

DIN ISO 15632



ICS 71.040.99

Einsprüche bis 2022-04-04
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 15632:2015-11

Entwurf

**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);
Text Deutsch und Englisch**

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);
Text in German and English

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);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-02-04 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 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 37 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	11
Anhang A (normativ) Messung der Linienbreiten (FWHM) zur Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers	12
A.1 Proben	12
A.2 Probenpräparation	12
A.3 Vorbereitung	12
A.4 Messbedingungen	12
A.5 Untergrundsubtraktion	12
A.6 Berechnung der FWHM	13
A.7 Beispiele	13
Anhang B (normativ) Messung des L-zu-K-Verhältnisses als ein Maß für die Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz	17
B.1 Proben	17
B.2 Messbedingungen	17
B.3 Berechnung des L-zu-K-Verhältnisses	17
B.4 Umrechnung des L-zu-K-Verhältnisses für $\text{TOA} \neq 35^\circ$	17
Literaturhinweise	20

Bilder

Bild A.1 — Mangan $K\alpha$ -Spektrum, von einer ^{55}Fe -Quelle emittiert, und berechnete FWHM	14
Bild A.2 — 10-keV-Spektrum von einer PTFE-Probe und berechnete FWHMs für die Kohlenstoff- und Fluor K-Linien	15
Bild A.3 — Mangan $K\alpha$ -Peak aus einem 15-keV-Spektrum einer polierten Manganprobe mit nach A.5 interpoliertem linearen Untergrund und der nach A.6 berechneten FWHM	16
Bild B.1 — Nomogramm für die Umrechnung in $\text{TOA} = 35^\circ$ bei Nickel	18
Bild B.2 — Nomogramm für die Umrechnung in $\text{TOA} = 35^\circ$ bei Kupfer	19

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).

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.

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) der Titel wurde detailliert;
- b) die Definition der Totzeit ist detaillierter;
- c) Begriff 3.14 hinzugefügt;
- d) der allgemeinen Beschreibung (4.1) wurde eine Anmerkung (einschließlich einer neuen Verweisung [5]) hinzugefügt, die sich auf die aktive Nettosensoroberfläche bezieht.

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 gilt ausschließlich 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

3.2.2

Ausgangsimpulsrate; Ausgangszählrate

OCR, en: output count rate

Anzahl der gültigen Röntgenphotonenmessungen je Sekunde, die von der Elektronik ausgegeben und gespeichert werden, einschließlich Summenpeaks

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn die Elektronik einzelne Energien der Röntgenphotonen misst, kommt es bei jeder einzelnen Messung zu einer *Totzeit* (3.4). Folglich beträgt in jedem Fall die Anzahl der erfolgreichen Messungen weniger als die Anzahl der einfallenden Photonen. Somit beträgt die akkumulierte Rate im Spektrum (*Ausgangsimpulsrate* (3.2.2)) weniger als die Impulsrate der Photonen, die im Detektor ein Signal erzeugen (*Eingangsimpulsrate* (3.2.1)). Die *Ausgangsimpulsrate* (3.2.2) kann mit der *Eingangsimpulsrate* (3.2.1) übereinstimmen, z. B. bei sehr geringen Impulsraten und bei sehr kurzen Messungen.

3.3

Realzeit

Zeit, in Sekunden, für eine Erfassung, wie sie mit einer konventionellen Uhr gemessen werden würde

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der Erfassung von Röntgenstrahlen überschreitet die *Realzeit* (3.3) in jedem Fall immer die *Live time* (3.5).

3.4

Totzeit

Zeit, in der das System keine Photonenmessung aufzeichnen kann, weil im System ein früheres Ereignis verarbeitet wird (häufig als Prozentsatz der *Realzeit* (3.3) ausgedrückt)

Anmerkung 1 zum Begriff: $\text{Totzeit} = \text{Realzeit} - \text{Live time}$.

Anmerkung 2 zum Begriff: $\text{Totzeitanteil} = 1 - \text{OCR/ICR}$.

3.5

Live time

aktive Zeit

effektive Dauer einer Erfassung, in Sekunden, unter Berücksichtigung der *Totzeit* (3.4)

Anmerkung 1 zum Begriff: $\text{Live time} = \text{Realzeit bei einer Analyse} - \text{kumulierte Totzeit}$.

Anmerkung 2 zum Begriff: $\text{Live time-Anteil} = 1 - \text{Totzeit-Anteil}$.

3.6

spektraler Kanal

diskretes Intervall der gemessenen Energie für das Histogramm der aufgezeichneten Messungen mit einer durch ein reguläres Energieinkrement festgelegten Breite

3.7

instrumentelle Detektoreffizienz

Verhältnis der Anzahl der nachgewiesenen Photonen zur Anzahl der für die Messung verfügbaren Photonen, die auf die aktive Detektorfläche einfallen

3.8

Signalintensität

Signalstärke, in Impulse je Kanal oder Impulse je Sekunde je Kanal, am Spektrometerausgang nach der Impulsverarbeitung

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Definition ermöglicht, die Intensität entweder als „Impulse“ oder „Impulse je Sekunde“ (CPS, en: counts per seconds) anzugeben. Die Unterscheidung ist für die in dieser Norm beschriebenen Verfahren nicht relevant, solange einer der beiden Begriffe konsequent verwendet wird.

3.9

Peakhöhe

maximale *Signalintensität* (3.8) eines Spektralpeaks, die als Peakhöhe über einem definierten *Untergrundsignal* (3.11) gemessen wird

3.10

Peakfläche

Netto-Peakfläche

Summe von *Signalintensitäten* (3.8) eines Spektralpeaks nach Entfernen des *Untergrundsignals* (3.11)

3.11

Untergrundsignal

kontinuierliches Röntgenspektrum

Kontinuum

nicht-charakteristische Komponente eines Röntgenspektrums, die sich aus der *Bremsstrahlung* (3.12) und anderen Effekten ergibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Außer der *Bremsstrahlung* (3.12) können störende Ereignisse durch den Betrieb des Spektrometers zum *Untergrundsignal* (3.11) beitragen. Außerdem können Störsignale, die durch eine oder mehrere Komponenten des Spektrometers, die Mikroskopkammer oder die Probe selbst (durch Röntgenstreuung) entstehen, das *Untergrundsignal* (3.11) erhöhen.

3.12

Bremsstrahlung

nicht-charakteristisches Röntgenspektrum, das durch Abbremsung von Elektronen im Coulombfeld eines Atoms erzeugt wird und eine Energieverteilung von 0 bis zur einfallenden Strahlenergie aufweist

3.13

Abnahmewinkel der Röntgenstrahlung

TOA, en: take-off angle

Winkel zwischen Probenoberfläche und der Richtung, in der austretende Röntgenstrahlen die Mitte des Detektorsensors treffen werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei zunehmendem, vom Detektor erfassten Raumwinkel kann der TOA innerhalb eines Bereiches um den TOA, der der Mittellage des Röntgensensors entspricht, erheblich schwanken.

3.14

Nullpeak

Mess-Nullpeak

Rausch-Peak

künstlicher Peak, der vom Impulsprozessor erzeugt wird, der die Messungen initiiert, wenn eine geeignete Lücke zwischen realen Photonenimpulsen vorliegt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Nullpeak simuliert effektiv den Peak, der von Nullenergiephotonen erhalten würde und kann verwendet werden, um die Energieskala zu kalibrieren und den Beitrag des elektronischen Rauschens zu bestimmen. Er ist jedoch nicht immer für den Anwender sichtbar. Der Nullpeak sollte nicht mit einer Struktur im Energiehistogramm nahe der Null-Energie verwechselt werden, die das Ergebnis von Impulsmessungen ist, die durch elektronische Rauschschwankungen ausgelöst werden, die von Photonenimpulsen niedriger Energie nicht zu unterscheiden sind. Der Nullpeak kann manchmal anstelle dieser Struktur angezeigt werden oder die Struktur kann von der Anzeige ausgeschlossen werden.

4 Anforderungen

4.1 Allgemeine Beschreibung

Der Hersteller muss unter Verwendung geeigneter Referenzliteratur die wesentlichen Bauteile des Spektrometers beschreiben, damit der Anwender die Performance des Spektrometers beurteilen kann. Die Teile, die

unverzichtbar zur Beurteilung der Eignung eines Spektrometers für ein bestimmtes Anwendungsgebiet sind, müssen explizit angegeben sein. Dazu gehören die Art des EDS (Si-Li EDS, HpGe EDS, SDD EDS usw.), die Dicke des Sensors, die aktive Nettosensorfläche (ohne die Fenstergitterfläche und nach Kollimation) und die Art des Fensters (Beryllium, Dünnschichtfenster oder fensterlos). In der Referenzliteratur müssen auch die Parameter erklärt sein, die nicht Gegenstand dieses Dokuments sein können, die jedoch die Detektorperformance beeinflussen, z. B. Bauprinzip des Kühlsystems. Bei einigen Detektorsystemen sind sehr hohe Detektionsraten möglich, bei hohen Impulsraten können sich jedoch andere Spezifikationen, z. B. die Auflösung, ändern und im Spektrum können Artefakte erscheinen. Alle Spezifikationen sollten daher die Impulsrate angeben, bei der sie gemessen worden sind, und es sollte nicht vorausgesetzt werden, dass die Spezifikation bei anderen Impulsraten gleich ist.

ANMERKUNG In vielen Fällen kann die spezifische Geometrie des EDS-Detektors an einer bestimmten REM/ESMA-Kammer zu einer Reduzierung der aktiven Nettosensorfläche führen, wie es nach Abzug der durch das Fenstergitter verursachten Abschattungsfläche erwartet wird. So kann z. B. ein falsch montierter Kollimator, eine Elektronenfalle oder eine Abschattung durch andere Teile in der REM-Kammer das Ausleuchten des Detektors mit Röntgenstrahlen zusätzlich verringern. Ein praktisches Verfahren zur experimentellen Bestimmung der effektiven Fläche eines EDS-Detektors und unter welchen Bedingungen ist in Verweisung [5] beschrieben.

4.2 Energieauflösung

Die Leistung eines EDS hängt von den Einzelheiten der Impulsverarbeitung ab. Die Energieauflösung ist als die Halbwertsbreite des Mangan-K α -Peaks anzugeben und nach Anhang A zu bestimmen. Spektrometer, die einen Nachweis von Röntgenstrahlen unterhalb von 1 keV beanspruchen, sind außerdem durch die Halbwertsbreite der Kohlenstoff K- und Fluor K-Linien zu spezifizieren. Die festgelegte Halbwertsbreite muss ein oberer Grenzwert sein, bei dem sichergestellt ist, dass die nach Anhang A bestimmte Auflösung nicht größer als der festgelegte Wert ist. Der Wert für die Auflösung muss zusammen mit der Impulsrate angegeben werden, für die die Spezifikation gilt. Bei den meisten Detektorsystemen wird die beste Energieauflösung bei einer Eingangsimpulsrate ICR < 1 000 Impulse/s erreicht und die beste Energieauflösung ist anzugeben. Bieten Detektorsysteme, z. B. SDD EDS, eine höhere Impulsrate, ist die Energieauflösung außerdem bei einer hohen Eingangsimpulsrate ICR festzulegen, z. B. 50 000 Impulse/s, 500 000 Impulse/s.

4.3 Totzeit

Um die Verarbeitungszeit der EDS zu beurteilen, sollte zusätzlich zu der in 4.2 festgelegten Energieauflösung der entsprechende Totzeit-Anteil angegeben werden. Die Berechnung des Totzeit-Anteils ist in 3.4 angegeben.

Die Totzeit resultiert daraus, dass die Elektronik „schlechte“ Messwerte zurückweist, um eine hohe Spektrumrichtigkeit zu erreichen. In vielen Systemen ist das Rückweisungskriterium so ausgelegt, dass gesichert ist, dass die Messdauer bei jedem Photon identisch ist. Trotzdem kann der Totzeit-Anteil verringert werden, indem das Kriterium zum Zurückweisen von Impulsen gelockert wird und die Messdauer je Photon je nach Ankunftszeit der Photonen variieren kann („adaptives Filtern“). In diesem Fall ist die Verarbeitungsdauer nicht festgelegt und Peakform und Peakauflösung ändern sich mit der Impulsrate; das könnte dazu führen, dass sich die Analyseergebnisse mit der Impulsrate ändern. Deshalb sollte jede Spezifikation des Totzeitanteils eine Beschreibung der wichtigen Bauteile der Elektronik enthalten, siehe 4.1.

4.4 Peak-zu-Untergrund-Verhältnis

Das Peak-zu-Untergrund-Verhältnis ist beim Hersteller des Spektrometers von einem aufgenommenen Spektrum einer ⁵⁵Fe-Quelle als ein charakteristischer Spektrometerparameter abzuleiten. Das Verhältnis ist durch die Peakhöhe der Mangan K α -Linie dividiert durch den Untergrund anzugeben. Der Untergrund ist als mittlere Anzahl der Impulse je Kanal innerhalb des Energiebereiches von 0,9 keV bis 1,1 keV zu berechnen. Es sind ausreichend Impulse im Spektrum aufzuzeichnen, damit der Messwert statistisch signifikant ist (nach A.4) und der (die) elektronische(n) Schwellenwert(e) ist (sind) so einzustellen, dass jeder Cut-off-Wert der Energie deutlich unterhalb des festgelegten Bereiches liegt.

ANMERKUNG 1 Das Peak-zu-Untergrund-Verhältnis hängt neben anderen Faktoren von der Spektrometerauflösung ab. Deshalb ist das Verhältnis nur relevant, wenn Spektrometer mit ähnlicher Auflösung verglichen werden.

ANMERKUNG 2 In einem Elektronenmikroskop kann die Bremsstrahlung aus einer Manganprobe durch störende Ereignisse erheblich größer als die Untergrundkomponente sein. Deshalb kann eine Manganprobe bei der Messung des Peak-zu-Untergrund-Verhältnisses nicht verwendet werden.

4.5 Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz

Die Mindestspezifizierung der Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz muss das Intensitätsverhältnis einer niederenergetischen Linie zu einer höherenergetischen Linie im charakteristischen Röntgenspektrum eines vorgegebenen Materials sein. Dieses Verhältnis ist als die Netto-Peakfläche der L-Serien dividiert durch die Netto-Peakfläche der $K\alpha$ -Serien im Spektrum einer reinen Nickel- oder Kupferprobe anzugeben, angeregt durch einen 20-keV-Elektronenstrahl senkrecht zur Probenoberfläche und mit dem Detektor bei einem Abnahmewinkel von 35° erfasst. Die zu verwendenden Proben, die Messbedingungen, die Berechnung des L-zu-K-Verhältnisses und dessen Umrechnung für $TOA \neq 35^\circ$ sind in Anhang B angegeben.

ANMERKUNG 1 Diese Maße sind nur für einen Detektor geeignet, der ausreichend dick ist, um mindestens 95 % der einfallenden Röntgenenergie bei 8 keV zu absorbieren.

ANMERKUNG 2 Wenn die Probenkammer, die Anschlüsse zur Befestigung des Detektors enthält, keinen Abnahmewinkel von 35° zulässt, kann das L-zu-K-Verhältnis bei einem anderen Abnahmewinkel in einen Abnahmewinkel von 35° umgerechnet werden, indem der Formalismus für die Absorptionskorrektur der quantitativen Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse (siehe B.4) angewandt wird.

5 Überprüfen weiterer Performanceparameter

5.1 Allgemeines

Die in 4.2, 4.3 und 4.5 beschriebenen Parameter müssen von den Herstellern spezifiziert und in regelmäßigen Zeitabständen vom Anwender überprüft werden. Zusätzlich darf der Anwender weitere Parameter und Effekte überprüfen, die für die Spektrometerperformance relevant sind, besonders bei hohen Impulsraten.

5.2 Stabilität der Energieskala und -auflösung

Bei dem in der Praxis verwendeten Impulsratenbereich kann die Stabilität der Energieskala, d. h. die Peakpositionen, überprüft werden. Beispielsweise kann die Änderung der Zentrumsposition für den Mn $K\alpha$ -Peak über einen ICR-Bereich von 1 000 Impulse/s bis 50 000 Impulse/s regelmäßig bewertet werden. Zur Bestimmung der Zentrumslage des Peaks sollten nur Daten bei oder in der Nähe der Halbwertsbreite von Energiepositionen verwendet werden. Außerdem kann die Stabilität der Auflösung in Abhängigkeit von der Impulsrate überprüft werden.

5.3 Pile-up-Effekte

Bei hohen Impulsraten erzeugen Pile-up-Effekte Summenpeaks und Pile-up-Kontinuumartefakte, so dass relative Peakflächen im Röntgenspektrum bei hohen Impulsraten mehr oder weniger verändert werden, sogar nach Elektronik- und Softwarekorrekturen. Die Pile-up-Effekte könnten z. B. durch Messen eines Spektrums bei einer geringen Impulsrate (unterhalb von 1 000 Impulse/s) eines Referenzmaterials (reines Aluminium ist eine gute Wahl) mit bekanntem Strahlstrom für eine bekannte Zeitspanne überprüft werden. Der Strahlstrom sollte anschließend erhöht und ein neues Spektrum bei einer höheren Impulsrate aufgezeichnet werden. Die Spektren sollten dann skaliert werden, indem sie durch den Strahlstrom und die Zeit dividiert und anschließend verglichen werden. Dadurch werden alle Verzerrungen aufgrund von Pile-up und alle energieabhängigen Verzerrungen in der Live-time-Korrektion aufgezeigt.

5.4 Regelmäßige Überprüfung der Spektrometerperformance

Die regelmäßige Überprüfung der Systemperformance darf der Anwender mit einem bekannten Referenzmaterial durchführen, das für die durchzuführende Art der Analyse geeignet ist. Z. B. sind in Literaturhinweisen [6] und [7] ein dezidiertes Testmaterial und Messverfahren beschrieben.

Anhang A (normativ)

Messung der Linienbreiten (FWHM) zur Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers

A.1 Proben

Als Proben sind eine gekapselte ^{55}Fe -Quelle zur Messung der Mangan $K\alpha$ -Linie und ein Stück oder eine Folie aus Polytetrafluorethylen (PTFE) für die Kohlenstoff- und Fluor K-Linien zu verwenden. Wenn ^{55}Fe nicht verfügbar ist oder aufgrund von Sicherheitsvorschriften nicht im Labor verwendet werden darf, kann eine polierte Manganprobe verwendet werden, um die Halbwertsbreiten bei hohen Impulsraten im Labor des Anwenders in regelmäßigen Abständen zu überprüfen. Alternativen für PTFE zur Messung der Kohlenstoff- und Fluor K-Linien sind Glaskohlenstoff und ein fluorhaltiges Mineral wie CaF_2 .

A.2 Probenpräparation

Um die Oberfläche leitfähig zu machen, ist die PTFE-Probe mit einer etwa 20 nm dicken aufgedampften oder gesputterten Kohlenstoffschicht zu beschichten. Wenn ^{55}Fe verwendet wird, wobei das Spektrometer bereits am Rasterelektronenmikroskop angeschlossen ist, müssen auch Quellen, die mit der ^{55}Fe -Gammaquelle VZ-1977 der Firma Amersham Buchler vergleichbar sind, einseitig mit Kohlenstoff beschichtet sein. Das erleichtert es, die Lage der gekapselten radioaktiven Pille zu ermitteln und die Quelle im Mikroskop beim korrekten Arbeitsabstand für die Röntgenspektrometrie zu lokalisieren.

A.3 Vorbereitung

Die Energieskala des Spektrometers ist entsprechend der empfohlenen Herstelleranweisung zu kalibrieren und die bei dieser Kalibrierung verwendeten Linien und Energien der Röntgenstrahlung sind aufzuzeichnen.

A.4 Messbedingungen

Eine Kanalbreite ≤ 10 eV ist zu wählen.

Die Kohlenstoff K- und Fluor K-Linien sind bei einer Primärelektronenenergie von 10 keV aufzuzeichnen.

ANMERKUNG Bei dieser Bedingung ermöglicht die Ähnlichkeit der Kohlenstoff- und Fluor-Peakhöhen in einem PTFE-Spektrum die Bestimmung der Halbwertsbreite beider Linien aus einem Spektrum.

Bei einer Manganprobe ist bei einer Anregungsenergie von 15 keV zu arbeiten, um das Mangan K-Spektrum aufzuzeichnen.

Der Strahlstrom ist so einzustellen, dass die ICR bei der Messung der in 4.2 festgelegten ICR entspricht.

Die Peakhöhen müssen 10 000 Impulse überschreiten.

A.5 Untergrundsubtraktion

Der Untergrund ist in Spektren von einer ^{55}Fe -Quelle, PTFE- oder Glaskohlenstoffproben zu vernachlässigen.

ANMERKUNG Das Peak-zu-Untergrund-Verhältnis für die K-Linien im Fall einer PTFE- oder Glaskohlenstoffprobe liegt über 100. Durch Vernachlässigen des Untergrunds wird die Peak-Halbwertsbreite um etwa 1 eV oder weniger überschätzt, jedoch alle Probleme, die mit der Untergrundmodellierung und -subtraktion zusammenhängen vermieden. Untergrund-