

Präzisionsbestimmung der chemischen Zusammensetzung mit energiedispersiver Elektronenstrahlmikroanalyse (ED-ESMA)

Schlagwörter

Mikrobereichsanalyse, Elektronenstrahlmikroanalyse, ESMA, Röntgenspektroskopie, EDX

Prüfgrößen und -objekte

Elementgehalte in g/g von mikroskopischen Bereichen in heterogenen festen Proben sowie von dünnen Schichten

Prüfbereich

0,001 g/g bis 1 g/g

Ergebnisunsicherheit

von 0,01 g/g bis 0,0005 g/g

Einsatzgebiete

Werkstoffforschung, -entwicklung und -prüfung

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Energiedispersive Röntgenspektroskopie am Rasterelektronenmikroskop bei absolut kalibrierter Spektrometereffizienz

Qualifikation und Qualitätssicherung

Durch Kalibrierung der Spektrometereffizienz im Strahlungsmetrologischen Labor der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) wird eine wesentlich höhere Genauigkeit erreicht als mit gebräuchlichen Messeinrichtungen, bei denen die Spektrometereffizienz nicht SI-rückgeführt ist.

Bestätigung durch einen Ringversuch, der von der BAM zusammen mit dem VDEh organisiert wurde.

Ansprechpartner:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Dr. Vasile-Dan Hodoroaba, Telefon +49 30 8104 3144, Fax +49 30 8104 73144, dan.hodoroaba@bam.de

[Fachbereich 6.8: Oberflächenanalytik und Grenzflächenchemie](#)

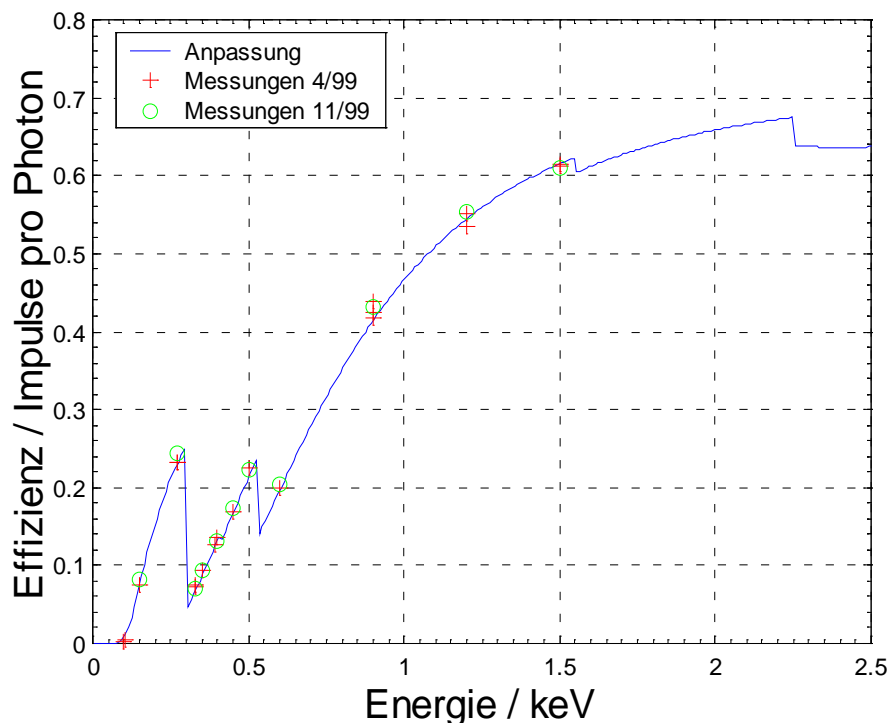
[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Bei der Röntgenmikrobereichsanalyse wird mittels eines fokussierten Elektronenstrahls mit einer Energie von einigen keV ein mikroskopischer Bereich ($\leq 1 \mu\text{m}^3$) des Analyten zur Emission von Röntgenstrahlung angeregt. Aus den mittels eines Spektrometers registrierten Intensitäten der charakteristischen Linien im Röntgenspektrum wird die chemische Zusammensetzung berechnet. Für Spektrenaufnahme und Quantifizierung werden nur wenige Minuten benötigt, wenn man standardlose Quantifizierungsalgorithmen einsetzt.

Das Analysenverfahren kann an jedem Elektronenmikroskop betrieben werden. Daher sind die meisten Elektronenmikroskope um ein energiedispersives Röntgenspektrometer ergänzt, und die Röntgenmikrobereichsanalyse ist eines der am häufigsten in der Materialforschung, -entwicklung und -prüfung eingesetzten Verfahren zur schnellen Bestimmung der chemischen Zusammensetzung heterogener Materialien.

Bei einer standardlosen Quantifizierung muss die Effizienz des Spektrometers bekannt sein. Sie hängt unterhalb von ca. 2 keV stark von Qualität und Zustand des Detektors ab. Die Streuung der in relevanten Ringversuchen [1,2] erhaltenen Ergebnisse ist in starkem Maße auf die Differenz zwischen der vom Quantifizierungsprogramm vorausgesetzten und der tatsächlichen Spektrometereffizienz zurückzuführen. Die Effizienz des Spektrometers im Fachbereich 6.8 wurde deshalb im Strahlungsmetrologischen Labor der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) vermessen.



Absolute Effizienz des Röntgenspektrometers im Fachbereich 6.8 der BAM

Literatur

- [1] Ringversuch 002: Energiedispersive Röntgenmikroanalyse (EDX) von TiAlC und TiCN, Verein Deutscher Eisenhüttenleute, Fachausschussbericht 6.021, Düsseldorf, Juni 1998
- [2] M. Procop, A. Röder: An Interlaboratory Comparison of Energy Dispersive X-Ray Microanalysis (EDX) of Titanium and Zirconium Nitrides, Microchim. Acta 125, 33-39 (1997)