

DIN ISO 15632



ICS 71.040.99

Ersatz für
DIN ISO 15632:2015-11

**Mikrobereichsanalyse –
Ausgewählte instrumentelle Performanceparameter zur Spezifizierung
und Überprüfung energiedispersiver Röntgenspektrometer (EDS) für
die Anwendung mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) oder
einem Elektronenstrahlmikroanalysator (ESMA) (ISO 15632:2021)**

Microbeam analysis –

Selected instrumental performance parameters for the specification and checking of
energy-dispersive X-ray spectrometers (EDS) for use with a scanning electron
microscope (SEM) or an electron probe microanalyser (EPMA) (ISO 15632:2021)

Analyse par microfaisceaux –

Paramètres de performance instrumentale sélectionnés pour la spécification et le contrôle
des spectromètres X à sélection d'énergie utilisés en microanalyse par sonde à électrons
(ISO 15632:2021)

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Anforderungen	9
4.1 Allgemeine Beschreibung	9
4.2 Energieauflösung	10
4.3 Totzeit	10
4.4 Peak-zu-Untergrund-Verhältnis	10
4.5 Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz	11
5 Überprüfen weiterer Performanceparameter	11
5.1 Allgemeines	11
5.2 Stabilität der Energieskala und -auflösung	11
5.3 Pile-up-Effekte	11
5.4 Regelmäßige Überprüfung der Spektrometerperformance	12
Anhang A (normativ) Messung der Linienbreiten (FWHM) zur Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers	13
A.1 Proben	13
A.2 Probenpräparation	13
A.3 Vorbereitung	13
A.4 Messbedingungen	13
A.5 Untergrundsubtraktion	13
A.6 Berechnung der FWHM	14
A.7 Beispiele	14
Anhang B (normativ) Messung des L-zu-K-Verhältnisses als ein Maß für die Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz	18
B.1 Proben	18
B.2 Messbedingungen	18
B.3 Berechnung des L-zu-K-Verhältnisses	18
B.4 Umrechnung des L-zu-K-Verhältnisses für $\text{TOA} \neq 35^\circ$	18
Literaturhinweise	21

Bilder

Bild A.1 — Mangan $K\alpha$ -Spektrum, von einer ^{55}Fe -Quelle emittiert, und berechnete FWHM	15
Bild A.2 — 10-keV-Spektrum von einer PTFE-Probe und berechnete FWHMs für die Kohlenstoff- und Fluor K-Linien	16
Bild A.3 — Mangan $K\alpha$ -Peak aus einem 15-keV-Spektrum einer polierten Manganprobe mit nach Abschnitt A.5 interpoliertem linearen Untergrund und der nach Abschnitt A.6 berechneten FWHM	17
Bild B.1 — Nomogramm für die Umrechnung in $\text{TOA} = 35^\circ$ bei Nickel	19
Bild B.2 — Nomogramm für die Umrechnung in $\text{TOA} = 35^\circ$ bei Kupfer	20

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 15632:2021, die vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von SAC (China) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-18 AA „Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

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

ISO 18115-1	siehe	DIN ISO 18115-1
ISO 22309	siehe	DIN ISO 22309
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 15632:2015-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel ergänzt;
- b) Begriff 3.4 „Totzeit“ detailliert;
- c) Begriff 3.14 „Nullpeak“ aufgenommen;
- d) Abschnitt 4.1 „Allgemeine Beschreibung“ um eine Anmerkung und den Literaturhinweis [5] ergänzt, die sich auf die aktive Nettosensoroberfläche beziehen.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 15632: 2015-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

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

DIN ISO 22309, *Mikrobereichsanalyse — Quantitative Analyse mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDS) für Elemente mit der Ordnungszahl 11 (Na) oder höher*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202, *Microbeam analysis*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 15632:2012), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Der Titel wurde präzisiert;
- Die Definition der *Totzeit* (3.4) ist genauer;
- In der allgemeinen Beschreibung (4.1) wurde eine Anmerkung (einschließlich einer neuen Verweisung [5]) hinzugefügt, die sich auf die aktive Nettosensorfläche bezieht.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die Fortschritte in der energiedispersiven Röntgenspektrometrie (en: energy-dispersive X-ray spectrometry, EDS) durch verbesserte Herstellungstechnologien für Detektorkristalle und Anwendung verbesserter Impuls-Verarbeitungstechniken haben die allgemeine Leistungsfähigkeit der Spektrometer verbessert, insbesondere bei hohen Impulsraten und im Niederenergiebereich (unterhalb von 1 keV). Inzwischen wurde die Si-Li-Detektor-Technologie erfolgreich durch die Siliziumdrift-detektor-Technologie (en: silicon drift detector, SDD) ersetzt, die eine mit Si-Li-Detektoren vergleichbare Performance bietet, sogar bei erheblich höheren Impulsraten. Zusätzlich führt eine kleinere Detektorkapazität dazu, dass sogar noch höhere Impulsraten gemessen werden können und großflächigere Detektoren zur Verfügung stehen. Dieses Dokument wurde daher mit Kriterien zur Bewertung der Performance derartiger moderner Spektrometer aktualisiert.

Ein Spektrometer wird normalerweise durch seine Energieauflösung im Hochenergiebereich spezifiziert, die als Halbwertsbreite (en: full peak width at half maximum, FWHM) der Mangan $K\alpha$ -Linie definiert wird. Um die Eigenschaften im Niederenergiebereich festzulegen, werden von den Herstellern Werte für die FWHM bei Kohlenstoff K, Fluor K und/oder beim Nullpeak angegeben. Einige Hersteller spezifizieren außerdem ein Peak-zu-Untergrund-Verhältnis, das in einem Spektrum einer ^{55}Fe -Quelle als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis oder in einem Bor-Spektrum als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis definiert werden kann. Für die gleiche Größe werden manchmal unterschiedliche Definitionen verwendet. Die Empfindlichkeit des Spektrometers bei niedrigen Energien bezogen auf die Empfindlichkeit bei hohen Energien hängt stark vom Aufbau des Detektorkristalls und vom verwendeten Strahleneintrittsfenster ab. Obwohl eine hohe Empfindlichkeit bei niedrigen Energien für die Anwendung des Spektrometers bei der Analyse von Verbindungen aus leichten Elementen wichtig ist, spezifizieren die Hersteller normalerweise keine Energieabhängigkeit für die Spektrometereffizienz.

Dieses Dokument wurde wegen der weltweiten Nachfrage nach Mindestspezifikationen für energiedisperse Röntgenspektrometer entwickelt. EDS ist eine der am häufigsten bei der Analyse der chemischen Zusammensetzung von Festkörpern und Dünnschichten verwendeten Verfahren. Mit diesem Dokument sollte der Vergleich der Performance verschiedener Spektrometerausführungen auf der Grundlage einer einheitlichen Spezifikation möglich sein und sie sollte helfen, für eine bestimmte Aufgabenstellung das optimale Spektrometer zu finden. Außerdem liefert dieses Dokument einen Beitrag zur Angleichung der Leistungen in einzelnen Prüflaboratorien. Nach ISO/IEC 17025 [1] sollten derartige Laboratorien in regelmäßigen Zeitabständen den Kalibrierstatus ihrer Messgeräte nach einem festgelegten Verfahren überprüfen. Dieses Dokument kann in allen relevanten Prüflaboratorien als Leitfaden für vergleichbare Verfahren dienen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die wichtigsten Größen fest, die ein energiedispersives Röntgenspektrometer charakterisieren, das im Wesentlichen aus einem Halbleiterdetektor, einem Vorverstärker und einer Signalverarbeitungseinheit besteht. Dieses Dokument ist anzuwenden für Spektrometer mit Halbleiterdetektor, die nach dem Prinzip der Festkörperionisierung funktionieren. Dieses Dokument legt die Mindestanforderungen fest und wie die relevanten Performanceparameter bei an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) oder Elektronenstrahlmikroanalysator (ESMA) angeschlossenen Spektrometer zu überprüfen sind. Das bei der eigentlichen Analyse angewandte Verfahren ist in ISO 22309 [2] und ASTM E1508 [3] beschrieben und liegt außerhalb des Anwendungsbereiches dieses Dokuments.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 23833, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) — Vocabulary*

ISO 22493, *Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 23833, ISO 22493 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

ANMERKUNG Mit Ausnahme von 3.1, 3.2, 3.2.1, 3.2.2, 3.9, 3.11, 3.12, 3.13 und 3.14 sind diese Definitionen in gleicher oder analoger Form in ISO 22309 [2], ISO 18115-1 [4] und ISO 23833 angegeben.

3.1

energiedispersives Röntgenspektrometer

Gerät zur Bestimmung der Röntgenstrahl-Signalintensität als Funktion der Strahlungsenergie durch gleichzeitiges Aufzeichnen des gesamten Röntgenspektrums

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Spektrometer besteht aus einem Festkörperdetektor, einem Vorverstärker und einem Impulsprozessor. Der Detektor konvertiert die Energie der Röntgenphotonen in elektrische Stromimpulse, die durch den Vorverstärker verstärkt werden. Der Impulsprozessor sortiert die Impulse nach der Amplitude, um eine Histogrammverteilung der Röntgenstrahl-Signalintensität (3.8) über der Energie zu erstellen.

3.2

Impulsrate

Zählrate

Anzahl der Röntgenphotonen je Sekunde

3.2.1

Eingangsimpulsrate

Eingangszählrate

ICR, en: input count rate

Anzahl der von der aktiven Detektorfläche absorbierten Röntgenphotonen je Sekunde, die in die Elektronik eingehen