

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 $I = I_0 \cdot e^{-1}$ 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 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 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 |