

**DIN ISO 14707**

ICS 71.040.40

Einsprüche bis 2017-10-04

**Entwurf**

**Chemische Oberflächenanalyse –  
Optische Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (GD-OES) –  
Einführung in die Anwendung (ISO 14707:2015);  
Text Deutsch und Englisch**

Surface chemical analysis –  
Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES) –  
Introduction to use (ISO 14707:2015);  
Text in German and English

Analyse chimique des surfaces –  
Spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse –  
Introduction à son emploi (ISO 14707:2015);  
Texte en allemand et anglais

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-08-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nmp@din.de](mailto:nmp@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## Inhalt

|                                                                                    | Seite |
|------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Nationales Vorwort.....                                                            | 3     |
| Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise .....                          | 3     |
| Vorwort .....                                                                      | 4     |
| Einleitung .....                                                                   | 5     |
| 1 Anwendungsbereich.....                                                           | 6     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                     | 6     |
| 3 Begriffe .....                                                                   | 6     |
| 4 Kurzbeschreibung .....                                                           | 7     |
| 5 Prüfeinrichtung.....                                                             | 8     |
| 5.1 Quelle für die optische Glimmentladung .....                                   | 8     |
| 5.2 Optische Einheit.....                                                          | 10    |
| 5.3 Photoelektrische Detektoren und Messeinrichtungen .....                        | 11    |
| 6 Durchführung.....                                                                | 11    |
| 6.1 Verifizierungsprüfungen der Prüfeinrichtung .....                              | 11    |
| 6.1.1 Allgemeines .....                                                            | 11    |
| 6.1.2 Glimmentladungsquelle.....                                                   | 12    |
| 6.1.3 Optische Einheit und elektrische Messeinrichtung .....                       | 13    |
| 6.2 Bestimmung.....                                                                | 13    |
| 6.2.1 Allgemeines .....                                                            | 13    |
| 6.2.2 Herstellung der erforderlichen Kalibrierproben .....                         | 13    |
| 6.2.3 Einrichten der Messbedingungen und Analyse der Kalibrierproben .....         | 14    |
| 6.2.4 Qualitätsprüfung der Ergebnisse.....                                         | 14    |
| 6.2.5 Prüfbericht.....                                                             | 15    |
| Anhang A (informativ) Sicherheit.....                                              | 16    |
| A.1 Allgemeines .....                                                              | 16    |
| A.2 Verwendung einer Hochspannungsstromversorgung und Erdung des Messgerätes ..... | 16    |
| A.3 Anwendung von Hochfrequenzen .....                                             | 16    |
| A.4 Verwendung und Lagerung von Druckgasflaschen.....                              | 16    |
| A.5 Sicherheitsprüfungen vor und während des Betriebs.....                         | 17    |
| Literaturhinweise.....                                                             | 18    |

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (ISO 14707:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 201 „Chemical surface analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom JISC (Japan) gehalten wird.

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Hinsichtlich A.5 weist der NA 062-08-16 AA auf die Gefahr von Überdruck hin. Die Gasdruckminderer erlauben mehrere Atmosphären Überdruck, die gefährlicher als 1 atm Unterdruck sind. Es besteht z. B. die Gefahr, dass eine 200-bar- oder 300-bar-Flasche direkt an die Glimmlampe angeschlossen wird. Es ist nicht bekannt, dass für diesen Fall entsprechende Überdruck-Sicherheitsventile von den Herstellern eingebaut werden.

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

|                 |                              |
|-----------------|------------------------------|
| ISO 5725-1:1994 | siehe DIN ISO 5725-1:1997-11 |
| ISO 5725-2:1994 | siehe DIN ISO 5725-2:2002-12 |
| ISO 5725-3:1994 | siehe DIN ISO 5725-3:2003-02 |
| ISO 5725-4:1994 | siehe DIN ISO 5725-4:2003-01 |
| ISO 18115-1     | siehe DIN ISO 18115-1        |

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 5725-3:2003-02, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen (ISO 5725-3:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 5725-4:2003-01, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-4:1994)*

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

## Vorwort

ISO (International Organization for Standardization) ist eine weltweite Vereinigung der Nationalen Normen Institute (ISO-Mitglieder). Die Erarbeitung Internationaler Normen wird durch Technische Komitees ausgeführt. Jedes Mitglied, das an einem Arbeitsgebiet interessiert ist, für das ein Technisches Komitee gegründet wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, gesetzgebender oder nicht gesetzgebender Art, die mit ISO in Verbindung stehen, sind auch an der Arbeit beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Es wird darauf hingewiesen, dass Bestandteile dieser Internationalen Norm patentrechtlich geschützt sein können. ISO darf nicht für die Kennzeichnung einiger oder all dieser Patentrechte verantwortlich gemacht werden. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 201 „*Surface chemical analysis*“, Unterkomitee SC 8 „*Glow discharge spectroscopy*“.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 14707:2000), die technisch überarbeitet wurde.

Anhang A dieser Internationalen Norm dient lediglich der Information.

## **Einleitung**

Die optische Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (GD-OES) wird zur Bestimmung der Elementzusammensetzung von Feststoffproben angewendet. GD-OES kann entweder für die Volumen- oder Tiefenprofilanalyse angewendet werden. Bei der Volumenanalyse können Änderungen in der Elementzusammensetzung mit der Tiefe als vernachlässigbar angenommen werden. Im Gegensatz dazu dient die Tiefenprofilanalyse hauptsächlich der Ermittlung von Daten bezüglich derartiger Änderungen der Zusammensetzung. Die für die Tiefenprofilanalyse mittels GD-OES zugänglichen Schichtdicken liegen im Bereich von einigen Nanometer bis etwa einhundert Mikrometer. Es wird ein Mittelwert der Konzentration innerhalb des Kraters erhalten, und die laterale Auflösung der GD-OES entspricht daher dem Innendurchmesser der Anode.

Wie bei jedem Verfahren der instrumentellen Analytik hängt die Qualität der GD-OES-Analyse deutlich von der Optimierung und dem Betrieb der Messgeräte ab. Diese Internationale Norm enthält anzuwendende praktische Anleitungen, um sicherzustellen, dass die GD-OES-Analysen von höchstmöglicher Qualität sind.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm enthält Anleitungen, die für die Volumen- oder Tiefenprofilanalyse mittels GD-OES gelten. Die hierin behandelten Anleitungen sind auf die Analyse von massiven Feststoffen begrenzt und gelten nicht für die Analyse von Pulvern, Gasen und Lösungen. In Kombination mit bestimmten Normverfahren, die derzeit oder zukünftig zur Verfügung stehen, sollten diese Anleitungen die Regelung von Messgeräten und die Regelung der Messbedingungen ermöglichen.

Obwohl im Verlauf der Jahre verschiedene Arten von Quellen für die optische Glimmentladungsemission entwickelt wurden, beruht die sehr große Mehrheit der optischen Glimmentladungsemissionsgeräte, die derzeit sowohl für Gleichstrom- als auch für Hochfrequenzquellen verwendet werden, auf dem Grimm-Typ. Es sollte jedoch beachtet werden, dass der Kathodenkontakt oft auf der Rückseite der Probe, z. B. in Quellen vom Marcus-Typ, und nicht auf der Vorderseite wie in der ursprünglichen Grimm-Bauweise angeordnet ist. Die in diesem Dokument enthaltenen Anleitungen sollten ausdrücklich so verstanden werden, dass sie gleichermaßen für die beiden Quellentypen und andere Quellenbauweisen gelten und dass die Quelle vom Grimm-Typ nur als Beispiel verwendet wird.

## 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 3497:1990, *Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray spectrometric methods*

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 5725-3:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

ISO 5725-4:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method*

ISO 6955:1982, *Analytical spectroscopic methods — Flame emission, atomic absorption, and atomic fluorescence — Vocabulary*

ISO 11505, *Surface chemical analysis — General procedures for quantitative compositional depth profiling by glow discharge optical emission spectrometry*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 3497, ISO 5725-1, ISO 5725-2, ISO 5725-3, ISO 5725-4 und ISO 6955.

## 4 Kurzbeschreibung

Die Analyse mittels GD-OES umfasst die folgenden Arbeitsgänge:

- a) Herstellung der zu analysierenden Probe, im Allgemeinen in Form einer ebenen Platte oder Scheibe mit Maßen, die für das Messgerät oder die analytische Anforderung geeignet sind (geeignet sind runde oder rechteckige Proben mit einer Breite von mehr als 3 mm, üblicherweise 20 mm bis 100 mm);
- b) Atomisierung und Anregung der zu bestimmenden Analyten durch Ionen-Sputtern und Zusammenstöße zwischen Teilchen, die im Glimmentladungsplasma auftreten;
- c) Messung der Emissionsintensitäten der charakteristischen Analyt-Spektrallinien (zur Tiefenprofilierung werden die Emissionsintensitäten in Abhängigkeit von der Zeit aufgezeichnet);
- d) Bestimmung der in der Probe enthaltenen Analytkonzentrationen durch Kalibrierung mit Referenzmaterialien bekannter Zusammensetzung (zur Tiefenprofilierung wird auch die gesputterte Tiefe als Funktion der Zeit durch Kalibrierung mit Referenzmaterialien bekannter Zusammensetzung und bekannten Sputterraten bestimmt).

Bild 1 zeigt eine schematische Darstellung eines typischen GD-OES-Systems. GD-OES beruht auf der Verwendung einer Vorrichtung zur Glimmentladung als optische Emissionsquelle. Die Vorrichtung zur Glimmentladung besteht aus einer Vakuumkammer, die mit einem Trägergas, gewöhnlich Argon, gefüllt ist. Das für die Entladung namensgebende Glimmplasma wird durch eine geregelte Hochspannung von 200 V bis 2 000 V aufrechterhalten, die zwischen Anode und Kathode im Plasmagas angelegt wird. Die zu analysierende Feststoffprobe dient als Kathode.

Die Atomisierung des Probenmaterials in der Glimmentladung ist die Folge des Kathoden-Sputterns, der Zerstörung der negativen Elektrode (Kathode) in einer Gasentladung auf Grund der Stoßeinwirkung von schnellen geladenen und neutralen Teilchen. Die im Plasma gebildeten Ionen werden durch das elektrische Feld im Plasma in Richtung Kathodenoberfläche beschleunigt. Wenn ein Ion oder neutrales Atom mit der Oberfläche zusammenstößt, kann dessen Energie auf Atome auf der Oberfläche übertragen werden, wodurch einige dieser Oberflächenatome in das Plasma emittiert werden. Nach dem Übergang ins Plasma können die gesputterten Probenatome durch unelastische Zusammenstöße mit Elektronen oder anderen Spezies ionisiert und angeregt werden. Die Mehrheit dieser angeregten Analytatome und -ionen strahlen daraufhin eine charakteristische optische Emission bis zum Übergang in einen niedrigeren elektronischen Zustand aus. Die optische Emission wird von einem optischen Spektrometer, das ein dispersives Element enthält, üblicherweise ein Beugungsgitter, analysiert. Die Intensitäten der elementspezifischen Spektrallinien werden mit geeigneten Detektoren in elektrische Signale umgewandelt. Gewöhnlich wird ein Polychromator angewendet, damit viele Elemente gleichzeitig quantitativ bestimmt werden können. Spektrallinien, die nicht im Liniensatz des Polychromators enthalten sind, können, sofern verfügbar, mit einem scannenden Monochromator zugänglich gemacht werden. Außerdem gibt es CCD-Messgeräte, bei denen ein Spektrum über einen großen Spektralbereich kontinuierlich gemessen werden kann. In der Praxis können nahezu alle Elemente im Periodensystem, einschließlich Metalle, Halbmetalle und Nichtmetalle, bestimmt werden.

## **5 Prüfeinrichtung**

Die Prüfeinrichtung muss mindestens aus Folgendem bestehen:

### **5.1 Quelle für die optische Glimmentladung**

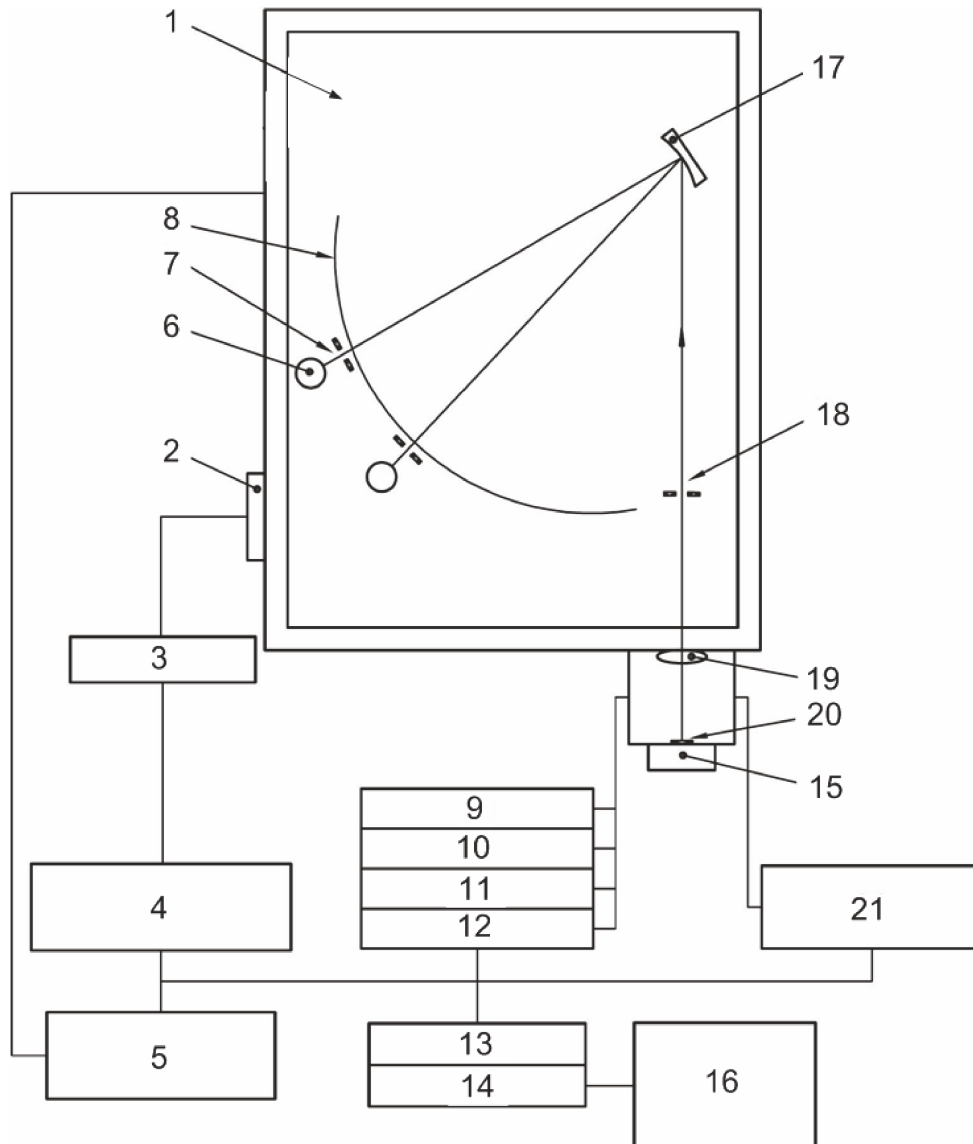
Bild 2 zeigt eine schematische Darstellung einer Vorrichtung für die optische Glimmentladungsemission vom Grimm-Typ. In der Vorrichtung wurden von den Messegeräteherstellern einige Änderungen eingeführt. Wie in Abschnitt 4 angegeben, dient praktisch die Probe als Kathode. Die Anode hat die Form einer Röhre mit einem Innendurchmesser von 1 mm bis 10 mm, gewöhnlich 4 mm. Der Abstand zwischen der Vorderseite der Anode und der Oberfläche der Kathode beträgt üblicherweise zwischen 0,1 mm und 0,3 mm. Demzufolge ist das Ionen-Sputtern auf einen kreisförmigen Bereich der Probenoberfläche begrenzt, dessen Durchmesser etwa gleich dem Innendurchmesser der Anode ist.

Das Glimmentladungsgerät erfordert verschiedene Peripheriegeräte für seinen Betrieb. Dazu gehören eine elektrische Stromversorgung, eine oder zwei Vakuumpumpen, eine Quelle für das Plasmagas, ein Mittel für die geregelte Zufuhr des Gases in die Quelle und ein Vakuummessgerät. Bei dünnen Proben ist manchmal eine Kühlvorrichtung, z. B. ein Metallblock mit zirkulierender Kühlflüssigkeit, notwendig.

#### **a) Quellenparameter**

Glimmentladungsquellen dürfen entweder in der Gleichstrom(DC)- oder Hochfrequenz(HF)-Betriebsart betrieben werden. Von Kombinationen dieser beiden Betriebsarten, z. B. Anwendung einer HF-Spannung, die einer Gleichspannung überlagert ist, wurde ebenfalls berichtet. In beiden Betriebsarten, DC und HF, wird auch eine gepulste Entladung zum periodischen Schalten der angewendeten Leistung angewendet.

- 1) Beim DC-Betrieb sind der Entladungsstrom (1 mA bis 200 mA) und die -spannung (200 V bis 2 000 V) die relevanten elektrischen Parameter. Neben den elektrischen Parametern sind andere Parameter für die Eigenschaften der Vorrichtung wichtig. Hierzu gehören der Innendurchmesser der Anode (1 mm bis 10 mm), die Gasart und -reinheit (z. B. Argon, > 99,999 %), Gasdurchflussgeschwindigkeit oder der beaufschlagte Gasdruck (100 ml/min bis 500 ml/min, 100 Pa bis 1 500 Pa, siehe nachfolgende Anmerkung) und die physikalischen Eigenschaften des Probenmaterials (z. B. Sekundärelektronen-Emissionsausbeute und Sputterausbeute). Die kombinierten Effekte all dieser Faktoren bestimmen den spektrochemischen Charakter des Glimmentladungsplasmas. Im Allgemeinen wird empfohlen, die Gasdurchflussgeschwindigkeit oder den Gasdruck in Echtzeit zu ändern, um eine konstante Spannung und einen konstanten Strom zu erhalten. Beispielsweise sind 250 ml/min Argon-Durchflussgeschwindigkeit, 600 V bis 1 000 V Entladungsspannung und 20 mA bis 60 mA Entladungsstrom typische Betriebsbedingungen für die DC-GD-OES-Volumenanalyse von niedriglegierten Stahlsorten bei einer Anode mit einem Innendurchmesser von 4 mm. In diesem Fall ist die Sputterratenrate normalerweise 100 nm/s und schwankt für die im Beispiel angeführten Bedingungen zwischen 20 nm/s und 160 nm/s.



**Legende**

|   |                                   |    |                       |    |                                    |
|---|-----------------------------------|----|-----------------------|----|------------------------------------|
| 1 | Spektrometer                      | 8  | Rowlandkreis          | 15 | Probe                              |
| 2 | elektrische Einführung            | 9  | Kühlsystem            | 16 | Personalcomputer-System            |
| 3 | Vorverstärker                     | 10 | Gasregelsystem        | 17 | Reflexionsbeugungsgitter           |
| 4 | Lichtintensitäts-Messkreis        | 11 | HF-Stromversorgung    | 18 | Eintrittsspalt                     |
| 5 | Regelsystem für Vakuum/Gasspülung | 12 | Gleichstromversorgung | 19 | Linse                              |
| 6 | Photovervielfacher                | 13 | Regelkreis            | 20 | Glimmentladungsquelle              |
| 7 | Austrittsspalt                    | 14 | lokaler Rechner       | 21 | Regelsystem für die Glimmentladung |

**Bild 1 — Schematische Darstellung eines GD-OES-Systems**

**ANMERKUNG** Es sollte so verstanden werden, dass die Entladungs-Gasdurchflussgeschwindigkeit das praktische Mittel zur Regelung des Quellenbetriebsdrucks ist, und dementsprechend sind die vorgeschlagenen Wertebereiche äußerst quellspezifisch und werden an dieser Stelle nur in Bezug auf das Glimmlampen-Beispiel angegeben.

- 2) Typische Bedingungen für die HF-Glimmentladung sind der gleiche Bereich der Argon-Durchflussgeschwindigkeit und ähnliche Werte des Entladungsstroms und der -spannung wie beim DC-Betrieb. Hinsichtlich der elektrischen Parameter ist es wichtig, anzumerken, dass GD-OES-Messgeräte üblicherweise die Vorwärtsleistung und reflektierte Leistung, den angelegten Effektivwert der Spannung oder die Scheitelspannung/-stromstärke der HF-Wellenform messen. Wenn leitende Proben mit HF gesputtert werden, kann auch die mittlere Spannung, DC-Vorspannung genannt, gemessen werden. Bei der Leistungsmessung muss die einfallende Leistung als die von der HF-Stromversorgung dem Glimmentladungssystem zugeführte Vorwärtsleistung verstanden werden. Auf Grund der Verlustleistungen in Kabeln, im Kühlsystem usw. und der reflektierten Leistung, verursacht durch unzureichende Abstimmung der Generator- und Plasmaimpedanz, ist die Wirkleistung geringer als die einfallende Leistung, was bedeutet, dass die Wirkleistung eigentlich innerhalb der Glimmentladung selbst verloren geht. Es ist möglich, ein System zum automatischen Messen der spannungsabhängigen Verlustleistung ohne Plasma (im Vakuum) vor der Entladungszündung anzuwenden. Dieser Wert wird dann von der während der Messung einfallenden Leistung subtrahiert, wodurch ein recht genauer Messwert der wirksamen Plasmaleistung erhalten wird. In ähnlicher Weise können bei der Messung der Spannung/Stromstärke die Messwerte keiner genauen Wiedergabe der wirksamen Entladungsspannung/-stromstärke im Plasma entsprechen. Die HF-Stromversorgung darf entweder vom Festfrequenz- oder vom freischwingenden Typ sein. In jedem Fall beträgt die HF-Frequenz zwischen 3 MHz und 41 MHz. Übliche Festfrequenzen sind 6,78 MHz oder 13,56 MHz, um den nationalen und internationalen Vorschriften zu entsprechen.

Neben leitenden Proben erlaubt die HF-GD-OES die Analyse von nichtleitenden Proben. Bei nichtleitenden Proben liegt die Geschwindigkeit, bei der das Ionen-Sputtern die Probenoberfläche abträgt, üblicherweise im Bereich von 1 nm/s bis 50 nm/s. Nichtleitende Schichten auf leitenden Substraten können ebenfalls untersucht werden. In Abhängigkeit vom verwendeten Gerät wird die angelegte HF-Spannung bei diesen Proben höher als bei leitenden Proben sein.

- 3) Sowohl in der DC- als auch in der HF-Betriebsart kann eine gepulste Entladung angewendet werden, um die Sputterrate zu regeln und die Beschädigung von Oberflächenbeschichtungen, z. B. ein Polymerfilm, zu verringern. In Abhängigkeit von der zu analysierenden Probe sollten die Frequenz und die relative Einschaltdauer der gepulsten Entladung bestimmt werden. Typische Werte für die Frequenz und die relative Einschaltdauer sind 100 Hz bis 300 Hz und 20 %.

#### **b) Quellen/Spektrometer-Schnittstelle**

Die von den angeregten Probenatomen ausgesendete optische Strahlung wird mittels Linsen oder Spiegeln zum Eintrittsspalt des Spektrometers gelenkt. Wenn Spektrallinien mit Wellenlängen unter 200 nm (d. h. Vakuum-UV) verwendet werden müssen, muss die gesamte optische Weglänge von der Glimmentladungsquelle bis zum optischen Detektor hinreichend frei von molekularem Sauerstoff sein. Der Grund hierfür sind die sehr starken Absorptionsbanden des Sauerstoffmoleküls unter 200 nm. Sauerstoffgas kann aus dem optischen System durch Spülen des Systems mit einem geeigneten Reingas, z. B. Stickstoff (oder Argon) oder durch Evakuieren des Strahlengangs auf einen Druck von etwa 1 Pa entfernt werden. Das Fenster, das die Quelle vom Spektrometer trennt, muss regelmäßig gereinigt werden.

## **5.2 Optische Einheit**

Die gebräuchlichsten Messgeräte sind mit einem Simultanspektrometer (z. B. Polychromator) mit mehreren festen Kanälen, die den Analytelementen entsprechen, ausgestattet. Außerdem ist es üblich, es mit einem Sequenzspektrometer (d. h. Monochromator) zu kombinieren. Sowohl mit dem Simultan- als auch dem Sequenzspektrometer wird die spektrale Bandbreite und somit die effektive spektrale Auflösung durch die Dispersion des Messgeräts und die geometrischen Spaltbreiten bestimmt.

### **5.3 Photoelektrische Detektoren und Messeinrichtungen**

Die meisten Glimmentladungsspektrometer sind mit Photoelektronenvervielfacher-Röhren zur Signaldetektion ausgestattet. Zum Erzielen der optimalen Leistung (d. h. Signalintensität, Empfindlichkeit und Nachweisvermögen) sind Photoelektronenvervielfacher mit geringem Dunkelstrom und hohem Quantenwirkungsgrad erforderlich. Die Photoelektronenvervielfacher-Verstärkung muss genau ausgewählt werden, um nichtlineares Ansprechen und Sättigung zu vermeiden. Dies wird realisiert durch Messen ausgewählter Proben, die unterschiedliche Analytkonzentrationen und Sputterraten haben, und Einstellen der Verstärkung in der Art, dass ausreichend Empfindlichkeit bei den geringsten Intensitäten ohne Sättigung des Detektors bei den höchsten Intensitäten sichergestellt ist. Ein Detektor vom Array-Typ, z. B. ein ladungsgekoppeltes Bauteil (en: charge-coupled device, CCD) oder ein Ladungsinjektions-Bauteil (en: charge injection device, CID), wird auch für die gleichzeitige Detektion verwendet, um einen breiten Spektralbereich der Analysenlinien zu erfassen. Der verstärkte Detektorausgang wird mittels Analog-Digital-Wandlern digitalisiert und zu Datenspeicherung und weiteren Auswertung auf einen Rechner übertragen.

## **6 Durchführung**

### **6.1 Verifizierungsprüfungen der Prüfeinrichtung**

#### **6.1.1 Allgemeines**

Um Analysendaten höchstmöglicher Qualität zu erhalten, ist es notwendig, die Leistung des Spektrometers und aller anderen an das System angeschlossenen Einrichtungen zu verifizieren. Wenn vom Messgerätehersteller zum Zeitpunkt der Installation keine derartige Verifizierung vorgenommen wurde, sollte sie vom Anwender durchgeführt werden. Außerdem sollte die Verifizierung regelmäßig durchgeführt werden. Die zu überprüfenden Hauptkomponenten sind Glimmentladungsquelle, optische Einheit und elektrische Messeinrichtungen.