

DIN ISO 11505



ICS 71.040.40

**Chemische Oberflächenanalyse –
Allgemeine Verfahren zur quantitativen Tiefenprofilanalyse der
Zusammensetzung mittels optischer
Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (ISO 11505:2012)**

Surface chemical analysis –

General procedures for quantitative compositional depth profiling by glow discharge optical emission spectrometry (ISO 11505:2012)

Analyse chimique des surfaces –

Modes opératoires généraux pour le profilage en profondeur compositionnel quantitatif par spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse (ISO 11505:2012)

Gesamtumfang 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Prüfeinrichtung.....	7
4.1 Optisches Glimmentladungs-Emissionsspektrometer	7
5 Justieren der Einstellungen des Glimmentladungsspektrometrie-Systems.....	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Einstellung der Entladungsparameter einer DC-Quelle.....	9
5.3 Einstellung der Entladungsparameter einer HF-Quelle.....	11
5.4 Mindestanforderungen an die Leistungsfähigkeit	13
6 Probenahme	15
7 Kalibrierung	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Kalibrierproben.....	15
7.3 Validierungsproben.....	17
7.4 Bestimmung der Sputterraten von Kalibrierproben und Proben für die Validierung.....	17
7.5 Messungen der Emissionsintensität von Kalibrierproben.....	18
7.6 Berechnung der Kalibriergleichungen	19
7.7 Validierung der Kalibrierung.....	19
7.8 Verifizierung und Driftkorrektur	20
8 Analyse der Proben.....	21
8.1 Einstellung der Entladungsparameter.....	21
8.2 Einstellen der Messzeit und Datenerfassungsrate	21
8.3 Quantitative Analyse der Tiefenprofile der Proben	21
9 Angabe der Ergebnisse	22
9.1 Angabe des quantitativen Tiefenprofils.....	22
9.2 Bestimmung der Gesamtbeschichtungsmasse je Flächeneinheit.....	22
9.3 Bestimmung der mittleren Massenanteile.....	23
10 Präzision	23
11 Prüfbericht.....	23
Anhang A (normativ) Berechnung der Kalibrierkonstanten und quantitative Bewertung der Tiefenprofile.....	24
Anhang B (informativ) Vorgeschlagene Spektrallinien für die Bestimmung bestimmter Elemente	38
Literaturhinweise.....	40

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 11505:2012, die vom Technischen Komitee ISO/TC 201 „Surface chemical analysis“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat vom JISC (Japan) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-16 „Chemische Oberflächenanalyse und Rastersondenmikroskopie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3369	siehe	DIN EN ISO 3369
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-6	siehe	DIN ISO 5725-6
ISO 9000:2005	siehe	DIN EN ISO 9000:2005-12
ISO 14284	siehe	DIN EN ISO 14284
ISO 14707	siehe	DIN ISO 14707
ISO/IEC 17025:2005	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025:2005-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3369, *Undurchlässige Sintermetallwerkstoffe und Hartmetalle — Ermittlung der Dichte*

DIN EN ISO 9000:2005-12, *Qualitätsmanagementsysteme — Grundlagen und Begriffe (ISO 9000:2005); Dreisprachige Fassung EN ISO 9000:2005*

DIN EN ISO 14284, *Stahl und Eisen — Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung*

DIN EN ISO/IEC 17025:2005-08, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2005); Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17025:2005*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-6, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis*

DIN ISO 14707, *Chemische Oberflächenanalyse — Optische Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (GD-OES) — Einführung in die Anwendung*

DIN ISO 18115-1, *Chemische Oberflächenanalyse — Vokabular — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Begriffe für die Spektroskopie*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees angenommenen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedsorganisationen zur Umfrage zur Verfügung gestellt. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 11505 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 201, *Surface chemical analysis*, Unterkomitee SC 8, *Glow discharge spectroscopy*, erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren der optischen Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (GD-OES) zur Bestimmung der Dicke, flächenbezogenen Masse und chemischen Zusammensetzung von Oberflächenschichten.

Sie beschränkt sich auf die Beschreibung der allgemeinen Verfahren zur quantitativen GD-OES-Bestimmung und gilt nicht direkt für die quantitative Analyse einzelner Materialien mit veränderlicher Dicke und verschiedenen zu bestimmenden Elementen.

ANMERKUNG In jeder einzelnen Norm für ein Prüfmaterial werden ein Geltungsbereich für die Oberflächenschichtdicke sowie Analytelemente festzulegen und Ergebnisse von Ringversuchen für die Validierung der Verfahren anzugeben sein.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 14707, *Surface chemical analysis — Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES) — Introduction to use*

ISO 14284, *Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition*

3 Kurzbeschreibung

Das hierin beschriebene Analysenverfahren umfasst die folgenden Prozesse:

- a) Kathodensputtern der Oberflächenschicht in einer Gleichstrom- oder Hochfrequenz-Glimmentladungsvorrichtung;
- b) Anregung der Analyt-atome und -ionen im Plasma, das in der Glimmentladungsvorrichtung gebildet wird;
- c) spektrometrische Messung der Intensitäten der charakteristischen Emissionsspektrallinien der Analyt-atome und -ionen in Abhängigkeit von der Sputterzeit (qualitatives Tiefenprofil);
- d) Umwandlung des qualitativen Tiefenprofils in zeitbezogenen Intensitätseinheiten zu tiefenbezogenen Massenanteilen mittels Kalibrierfunktionen (quantitative Bestimmung).

Die Kalibrierung des Systems erfolgt durch Messungen an Kalibrierproben bekannter chemischer Zusammensetzung und gemessener Sputterrate.

4 Prüfeinrichtung

4.1 Optisches Glimmentladungs-Emissionsspektrometer

4.1.1 Allgemeines

Die erforderliche Messausrüstung umfasst ein optisches Emissionsspektrometer-System, das aus einer (mit Gleichstrom oder HF-Strom betriebenen) Glimmentladungsquelle vom Grimm-Typ [10] oder eines ähnlichen Typs und einem optischen Simultanspektrometer, wie in ISO 14707 beschrieben, besteht, und das in der Lage ist, geeignete Spektrallinien für die Analytelemente zu liefern. Optische Sequenzspektrometer (Monochromatoren) sind nicht geeignet, da mehrere analytische Wellenlängen bei einer hohen Datenerfassungsgeschwindigkeit gleichzeitig gemessen werden müssen.

Der Innendurchmesser der Hohlanode der Glimmentladungsquelle sollte zwischen 1 mm und 8 mm betragen. Eine Kühlvorrichtung für dünne Proben, z. B. ein Metallblock mit zirkulierender Kühlflüssigkeit wird ebenfalls empfohlen, ist jedoch für die Umsetzung des Verfahrens nicht zwingend notwendig.

Da das Prinzip der Bestimmung auf dem kontinuierlichen Sputtern der Oberflächenschicht beruht, muss das Spektrometer mit einem digitalen Auslesesystem für die zeitaufgelöste Messung der Emissionsintensitäten ausgestattet sein. Es wird ein System empfohlen, das eine Datenerfassungsgeschwindigkeit von mindestens 500 Messungen/Sekunde je Spektralkanal erreichen kann, für eine große Anzahl von Anwendungen sind jedoch Geschwindigkeiten > 50 Messungen/Sekunde je Spektralkanal ausreichend.

4.1.2 Auswahl der Spektrallinien

Für jeden zu bestimmenden Analyten gibt es eine Reihe von Spektrallinien, die genutzt werden können. Es müssen geeignete Linien auf der Grundlage mehrerer Faktoren, einschließlich des Spektralbereichs des verwendeten Spektrometers, des Analytmassenanteil-Wertebereiches, der Empfindlichkeit der Spektrallinien und jeglicher Störung durch andere, in der Probe vorliegende Elemente, ausgewählt werden. Bei Anwendungen, in denen einige der untersuchten Analyten die vorwiegenden Elemente in der Probe sind, muss dem Auftreten von Selbstabsorption von bestimmten hochempfindlichen Spektrallinien (sogenannten Resonanzlinien) besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden. Selbstabsorption verursacht nichtlineare Kalibrierkurven bei hohen Analyt-Massenanteilwerten, weshalb stark selbstabsorbierende Linien für die Bestimmung der Hauptelemente vermieden werden sollten. Vorschläge bezüglich geeigneter Spektrallinien sind in Anhang B enthalten. Es dürfen andere als die angeführten Spektrallinien verwendet werden, solange sie günstige Eigenschaften haben.

4.1.3 Auswahl des Typs der Glimmentladungsquelle

4.1.3.1 Anodengröße

Die meisten auf dem Markt befindlichen GD-OES-Messgeräte werden mit Wahlmöglichkeiten zur Verwendung unterschiedlicher Anodendurchmesser geliefert, von denen 2 mm, 4 mm und 8 mm die gebräuchlichsten sind. Einige ältere Messgeräte haben nur eine Anode, gewöhnlich 8 mm, während die gebräuchlichste Anode in modernen Messgeräten 4 mm groß ist. Eine größere Anode erfordert größere Proben und eine höhere Leistung bei der Analyse, wodurch die Probe stärker erwärmt wird. Andererseits führt eine größere Anode zu einem Plasma größeren Volumens, das mehr Licht aussendet und somit geringere Nachweisgrenzen (d. h. höhere analytische Empfindlichkeit) zur Folge hat. Des Weiteren hilft eine größere Anode bei der Maskierung von Inhomogenitäten innerhalb einer Oberflächenschicht. Dies kann abhängig von der Anwendung einen Vorteil oder einen Nachteil darstellen. In einer Vielzahl von Anwendungen stellt eine Anode von 4 mm einen guten Kompromiss dar. Bei Anwendungen zur Oberflächenanalyse ist es jedoch recht üblich, dass Probleme bezüglich der Überhitzung der Proben durch z. B. Oberflächenschichten mit schlechter Wärmeleitung und/oder sehr dünne Proben auftreten. In derartigen Fällen ist die kleinere 2-mm-Anode vorzuziehen, auch wenn damit ein gewisser Verlust an analytischer Empfindlichkeit verbunden ist.

4.1.3.2 Art der Stromversorgung

Die Glimmentladungsquelle kann entweder ein mittels Gleichstrom(DC)-Stromversorgung betriebener Typ oder ein Hochfrequenz(HF)-Typ sein. Der bedeutendste Unterschied besteht darin, dass der HF-Typ sowohl leitende als auch nichtleitende Proben sputtern kann, und somit ist er der einzige Typ, der z. B. für Polymerbeschichtungen und isolierende Oxidschichten verwendet werden kann. Andererseits ist es technisch einfacher, die elektrischen Quellenparameter (Spannung, Stromstärke, Leistung) einer DC-Quelle zu messen und zu regeln. Einige handelsübliche GD-OES-Systeme können mit der Option bereitgestellt werden, zwischen DC- und HF-Betrieb umzuschalten; es gibt aber auch Systeme ausschließlich mit HF-Betrieb. Zusammengefasst gibt es eine sehr große Anzahl an Anwendungen, bei denen DC- oder HF-Quellen verwendet werden können, und einige, bei denen lediglich eine HF-Quelle angewendet werden kann.

4.1.3.3 Betriebsart

Sowohl DC- als auch HF-Quellen können in verschiedenen Betriebsarten bezüglich der Regelung der elektrischen Parameter (Spannung, Stromstärke, Leistung) und des Drucks betrieben werden. Hierfür gibt es mehrere Gründe:

- „historische“ Gründe (ältere Messgeräte haben einfachere aber funktionelle Stromversorgungen; derweil hat sich die Technologie so entwickelt, dass neuere Modelle eine genauere und leichter zu bedienende Quellenregelung haben);
- verschiedene Hersteller haben unterschiedliche Lösungen für die Quellenregelung gewählt;
- es gibt einige anwendungsbezogene Aspekte, bei denen eine bestimmte Betriebsart vorzuziehen ist.

Diese Internationale Norm enthält Anweisungen zur Optimierung der Quellenparameter auf Grundlage einiger verfügbarer Betriebsarten. Der wichtigste Grund hierfür ist die Bereitstellung umfassender Anweisungen, damit mehrere Typen von Messgeräten einbezogen werden. Bei den meisten Anwendungen gibt es keinen wesentlichen Unterschied zwischen diesen Betriebsarten hinsichtlich analytischer Leistung, es bestehen jedoch Unterschiede in Form der praktischen Anwendbarkeit und Leichtigkeit des Betriebs. Zum Beispiel wird ein mit aktiver Druckregelung ausgestattetes System bei jeder Anwendung eines bestimmten Analysenverfahrens automatisch auf die gleichen elektrischen Quellenparameter eingestellt. Ohne diese Technologie ist normalerweise eine gewisse manuelle Einstellung des Drucks erforderlich, um die gewünschten elektrischen Quellenparameter zu erhalten.

ANMERKUNG In diesem Zusammenhang sollte beachtet werden, dass die als Emissionsausbeute [11][12] bekannte Größe die Grundlage für die Kalibrierung und quantitative Bestimmung nach dieser Internationalen Norm bildet. Es hat sich herausgestellt, dass die Emissionsausbeute mit der Stromstärke und Spannung und in geringerem Ausmaß mit dem Druck schwankt [17]. In der Praxis ist es auf Grund der Abweichungen in den elektrischen Eigenschaften der verschiedenen Materialien nicht möglich, alle drei Parameter für alle Proben konstant zu halten. Bei einigen Messgerätetypen können die elektrischen Quellenparameter (die Plasmaimpedanz) daher mittels automatischen Systemen, die den Druck während der Analyse ändern, konstant gehalten werden. Alternativ gibt es Verfahren zum Korrigieren der Impedanzschwankungen mit empirisch abgeleiteten Funktionen [17], und diese Art Korrektur wird in der Software von handelsüblichen GD-OES-Systemen implementiert.

5 Justieren der Einstellungen des Glimmentladungsspektrometrie-Systems

5.1 Allgemeines

Die Vorbereitung des Messgerätes für die Anwendung erfolgt nach den Herstelleranweisungen oder lokal dokumentierten Verfahren.

HF-Quellen unterscheiden sich von DC-Quellen in der Hinsicht, dass bei einigen Messgerätemodellen nur die zugeführte HF-Leistung (Vorwärtsleistung) gemessen werden kann und nicht die im Glimmentladungsplasma entfaltete tatsächliche Leistung. Die zugeführte HF-Leistung liegt üblicherweise im Bereich von 10 W bis

100 W, jedoch ist anzumerken, dass die HF-Verlustleistungen in den Anschlüssen, Kabeln usw. zwischen den verschiedenen Messgerätemodellen beträchtlich schwanken. Typische Verlustleistungen betragen zwischen 10 % und 50 % der zugeführten Leistung. Außerdem sind die Möglichkeiten zum Messen der zusätzlichen elektrischen Parameter Spannung und Stromstärke im Plasma auf Grund technischer Schwierigkeiten mit HF-Systemen mehr oder weniger eingeschränkt, und einige bestehende Gerätemodelle können nur die zugeführte HF-Leistung messen.

Zwischen DC und HF besteht kein Unterschied hinsichtlich der Möglichkeiten zum Messen des Drucks. In einer Quelle vom Grimm-Typ gibt es jedoch große Druckunterschiede, und die erhaltenen Druckmesswerte hängen von der Lage des Druckmessgerätes ab. Einige Gerätemodelle sind mit einem Druckmessgerät zum Messen des tatsächlichen Drucks im Plasma versehen, während andere ein Druckmessgerät näher zur Pumpe auf der „Niederdruckseite“ der Quelle haben. Aus diesem Grund können die Druckmesswerte bei einigen Messgeräten nur zur Einstellung der Quellenparameter des jeweiligen Messgeräts und nicht als Maß für den tatsächlichen Betriebsdruck im Plasma verwendet werden.

Beim optischen System besteht der wichtigste Vorbereitungsschritt in der Überprüfung, ob der Eintrittsspalt zum Spektrometer ordnungsgemäß ausgerichtet ist, wobei dem vom Messgerätehersteller angegebenen Verfahren zu folgen ist. Dies stellt sicher, dass die Emissionsintensitäten an den Scheitelpunkten der Spektrallinien gemessen werden, um ein optimales Signal-Untergrund-Verhältnis zu erhalten. Bezüglich weiterer Informationen siehe ISO 14707.

Der wichtigste Schritt bei der Entwicklung eines Verfahrens für eine bestimmte Anwendung ist die Optimierung der Parameter der Glimmentladungsquelle. Die Quellenparameter müssen so gewählt werden, dass drei Ziele erreicht werden:

- a) angemessenes Sputtern der Testproben, um die Analysendauer ohne Überhitzen der Probe zu vermindern;
- b) gute Kraterform für eine gute Tiefenauflösung;
- c) konstante Anregungsbedingungen bei Kalibrierung und Analyse für höchstmögliche Genauigkeit.

Zwischen diesen drei Zielen sind oft Kompromisse notwendig. Genauere Anleitungen zur Einstellung der Quellenparameter sind in 5.2 und 5.3 angegeben.

Die Einstellungen der Hochspannung für die Detektoren hängen von den Quellenparametern ab, das Verfahren ist jedoch für alle Betriebsarten der Quelle gleich. Dieses Verfahren wird daher nur bei der ersten Betriebsart beschrieben.

Gleichmaßen sind die Schritte zum Einstellen der Quelleneinstellungen bezüglich Signalstabilität und Sputter-Kraterform grundsätzlich für alle Betriebsarten ähnlich. Daher werden diese Verfahren nur bei der ersten Betriebsart genau beschrieben.

5.2 Einstellung der Entladungsparameter einer DC-Quelle

5.2.1 Eingespeister Konstantstrom und angelegte Konstantspannung

5.2.1.1 Allgemeines

Die beiden Regelparameter sind die eingespeiste Stromstärke und die angelegte Spannung. Die Stromversorgung für die Glimmentladungsquelle ist auf Betrieb mit Konstantstrom/Konstantspannung einzustellen. Anschließend werden Strom und Spannung auf die vom Hersteller empfohlenen typischen Werte eingestellt. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, werden die Spannung auf 700 V und der Strom auf einen Wert im Bereich von 5 mA bis 10 mA für eine 2-mm- oder 2,5-mm-Anode, 15 mA bis 30 mA für eine 4-mm-Anode oder 40 mA bis 100 mA für eine 7-mm- oder 8-mm-Anode eingestellt. Bei fehlenden Vorkenntnissen bezüglich der optimalen Stromstärke wird empfohlen, mit einem Wert zu beginnen, der etwa in der Mitte des empfohlenen Bereichs liegt.

5.2.1.2 Einstellung der Hochspannung der Detektoren

Es werden Proben mit Oberflächenschichten aller zu bestimmenden Arten ausgewählt. Bei allen Proben ist bei eingeschalteter Quelle das Ausgangssignal der Detektoren für die Analytatoome zu beobachten. Die Hochspannung der Detektoren wird so eingestellt, dass eine ausreichende Empfindlichkeit beim geringsten Analyt-Massenanteil ohne Sättigung des Detektorsystems beim höchsten Analyt-Massenanteil sichergestellt ist.

5.2.1.3 Einstellung der Entladungsparameter

Für jede Probenart wird eine vollständige Tiefenprofilmessung durchgeführt, indem sie bei der Glimmentladung für eine ausreichend lange Zeit gesputtert wird, um die Oberflächenschichten vollständig zu entfernen und anschließend deutlich in das Grundmaterial einzudringen. Durch Beobachten der Emissionsintensitäten in Abhängigkeit von der Sputterzeit (oft als qualitatives Tiefenprofil bezeichnet) wird verifiziert, dass die ausgewählten Quelleneinstellungen stabile Emissionssignale über das gesamte Tiefenprofil bis hinein ins Substrat ergeben. Sollte sich dies nicht bestätigen, wird einer der Regelparameter um einen geringen Betrag reduziert und wieder durch die gesamte Oberflächenschicht gesputtert. Ist die Stabilität weiterhin nicht zufriedenstellend, wird der andere Regelparameter um einen geringen Betrag vermindert und die Messungen werden wiederholt. Wenn es sich als notwendig erweist, wird dieses Verfahren für eine Anzahl an Kombinationen der Einstellparameter wiederholt, bis stabile Emissionsbedingungen erhalten werden.

ANMERKUNG Instabile Emissionssignale könnten auf eine thermische Instabilität der Oberflächenschichten der Proben hindeuten; das Kühlen der Proben ist in dieser Hinsicht hilfreich.

5.2.1.4 Optimierung der Kraterform

Wenn ein geeignetes Profilmessgerät zur Verfügung steht, wird folgendes Verfahren übernommen. Eine Probe mit einer für die zu analysierenden Proben typischen Oberflächenschicht wird auf eine Tiefe von 10 µm bis 20 µm gesputtert, aber ohne die Schicht zu durchdringen. Dies ist nur bei Anwendungen möglich, bei denen Oberflächenschichten derartiger Dicke vorhanden sind. Wenn keine derartige Probe verfügbar ist, wird eine Stahl- oder Messingprobe verwendet. Die Kraterform wird mit dem Profilmessgerät gemessen. Dieses Verfahren wird einige Male mit geringfügig anderen Werten von einem der Regelparameter wiederholt. Es werden die Bedingungen ausgewählt, die einen Krater mit optimalem ebenen Boden ergeben. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet, vorausgesetzt, dass die Stabilität der Emissionsbedingungen nach 5.1.1.3^{N1)} nicht beeinträchtigt wird. In einigen Fällen ist ein gewisser Kompromiss zwischen diesen beiden Anforderungen erforderlich.

5.2.2 Eingespeister Konstantstrom und Konstantdruck

Die beiden Regelparameter sind der eingespeiste Strom und der Druck. Die Stromversorgung für die Glimmentladungsquelle wird auf Konstantstrombetrieb eingestellt. Anschließend wird der Strom auf einen vom Hersteller empfohlenen typischen Wert eingestellt. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, wird der Strom auf einen Wert im Bereich von 5 mA bis 10 mA für eine 2-mm- oder 2,5-mm-Anode, 15 mA bis 30 mA für eine 4-mm-Anode oder 40 mA bis 100 mA für eine 7-mm- oder 8-mm-Anode eingestellt. Bei fehlenden Vorkenntnissen bezüglich der optimalen Stromstärke wird empfohlen, mit einem Wert zu beginnen, der etwa in der Mitte des empfohlenen Bereichs liegt. Eine typische beschichtete Probe wird gesputtert und der Druck so eingestellt, dass eine Spannung von etwa 700 V in der Oberflächenschicht erreicht wird.

Die Hochspannung der Detektoren wird wie in 5.2.1.2 beschrieben eingestellt.

Die Entladungsparameter werden nach 5.2.1.3 eingestellt, wobei zuerst der Strom und, sofern notwendig, der Druck eingestellt wird.

N1) Nationale Fußnote: Unterabschnitt 5.1.1.3 existiert nicht. Gemeint ist hier der Unterabschnitt 5.2.1.3.

Die Kraterform wird nach 5.2.1.4 durch Einstellen der Regelparameter optimiert. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet.

Vor dem Sputtern eines neuen Probenotyps wird ein Versuchslauf durchgeführt, um sicherzustellen, dass sich die Spannung nicht um mehr als 5 % vom zuvor ausgewählten Wert geändert hat. Sollte dies der Fall sein, wird der Druck nachgeregelt, bis der richtige Wert erhalten wird.

5.2.2.1 Angelegte Konstantspannung und Konstantdruck

Die beiden Regelparameter sind die angelegte Spannung und der Druck. Die Stromversorgung für die Glimmentladungsquelle wird auf Konstantspannungsbetrieb eingestellt. Zuerst wird die Spannung auf einen vom Hersteller empfohlenen typischen Wert eingestellt. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, wird die Spannung auf 700 V eingestellt. Ein typisches beschichtetes Prüfstück wird gesputtert und der Druck so eingestellt, dass ein Strom im Bereich von 5 mA bis 10 mA für eine 2-mm- oder 2,5-mm-Anode, 15 mA bis 30 mA für eine 4-mm-Anode oder 40 mA bis 100 mA für eine 7-mm- oder 8-mm-Anode in der Oberflächenschicht erreicht wird. Bei fehlenden Vorkenntnissen bezüglich optimaler Stromstärke wird empfohlen, mit einem Wert zu beginnen, der etwa in der Mitte des empfohlenen Bereichs liegt.

Die Hochspannung der Detektoren wird wie in 5.2.1.2 beschrieben eingestellt.

Die Entladungsparameter werden wie in 5.2.1.3 beschrieben eingestellt, wobei zuerst die Spannung und, sofern notwendig, der Druck eingestellt werden.

Die Kraterform wird wie in 5.2.1.4 beschrieben durch Einstellen der Regelparameter optimiert. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet.

Vor dem Sputtern eines neuen Probenotyps wird ein Versuchslauf durchgeführt, um sicherzustellen, dass sich die Stromstärke nicht um mehr als 5 % vom zuvor ausgewählten Wert geändert hat. Sollte dies der Fall sein, wird der Druck nachgeregelt, bis der richtige Wert erhalten wird.

5.3 Einstellung der Entladungsparameter einer HF-Quelle

5.3.1 Zugeführte Konstantleistung und Konstantdruck

Die beiden Regelparameter sind die zugeführte Leistung und der Druck. Zuerst wird die zugeführte Leistung (Vorwärtsleistung) eingestellt und anschließend wird der Quellendruck auf die vom Hersteller vorgeschlagenen Werte eingestellt. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, werden die zugeführte Leistung und der Druck auf Werte eingestellt, die etwa in der Mitte der für das verwendete Messgerät verfügbaren Bereiche liegen. An einer Eisen- oder Stahlprobe wird die Eindringgeschwindigkeit (d. h. Tiefe je Zeiteinheit) gemessen, wobei die Leistung so eingestellt wird, dass die Eindringgeschwindigkeit etwa 2 µm/min bis 3 µm/min beträgt.

Die Hochspannung der Detektoren wird wie in 5.2.1.2 beschrieben eingestellt.

Die Entladungsparameter werden wie in 5.2.1.3 beschrieben eingestellt, wobei zuerst die zugeführte Leistung und, sofern notwendig, der Druck eingestellt werden.

Die Kraterform wird wie in 5.2.1.4 beschrieben durch Einstellen der Regelparameter optimiert.

Die Eindringgeschwindigkeit an der Eisen- oder Stahlprobe wird nochmals gemessen, wobei die zugeführte Leistung, sofern notwendig, so eingestellt wird, dass sie wieder etwa 2 µm/min bis 3 µm/min beträgt. Der Zyklus der Leistungs- und Druckeinstellung wird solange wiederholt, bis keine wesentliche Änderung in der Eindringgeschwindigkeit oder Kraterform festgestellt wird. Die angewendeten Einstellungen der Leistung und des Drucks werden in Einheiten aufgezeichnet, die für den Messgerätetyp gelten. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet.

5.3.2 Zugeführte Konstantleistung und konstante DC-Vorspannung

Die beiden Regelparameter sind die zugeführte Leistung und die DC-Vorspannung. Zuerst wird die zugeführte Leistung und anschließend der Quelldruck eingestellt, um eine DC-Vorspannung zu erreichen, die für die vom Hersteller vorgeschlagenen Werte typisch ist. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, werden die zugeführte Leistung und die DC-Vorspannung auf Werte eingestellt, die etwa in der Mitte der üblicherweise zur Tiefenprofilierung von Metallproben angewendeten Bereiche liegen. Bei mit aktiver Druckregelung ausgestatteten Messgeräten kann dies automatisch erreicht werden. An einer Eisen- oder Stahlprobe wird die Eindringgeschwindigkeit (d. h. Tiefe je Zeiteinheit) gemessen, wobei die Leistung so eingestellt wird, dass die Eindringgeschwindigkeit etwa 2 µm/min bis 3 µm/min beträgt. Es ist zu beachten, dass dieses Verfahren nur für leitende Oberflächenschichten gilt, da die DC-Vorspannung bei einer Probe mit nichtleitender Oberflächenschicht nicht gemessen werden kann.

Die Hochspannung der Detektoren wird nach 5.2.1.2 eingestellt.

Die Entladungsparameter werden nach 5.2.1.3 eingestellt, wobei zuerst die zugeführte Leistung und, sofern notwendig, die DC-Vorspannung eingestellt wird.

Die Kraterform wird nach 5.2.1.4 durch Einstellen der Regelparameter optimiert.

Die Eindringgeschwindigkeit an der Eisen- oder Stahlprobe wird nochmals gemessen, wobei die zugeführte Leistung, sofern notwendig, so eingestellt wird, dass sie wieder etwa 2 µm/min bis 3 µm/min beträgt. Der Zyklus der Leistungs- und DC-Vorspannungseinstellung wird solange wiederholt, bis keine wesentliche Änderung in der Eindringgeschwindigkeit oder Kraterform festgestellt wird. Sollte dies nicht der Fall sein, wird die DC-Vorspannung nachgeregelt, bis der richtige Wert erhalten wird. Die zugeführte Leistung und die DC-Vorspannung werden in Einheiten aufgezeichnet, die für den Messgerätetyp gelten. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet.

5.3.3 Konstante effektive Leistung und HF-Spannung

Die beiden Regelparameter sind die effektive Leistung und die HF-Spannung. Die konstante effektive Leistung ist hier als die zugeführte Leistung abzüglich der reflektierten Leistung und der „Blindleistung“, die mit angebrachter Probe aber ohne Plasma (Vakuumbedingungen) gemessen wird, definiert. Die HF-Spannung ist als der Effektivwert der Spannung an der Elektrode (siehe nachfolgende Anmerkung) definiert.

Die Stromversorgung für die Glimmentladungsquelle wird auf den Betrieb mit konstanter effektiver Leistung/konstanter HF-Spannung eingestellt. Zuerst wird die Leistung auf einen vom Hersteller empfohlenen typischen Wert eingestellt. Wenn es keine empfohlenen Werte gibt, werden die HF-Spannung auf 700 V und die Leistung zum Beispiel auf einen Wert im Bereich von 10 W bis 15 W für eine 4-mm-Anode oder 5 W bis 10 W für eine 2-mm-Anode eingestellt. Bei fehlenden Vorkenntnissen bezüglich optimaler Leistung wird empfohlen, mit einem Wert zu beginnen, der etwa in der Mitte des empfohlenen Bereichs liegt.

Die Hochspannung der Detektoren wird wie in 5.2.1.2 beschrieben eingestellt.

Die Entladungsparameter werden wie in 5.2.1.3 beschrieben eingestellt, wobei zuerst die Leistung und, sofern notwendig, die HF-Spannung eingestellt werden.

Die Kraterform wird wie in 5.2.1.4 beschrieben durch Einstellen der Regelparameter optimiert. Es werden die Bedingungen ausgewählt, die einen Krater mit optimalem ebenen Boden ergeben. Diese Bedingungen werden dann während der Kalibrierung und Analyse angewendet.

ANMERKUNG Um den Effektivwert der HF-Spannung zu bestimmen, ist es wesentlich, den Versatz zu berücksichtigen, der durch die DC-Vorspannung hervorgerufen wird, die beim Sputtern von Nichtleitern an der Elektrode nicht gemessen werden kann. Wenn jedoch nur dünne (< 100 µm) nichtleitende Schichten auf einer leitenden Probe analysiert werden, kann der Versatz geschätzt werden, und die mit 1,22 multiplizierte Amplitude der HF-Spannung kann als ausreichender Schätzwert des Spannungseffektivwerts verwendet werden [18]. Bei dicken Nichtleitern müssen komplexere Berechnungen durchgeführt werden [19]. Die Analyse von dicken Nichtleitern liegt jedoch außerhalb des Anwendungsbereiches dieser Internationalen Norm