# DIN 51003:2022-05 (D)

## Totalreflektions-Röntgenfluoreszenz-Analyse (TXRF) - Allgemeine Grundlagen und Begriffe

## 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 = I0 e-1 abgefallen ist) von Röntgenstrahlung der Energie 17,4 keV (Mo-K-Strahlung) in verschiedene Materialien in Anhängigkeit vom streifenden Einfallswinkel** ..... **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-Strahlung (17,4 keV) in Abhängigkeit vom Glanzwinkel an drei verschiedenen Materialien für eine perfekt glatte (a) und rauhe (b) Oberfläche (Rauheit 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 sinkt der Abstand dXSW 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 µm 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), 9,72 keV (W L), 8,04 keV (Cu K))** ..... **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), 9,72 keV (W L), 8,04 keV (Cu K))** ..... **38**