

DIN ISO 15632

ICS 71.040.99

Einsprüche bis 2015-06-03

Entwurf

**Mikrobereichsanalyse –
Instrumentelle Leistungsparameter zur Spezifizierung und Überprüfung
energiedispersiver Röntgenspektrometer für die Anwendung in der
Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse (ISO 15632:2012);
Text Deutsch und Englisch**

Microbeam analysis –

Instrumental performance parameters for the specification and checking of
energy-dispersive X-ray spectrometers for use in electron probe microanalysis
(ISO 15632:2012);

Text in German and English

Analyse par microfaisceaux –

Paramètres de performance instrumentale pour la spécification et le contrôle des
spectromètres X à sélection d'énergie utilisés en microanalyse par sonde à électrons
(ISO 15632:2012);

Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-04-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Anforderungen	8
4.1 Allgemeine Beschreibung	8
4.2 Energieauflösung	8
4.3 Totzeit	9
4.4 Peak-zu-Untergrund-Verhältnis	9
4.5 Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz	9
5 Überprüfen weiterer Leistungsparameter	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Stabilität der Energieskala und –auflösung	10
5.3 Pile-up-Effekte (Impulsaufstockung)	10
5.4 Regelmäßige Überprüfung der Spektrometerleistung	10
Anhang A (normativ) Messung der Linienbreiten (FWHM) zur Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers	11
A.1 Proben	11
A.2 Probenpräparation	11
A.3 Vorbereitung	11
A.4 Messbedingungen	11
A.5 Untergrundsubtraktion	12
A.6 Berechnung der FWHM	12
A.7 Beispiele	12
Anhang B (normativ) Bestimmung des L-zu-K-Verhältnisses als ein Maß für die Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz des Messgeräts	15
B.1 Proben	15
B.2 Messbedingungen	15
B.3 Berechnung des L-zu-K-Verhältnisses	15
B.4 Umrechnung des L-zu-K-Verhältnisses für $\text{TOA} \neq 35^\circ$	15
Literaturhinweise	18

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm (ISO 15632:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SAC (China) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-18 AA „Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 15632:2012 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Für die im nachfolgenden Text zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Normen hingewiesen.

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

ISO 18115-1 siehe DIN ISO 18115-1*

ISO 22309 siehe DIN ISO 22309**

* in Vorbereitung

** zurzeit Entwurf

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 18115-1, *Surface chemical analysis — Vocabulary — Part 1: General terms and terms used in spectroscopy*

DIN ISO 22309, *Mikrobereichsanalyse — Quantitative Analyse mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDS) für Elemente mit der Ordnungszahl 11 (Na) oder höher*

Mikrobereichsanalyse — Instrumentelle Leistungsparameter zur Spezifizierung und Überprüfung energiedispersiver Röntgenspektrometer für die Anwendung in der Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse

Einleitung

Die jüngsten Fortschritte in der energiedispersiven Röntgenspektrometrie (en: energy-dispersive x-ray spectrometry, EDS) durch verbesserte Herstellungstechnologien für Detektorkristalle und Anwendung verbesserter Impuls-Verarbeitungstechniken haben die allgemeine Leistungsfähigkeit der Spektrometer verbessert, insbesondere bei hohen Impulsraten und im Niederenergiebereich (unterhalb von 1 keV). Es wurde notwendig, diese Internationale Norm zu überarbeiten, weil die Siliciumdrift-detektor-Technologie (en: silicon drift detector, SDD) nicht enthalten war. SDDs bieten mit Si-Li-Detektoren vergleichbare Leistungen, sogar bei erheblich höheren Impulsraten. Diese Internationale Norm wurde daher mit Kriterien zur Bewertung der Leistung derartiger moderner Spektrometer aktualisiert.

In der Vergangenheit wurde ein Spektrometer normalerweise durch seine Energieauflösung im Hochenergiebereich definiert, z. B. Halbwertsbreite (en: full peak width at half maximum, FWHM) der Mangan $K\alpha$ -Linie. Um die Eigenschaften im Niederenergiebereich festzulegen, werden vom Hersteller Werte für die FWHM bei Kohlenstoff K, Fluor K oder beim Nullpeak angegeben. Einige Hersteller spezifizieren außerdem ein Peak-zu-Untergrund-Verhältnis, das in einem Spektrum aus einer ^{55}Fe -Quelle als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis oder in einem Bor-Spektrum als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis definiert werden kann. Für die gleiche Größe werden manchmal unterschiedliche Definitionen verwendet. Die Empfindlichkeit des Spektrometers bei niedrigen Energien bezogen auf die Empfindlichkeit bei hohen Energien hängt stark vom Aufbau des Detektorkristalls und vom Strahleneintrittsfenster ab. Obwohl eine hohe Empfindlichkeit bei niedrigen Energien für die Anwendung des Spektrometers bei der Analyse von Verbindungen aus leichten Elementen wichtig ist, spezifizieren die Hersteller normalerweise keine Energieabhängigkeit für die Spektrometereffizienz.

Diese Internationale Norm wurde wegen der weltweiten Nachfrage nach Mindestanforderungen an energiedispersive Röntgenspektrometer entwickelt. EDS ist eine der am häufigsten bei der Analyse der chemischen Zusammensetzung von Festkörpern und Dünnschichten verwendeten Verfahren. Mit dieser Internationalen Norm sollte der Vergleich der Leistung verschiedener Spektrometerausführungen auf der Grundlage einer einheitlichen Spezifikation möglich sein; sie sollte helfen, für eine bestimmte Aufgabenstellung das optimale Spektrometer zu finden. Außerdem liefert diese Internationale Norm einen Beitrag zur Angleichung der Leistungen in einzelnen Prüflaboratorien. Nach ISO/IEC 17025 [1] müssen derartige Laboratorien in regelmäßigen Abständen den Kalibrierstatus ihrer Ausrüstung nach einem festgelegten Verfahren überprüfen. Diese Internationale Norm kann in allen relevanten Prüflaboratorien als Richtlinie für vergleichbare Verfahren dienen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die wichtigsten Größen fest, die ein energiedispersives Röntgenspektrometer charakterisieren, das im Wesentlichen aus einem Halbleiterdetektor, einem Vorverstärker und einer Signalverarbeitungseinheit besteht. Diese Internationale Norm gilt ausschließlich für Spektrometer mit Halbleiterdetektor, die nach dem Prinzip der Festkörperionisierung funktionieren. Diese Internationale Norm legt die Mindestanforderungen fest und wie die relevanten Leistungsparameter bei derartigen an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) oder Elektronenstrahlmikroanalysator (ESMA) angeschlossenen Spektrometer zu überprüfen sind. Das bei der eigentlichen Analyse angewandte Verfahren ist in ISO 22309 [2] und ASTM E1508 [3] beschrieben und liegt außerhalb des Anwendungsbereiches dieser Internationalen Norm.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

ISO 23833, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 23833 und die folgenden Begriffe.

ANMERKUNG Mit Ausnahme von 3.1, 3.2, 3.2.1, 3.2.2, 3.11, 3.12 und 3.13 sind diese Definitionen in gleicher oder analoger Form in ISO 22309 [2], ISO 18115-1 [4] und ISO 23833 angegeben.

3.1

energiedispersives Röntgenspektrometer

Messgerät zur Bestimmung der Röntgenstrahlintensität als Funktion der Strahlungsenergie durch gleichzeitiges Aufzeichnen des gesamten Röntgenspektrums

ANMERKUNG Das Spektrometer besteht aus einem Festkörperdetektor, einem Vorverstärker und einem Impulsprozessor. Der Detektor konvertiert die Energie der Röntgenphotonen in elektrische Stromimpulse, die durch den Vorverstärker verstärkt werden. Der Impulsprozessor sortiert die Impulse nach der Amplitude, um ein Verteilungshistogramm der Röntgenstrahlintensität über der Energie zu erstellen.

3.2

Impulsrate

Zählrate

Anzahl der Röntgenphotonen je Sekunde

3.2.1

Eingangsimpulsrate

Eingangszählrate

ICR

(en: input count rate)

Anzahl der Röntgenphotonen, die je Sekunde vom Detektor absorbiert werden

3.2.2

Ausgangsimpulsrate

Ausgangszählrate

OCR

(en: output count rate)

Anzahl der gültigen Röntgenphotonenmessungen je Sekunde, die von der Elektronik ausgegeben und gespeichert werden

ANMERKUNG Wenn die Elektronik einzelne Energien der Röntgenphotonen misst, kommt es bei jeder einzelnen Messung zu einer Totzeit. Folglich beträgt in jedem Fall die Anzahl der erfolgreichen Messungen weniger als die Anzahl der einfallenden Photonen. Somit beträgt die akkumulierte Rate im Spektrum („Ausgangsimpulsrate“, OCR) weniger als die Impulsrate der Photonen, die im Detektor ein Signal erzeugen („Eingangsimpulsrate“, ICR). Die OCR kann mit der ICR übereinstimmen, z. B. bei sehr geringen Impulsraten und bei sehr kurzen Messungen.

3.3

Realzeit

Zeit, in Sekunden, für eine Erfassung, wie sie mit einer konventionellen Uhr gemessen werden würde

ANMERKUNG Bei der Erfassung von Röntgenstrahlen überschreitet die Realzeit in jedem Fall immer die „Live time“.

3.4

Totzeit

τ

Zeit, in der das System noch nicht wieder bereit ist, eine Photonenmessung aufzuzeichnen, weil im System ein früheres Ereignis verarbeitet wird

ANMERKUNG Totzeitanteil = $1 - \text{OCR/ICR}$.

3.5

Live time

aktive Zeit

effektive Zeit für eine Erfassung, in Sekunden, unter Berücksichtigung der Totzeit

ANMERKUNG 1 Live time = Realzeit bei einer Analyse – kumulierte Totzeit.

ANMERKUNG 2 Live time-Anteil = $1 - \text{Totzeit-Anteil}$.

3.6

spektraler Kanal

diskretes Intervall der gemessenen Energie für das Histogramm der aufgezeichneten Messungen mit einer durch ein reguläres Energieinkrement festgelegten Breite

3.7

instrumentelle Detektoreffizienz

Verhältnis der Anzahl der nachgewiesenen Photonen zur Anzahl der für die Messung verfügbaren Photonen

3.8

Signalintensität

Signalstärke, in Impulse je Kanal oder Impulse je Sekunde je Kanal, am Spektrometerausgang nach der Impulsverarbeitung

ANMERKUNG Diese Definition ermöglicht, die Intensität entweder als „Impulse“ oder „Impulse je Sekunde“ (en: counts per seconds, CPS) anzugeben. Die Unterscheidung ist für die in dieser Norm beschriebenen Verfahren nicht relevant, solange einer der beiden Begriffe konsequent verwendet wird.

3.9

Peakintensität

maximale Signalintensität eines Spektralpeaks, die als Peakhöhe über einem festgelegten Untergrund gemessen wird

3.10**Peakfläche**

Netto-Peakfläche

Summe von Signalintensitäten eines Spektralpeaks nach Entfernen des Untergrunds

3.11**Untergrundsignal**

kontinuierliches Röntgenspektrum

Kontinuum

uncharakteristische Komponente eines Röntgenspektrums, die sich aus der Bremsstrahlung und anderen Effekten ergibt

ANMERKUNG Außer der Bremsstrahlung können störende Ereignisse durch den Betrieb des Spektrometers zum Untergrund beitragen. Außerdem können Störsignale, die durch eine oder mehrere Komponenten des Spektrometers, die Mikroskopkammer oder die Probe selbst entstehen, das Untergrundsignal vergrößern.

3.12**Bremsstrahlung**

unspezifisches Röntgenspektrum, das durch Abbremsung von Elektronen im Coulombfeld eines Atoms erzeugt wird und eine Energieverteilung von 0 bis zur eingestrahnten Strahlenergie aufweist

3.13**Abnahmewinkel der Röntgenstrahlung**

TOA

(en: take-off angle)

Winkel zwischen Probenoberfläche und der Richtung, in der austretende Röntgenstrahlen die Mitte des Detektorsensors treffen werden

ANMERKUNG Bei zunehmendem, vom Detektor erfassten Raumwinkel kann der TOA innerhalb eines Bereiches um den TOA, der der Mittellage des Röntgensensors entspricht, erheblich schwanken.

4 Anforderungen**4.1 Allgemeine Beschreibung**

Der Hersteller muss unter Verwendung geeigneter Referenzliteratur die wesentlichen Bauteile des Spektrometers beschreiben, damit der Anwender die Leistungsfähigkeit des Spektrometers beurteilen kann. Die Teile, die für ein bestimmtes Anwendungsgebiet unverzichtbar zur Beurteilung der Eignung eines Spektrometers sind, müssen explizit angegeben sein. Dazu gehören die Art des EDS (Si-Li-EDS, HpGe-EDS, SDD-EDS usw.), die Dicke des Sensors, die aktive Nettosensorfläche (nach Kollimation) und die Art des Fensters (Beryllium, Dünnschichtfenster oder fensterlos). In der Referenzliteratur müssen auch die Parameter erklärt sein, die nicht Gegenstand dieser Internationalen Norm sein können, die jedoch die Detektorleistung beeinflussen, z. B. Bauprinzip des Kühlsystems. Bei einigen Detektorsystemen sind sehr hohe Detektionsraten möglich, bei hohen Impulsraten können sich jedoch andere Spezifikationen, z. B. die Auflösung, ändern und im Spektrum können Artefakte erscheinen. Alle Spezifikationen sollten daher die Impulsrate angeben, bei der sie gemessen worden sind, und es sollte nicht vorausgesetzt werden, dass die Spezifikation bei anderen Impulsraten gleich ist.

4.2 Energieauflösung

Die Energieauflösung ist als die Halbwertsbreite des Mangan-K α -Peaks anzugeben und nach Anhang A zu bestimmen. Spektrometer, die einen Nachweis von Röntgenstrahlen unterhalb von 1 keV beanspruchen, sind außerdem durch die Halbwertsbreite der Kohlenstoff K- und Fluor K-Linien zu spezifizieren. Die festgelegte Halbwertsbreite muss ein oberer Grenzwert sein, bei dem sichergestellt ist, dass die nach Anhang A bestimmte Auflösung nicht größer als der festgelegte Wert ist. Der Wert für die Auflösung muss zusammen mit der Impulsrate angegeben werden, für die die Spezifikation gilt. Bei den meisten Detektorsystemen wird die beste Energieauflösung bei einer Eingangsimpulsrate ICR < 1 000 Impulse/s erreicht und die beste

Energieauflösung ist anzugeben. Bieten Detektorsysteme, z. B. SDD-EDS, eine höhere Impulsrate, ist die Energieauflösung außerdem bei einer hohen Eingangsimpulsrate ICR festzulegen, z. B. 50 000 Impulse/s, 500 000 Impulse/s.

4.3 Totzeit

Um die Verarbeitungszeit der EDS zu beurteilen, sollte zusätzlich zu der in 4.2 festgelegten Energieauflösung der entsprechende Totzeit-Anteil angegeben werden. Die Berechnung des Totzeit-Anteils ist in 3.4 angegeben.

Die Totzeit resultiert daraus, dass die Elektronik „schlechte“ Messwerte zurückweist, um eine hohe Spektrumrichtigkeit zu erreichen. In vielen Systemen ist das Rückweiskriterium so ausgelegt, dass gesichert ist, dass die Messdauer bei jedem Photon identisch ist. Trotzdem kann der Totzeit-Anteil verringert werden, indem das Kriterium zum Zurückweisen von Impulsen gelockert wird und die Messdauer je Photon je nach Ankunftszeit der Photonen variieren kann („adaptives Filtern“). In diesem Fall ist die Verarbeitungsdauer nicht festgelegt, Peakform und Peakauflösung ändern sich mit der Impulsrate, und das könnte dazu führen, dass sich die Analysenergebnisse mit der Impulsrate ändern. Deshalb sollte jede Spezifikation des Totzeitanteils eine Beschreibung der wichtigen Bauteile der Elektronik enthalten, siehe 4.1.

4.4 Peak-zu-Untergrund-Verhältnis

Das Peak-zu-Untergrund-Verhältnis ist während der Herstellung des Spektrometers von einem aufgenommenen Spektrum einer ^{55}Fe -Quelle als ein charakteristischer Spektrometerparameter abzuleiten. Das Verhältnis ist durch die Peakintensität der Mangan $K\alpha$ -Linie dividiert durch den Untergrund anzugeben. Der Untergrund ist als mittlere Anzahl der Impulse je Kanal innerhalb des Energiebereiches von 0,9 keV bis 1,1 keV anzugeben. Es sind ausreichend Impulse im Spektrum aufzuzeichnen, damit der Messwert statistisch signifikant ist (nach Anhang A, A.4) und der elektronische Schwellenwert ist so einzustellen, dass jeder Cut-off-Wert der Energie deutlich unterhalb des festgelegten Bereiches liegt.

ANMERKUNG 1 Das Peak-zu-Untergrund-Verhältnis hängt neben anderen Faktoren von der Spektrometerauflösung ab. Deshalb ist das Verhältnis nur relevant, wenn Spektrometer mit ähnlicher Auflösungsleistung verglichen werden.

ANMERKUNG 2 In einem Elektronenmikroskop kann die Bremsstrahlung aus einer Manganprobe durch störende Ereignisse erheblich größer als die Untergrundkomponente sein. Deshalb kann eine Manganprobe bei der Messung des Peak-zu-Untergrund-Verhältnisses nicht verwendet werden.

4.5 Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz

Die Mindestanforderung an die Energieabhängigkeit der Nachweiswahrscheinlichkeit des Messgeräts muss das Intensitätsverhältnis einer niederenergetischen Linie zu einer höherenergetischen Linie im charakteristischen Röntgenspektrum eines vorgegebenen Materials sein. Dieses Verhältnis ist als die Netto-Peakfläche der L-Linien dividiert durch die Netto-Peakfläche der $K\alpha$ -Linien im Spektrum einer reinen Nickel- oder Kupferprobe anzugeben, angeregt durch einen 20-keV-Elektronenstrahl senkrecht zur Probenoberfläche und mit dem Detektor bei einem Abstrahlwinkel von 35° erfasst.

ANMERKUNG 1 Diese Maße sind nur für einen Detektor geeignet, der ausreichend dick ist, um mindestens 95 % der einfallenden Röntgenenergie bei 8 keV zu absorbieren.

ANMERKUNG 2 Wenn die Probenkammer, die Anschlüsse zur Befestigung des Detektors enthält, keinen Abnahmewinkel von 35° zulässt, kann das L-zu-K-Verhältnis bei einem anderen Abstrahlwinkel in einen Abstrahlwinkel von 35° umgerechnet werden, indem der Formalismus für die Absorptionskorrektion der quantitativen Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse (siehe Anhang B, B.4) angewandt wird.

5 Überprüfen weiterer Leistungsparameter

5.1 Allgemeines

Die in 4.2, 4.3 und 4.5 beschriebenen Parameter müssen vom Hersteller spezifiziert und in regelmäßigen Zeitabständen vom Anwender überprüft werden. Zusätzlich dazu darf der Anwender weitere Parameter und Effekte überprüfen, die für die Spektrometereffizienz relevant sind, besonders bei hohen Impulsraten.

5.2 Stabilität der Energieskala und –auflösung

Bei dem in der Praxis verwendeten Impulsratenbereich kann die Stabilität der Energieskala, d. h. die Peakpositionen, überprüft werden. Beispielsweise kann die Änderung der Schwerpunktsposition für den Mn K α -Peak über einen ICR-Bereich von 1 000 Impulse/s bis 50 000 Impulse/s regelmäßig bewertet werden. Zur Bestimmung der Schwerpunktslage des Peaks sollten nur Daten bei oder in der Nähe der Halbwertsbreite von Energiepositionen verwendet werden. Außerdem kann die Stabilität der Auflösung in Abhängigkeit von der Impulsrate überprüft werden.

5.3 Pile-up-Effekte (Impulsaufstockung)

Bei hohen Impulsraten erzeugen Pile-up-Effekte Summenpeaks und Pile-up-Kontinuuumartefakte, so dass relative Peakflächen im Röntgenspektrum bei hohen Impulsraten mehr oder weniger verändert werden, sogar nach Elektronik- und Softwarekorrekturen. Die Pile-up-Effekte könnten überprüft werden, z. B. durch Messen eines Spektrums bei einer geringen Impulsrate (unterhalb von 1 000 Impulse/s) an einem Referenzmaterial mit bekanntem Strahlstrom für eine bekannte Zeitspanne. Der Strahlstrom sollte anschließend erhöht und ein neues Spektrum bei einer höheren Impulsrate aufgezeichnet werden. Die Spektren sollten dann skaliert werden, indem sie durch den Strahlstrom und die Zeit dividiert und anschließend verglichen werden. Dadurch werden alle Verzerrungen aufgrund von Pile-up und alle energieabhängigen Verzerrungen in der Live-time-Korrektur aufgezeigt.

5.4 Regelmäßige Überprüfung der Spektrometerleistung

Die regelmäßige Überprüfung der Systemleistung darf der Anwender mit einem bekannten Referenzmaterial durchführen, das für die durchzuführende Art der Analyse geeignet ist. Im Literaturhinweis [8] sind beispielhaft ein neues Material und neue Verfahren beschrieben.