

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