

DIN ISO 14707



ICS 71.040.40

Einsprüche bis 2022-08-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 14707:2018-02

Entwurf

**Chemische Oberflächenanalyse –
Optische Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (GD-OES) –
Einführung in die Anwendung (ISO 14707:2021);
Text Deutsch und Englisch**

Surface chemical analysis –
Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES) –
Introduction to use (ISO 14707:2021);
Text in German and English

Analyse chimique des surfaces –
Spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse –
Introduction à son emploi (ISO 14707:2021);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-06-24 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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, 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	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Prinzip des Verfahrens	7
5 Analysengerät	8
5.1 Quelle für die optische Glimmentladung	8
5.2 Optische Einheit	11
5.3 Photoelektrische Detektoren und Messeinrichtungen	11
6 Durchführung	12
6.1 Verifizierungsprüfungen der Prüfeinrichtung	12
6.1.1 Allgemeines	12
6.1.2 Glimmentladungsquelle	13
6.1.3 Optische Einheit und elektrische Messeinrichtung	13
6.2 Bestimmung	13
6.2.1 Allgemeines	13
6.2.2 Vorbereitung der erforderlichen Kalibrierproben	13
6.2.3 Einrichten der Messbedingungen und Analyse der Proben	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 eines Hochspannungsnetztes 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

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung eines GD-OES-Systems	10
Bild 2 — Beispiel einer Glimmentladungsquelle (Hohlanode vom Grimm-Typ)	12

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 14707:2021, die vom Technischen Komitee ISO/TC 201 „Surface chemical analysis“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-16 AA „Chemische Oberflächen-analyse 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 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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3497	siehe	DIN EN ISO 3497
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-3	siehe	DIN ISO 5725-3
ISO 11505	siehe	DIN ISO 11505
ISO 18115-1	siehe	DIN ISO 18115-1

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 14707:2018-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verweisungen in Abschnitt 2 und in den Literaturhinweisen aktualisiert sowie Datierungen entfernt;
- b) in Unterabschnitt 5.1 Listenpunkt a) Satz am Ende des Absatzes angefügt;
- c) redaktionelle Fehler korrigiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3497, *Metallische Schichten — Schichtdickenmessung — Röntgenfluoreszenz-Verfahren (ISO 3497)*

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

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 (ISO 5725-2)*

DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen (ISO 5725-3)*

DIN ISO 11505, *Chemische Oberflächenanalyse — Allgemeine Verfahren zur quantitativen Tiefenprofilanalyse der Zusammensetzung mittels optischer Glimmentladungs-Emissionsspektrometrie (ISO 11505)*

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

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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 201, *Surface chemical analysis*, Unterkomitee SC 8, *Glow discharge spectroscopy*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 14707:2015), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— redaktionelle Fehler wurden korrigiert.

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 optische Glimmentladungsspektrometrie (GD-OES, en: glow discharge optical emission spectrometry) wird zur Bestimmung der Elementzusammensetzung von Feststoffproben angewendet. GD-OES kann entweder für die Durchschnitts- oder Tiefenprofilanalyse angewendet werden. Bei der Durchschnittsanalyse werden Änderungen in der Elementzusammensetzung mit zunehmender Tiefe der Probe als vernachlässigbar angenommen. 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 Nanometern 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 korrekten Optimierung und dem korrekten Betrieb der Instrumentierung ab. Dieses Dokument enthält Leitlinien für die Praxis, die beachtet werden müssen, um sicherzustellen, dass die GD-OES-Analysen von höchstmöglicher Qualität sind.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument enthält Leitlinien, die für die Volumen- oder Tiefenprofilanalyse mittels GD-OES gelten. Die hierin behandelten Leitlinien sind auf die Analyse von massiven Feststoffen begrenzt und gelten nicht für die Analyse von Pulvern, Gasen oder Lösungen. In Kombination mit bestimmten Normverfahren, die derzeit oder zukünftig zur Verfügung stehen, sind diese Leitlinien dafür vorgesehen, die Regelung von Messgeräten und die Kontrolle der Messbedingungen zu ermöglichen.

Obwohl im Verlauf der Jahre verschiedene Arten von Quellen für die optische Glimmentladungsemission entwickelt wurden, beruht die große Mehrheit der optischen Glimmentladungsemissionsgeräte, die derzeit sowohl für Gleichstrom- als auch für Hochfrequenzquellen verwendet werden, auf dem Grimm-Typ mit einer Hohl-anode. Jedoch ist 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. Die in diesem Dokument enthaltenen Leitlinien gelten gleichermaßen für die beiden Quellentypen als auch für andere Quellenbauweisen. Die Quelle vom Grimm-Typ wird als Beispiel verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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, *Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray spectrometric methods*

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

ISO 5725-2, *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, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

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

3 Begriffe

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

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

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

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

4 Prinzip des Verfahrens

Die Analyse mittels GD-OES umfasst die folgenden Arbeitsgänge:

- a) Vorbereitung der zu analysierenden Probe, im Allgemeinen in Form einer ebenen Platte oder Scheibe mit Abmessungen, die für das Analysengerät oder die analytische Anforderung geeignet sind (zweckmäßig 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-Zerstäubung und Zusammenstöße zwischen den Teilchen, die im Glimmentladungsplasma auftreten;
- c) Messung der Emissionsintensitäten der charakteristischen Spektrallinien der zu analysierenden Elemente (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 in Abhängigkeit von 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 Quelle der optischen Emission. 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 der Kathoden-Zerstäubung, des Materialabtrags an der negativen Elektrode (Kathode) in einer Gasentladung auf Grund von Stößen mit 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 kinetische Energie auf Atome an der Oberfläche übertragen werden, wodurch einige dieser Oberflächenatome in das Plasma emittiert werden. Nach dem Übergang ins Plasma können die abgetragenen Probenatome durch unelastische Zusammenstöße mit Elektronen oder anderen Spezies ionisiert und angeregt werden. Die Mehrheit dieser angeregten Analytatome und -ionen strahlen daraufhin charakteristische optische Emissionslinien beim Übergang in den niedrigeren elektronischen Zustand aus. Das emittierte Licht 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 einem Elementkanal des Polychromators zugeordnet sind, können, sofern verfügbar, mit einem scannenden Monochromator zugänglich gemacht werden. Es gibt auch CCD-Messgeräte (CCD, en: charge-coupled device), 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 Analysengerät

Die Prüfeinrichtung muss mindestens aus Folgendem bestehen:

5.1 Quelle für die optische Glimmentladung

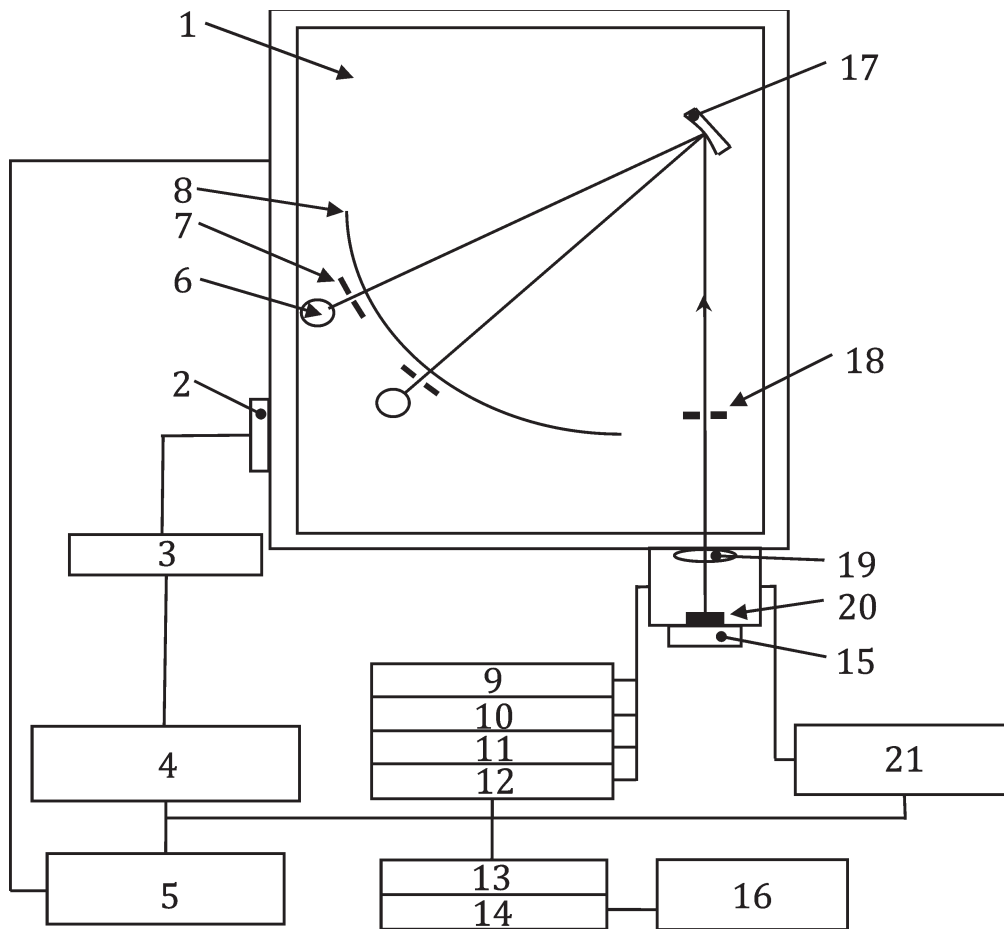
Bild 2 zeigt eine schematische Darstellung einer Vorrichtung für die optische Glimmentladung vom Grimm-Typ. Von den Geräteherstellern wurden verschiedene Modifikationen der Quelle eingeführt. Wie in Abschnitt 4 angegeben, dient die Probe praktisch als Kathode. Die Anode hat die Form einer Röhre mit einem Innendurchmesser von 1 mm bis 10 mm, gewöhnlich 4 mm. Der Abstand zwischen der Vorderseite der Anode und der Oberfläche der Kathode liegt üblicherweise zwischen 0,1 mm und 0,3 mm. Demzufolge ist das Ionen-Zerstäuben 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, ein oder zwei Vakuumpumpen, eine Quelle für das Plasmagas, einen Gasflussregler 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 in entweder 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 (en: direct current) und HF (en: RF – radio frequency), kann auch eine gepulste Entladung zum periodischen Schalten der anliegenden Leistung angewendet werden. Die folgenden Arbeiten sind unter sorgfältiger Beachtung der Sicherheit durchzuführen (siehe Anhang A):

- 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 des Gerätes wichtig. Hierzu gehören der Innendurchmesser der Anode (1 mm bis 10 mm), die Gasart und -reinheit (z.B. Argon, > 99,999 %), Gasdurchfluss 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 Zerstäubungsrate). Die kombinierten Effekte all dieser Faktoren bestimmen den spektrochemischen Charakter des Glimmentladungsplasmas. Im Allgemeinen wird empfohlen, den Gasdurchfluss oder den Gasdruck in Echtzeit zu ändern, um eine konstante Spannung und einen konstanten Strom zu erhalten. Beispielsweise sind 250 ml/min Argon-Durchfluss, 600 V bis 1 000 V Entladungsspannung und 20 mA bis 60 mA Entladungsstrom typische Betriebsbedingungen für die DC-GD-OES-Durchschnittsanalyse von niedriglegierten Stahlsorten bei einer Anode mit einem Innendurchmesser von 4 mm. In diesem Fall beträgt die Zerstäubungsrate typischerweise 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 Durchföhrung	9 K÷hlsystem	16 Personalcomputer-System
3 Vorverstärker	10 Gasregelsystem	17 Beugungsgitter
4 Schaltkreis für die Lichtintensität	11 HF-Stromversorgung	18 Eintrittsspalt
5 Regelsystem für Vakuum/Gasspü-12 Gleichstromversorgung	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

Es sollte verstanden werden, dass der Entladungs-Gasdurchfluss das praktische Mittel zur Regelung des Quellenbetriebsdrucks ist, und dementsprechend sind die vorgeschlagenen Wertebereiche äußerst quellenspezifisch und werden an dieser Stelle nur in Bezug auf das Beispiel der Glimmlampe angegeben.

- 2) Typische Bedingungen für die HF-Glimmentladung sind der gleiche Bereich des Argon-Durchflusses 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 (quadratischer Mittelwert) oder die Scheitelspannung/-stromstärke der HF-Wellenform messen. Wenn elektrisch leitfähige Proben mit HF zerstäubt werden, kann auch die mittlere Spannung, als DC-Bias bezeichnet, 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 K÷hlsystem usw. und der reflektierten Leistung, verursacht durch unzureichende Abstimmung der Generator- und Plasmaimpedanz, ist die Wirkleistung geringer als die einfallende Leistung. Das bedeutet,

dass die Wirkleistung tatsächlich innerhalb der Glimmentladung selbst abgebaut wird. Es ist möglich, die Verlustleistung vor der Entladungszündung automatisch in Abhängigkeit von der Spannung ohne Plasma (unter Vakuum) zu messen. 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 sind bei der Messung von Spannung/Strom die Messwerte möglicherweise keine genaue Wiedergabe der wirksamen Entladungsspannung/-stromstärke im Plasma. Die HF-Leistungsversorgung darf entweder vom Typ mit fester Frequenz oder mit variabler Frequenz vom Typ Freischwinger sein. In beiden Fällen liegt die HF-Frequenz üblicherweise 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 elektrisch leitfähigen Proben erlaubt die HF-GD-OES die Analyse von elektrisch nichtleitenden Proben. Bei nichtleitenden Proben liegt die Geschwindigkeit, bei der die Ionen-Zerstäubung die Probenoberfläche abträgt, üblicherweise im Bereich von 1 nm/s bis 50 nm/s. Nichtleitende Schichten können ebenfalls untersucht werden. In Abhängigkeit vom verwendeten Gerät wird die angelegte HF-Spannung bei diesen Proben höher als bei leitfähigen Proben sein.

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

b) Schnittstelle Quelle/Spektrometer

Das von den angeregten Probenatomen ausgesendete Licht 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 üblichen Analysengeräte sind mit einem Simultanspektrometer (z. B. Polychromator) mit mehreren festen Kanälen, die den Analytelementen entsprechen, ausgestattet. Außerdem ist es üblich, dieses mit einem Sequenzspektrometer (d. h. Monochromator) zu kombinieren. Sowohl für das Simultan- als auch für das Sequenzspektrometer wird die spektrale Bandbreite und somit die effektive spektrale Auflösung durch die Dispersion des Analysengeräts 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 Nachweisgrenze) sind Photoelektronenvervielfacher mit geringem Dunkelstrom und hohem Quantenausbeute 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 durch 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 für die gleichzeitige Detektion verwendet, um einen breiten Spektralbereich der Analysenlinien zu erfassen. Der verstärkte Detektorausgang wird mittels Analog-Digital-Wandlern digitalisiert und zur Datenspeicherung und weiteren Auswertung auf einen Rechner übertragen.