

DIN 51003

ICS 71.040.50

Ersatz für
DIN 51003:2004-05**Totalreflektions-Röntgenfluoreszenz-Analyse (TXRF) –
Allgemeine Grundlagen und Begriffe**Total reflection X-ray fluorescence –
Principles and definitionsSpectrométrie de fluorescence des rayons X en réflexion totale –
Principes et définitions

Gesamtumfang 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlagen der TXRF	19
4.1 Allgemeines	19
4.2 Strahlführung	19
4.3 Modulation der Primärstrahlung	20
4.4 Messwinkel in der TXRF	21
4.5 Strahlprojektion	23
4.6 Stehende Röntgenwellen (XSW, en: X-ray standing waves)	23
4.7 Reflexion an Schichtsystemen	24
4.8 Fluoreszenzintensität	26
5 Kalibrierung und Qualitätskontrolle	27
5.1 Winkelkalibrierung	27
5.2 Energiekalibrierung	27
5.3 Kalibrierung der Elementempfindlichkeiten	28
5.4 Qualitätskontrolle der Probenanregung	28
5.5 Qualitätskontrolle der Elementdetektion	29
6 Proben und Probenvorbereitung	29
6.1 Probentypen	29
6.2 Probenträger und Probenvorbereitung	29
6.2.1 Allgemeines	29
6.2.2 Probenträger	29
6.2.3 Probenvorbereitung von Tropfenproben (Residuen)	30
6.2.4 Probenvorbereitung von partikulären Proben	30
6.2.5 Probenvorbereitung von Schichtproben	30
7 Quantitative Analyse	31
7.1 Verfahren der quantitativen Analyse	31
7.2 Vorbereitung einer Messung zur quantitativen Analyse	32
7.3 Durchführung einer quantitativen Analyse nach dem elementspezifischen Empfindlichkeitsverfahren (interne Standardisierung)	32
7.4 Ringversuch zum Beleg der Wiederholbarkeit und Richtigkeit der TXRF-Spektroskopie	33
7.5 Metrologische Rückführbarkeit (en: Traceability) in der TXRF	33
Anhang A (normativ) Kalibrierung mittels Ni-Bulk-Probe und Fresnelsche Funktionen, Fresnelsche Reflektivität, Beugung und Totalreflexion, Untergrundkorrektur, Peakkorrektur, Spektrenentfaltung	35
A.1 Kalibrierung mittels Ni-Bulk-Probe und Fresnel-Funktionen	35
A.2 Fresnelsche Reflektivität, Beugung und Totalreflexion	38
A.3 Untergrundkorrektur, Peakkorrektur, Spektrenentfaltung	39
Literaturhinweise	41

Bilder

Bild 1 — Eindringtiefe (Tiefe in der die Intensität der einfallenden Strahlung auf $I = I_0 \cdot e^{-1}$ abgefallen ist) von Röntgenstrahlung der Energie 17,4 keV (Mo-K α -Strahlung) in verschiedene Materialien in Abhängigkeit vom streifenden Einfallswinkel θ	9
Bild 2 — Schematische Darstellungen verschiedener möglicher TXRF-Messaufbauten	11

Bild 3 — Darstellung der Strahlengänge bei verschiedenen streifenden Einfallswinkeln	18
Bild 4 — Darstellung typischer TXRF Spektren. a) TXRF-Spektrum eines sauberen Quarzträgers erzeugt durch Anregung mit einer Mo-Röntgenröhre; b) TXRF-Spektrum einer Standardlösung mit 13 Elementen gleicher Konzentration	19
Bild 5 — Darstellung der Massenschwächungskoeffizienten (MAC, en: mass attenuation coefficient) für drei Materialien über einen weiten Energiebereich	21
Bild 6 — Spektrales Reflexionsvermögen für Mo-K α -Strahlung (17,4 keV) in Abhängigkeit vom Glanzwinkel an drei verschiedenen Materialien für eine perfekt glatte (a) und rauhe (b) Oberfläche (Rauheit $\sigma \approx 5$ nm rms)	22
Bild 7 — Darstellung der stehenden Röntgenwellen (X-ray Standing Waves, XSW) oberhalb einer reflektierenden Oberfläche. Intensitätsmaxima sind hell dargestellt. Mit steigendem Glanzwinkel θ sinkt der Abstand d_{XSW} zwischen den Maxima (siehe Gleichung (2)).	24
Bild 8 — Berechnetes spektrales Reflexionsvermögen R über die Photonenenergie der einfallenden Strahlung eines W/Si-Multilayers	25
Bild 9 — Relative Fluoreszenzintensität gegen streifenden Einfallswinkel für eine Schichtprobe (5 nm Ni) und eine Residuenprobe (gleiche Stoffmenge verteilt über einen Bereich von 1 μ m oberhalb der reflektierenden Oberfläche)	26
Bild A.1 — Fresnel-Bulk-Funktion einer unendlich dicken Ni-Schicht für Primärstrahlung dreier verschiedener Photonenenergien (17,44 keV (Mo K α), 9,72 keV (W L β), 8,04 keV (Cu K α)).	36
Bild A.2 — Fresnel-Funktionen von filmartigen und partikulären Proben auf einem Si-Träger für Primärstrahlung dreier verschiedener Photonenenergien (17,44 keV (Mo K α), 9,72 keV (W L β), 8,04 keV (Cu K α)).	38

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-16 AA „Chemische Oberflächenanalyse und Raster-sondenmikroskopie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 51003:2004-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einleitung mit Begründung zur Überarbeitung der Norm wurde ergänzt;
- b) normative Verweisungen wurden durch neue Normen zur Nomenklatur und Anwendung der TXRF ergänzt;
- c) Im Abschnitt 3 „Allgemeine Begriffe“ wurden grundlegende Begriffe der Röntgenfluoreszenz aufgrund der Verweisungen auf existierende Normen entfernt. Dafür wurden zahlreiche fehlende Begriffe, die für die TXRF relevant sind, ergänzt;
- d) ehemalige Abschnitte 4 (Physikalische Grundlagen), 6 (Modulation der Primärstrahlung) und 7 (Strahlführung) wurden zusammengefasst und mit Erläuterungen zum „stehenden Wellenfeld“ (XSW), Messwinkel und Fluoreszenzintensität ergänzt. Der Abschnitt 4 behandelt erstmals vollständig die Grundlagen der TXRF in textlicher Form. Alle Abbildungen wurden korrigiert bzw. aktualisiert;
- e) Inhalte der ehemaligen Abschnitte 5 (Strahlungsquellen) und 8 (Messung der Röntgenfluoreszenzstrahlung ...) wurden weitgehend gestrichen, da diese Grundlagen der Röntgenfluoreszenzanalytik enthielten, die in anderen Normen (z. B. DIN 51418) erläutert werden;
- f) Abschnitt 5 zur Kalibrierung und Qualitätskontrolle wurde komplett neu erstellt;
- g) Abschnitt 6 (Proben und Probenvorbereitung, zuvor Abschnitt 9) wurde aktualisiert bzw. im Bereich der Probenvorbereitung erweitert. Begriffe zu den Proben wurden in Abschnitt 3 (Begriffe) verschoben;
- h) im Abschnitt 7 (vorher Abschnitt 10) wurden Begriffe zur qualitativen Analyse weitgehend gestrichen, da diese in anderen Normen (DIN 51418, DIN 32633) erläutert werden. Dafür wurde der Abschnitt zur quantitativen Analytik deutlich erweitert durch eine Beschreibung der Vorbereitung und konkreten Durchführung der quantitativen Analytik;
- i) im Abschnitt 7 wurde die Beschreibung eines erfolgreichen Ringversuches aufgenommen;
- j) ehemaliger frühere Abschnitt 12 (Einsatzgebiete der TXRF) wurde gestrichen, da diese in anderen Normen (ISO/TS 18507) ausführlich beschrieben sind;
- k) Anhänge wurden überarbeitet und aktualisiert;
- l) Literaturverzeichnis wurde aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 51003: 2004-05

Einleitung

Die Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TXRF, en: Total reflection X-ray fluorescence analysis) konnte durch allgemeine technische Entwicklung zu einer robusten eigenständigen physikalischen Methode der instrumentellen analytischen Chemie entwickelt werden. Die TXRF ist eine dedizierte Multielement-Mikromethode und eine Methode der Oberflächenanalytik. Sie wird zum simultanen qualitativen Nachweis der Elemente und Quantifizierung der Elementmassen herangezogen. Dabei ist zu beachten, dass nur geringe Materialmengen zur Analyse verwendet werden, um alle Vorteile, die der Methode eigen sind, zu nutzen und so zu korrekten Analysewerten zu gelangen. Die TXRF findet ihren Einsatz in der Elementanalyse, wo auch andere atomspektroskopische Verfahren, wie die der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) oder induktiv gekoppelten Plasma-Techniken (ICP-OES und ICP-MS) etabliert sind. Darüber hinaus wird die TXRF in der Oberflächenanalyse wie z. B. die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES), die Photoelektronenspektroskopie (XPS), die Rutherford-Backscattering-Spektroskopie (RBS) oder die Sekundär-Ionen-Massenspektrometrie (SIMS) eingesetzt.

Wesentliche Unterschiede der TXRF zur herkömmlichen Röntgenspektrometrie XRF bestehen in der effizienten Art und Weise, das zu untersuchende Material zur Fluoreszenz anzuregen, was durch eine spezielle geometrische Anordnung im Spektrometer erreicht wird. Dabei wird der spektrale Untergrund drastisch reduziert und die Intensität der Fluoreszenzstrahlung nahezu verdoppelt. Dafür sind eine spezielle Probenvorbereitung und Probenpräsentation notwendig. Bei Beachtung dieser Randbedingungen erreicht die TXRF, obwohl eine vereinfachte Kalibrierung und Quantifizierung verwendet wird, ein hohes Maß an Richtigkeit und Wiederholbarkeit der Analysen. Die derzeit erreichbaren Nachweisgrenzen mit TXRF liegen um 10^{-12} g bzw. 10^{10} Atomen/cm² und damit um Größenordnungen niedriger als für die XRF. Die relativen Elementgehalte liegen, in Abhängigkeit der Matrix oder der Hauptbestandteile der Probe und für die zu untersuchende Elemente, zwischen 0,1 % bis hin zu 10^{-6} für die niedrigen Gehalte. Während in diesem Dokument wegen dessen internationaler Anwendung durchgängig das Kurzzeichen TXRF benutzt wird, ist für den deutschen Sprachraum ebenfalls das Kurzzeichen TRFA zulässig, da es mit dem englischen Begriff gleichbedeutend ist und sinngemäß auch in der Normenreihe DIN 51418 Verwendung findet.

Die Standardisierung der TXRF wurde für die Analytik von Umwelt- und biologischen Proben betrieben (ISO/TS 18507:2015, ISO 20289), doch haben diese als technische Spezifizierung ausgeführten ISO-Dokumente ihren Schwerpunkt in der Beschreibung der Probenpräparation, der Darstellung von Fallstudien und dem Vergleich mit anderen atomspektroskopischen Verfahren. In diesem Zusammenhang wurden international zwei Ringversuche initiiert, die aber aufgrund von Problemen bei der Auswahl der Proben und der unzureichenden Beschreibung der Probenvorbereitung zu einer breiten Streuung der Analyseergebnisse führten. Damit ergab sich die Notwendigkeit einer erfolgreichen Durchführung eines Ringvergleiches, der unter vergleichbaren Bedingungen mit optimierten konventionellen sowie neuartigen nanoskaligen Proben zu rückführbaren Messergebnissen führen sollte und damit die analytische Charakteristik der TXRF unabhängig von einer Probennahme und -vorbereitung beschreibt.

Dieses grundlegend überarbeitete Dokument berücksichtigt neue wissenschaftliche Ergebnisse und unterstützt die Probenpräparation und die Probenvorqualifizierung sowie unabhängige chemische und physikalische Rückführungsketten. Auf internationaler Ebene ist beabsichtigt über einen erweiterten Ringversuch ein ISO-Dokument zu erstellen, um ein zwingend erforderliches standardisiertes Verfahren für industrielle Anwendungen zu etablieren.

Auf internationaler Ebene wird die Normung durch das Internationale Technische Komitee ISO/TC 201 „Surface chemical analysis“ und dessen im Jahr 2016 eingerichteten Unterkomitee SC 10 „X-ray reflectometry (XRR) and X-ray fluorescence (XRF) analysis“ vorangetrieben. Die bisher publizierten Dokumente ISO/TS 18507:2015 und ISO 20289 zeigten die Notwendigkeit zur Überarbeitung der für die internationalen Dokumente grundlegenden und zitierten DIN 51003.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument definiert Grundlagen und Begriffe für Analyseverfahren, bei denen der Nachweis von Elementen und deren Gehaltsbestimmung durch Messen der Röntgenfluoreszenzstrahlung erfolgt.

Ziel dieses Dokuments ist es, Grundlagen und Begriffe für das Gebiet der TXRF aufzustellen und mit Begriffen für die Röntgenfluoreszenz-Analyse abzugleichen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 32633, *Chemische Analytik — Verfahren der Standardaddition — Verfahren, Auswertung, mit CD-ROM*

DIN 51009, *Optische Atomspektralanalyse — Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN 51418 (alle Teile), *Röntgenspektralanalyse — Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)*

DIN ISO 18115-1, *Chemische Oberflächenanalyse — Vokabular — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Begriffe für die Spektroskopie*

ISO 20289, *Surface chemical analysis — Total reflection X-ray fluorescence analysis of water*

ISO/TS 18507:2015, *Surface chemical analysis — Use of Total Reflection X-ray Fluorescence spectroscopy in biological and environmental analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN ISO 18115-1 und die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1 Begriffe bezüglich physikalischer Grundlagen

3.1.1

Glanzwinkel

streifender Einfallswinkel

θ

Winkel zwischen Strahlausbreitungsrichtung und reflektierender Oberfläche

Anmerkung 1 zum Begriff: Da in der TXRF sehr kleine Winkel relativ zur reflektierenden Oberfläche auftreten, wird in diesem Dokument durchweg als Messwinkel der sogenannte streifende Einfallswinkel bzw. Glanzwinkel zwischen Strahlausbreitungsrichtung und reflektierender Oberfläche verwendet. In Abgrenzung zum sogenannten Einfallswinkel, wie er z. B. im Snellius'schen Brechungsgesetz üblicherweise mit α bezeichnet ist, wird in diesem Dokument der Glanzwinkel mit θ bezeichnet.

3.1.2

Anregung der Probe

Erzeugung von Röntgenfluoreszenzstrahlung in der Probe durch Bestrahlung mit Primärstrahlung, üblicherweise mit einer ausgewählten Energie und unter dem Glanzwinkel θ

3.1.3

Strahlprojektion**Footprint**

Länge (bzw. Fläche) auf der Probe, auf die ein Strahl projiziert wird, d. h. welche er „beleuchtet“

Anmerkung 1 zum Begriff: Der englische Begriff „Footprint“ ist international aber auch im deutschsprachigen Raum geläufiger als der deutsche Begriff „Strahlprojektion“.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Parallelstrahl der Höhe h wird bei einem Glanzwinkel θ auf eine Länge F entsprechend der Gleichung

$$F = h / \sin(\theta) \quad (1)$$

projiziert.

3.1.4

stehende Welle

elektromagnetisches Feld mit ortsfesten, zeitunabhängigen Minima (Knoten) und Maxima (Bäuchen), das in einem räumlich definierten Bereich oberhalb des reflektierenden Mediums durch Interferenz zwischen reflektiertem und eintreffendem Strahl entsteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der Ausbildung einer stehenden Welle über einer ebenen Oberfläche (z. B. einem unbeschichteten Silizium- oder Glassubstrat) berechnet sich die sogenannte Periode des stehenden Wellenfeldes, d. h. der konstante Abstand zwischen benachbarten Knoten senkrecht zur Oberfläche des Mediums, nach

$$d_{\text{XSW}} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (2)$$

Für typische Messparameter, z. B. Mo-K α -Strahlung (17,4 keV, $\lambda = 0,071$ nm) und Glanzwinkel $\theta = 0,057^\circ$ (1 mrad) ergibt sich eine Periode von $d_{\text{XSW}} = 35$ nm.

Anmerkung 2 zum Begriff: Befindet sich auf der Oberfläche eine Einzel- oder Multischicht, oder liegt der Analyt in einer Form und Menge vor, die die Ausbildung des idealen stehenden Wellenfeldes verändert, ist die Berechnung der Periode aufwendiger. Eine physikalische Beschreibung des stehenden Wellenfeldes findet sich im Abschnitt 4.

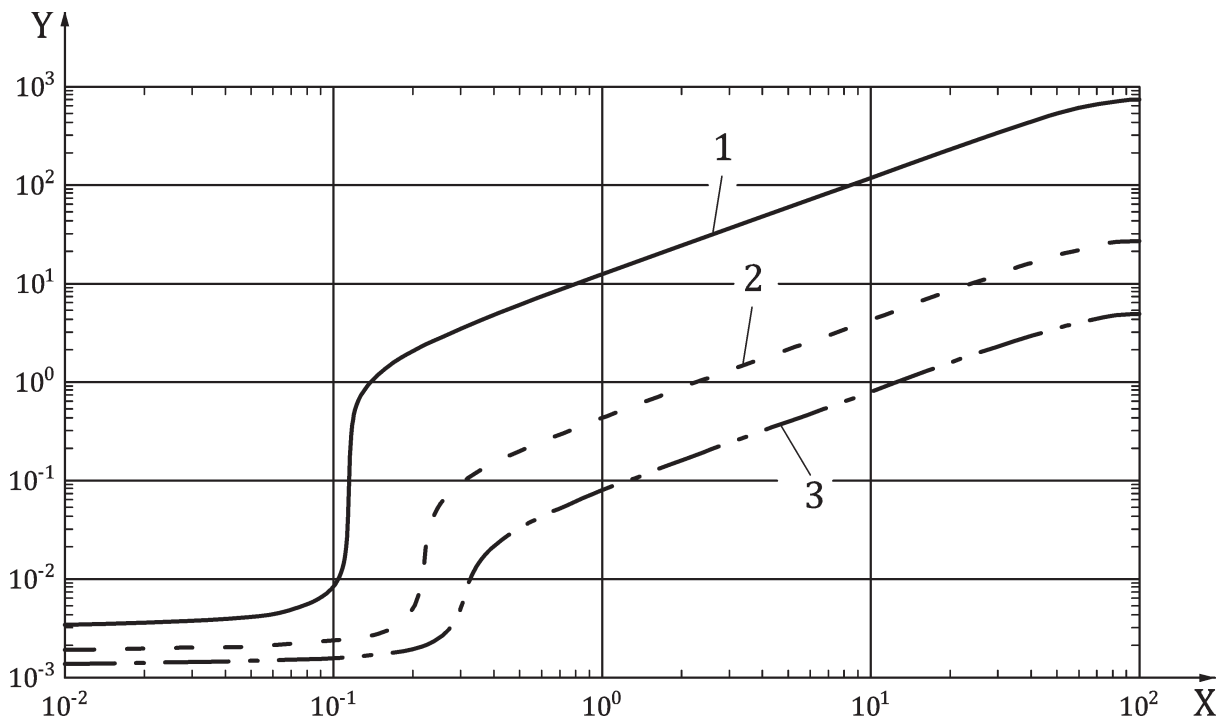
3.1.5

Eindringtiefe

Entfernung zur Oberfläche innerhalb des reflektierenden Mediums, in der die Intensität der eindringenden Strahlung durch Absorption auf den $1/e$ -ten Teil ihres ursprünglichen Wertes abgefallen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Abnahme der Intensität geschieht exponentiell senkrecht zur Oberfläche.

Anmerkung 2 zum Begriff: Unterhalb des kritischen Winkels nimmt die Eindringtiefe sprunghaft um bis zu mehreren Größenordnungen ab, siehe Bild 1. Bei sehr rauen Proben ist dieser Abfall deutlich schwächer ausgeprägt, und die Eindringtiefe bei sehr kleinen Winkeln steigt an.



Legende

X streifender Einfallswinkel θ , in $^{\circ}$

Y Eindringtiefe, in μm

1 Si

2 Ni

3 Pt

Bild 1 — Eindringtiefe (Tiefe in der die Intensität der einfallenden Strahlung auf $I = I_0 \cdot e^{-1}$ abgefallen ist) von Röntgenstrahlung der Energie 17,4 keV (Mo-K α -Strahlung) in verschiedene Materialien in Abhängigkeit vom streifenden Einfallswinkel θ

3.1.6

Fluoreszenzintensität

Intensität der von der Analysenprobe ausgehenden charakteristischen Röntgenstrahlung nach Anregung durch Röntgenstrahlung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Fluoreszenzintensität ist typischerweise abhängig vom Glanzwinkel, der Energie der anregenden Strahlung und der Zusammensetzung der Probe.

3.2 Begriffe bezüglich Strahlführung

3.2.1

Strahlführung

Führung des Primärstrahls und der Fluoreszenzstrahlung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Primärstrahlung wird von der Strahlungsquelle über einen Primärstrahlfilter, den Monochromator und den Probenträger bis zum Primärstrahlfänger geführt. Die Geometrie ist so angeordnet, dass am Probenträger ein Glanzwinkel unterhalb des kritischen Winkels der Totalreflexion vorliegt, die Strahlung also vollständig reflektiert wird. Emittierte Fluoreszenzstrahlung gelangt von der Probe durch die Detektorblende in den Detektor (siehe dazu Bild 2).

Anmerkung 2 zum Begriff: Es gibt Anwendungen der TXRF, bei denen das reflektierende Medium selbst das Untersuchungsobjekt ist. Beispiele sind Untersuchungen von Kontaminationen auf und in der Oberfläche des Mediums oder Dünnschichtsysteme.

3.2.2

Detektorblende

Lochblende zur Begrenzung des vom Detektor erfassten Raumwinkels der Probenstrahlung

3.3 Begriffe bezüglich Modulation der Primärstrahlung

3.3.1

Monochromator

Vorrichtung zur Selektierung eines engen Spektralbereichs

Anmerkung 1 zum Begriff: Typische Monochromatoren sind Kristallreflektoren, Gitter oder Multilayerspiegel.

3.3.2

Hoch- und Tiefpass-Filter

Anordnung zur Aussonderung des höher- oder niederenergetischen Teils der Primärstrahlung

3.3.3

Bandpass-Filter

Filter zur Nutzung eines schmalen oder auch breiten Bereichs des emittierten Röntgenspektrums

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Bandpass-Filter kann als Kombination je eines Hoch- und Tiefpassfilters, oder als Monochromator ausgeführt sein.

3.3.4

Strahlbegrenzungsblende

Vorrichtung zur räumlichen Begrenzung der primären Röntgenstrahlung, die unerwünschte Anteile der Primärstrahlung ausblendet

3.3.5

Primärstrahlfilter

Absorber

Filter zur Schwächung der primären Röntgenstrahlung oder von Teilen davon

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Abgrenzung von Hoch-, Tief- und Bandpassfiltern, die gewünschte Bereiche des Röntgenspektrums auswählen, wird der Primärstrahlfilter auch als Absorber bezeichnet, da er im Wesentlichen für die Reduzierung des einfallenden Photonenflusses verwendet wird, um z. B. Sättigung des Detektors (substantielle Totzeit durch Überschreitung der Verarbeitungskapazität) zu verhindern.

3.4 Begriffe bezüglich Probe

3.4.1

Probe

Teilmenge des zu untersuchenden Materials, das in der Regel durch eine entsprechende Probenvorbereitung in eine für eine atomspektroskopische Messung geeignete Form gebracht wurde

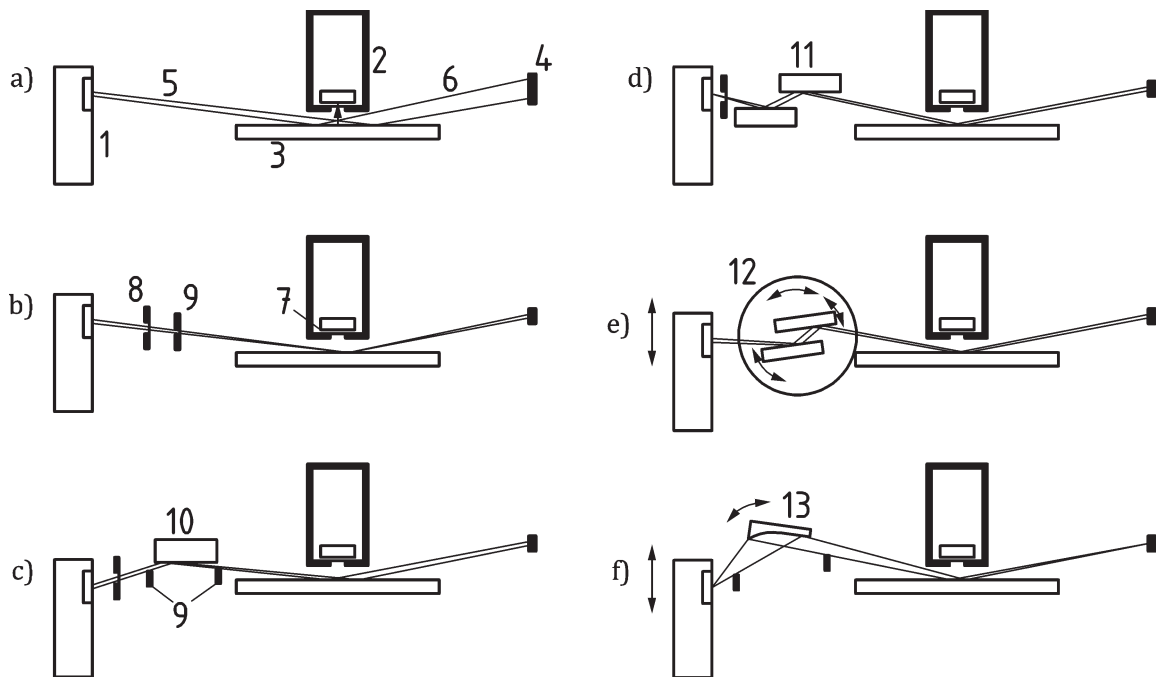
Anmerkung 1 zum Begriff: Weitere Begriffe siehe DIN 51009.

3.4.2

Probenvorbereitung

der Messprobenpräparation vorgelagerte chemische oder physikalische Behandlung der Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Einzelheiten zur Probenvorbereitung siehe ISO/TS 18507:2015 und ISO 20289.



Legende

- a) Einfacher Aufbau, Strahlung einer Röntgenquelle wird unter einem sehr kleinen Winkel auf einen Proben-träger geleitet und dort reflektiert. Positioniert man eine kleine Probenmenge auf dem Probenträger, so wird sie effizient zur Röntgenfluoreszenz angeregt.
- b) Mit einer effektiven Strahlführung unter Verwendung von Filtern und Blenden erreicht man ein deutlich verbessertes Signal-zu-Untergrund-Verhältnis.
- c) Verwendet man einen Reflektor, Bragg-Reflektor oder Filter und Blenden, erzeugt man einen nahezu monochromatischen Anregungsstrahl. Die Wirkung der Komponenten ist die eines Bandpassfilters.
- d) Wie c), jedoch mit zwei Reflektoren bzw. Bragg-Reflektoren.
- e) Der Einsatz eines Reflektor-Paares oder eines Bragg-Reflektoren Paares erlaubt eine parallele, durch-stimmbare monochromatische Anregungsstrahlung.
- f) Mit einem fokussierenden Reflektor oder fokussierenden Bragg-Reflektor kann die Photonendichte und damit die Intensität der Anregungsstrahlung auf dem Probenträger erhöht werden.

- 1 Röntgenquelle
- 2 Detektor
- 3 Probenträger
- 4 Strahl-Stopp
- 5 Primärer (Anregungs-)Strahl
- 6 reflektierter Strahl
- 7 Detektorblende
- 8 Filter
- 9 Strahlbegrenzung (Blende)
- 10 Einfacher Reflektor
- 11 Doppelter Reflektor
- 12 Bragg-Reflektor
- 13 Fokussierender Reflektor

Bild 2 — Schematische Darstellungen verschiedener möglicher TXRF-Messaufbauten

3.4.3

Probenpräparation

Messprobenpräparation

Herstellen einer für die Messung mit der TXRF geeigneten Messprobe durch Aufbringen auf den Probenträger und gegebenenfalls durch eine weitere, an die Probenart angepasste Behandlung

3.4.4

Bezugselement, interner Standard

vom Analyt verschiedenes, in der Probe enthaltenes oder der Probe zugesetztes Element, dessen Gehalt in der Messprobe bekannt ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Bedeutung des internen Standards in der quantitativen Analyse siehe 7.3.

3.4.5

Messprobe

jede Probe, die unmittelbar der Messung zugeführt wird; im Allgemeinen der Probenträger mit der aufgetragenen und zur Messung bestimmten dünnen Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: In Sonderfällen kann Oberflächenanalytik an ausreichend reflektierenden Materialien durchgeführt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Als dünn gilt eine Probe dann, wenn die Absorption der anregenden und der charakteristischen Röntgenstrahlung des Analyten vernachlässigt werden kann sowie eine Störung des stehenden Wellenfeldes weitgehend ausbleibt. Als Faustregel für maximale Dickenwerte sei verwiesen auf [1].

3.4.6

Referenzprobe

Referenzmaterial

Material, das ausreichend homogen und bezüglich einer oder mehrerer festgelegter Eigenschaften stabil ist, und so festgelegt wurde, dass es für seinen Verwendungszweck bei einer Messung geeignet ist und zur Analytlenkontrolle verwendet werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: In der TXRF sind Referenzproben überwiegend Proben mit definierten Analytgehalten und Matriceigenschaften.

3.4.7

Probenträger

geeignete Unterlage, auf der die Probe aufgebracht wird und im Strahlengang positioniert wird

3.4.8

Begriffe für flüssige Proben

3.4.8.1

Tropfen/Residuen

Rückstand aus flüssigen, gelösten oder dispergierten Proben nach Aufbringen kleinvolumiger Tropfen (pl, nl oder µl) und anschließender Trocknung auf einem Probenträger

3.4.8.2

nichtflüchtige Flüssigprobe

nichtflüchtige Flüssigkeit, z. B. Öle, die im nicht eingetrockneten Zustand gemessen werden

3.4.9

Begriffe für feste Proben

3.4.9.1**Pulverprobe**

pulverförmige Proben, die direkt auf den Probenträger aufgetragen werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei geringen Massenkonzentrationen können durch einen direkten Probenauftrag die relativen Elementverhältnisse ermittelt werden, selbst wenn die Bestimmung der Absolutmassen nicht möglich ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für eine quantitative Analyse muss eine Suspension hergestellt werden.

3.4.9.2**Suspension**

heterogenes Stoffgemisch aus einer Flüssigkeit und darin fein verteilten Festkörpern (Partikeln)

3.4.9.3**Aerosolprobe****Aerosolpartikel**

heterogenes Gemisch aus festen und flüssigen Schwebeteilchen, die durch Abscheidung aus der Luft auf Probenträgern mit geeigneten Einrichtungen (z. B. Kaskadenimpaktoren) gewonnen werden

3.4.9.4**Partikelprobe**

einzelne feste partikelförmige Probe, z. B. Lacksplitter, Faser, Staubpartikel oder andere Einzelprobe geringer Masse wie z. B. Mikrotom-Schnitt

Anmerkung 1 zum Begriff: Partikelproben werden direkt auf den Probenträger aufgebracht und fixiert.

3.4.9.5**Abriebprobe**

auf einen Probenträger durch Abrieb von dem zu analysierenden Gegenstand aufgetragenes Probenmaterial

3.4.9.6**kompakte Probe**

Probe, die aufgrund ihrer Eigenschaften eine direkte Vermessung ohne Probenträger nach dem Prinzip der Totalreflexion ermöglicht

3.4.9.7**Oberflächen-Probe**

Probe mit reflektierender Oberfläche, die auf anhaftende Verunreinigungen und Analytgehalte im Bereich der Eindringtiefe analysiert wird

3.4.9.8**Dünnschicht-Probe**

Probe, die aus mehreren Schichten besteht, wobei die obere(n) Schicht(en) dünn sein muss/müssen

3.5 Begriffe bezüglich des Aufnehmens und Auswertens von Messsignalen**3.5.1****Messparameter**

die Messung beeinflussende Auswahl oder Einstellung der Art bzw. Größe einzelner Bauteile, Baugruppen des TXRF-Spektrometers oder deren Kenndaten

Anmerkung 1 zum Begriff: Dazu gehören u. a. die Strahlführung, die Art der Röntgenröhre und der Filter, ggf. des Monochromators, die Röhrenspannung, der Röhrenstrom, die Messzeit, der Energiebereich, die Kanalbreite, die Formungszeit des spektroskopischen Verstärkers usw.