohne Filter und 10 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.22: Spektrum der Probe C ohne Filter und 15 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.23: Spektrum der Probe C ohne Filter und 20 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.24: Spektrum der Probe C ohne Filter und 25 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s

Instrumentelles und Bioanalytisches Labor WS 2009



Abbildung 3.25: Spektrum der Probe C ohne Filter und 30 kV Beschleunigungsspannung. Messzeit 30s



Abbildung 3.26: Spektrum der Probe X gemessen mit der angeg. Applikation