

**DIN 51418-2**

ICS 71.040.50; 01.040.71

Ersatz für  
DIN 51418-2:1996-09 und  
DIN 51418-2 Beiblatt 1:2000-04

**Röntgenspektralanalyse –  
Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) –  
Teil 2: Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und  
Auswertung**

X-ray spectrometry –  
X-ray emission and X-ray fluorescence analysis (XRF) –  
Part 2: Definitions and basic principles for measurements, calibration and evaluation of  
results

Spectrométrie de fluorescence de rayons X –  
Analyse par émission et par fluorescence de rayons X –  
Partie 2: Définitions et principes des mesures, étalonnages et évaluation

Gesamtumfang 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## Inhalt

|                                                                          | Seite     |
|--------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort .....</b>                                                     | <b>3</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich .....</b>                                         | <b>4</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen .....</b>                                    | <b>4</b>  |
| <b>3 Leistungsfähigkeit der Methode.....</b>                             | <b>4</b>  |
| <b>4 Analytik — Allgemeines .....</b>                                    | <b>5</b>  |
| <b>5 Art des zu charakterisierenden Materials .....</b>                  | <b>11</b> |
| <b>6 Probenvorbereitung/Probenpräparation in der RFA.....</b>            | <b>12</b> |
| <b>7 Probenarten .....</b>                                               | <b>14</b> |
| <b>8 Auswahl des Messprinzips und Optimierung der Messparameter.....</b> | <b>20</b> |
| <b>9 Messdatenaufbereitung, Messdatenverdichtung .....</b>               | <b>24</b> |
| <b>10 Datenaufbereitung .....</b>                                        | <b>27</b> |
| <b>11 Messunsicherheit.....</b>                                          | <b>35</b> |
| <b>12 Qualitätsüberwachung .....</b>                                     | <b>38</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Beiträge zur Messunsicherheit.....</b>          | <b>40</b> |
| <b>Anhang B (informativ) Zielscheibenmodell.....</b>                     | <b>42</b> |
| <b>Literaturhinweise .....</b>                                           | <b>43</b> |
| <b>Stichwortverzeichnis .....</b>                                        | <b>45</b> |

## Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ im Arbeitsausschuss NA 062-08-15 AA „Grundlagen der analytischen Atomspektroskopie“ in Zusammenarbeit mit dem NA 062-06-12 AA „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ des Fachausschuss Mineral- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Der Betrieb von Geräten zur Röntgenspektralanalyse mit Anregung durch Röntgenstrahlung unterliegt im Bereich der Bundesrepublik Deutschland den Vorschriften der „Verordnung über den Schutz vor Schäden durch Röntgenstrahlung (Röntgenverordnung – RöV)“ [1]. Den besten Strahlenschutz bieten Vollschutzgeräte nach Anlage 2 Absatz 3 der RöV, die nach § 8 der Bauart nach zugelassen sind und die nach § 4 Abs. 3 genehmigungsfrei betrieben werden dürfen.

Der Betrieb von Geräten mit Anregung durch ionisierende Strahlung (jedoch nicht durch Röntgenstrahlung) unterliegt im Bereich der Bundesrepublik Deutschland den Vorschriften der Verordnung über den Schutz vor Schäden durch ionisierende Strahlen (Strahlenschutzverordnung – StrlSchV) [9].

Für die Richtigkeit der in dieser Norm enthaltenen fremdsprachigen Benennungen (in der Reihenfolge englisch, französisch) übernimmt DIN trotz aufgewendeter Sorgfalt keine Gewähr.

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.

DIN 51418-2, *Röntgenspektralanalyse — Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)*, besteht aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine Begriffe und Grundlagen*
- *Teil 2: Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung*

## Änderungen

Gegenüber DIN 51418-2:1996-09 und DIN 51418-2 Beiblatt 1:2000-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm und Beiblatt in einem Dokument vereint;
- b) gleichberechtigte Einbeziehung wellenlängendispersiver und energiedispersiver Methoden;
- c) konsequente Einbeziehung der Messunsicherheit als Qualitätskriterium des Analysenergebnisses;
- d) Berücksichtigung moderner Auswerteverfahren und Vereinfachung des mathematischen Apparates zu deren Darstellung und Beschreibung;
- e) Einbeziehung neuer technischer Entwicklungen wie z. B. Detektoren und Handspektrometer;
- f) übersichtliche Strukturierung im Sinne der Herangehensweise an eine vorliegende Analysenaufgabe.

## Frühere Ausgaben

DIN 51418: 1974-10  
 DIN 51418-2: 1996-09  
 DIN 51418-2 Beiblatt 1: 2000-04

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) und legt dafür Begriffe und Grundlagen zur Versuchsplanung und -durchführung fest.

Diese Norm ist eine Grundlagennorm und keine Prüfnorm. Daher werden die Begriffe und Verfahren allgemein für die gesamte Methode der RFA definiert. Nicht alle hier definierten Begriffe sind für jede Anwendung in gleichem Maße relevant bzw. zwingend anzuwenden.

Die in dieser Norm beschriebenen statistischen Begriffe gelten für die Durchführung einer einzelnen Analyse. Die Anwendung der statistischen Begriffe wird in bestimmten Normen nach Vergleich- und Wiederholbedingungen jedoch unterschiedlich gehandhabt.

Ergänzend zu dieser Grundlagennorm gibt es eine Vielzahl von Prüfnormen für Produktprüfungen, an der mehr als ein Labor beteiligt sein kann. In diesem Fall gelten Vergleichbedingungen. Sie sind z. B. in DIN 32646 [2] oder DIN EN ISO 4259 [3] definiert und es gelten dafür zum Teil ergänzende Begriffe.

Ausgehend von der Leistungsfähigkeit der Methode, der Analysenzielsetzung, der Art des zu analysierenden Materials und der erforderlichen Präzision und Richtigkeit werden Verfahren und Methoden zur Probenpräparation, Auswahl des Spektrometertyps, Optimierung von Messparametern, Auswertestrategien und Kalibriermodelle, Ermittlung der Messunsicherheit sowie die Qualitätsüberwachung betrachtet.

Zielgröße im Sinne dieser Norm kann sein: Analytgehalt (Gehaltsdefinition siehe DIN 1310) (Massenanteil, Massenkonzentration, Stoffmengenkonzentration) eines Elements oder einer Komponente bzw. Flächenmasse oder Schichtdicke.

**ANMERKUNG** Die RFA liefert direkt nur Elementinformationen. Die Berechnung von Komponenten (z. B. Oxiden) dient zur Berücksichtigung nicht gemessener Elemente.

Verfahren zur Probenahme und Probenaufbereitung sind nicht Gegenstand dieser Norm.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

DIN 51418-1:2008-08, *Röntgenspektralanalyse — Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Grundlagen*

## 3 Leistungsfähigkeit der Methode

In Abgrenzung zu anderen analytischen Methoden der Elementanalytik hat die Röntgenfluoreszenzanalyse folgende charakteristische Merkmale:

- die Probe kann hinsichtlich ihrer Beschaffenheit kompakt, kleinteilig oder flüssig sein;
- die Probe muss nicht elektrisch leitfähig sein;
- die Probe wird durch die Röntgenanregung i. d. R. nicht verändert; das begünstigt die langzeitliche Stabilität der Messsignale;

- methodisch erfordert die RFA keine Probenpräparation. Dennoch kann Probenpräparation u. a. aus folgenden Gründen notwendig sein:
  - Anpassung der Laborprobe an die Geräteerfordernisse;
  - Inhomogenität der Probe;
  - Reduzierung von Matrixeffekten;
  - Reduzierung von kristallographischen und Korngrößeneinflüssen;
- die Messung verläuft zerstörungsfrei (Messprobe bleibt erhalten). Ausnahmen:
  - langlebige Farbzentren;
  - irreversible thermische oder chemische Veränderungen bei hohen Anregungsleistungen;
- der Elementebereich umfasst das gesamte Periodensystem mit Ausnahme der leichtesten Elemente ( $Z = 1$  bis  $Z = 4$ ). Je nach Typ des Spektrometers kann der Elementebereich jedoch weiter eingeschränkt sein;
- hohe Präzision mit Wiederholstandardabweichungen bis etwa 0,1 % relativ an Haupt- und Nebenkompontenten;
- einfach interpretierbare linienarme Spektren im Vergleich z. B. zur optischen Emissionsspektrometrie;
- breiter analysierbarer Gehaltsbereich von Analyten (mg/kg bis 100 %) in einem Messvorgang;
- komplette, physikalisch begründete, mathematische Modellierung der Wechselwirkungseffekte möglich;
- die Informationstiefe ist physikalisch determiniert und hat matrix- und linienabhängig eine Größenordnung zwischen Nanometer und Zentimeter (in Kombination mit der bestrahlten Fläche und der Strahlengeometrie auch „effektive Probe“ genannt).

## 4 Analytik — Allgemeines

### 4.1

#### Analysenzielsetzung

(en: objective of the analysis)

(fr: but de l'analyse)

Beschreibung der Aufgabenstellung hinsichtlich der zu ermittelnden qualitativen und/oder quantitativen Information über die Zusammensetzung der Probe, der zulässigen Messunsicherheit und gegebenenfalls der räumlichen Analytverteilung in der Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: In dieser Norm gelten Aussagen zum Analytgehalt in analoger Weise auch für die Flächenmaße und die daraus abgeleitete Größe „Schichtdicke“.

Anmerkung 2 zum Begriff: Unter räumlicher Verteilung kann sowohl eine Inhomogenität der Probe als auch eine Strukturierung der Probe verstanden werden.

Anmerkung 3 zum Begriff: Zusätzliche Gesichtspunkte können sein, dass die Messung am nicht mobilen Untersuchungsobjekt vor Ort stattfinden muss oder dass das Untersuchungsobjekt nicht verändert werden darf.

#### 4.1.1

##### **qualitative Analyse**

(en: qualitative analysis)

(fr: analyse qualitative)

Prüfung mit dem Ziel, ausschließlich das Vorhandensein von Analyten zu prüfen

Anmerkung 1 zum Begriff: Häufig wird die Unterscheidung in Haupt- und Nebenbestandteile auch als qualitative Analyse betrachtet, ist aber im Sinne dieser Norm eher eine quantitative Aussage.

#### 4.1.1.1

##### **qualitative Analyse durch visuelle Beurteilung von Spektren**

Prüfung auf Vorhandensein von Analysenlinien

Anmerkung 1 zum Begriff: Vergleich des Probenspektrums mit Vergleichsspektren (z. B. Leerprobe).

#### 4.1.1.2

##### **qualitative Analyse mit Hilfe statistischer Kriterien**

Vergleich der Intensität einer Analytlinie der Analysenprobe mit einem geeigneten kritischen Wert einer Bezugsintensität

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe DIN ISO 11843-2.

Anmerkung 2 zum Begriff: Zur Ermittlung des kritischen Wertes der Bezugsintensität werden der Mittelwert und die Standardabweichung der Bezugsintensität benötigt. Diese Kenndaten können ermittelt werden durch:

- a) Intensitätsmessung im Energie-/Wellenlängenbereich der Analysenlinie an einer Leerprobe;
- b) Messung des Untergrundes der Analysenprobe nahe der entsprechenden Analysenlinie.

Anmerkung 3 zum Begriff: Im Allgemeinen werden die Kenndaten durch Mehrfachmessung (Mehrfachpräparation) ermittelt. In der Nähe der Nachweisgrenze dominiert i. d. R. der zählstatistische Beitrag (siehe 11.1.1.1 und Anhang A) die Gesamtmessunsicherheit, so dass diese allein aus der Impulszahl  $N$  berechnet werden kann.

Anmerkung 4 zum Begriff: Das Vorhandensein des Analyten ist nachgewiesen, wenn die Intensität von dessen Analysenlinie größer ist als der kritische Wert der Bezugsintensität.

Anmerkung 5 zum Begriff: Zur Berechnung des kritischen Wertes der Bezugsintensität wird häufig deren 2-fache oder 3-fache Standardabweichung verwendet (siehe DIN 32645 und [2]).

#### 4.1.1.2.1

##### **Nachweisgrenze**

(en: limit of decision, lowest limit of detection (LLD))

(fr: limite de décision)

Entscheidungsgrenze für das Feststellen eines Analyten nach erfolgter Analyse (ja/nein-Entscheidung), ausgedrückt als Gehalt

Anmerkung 1 zum Begriff: Rechnerisch ergibt sich die Nachweisgrenze durch Umrechnung aus dem kritischen Wert der Bezugsintensität mit Hilfe der aktuellen Kalibrierfunktion (siehe DIN ISO 11843-2). DIN 32645 fordert eine gesonderte Kalibrierung in der Nähe der Nachweisgrenze. Diese kann beim Fehlen dafür geeigneter Kalibrierproben auch durch die aktuelle Kalibrierfunktion oder durch eine Zweipunkt-Kalibrierung ersetzt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Nachweisgrenze hängt ab von den Parametern des Analysenverfahrens, dem Analysengerät und der Matrix.

Anmerkung 3 zum Begriff: Bei einem Analytgehalt, der dem der Nachweisgrenze entspricht, kann der Analyt in nur 50 % der Fälle als vorhanden festgestellt werden, unabhängig davon, welche Kriterien zur Ermittlung des kritischen Wertes der Bezugsintensität verwendet wurden.

Anmerkung 4 zum Begriff: Nur wenn das Analyseergebnis oberhalb der Nachweisgrenze liegt, gilt der Analyt als nachgewiesen.

Anmerkung 5 zum Begriff: Die Nachweisgrenze kann für den Vergleich der Nachweisstärke verschiedener Analysenverfahren und verschiedener Analysenmethoden verwendet werden.

Anmerkung 6 zum Begriff: Nachweisgrenzen sind stets Vielfache von Standardabweichungen und insofern mit einer großen Unsicherheit behaftet.

**4.1.1.2.2****Erfassungsgrenze**

(en: limit of detection (LOD))

(fr: limite de détection)

Gehalt, bei dem das Vorhandensein des Analyten mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit, die größer als 50 % ist, festgestellt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe DIN ISO 11843-2.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die vorgegebene Wahrscheinlichkeit (Vertrauensniveau) wird üblicherweise mit 95 % angenommen.

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Erfassungsgrenze bezieht sich auf die Ergebnisse „nachgewiesen“ und „nicht nachgewiesen“ und dient nicht der Quantifizierung.

Anmerkung 4 zum Begriff: Für Gehalte an der Erfassungsgrenze ist der Analyt mit der o. g. Wahrscheinlichkeit nachweisbar.

Anmerkung 5 zum Begriff: Die Erfassungsgrenze wird genutzt, um „a priori“ ein Verfahren auszuwählen, mit dem ein definierter Mindestgehalt des Analyten nachgewiesen werden kann ohne ihn zu quantifizieren (z. B. Grenzwertüberwachung).

Anmerkung 6 zum Begriff: In der Praxis wird die Erfassungsgrenze mit mindestens dem Doppelten der Nachweisgrenze abgeschätzt, sofern beide auf dem gleichen Vertrauensniveau ermittelt werden.

**4.1.2****quantitative Analyse**

(en: quantitative analysis)

(fr: analyse quantitative)

Bestimmung von Analytgehalt oder Flächenmasse

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Angabe des Analytgehaltes als Gehalt einer Komponente (Oxid oder andere Verbindung) beruht auf Kenntnissen oder Annahmen, in welcher Verbindung der Analyt vorliegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Kennzeichnende Begriffe für die Qualität des Ergebnisses einer quantitativen Analyse sind Präzision und Richtigkeit.

**4.1.2.1 Statistische Kenngrößen****4.1.2.1.1****Bezugswert für die Ermittlung der Richtigkeit**

bester bekannter Näherungswert für den tatsächlichen Analytgehalt einer Kontrollprobe

Anmerkung 1 zum Begriff: Da bei der experimentellen Ermittlung des Bezugswertes unter realen Bedingungen sowohl Streuungen als auch systematische Abweichungen bei den Messwerten auftreten, ist der Bezugswert ebenfalls mit einer Unsicherheit behaftet.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Bezugswert (z. B. Mittelwert aus Ringversuchsergebnissen) ist der beste bekannte Näherungswert für den tatsächlichen Analytgehalt („wahrer Wert“, siehe DIN 32632-1).

Anmerkung 3 zum Begriff: In anderen Normen werden anstelle des Begriffs „Bezugswert“ ähnliche Begriffe wie „richtiger Wert“ (DIN 55350-13, DIN 1319-1) oder „anerkannter Wert“ (DIN EN ISO 4259) verwendet.

**4.1.2.1.2****Präzision**

(en: precision)

(fr: fidélité)

qualitative Bezeichnung für das Ausmaß der gegenseitigen Annäherung voneinander unabhängiger Analysenergebnisse bei mehrfacher Anwendung eines festgelegten Analysenverfahrens unter vorgegebenen Bedingungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Angabe des Analytgehaltes als Gehalt einer Komponente (Oxid oder andere Verbindung) beruht auf Kenntnissen oder Annahmen, in welcher Verbindung der Analyt vorliegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Kennzeichnende Begriffe für die Qualität des Ergebnisses einer quantitativen Analyse sind Präzision und Richtigkeit.

[QUELLE: DIN 55350-13:1987-01, Begriff 2.1.2, modifiziert – Anmerkungen nicht übernommen]

#### 4.1.2.1.3

##### **Richtigkeit**

(en: trueness)

(fr: justesse)

qualitative Bezeichnung für das Ausmaß der Annäherung des Erwartungswertes des Analysenergebnisses an den Bezugswert

[QUELLE: DIN 55350-13:1987-01, Begriff 2.1.1, modifiziert – Definition nicht vollständig übernommen]

Anmerkung 1 zum Begriff: Dient zur Beschreibung der Abweichung des Erwartungswertes vom Bezugswert (siehe DIN 32632-1) und charakterisiert damit systematische Einflüsse.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ersatzweise wird für den Erwartungswert DIN 55350-13 der Mittelwert aus einer endlichen Anzahl von Einzelwerten verwendet (siehe Anhang B).

Anmerkung 3 zum Begriff: Das Maß für die Richtigkeit ist die Differenz dieses Mittelwertes zum Bezugswert („Soll-Ist-Abweichung“). Als Bezugswert kann verwendet werden:

- zertifizierter Wert eines zertifizierten Referenzmaterials von geeigneter Zusammensetzung;
- in einem Ringversuch für eine Probe erhaltener Mittelwert für den Analytgehalt.

Anmerkung 4 zum Begriff: Bei ähnlicher quantitativer Zusammensetzung von Analysenprobe und Referenzprobe und bei gleichen Messbedingungen kann die Differenz auch als Maß für die Richtigkeit auf die Analysenprobe übertragen werden.

#### 4.1.2.1.4

##### **Genauigkeit**

(en: accuracy)

(fr: exactitude)

qualitative Bezeichnung für das Ausmaß der Annäherung eines einzelnen Analysenergebnisses an den Bezugswert

[QUELLE: DIN 55350-13:1987-01, Begriff 2.1, modifiziert – Definition nicht vollständig übernommen und Anmerkungen nicht übernommen]

Anmerkung 1 zum Begriff: Genauigkeit ist ein Oberbegriff für Präzision und Richtigkeit. Die Präzision (4.1.2.1.2) charakterisiert zufällige Einflüsse und die Richtigkeit (4.1.2.1.3) systematischer Einflüsse (siehe DIN 32632-1, Anhang B). Die Präzision und Richtigkeit des Messergebnisses werden durch das Analysenverfahren beeinflusst, welches den Erfordernissen der Analysenzielsetzung anzupassen ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Umgangssprachlich wird unter Genauigkeit aber manchmal fälschlicherweise nur die Präzision verstanden.

Anmerkung 3 zum Begriff: Abhängig von der Analysenzielsetzung kann der Schwerpunkt bei der Präzision (z. B. Homogenitätsbestimmung) oder bei der Richtigkeit (z. B. Grenzwertüberwachung) liegen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Das Maß für die Genauigkeit ist die Messunsicherheit.

#### 4.1.2.1.5

##### **Bestimmungsgrenze**

(en: limit of determination, limit of quantification)

(fr: limite de détermination, limite de quantification)

Grenze oberhalb derer die quantitative Angabe eines Analytgehaltes möglich ist unter Vorgabe einer zulässigen maximalen relativen Messunsicherheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Häufig wird für die Ermittlung der Bestimmungsgrenze eine relative Messunsicherheit von 10 % angenommen, was mindestens dem 3-fachen der Nachweisgrenze entspricht [2].

Anmerkung 2 zum Begriff: Entscheidungskriterium zur Auswahl/Eignung eines Verfahrens zur quantitativen Ermittlung eines Analyten bzw. Stoffes. Sie repräsentiert den kleinsten Gehalt des Analyten, der sinnvoll quantitativ ermittelt werden kann.

**4.1.2.2****quantitative Analyse von sehr niedrigen Gehalten**

Bestimmung von geringen Elementgehalten oberhalb der Bestimmungsgrenze mit daraus resultierenden hohen relativen Messunsicherheiten

Anmerkung 1 zum Begriff: Typische Anwendungsgebiete sind:

- Grenzwertüberwachung;
- Umweltanalytik;
- Spurenanalytik.

Anmerkung 2 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- Präparationstechniken, die vorzugsweise ohne Verdünnung der Laborprobe auskommen;
- Vermeidung von Kontamination und Analytverlusten;
- typischerweise lange Messzeiten;
- Kalibriermodelle: Fundamentalparametermodelle, fundamentalparameterunterstützte Modelle (hybride Modelle).

**4.1.2.3****quantitative Analyse mit geringen Genauigkeitsanforderungen**

Bestimmung von Hauptkomponenten mit einer relativen Messunsicherheit von typischerweise etwa 10 %

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird auch als halbquantitative (semiquantitative) Analyse bezeichnet.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für Nebenkomponten und Spuren ergeben sich i. d. R. höhere Messunsicherheiten.

Anmerkung 3 zum Begriff: Typische Anwendungsgebiete sind:

- Analyse unbekannten Materials;
- Übersichtsanalyse gegebenenfalls mit Materialidentifikation.

Anmerkung 4 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- Probenpräparation: Originalzustand, Schüttung;
- Messzeit: hohe zählstatistische Unsicherheit erlaubt, d. h. kurze Messzeiten möglich;
- Kalibriermodelle: Fundamentalparametermodelle, fundamentalparameterunterstützte Modelle (hybride Modelle).

**4.1.2.4****quantitative Analyse mit hohen Genauigkeitsanforderungen**

Bestimmung von Hauptkomponenten mit einer relativen Messunsicherheit von etwa 1 %

Anmerkung 1 zum Begriff: Für Nebenkomponten und Spuren ergeben sich i. d. R. höhere Messunsicherheiten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Diese zulässige Messunsicherheit ist typisch für die Mehrzahl von Qualitätssicherungs- und Kontrollprozessen in:

- Geochemie;
- Metallurgie;
- Elektronik;
- Glas und Keramik;
- Zement und Baustoffe;
- Petrochemie.

Anmerkung 3 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- Probenpräparation: Pulvertabletten, gegebenenfalls nach Feinmahlung, Erzeugung hoher Oberflächenqualität bei homogenen Kompaktproben, Schmelzaufschluss;
- Messzeit: zählstatistischer Beitrag zur Unsicherheit typisch < 0,3 %;
- Kalibrierung für bekannte Matrix;
- Kalibriermodelle: standardbasierte empirische Modelle, fundamentalparameterunterstützte Modelle (hybride Modelle);
- Kalibrierproben erforderlich.

#### 4.1.2.5

##### **quantitative Analyse mit sehr hohen Genauigkeitsanforderungen**

Bestimmung von Hauptkomponenten mit einer relativen Messunsicherheit von bis zu 0,1 %

Anmerkung 1 zum Begriff: Für Nebenkomponten und Spuren ergeben sich i. d. R. höhere Messunsicherheiten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wird umgangssprachlich häufig Präzisionsanalytik genannt.

Anmerkung 3 zum Begriff: Typische Anwendungsgebiete sind:

- Zertifizierung von Referenzmaterialien;
- Edelmetallanalytik;
- Direktbestimmung von Hauptkomponenten in Reinststoffen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- Probenpräparation: Schmelztablette unter optimierten Bedingungen, Erzeugung hoher Oberflächenqualität bei homogenen Kompaktproben, Herstellung von Lösungen;
- Kalibrierung für eng begrenzte Gehaltsbereiche mit bekannter Matrix;
- Kalibriermodelle: standardbasierte empirische Modelle, interne Standardisierung, Standardaddition, Eingabelung, Rekonstitution;
- Kalibrierproben (zertifiziertes Referenzmaterial) hoher Qualität erforderlich;
- Messzeit: Beitrag der zählstatistischen Unsicherheit < 0,03 % für den Analyten.

#### 4.1.3

##### **Schichtcharakterisierung**

(en: thin film characterisation)

(fr: caractérisation de couches minces)

Bestimmung von Flächenmassen, Schichtdicken und ggf. Schichtzusammensetzung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die gemessene Intensität hängt von der Flächenmasse des Analyten ab. Die Schichtdicke kann aus der Flächenmasse mit Hilfe der Dichte bestimmt werden. Die Dichte einer Schicht entspricht aber i. d. R. nicht der des kompakten Materials.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei Mehrschichtsystemen muss der Schichtaufbau bekannt sein.

Anmerkung 3 zum Begriff: Eine typische Anwendung ist die Analyse von dekorativen oder funktionalen Beschichtungen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- der Schichtaufbau darf durch die Probenpräparation nicht beeinflusst werden;
- Kalibriermodelle: fundamentalparameterunterstützte Modelle (hybride Modelle), standardbasierte empirische Modelle.

#### 4.1.4

##### **Materialidentifikation**

(en: materials identification)

(fr: identification de matériaux)

Zuordnung des analysierten Materials zu einer Materialklasse

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei spezifischer Eingrenzung der Materialklasse wird auch von PMI (positive Materialidentifikation) gesprochen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Materialidentifikation kann durch Vergleich gemessener Elementgehalte mit Spezifikationsgrenzen erfolgen. In diesem Fall handelt es sich um eine spezielle Form der quantitativen Analyse.

Anmerkung 3 zum Begriff: In allen anderen Fällen erfolgt die Materialidentifikation auf der Basis des Vergleiches von Spektren oder Analytintensitäten mit denen von Referenzproben.

Anmerkung 4 zum Begriff: Typische Anwendungsgebiete sind:

- Verwechslungsprüfung;
- Prozesskontrolle.

Anmerkung 5 zum Begriff: Weitere charakteristische Merkmale sind:

- identische Präparation von Analysen- und Vergleichsproben;
- der Aufgabenstellung angepasste Messzeit;
- eine Kalibrierung ist nicht in jedem Fall erforderlich;
- zur Vergleichsmessung ist Referenzmaterial erforderlich.

## 5 Art des zu charakterisierenden Materials

### 5.1

#### **kompaktes Material**

(en: compact material)

(fr: matériau massif)

festes Material, von dem jedes Einzelstück für das Gesamtmaterial repräsentativ ist und von der Materialmenge her für die Analyse ausreicht

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Einzelstück kann auch das Gesamtmaterial sein.

#### 5.1.1

##### **beschichtetes Material**

(en: coated material)

(fr: matériau recouvert)

Substrat mit ein- oder mehrlagiger Auflage, die dünn ist gegenüber der Schichtdicke, aus der die für die Analyse genutzte charakteristische Strahlung austritt

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Begriff Informationstiefe (7.1.3.2).

#### 5.1.2

##### **strukturiertes Material**

(en: structured material)

(fr: matériau à structure hétérogène)

kompaktes Material, das durch eine inhomogene Elementverteilung charakterisiert ist

### 5.2

#### **kleinteiliges Material**

(en: finely divided material)

(fr: matériau divisé)

festes Material, bestehend aus vielen Einzelstücken, die einzeln von der Materialmenge her nicht für die Analyse ausreichen oder für das Gesamtmaterial nicht repräsentativ sind

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein einzelnes kleines Teil kann für die Mikro-RFA auch als Kompaktprobe gelten.

BEISPIEL      Pulver, Späne, Granulat, Staub.

### 5.3

#### **flüssiges Material**

(en: liquid material)

(fr: matériau liquide)

Material, das Fließeigenschaften aufweist

Anmerkung 1 zum Begriff: Glas wird als kompaktes Material betrachtet.

BEISPIEL      Homogene Flüssigkeit, Paste, Suspension, Schlamm.

## 6 Probenvorbereitung/Probenpräparation in der RFA

### 6.1

#### Probenpräparation

Probenvorbereitung

(en: sample preparation)

(fr: préparation des échantillons)

chemische oder physikalische Behandlung des Materials zur Herstellung der Messprobe

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Vorgang der Probenahme, der zur Laborprobe führt, wird hier nicht betrachtet. Es wird aber vorausgesetzt, dass die Laborprobe repräsentativ ist für das Gesamtmaterial.

Anmerkung 2 zum Begriff: Zielsetzung der Analyse ist i. d. R. die Bestimmung von Gehalten im trockenen Material. Restfeuchte führt zur Verdünnung und beeinflusst das Analysenergebnis.

Anmerkung 3 zum Begriff: Einzelheiten zur Probenvorbereitung werden u. a. in Prüfnormen festgelegt.

#### 6.1.1

##### Homogenität des Materials

(en: homogeneity of the material)

(fr: homogénéité du matériau)

Eigenschaft des Materials, die darin besteht, dass die effektive Probe repräsentativ für das zu charakterisierende Material ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Auch ein mehrphasiges Material (z. B. Suspension, Mischung verschiedener Pulver usw.) kann nach dieser Definition homogen sein.

#### 6.1.2

##### Präparationsmethode

(en: method of sample preparation)

(fr: méthode de préparation des échantillons)

Vorgehensweise zur Herstellung einer Messprobe

Anmerkung 1 zum Begriff: Dazu sind i. d. R. folgende Schritte erforderlich:

- die für das Analysengerät nötige Geometrie (Abmessungen, ebene Messfläche) herstellen;
- die Repräsentativität des detektierten Volumens (effektive Probe) für die jeweilige analytische Zielsetzung sicherstellen (zu beachten sind z. B. folgende Einflüsse: Korngröße, Riefen, Mikrostruktur, mineralogische und metallurgische Effekte, Sedimentation, Entmischung, Kontamination, Inhomogenität);
- die Probe an die Auswertestrategie anpassen (interner Standard, Reduzierung der Matrixeffekte z. B. durch Verdünnung, Hinzufügen eines Absorbers).

##### 6.1.2.1 Methoden zur Präparation von kompaktem Material

###### 6.1.2.1.1 Kompaktes Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung ausreicht

- Herstellen der für das Analysengerät notwendigen Geometrie und einer sauberen ebenen Messfläche (z. B. Trennen, Fräsen/Drehen, Schleifen/Polieren, Reinigen, Ausstanzen).

###### 6.1.2.1.2 Kompaktes Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung nicht ausreicht

- Überführen in kleinteiliges Material (z. B. durch Mahlen, Schneiden, Zerspanen). Weiteres Vorgehen nach 6.1.2.2;
- In Lösung bringen (z. B. Lösen, Aufschließen). Weiteres Vorgehen nach 6.1.2.3;
- Anwendung von Sonderverfahren (z. B. Umschmelzen).

ANMERKUNG Es gibt Material, das keine Veränderung zulässt (z. B. Kunstgegenstände, Schmuck, Fertigteile oder Halbfabrikate). In solchen Fällen sind i. d. R. Spezialgeräte erforderlich.

### 6.1.2.2 Methoden zur Präparation von kleinteiligem Material (z. B. Pulver, Späne, Granulat, Stäube)

#### 6.1.2.2.1 Kleinteiliges Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung ausreicht

- Herstellen der für das Analysengerät notwendigen Geometrie und einer ebenen Messfläche;
- Schüttprobe;
- Pressling.

#### 6.1.2.2.2 Kleinteiliges Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung nicht ausreicht

- Homogenisieren durch Zerkleinern des Materials (Mahlen). Weiteres Vorgehen nach 6.1.2.2.1;
- Überführen in eine Schmelzprobe (siehe 6.1.2.5.4);
- In Lösung bringen. Weiteres Vorgehen nach 6.1.2.3.

ANMERKUNG Kleinstmengen von Material erfordern spezielle Präparationstechniken (z. B. Sammeln auf Filtern, Aufbringen auf Tape oder Objekträger, Pressen auf Unterlage z. B. Zellulose Boreox).

### 6.1.2.3 Methoden zur Präparation von flüssigem Material

#### 6.1.2.3.1 Flüssiges Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung ausreicht

In Abhängigkeit von z. B. Viskosität und Schmelzpunkt können unterschiedliche Methoden zur Präparation nötig sein, z. B.

- Einbringen in geeignetes Probengefäß (z. B. Küvette, Flüssigkeitsbecher, Durchflussküvette im Online-System);
- Überführen in eine Probe auf Träger (z. B. Auftropfen und Eintrocknen).

#### 6.1.2.3.2 Flüssiges Material, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung nicht ausreicht

- Trennung der Phasen (z. B. Filtern) und deren separate Messung;
- Homogenisieren der Phasen (z. B. Aufnehmen in Feststoff, Mischen mit Zusätzen).

### 6.1.2.4 Methoden zur Präparation von Material auf Trägern

#### 6.1.2.4.1 Material auf Trägern, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung ausreicht

- Anpassen des Trägers an die Gerätegeometrie (z. B. Ausstanzen, Ausschneiden).

#### 6.1.2.4.2 Material auf Trägern, dessen Homogenität für die Analysenzielsetzung nicht ausreicht

- Überführen in flüssige Phase.

### 6.1.2.5 Spezialmethoden

#### 6.1.2.5.1

##### Probenverdünnung

(en: sample dilution)

(fr: dilution des échantillons)

Verdünnung des zu analysierenden Materials zur Verminderung von Matrixeinflüssen

Anmerkung 1 zum Begriff: Dies kann realisiert werden:

- bei einer Schmelzprobe mit Hilfe des Aufschlussmittels;
- bei flüssigen Proben durch Verdünnen;
- beim Pressling durch Zusatz eines Bindemittels.

#### 6.1.2.5.2

##### **Absorber**

(en: absorber)

(fr: absorbant)

Zusatzmittel zur Verringerung von Matrixeinflüssen

BEISPIEL      Oxide schwerer Elemente wie La oder Ce beim Schmelzaufschluss.

#### 6.1.2.5.3

##### **Anreicherungsverfahren**

(en: preconcentration procedure)

(fr: procédé de préconcentration)

Verfahren zur Erhöhung des Analytgehaltes

Anmerkung 1 zum Begriff:      Diese Verfahren dienen der Verbesserung des Nachweisvermögens.

BEISPIEL      Eindampfen oder Ausfällen.

#### 6.1.2.5.4

##### **Schmelzaufschluss**

(en: fusion)

(fr: fusion)

Lösen des Materials in der Schmelze eines glasbildenden Aufschlussmittels zur Herstellung einer Glastablette

Anmerkung 1 zum Begriff:      Als Aufschlussmittel werden häufig Lithium- und Natriumborate verwendet.

Anmerkung 2 zum Begriff:      Ggf. ist eine vorherige Oxidation notwendig.

Anmerkung 3 zum Begriff:      Schmelzaufschlüsse werden aus folgenden Gründen durchgeführt:

- Homogenisierung;
- Reduzierung bzw. Vereinheitlichung von Matrixeffekten;
- Beseitigung von Korngrößen- und mineralogischen Effekten;
- Herstellung einer glatten und ebenen Oberfläche;
- Synthetisieren von Kalibrierproben aus Primärsubstanzen möglich (z. B. Rekonstitutionstechnik [3]).

Anmerkung 4 zum Begriff:      Zusätzlich können noch andere Chemikalien zugegeben werden z. B. zur Beeinflussung der Oberflächenspannung und zur Verbesserung des Abgießverhaltens.

Anmerkung 5 zum Begriff:      In Abhängigkeit von der Temperatur und der Zusammensetzung des Materials und Aufschlussmittels kann es zur Verflüchtigung bestimmter Elemente und Verbindungen kommen.

Anmerkung 6 zum Begriff:      Ausgangspunkt für den Schmelzaufschluss ist i. d. R. getrocknetes Material.

## **7 Probenarten**

### **7.1**

#### **Probe**

(en: sample)

(fr: échantillon)

Oberbegriff für einen Teil oder die Gesamtheit des zu charakterisierenden Materials oder Referenzmaterials, an dem eine analytische Messung vorgenommen wird

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, Begriff 8.1, modifiziert – Anmerkung nicht übernommen]

Anmerkung 1 zum Begriff:      Die nachfolgend definierten Begriffe für Probenarten lassen sich nur zum Teil anwenden, wenn die Messung am nicht mobilen Untersuchungsobjekt vor Ort stattfindet oder das Untersuchungsobjekt nicht verändert werden kann oder darf.