

DIN ISO 22309

ICS 71.040.99

Einsprüche bis 2015-06-03

Entwurf

**Mikrobereichsanalyse –
Quantitative Analyse mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDS) für
Elemente mit der Ordnungszahl 11 (Na) oder höher (ISO 22309:2011);
Text Deutsch und Englisch**

Microbeam analysis –

Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above (ISO 22309:2011);

Text in German and English

Analyse par microfaisceaux –

Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) des éléments ayant un numéro atomique de 11 (Na) ou plus (ISO 22309:2011);

Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-04-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (Hausanschrift: 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 56 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Probenpräparation	11
5 Vorsichtsmaßnahmen	12
6 Analysenverfahren	13
7 Datenreduktion	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Peak-Identifizierung	15
7.3 Abschätzung der Peakintensität	15
7.4 Berechnung von k-Verhältnissen	15
7.5 Matrixeffekte	16
7.6 Verwendung von Referenzmaterialien	16
7.7 Standardlose Analyse	16
7.8 Unsicherheit von Ergebnissen	17
7.8.1 Allgemeines	17
7.8.2 Routineanalysen an wiederholten oder ähnlichen Proben	17
7.8.3 Nicht-Routineanalysen	18
7.9 Angabe der Ergebnisse	18
Anhang A (informativ) Zuordnung der Spektralpeaks zu deren Elementen	20
Anhang B (informativ) Peakidentifizierung/Peaküberlappungen	22
Anhang C (informativ) Faktoren, die die Unsicherheit eines Ergebnisses beeinflussen	23
C.1 Faktoren	23
C.2 Verfahren	24
C.3 Messungen	24
Anhang D (informativ) Analyse von Elementen mit Ordnungszahl < 11	25
Anhang E (informativ) Beispieldaten aus einer Studie zur Vergleichbarkeit innerhalb eines Laboratoriums und zwischen Laboratorien	27
Literaturhinweise	29

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm (ISO 22309:2011) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SAC (China) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium 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 der ISO 22309:2011 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Der Text dieser Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „ppm“, die in Deutschland nicht zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr auf Grund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

Für die im nachfolgenden Text zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Normen hingewiesen.

ISO 15632 siehe DIN ISO 15632*

* zurzeit Entwurf

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 15632, *Mikrobereichsanalyse — Instrumentelle Parameter für die Leistungsfähigkeit für die Spezifizierung und Überprüfung energiedispersiver Röntgenspektrometer für die Anwendung in der Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse*

Mikrobereichsanalyse — Quantitative Analyse mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDS) für Elemente mit der Ordnungszahl 11 (Na) oder höher

Einleitung

Röntgenstrahlung, die durch Wechselwirkung eines hochenergetischen Elektronenstrahls mit einer Probe erzeugt wird, weisen Energien (Wellenlängen) auf, die für die in der Probe enthaltenen chemischen Elemente (Atomsorte) charakteristisch sind. Die Intensität dieser Röntgenstrahlung jedes Elements steht im Zusammenhang mit der Konzentration dieses Elements in der Probe. Wenn diese Intensitäten gemessen sind, mit Intensitäten eines geeigneten Referenzmaterials oder mit einem Satz geeigneter Referenzmaterialien verglichen und auf geeignete Weise korrigiert werden, kann die Konzentration jedes Elements bestimmt werden. Standardfreie Verfahren liefern auch quantitative Informationen, machen jedoch einen Vergleich mit zuvor gemessenen Referenzintensitäten nötig, die im Softwarepaket gespeichert sind, oder theoretisch berechnet wurden; derartige Verfahren können, je nach den zugrunde gelegten Annahmen, grundsätzlich weniger genau sein als Verfahren mit Referenzmaterialien (siehe Literaturhinweise [1] bis [8]). Für die Bestimmung der erzeugten charakteristischen Röntgenstrahlung gibt es zwei gängige Verfahren; ein Verfahren beruht auf der wellenlängendispersiven Röntgenspektrometrie (en: wavelength dispersive spectrometry, WDS) und das andere Verfahren nutzt energiedispersive Röntgenspektrometrie (en: energy-dispersive spectrometry, EDS). Diese Internationale Norm bezieht sich auf das letztere Verfahren, die EDS.

Die Quantifizierung leichter Elemente (d. h. $Z < 11$, unter Natrium) mittels EDS ist deutlich schwieriger; einige der Probleme werden in dieser Internationalen Norm diskutiert.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm gibt eine Anleitung zur quantitativen Analyse an spezifischen Punkten oder Flächen einer Probe mit einem energiedispersiven Röntgenspektrometer (EDS), das an ein Rasterelektronenmikroskop (REM) oder an einem Elektronenmikroanalysator (en: electron probe microanalyser, EPMA) angeschlossen ist. Dabei gilt jede Mengenangabe, d. h. in Prozent (Massenanteil), als große/kleine oder überwiegende/geringfügige Mengen als quantitative Angabe. Die korrekte Identifizierung aller in der Probe enthaltenen Elemente stellt einen notwendigen Teil der quantitativen Analyse dar und wird daher in dieser Internationalen Norm betrachtet. Diese Internationale Norm gibt Hinweise zu den verschiedenen Vorgehensweisen und gilt für die normale quantitative Analyse von Massenanteilen bis zu 1 % unter Anwendung von Verfahren, die entweder Referenzmaterialien oder keine „Standards“ verwenden. Sie kann bei Elementen mit einer Ordnungszahl $Z > 10$ uneingeschränkt verwendet werden.

Außerdem wird eine Anleitung zur Analyse leichter Elemente mit $Z < 11$ gegeben.

ANMERKUNG Bei sorgfältiger Messung können Massenanteile bis auf 0,1 % gemessen werden, wenn es keine Peaküberlappung gibt und die charakteristische Linie stark angeregt ist. Diese Internationale Norm gilt prinzipiell für quantitative Analysen an einer ebenen polierten Probenoberfläche. Die grundlegenden Verfahren sind auch bei der Analyse von Proben ohne polierte Oberfläche anwendbar, es kommen allerdings zusätzliche Komponenten der Unsicherheit dazu.

Für eine genaue quantitative EDS-Analyse leichter Elemente gibt es kein anerkanntes Verfahren. Dennoch existieren mehrere EDS-Verfahren. Dazu gehören:

- a) Messen von Peakflächen und Vergleich von Intensitäten auf die gleiche Weise wie für schwerere Elemente. Aus den in Anhang D genannten Gründen werden die mit den Ergebnissen für leichte Elemente verbundene Unsicherheit und Ungenauigkeit größer als bei schwereren Elementen sein.
- b) Ist bekannt, dass das leichte Element mit schwereren Elementen ($Z > 10$) in der Probe stöchiometrisch kombiniert ist, kann dessen Konzentration durch Summieren der entsprechenden Anteile der Konzentrationen der anderen Elemente bestimmt werden. Das wird häufig bei der Analyse von Sauerstoff in Silicatmineralproben angewandt.
- c) Berechnung der Konzentration durch Differenz, wobei der prozentuale Anteil des leichten Elements 100 % minus dem prozentualen Anteil der Summe aller analysierten Elemente ist. Dieses Verfahren ist nur bei guter Strahlstromstabilität und einer separaten Messung von mindestens einem Referenzmaterial möglich und erfordert eine sehr genaue Analyse der anderen Elemente in der Probe.

In Anhang D sind die Probleme bei der Analyse leichter Elemente zusammengefasst, zusätzlich zu den Problemen, die bei der quantitativen Analyse schwerer Elemente vorhanden sind. Stehen EDS und wellenlängendispersive Röntgenspektrometrie (WDS) zur Verfügung, kann die WDS verwendet werden, um die Probleme der Peaküberlappung zu überwinden, die bei EDS bei niedrigen Energien auftreten. Allerdings sind viele der anderen Probleme bei beiden Techniken üblich.

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 14594, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for the determination of experimental parameters for wavelength dispersive spectroscopy*

ISO 15632:2002, *Microbeam analysis — Instrumental specification for energy dispersive X-ray spectrometers with semiconductor detectors*

ISO 16700, *Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification*

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Absorptionskorrektur

Matrixkorrektur, angewendet zur Berichtigung des Intensitätsverlustes der Röntgenstrahlung von einem Element beim Durchgang der Strahlung durch den Probekörper in Richtung des Detektors infolge photoelektrischer Absorption durch alle im Probekörper enthaltenen Elemente

3.2

Genauigkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen dem „wahren“ Wert und dem gemessenen Wert

3.3

Beschleunigungsspannung

Potentialdifferenz, die zwischen dem Filament und der Anode anliegt, um die aus der Quelle emittierten Elektronen zu beschleunigen

ANMERKUNG Die Beschleunigungsspannung wird in Kilovolt angegeben.

3.4

Ordnungszahlkorrektur

Matrixkorrektur, die die Intensität für jedes Element in der Probe und in den Standards berichtigt, um Rückstreuелеktronen und Bremsvermögen zu berücksichtigen, die durch alle Elemente im analysierten Volumen beeinflusst werden

3.5

Strahlstrom

Elektronenstrom, der im Strahl enthalten ist

ANMERKUNG Der Strahlstrom wird in Nanoampere angegeben.

3.6

Strahlstabilität

Ausmaß, in dem ein Strahlstrom während des Analysenverlaufs schwankt

ANMERKUNG Die Strahlstabilität wird in Prozent je Stunde angegeben.

3.7

Bremsstrahlung

Untergrundkontinuum der Röntgenstrahlung, die durch das Abbremsen von Elektronen in der Probe erzeugt wird

3.8

zertifiziertes Referenzmaterial

CRM

Referenzmaterial von dem der oder die Werte eines oder mehrerer Eigenschaftsmerkmale durch ein technisch entsprechendes Verfahren zertifiziert ist bzw. sind, ergänzt durch oder rückführbar auf ein Zertifikat oder ein anderes Dokument, das durch den Zertifizierer herausgegeben wurde

3.9**charakteristische Röntgenstrahlung**

Photon elektromagnetischer Strahlung, das durch die Relaxation eines angeregten atomaren Zustands infolge von Ionisation einer inneren Schale nach unelastischer Streuung eines energiereichen Elektrons oder durch Absorption eines Röntgenphotons erzeugt wird

3.10**Totzeit**

Zeit, in der das System nicht zur Verfügung steht, eine Photonenmessung aufzuzeichnen, weil im System die Verarbeitung eines früheren Ereignisses erfolgt

ANMERKUNG Die Totzeit wird häufig als prozentualer Anteil der Gesamtzeit (siehe auch Live time) angegeben.

3.11**energie-dispersive Röntgenspektrometrie****EDS**

Form der Röntgenspektrometrie, bei der die Energie einzelner Photonen gemessen und verwendet wird, um ein digitales Histogramm zu erstellen, das die Verteilung der Röntgenstrahlung über der Energie darstellt

3.12**Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse****ESMA**

Technik mit räumlicher Auflösung zur Elementanalyse auf der Grundlage von durch Elektronen angeregter Röntgenspektrometrie mit einer fokussierten Elektronen-sonde und einem Elektronen-Wechselwirkungsvolumen im Mikrometer- bis Submikrometerbereich

3.13**Escape-Peaks**

Peaks, die durch Verlust einfallender Photonenenergie durch Fluoreszenz des Detektormaterials auftreten

ANMERKUNG 1 Sie treten bei einer Energie auf, die dem einfallenden charakteristischen Peak entspricht, minus der durch das/die Element(e) im Detektor (1,734 keV bei Silicium) emittierten Energie der Röntgenlinie(n).

ANMERKUNG 2 Sie können nicht unterhalb des kritischen Anregungspotentials des Detektormaterials auftreten, z. B. Si K-Escape tritt nicht bei Energien unter 1,838 keV auf.

3.14**Fluoreszenz**

fotoelektrische Absorption von Röntgenstrahlung (charakteristische Röntgenstrahlung oder Bremsstrahlung) durch ein Atom, was zu einem angeregten atomaren Zustand führt, der zurückgeht mit Elektronenschalenübergängen und anschließender Emission eines Augerelektrons oder der charakteristischen Röntgenstrahlung des absorbierenden Atoms

3.15**Fluoreszenzkorrektur**

Matrixkorrektur, die die Intensität jedes Elements in der Probe und in den Standards modifiziert, um zusätzliche Röntgenstrahlung zu berücksichtigen, die von Element „A“ erzeugt wurde infolge der Absorption charakteristischer Röntgenstrahlung von Element „B“, dessen Energie die kritische (Ionisierungs-) Energie von „A“ überschreitet

3.16**Halbwertsbreite****FWHM**

(en: full width at half maximum)

Maß der Breite eines Röntgenpeaks, bei dem zuerst der Untergrund entfernt wird, um das vollständige Peakprofil zu erhalten

ANMERKUNG Die Halbwertsbreite wird durch Messen der Breite bei der Hälfte des Maximums der Höhe bestimmt.

3.17

einfallende Strahlenergie

Energie, die der Strahl als Folge des zwischen Filament und Anode angelegten Potentials hat

3.18

k-Verhältnis

Netto-Peakintensität (nach Untergrundsubtraktion) für ein in der Probe nachgewiesenes Element, dividiert durch die aufgezeichnete oder berechnete Intensität des zugehörigen Peaks im Spektrum eines Referenzmaterials

3.19

Live time

aktive Zeit

Zeit, die der Schaltkreis der Impulsmessung verfügbar ist für die Detektion von Röntgenphotonen

Siehe auch **Totzeit** (3.10).

ANMERKUNG 1 Die aktive Zeit wird in Sekunden (s) angegeben.

ANMERKUNG 2 Live time = Echtzeit für die Analyse – Totzeit. Echtzeit ist die Zeit, die mit einer herkömmlichen Uhr gemessen werden würde. Beim Erfassen von Röntgenstrahlung, ist die Echtzeit immer größer als die aktive Zeit.

3.20

Überspannungsverhältnis

Verhältnis der einfallenden Strahlenergie zur kritischen Anregungsenergie für eine bestimmte Schale und Subschale (K , L_I , L_{II} usw.), von der die charakteristische Röntgenstrahlung emittiert wird

3.21

Peakintensität

Gesamtzahl der Röntgenstrahlung (Impulse) unter dem Profil eines charakteristischen Röntgenpeaks nach der Untergrundsubtraktion

ANMERKUNG Sie wird manchmal als Peakintegral bezeichnet.

3.22

Peakprofil

detaillierte Form eines charakteristischen Peaks, die von den relativen Intensitäten und Energien der einzelnen Röntgenemissionen abhängig ist, die nicht vom energiedispersiven Röntgenspektrometer aufgelöst wird

3.23

Präzision

Grad der Annäherung zwischen den Ergebnissen, die beim wiederholten Anwenden des Verfahrens unter vorgeschriebenen Bedingungen erhalten werden

3.24

quantitative EDS

Verfahren, bei dem Zahlenwerte oder Angaben zugeordnet werden, um die Konzentrationen der innerhalb des Analysenvolumens gemessenen Elemente darzustellen

3.25

Referenzmaterial

RM

Material oder Stoff, von dem ein oder mehrere Eigenschaftswerte ausreichend homogen und gut festgelegt sind, damit sie für die Kalibrierung eines Messgeräts, die Bewertung eines Messverfahrens oder die Zuordnung von Materialwerten verwendet werden können

ANMERKUNG Ein Referenzmaterial gilt als homogen bezüglich einer festgelegten Eigenschaft, wenn der Eigenschaftswert, der mithilfe von Prüfungen an Proben festgelegter Größe bestimmt wurde, innerhalb der festgelegten

Unsicherheitsgrenzen liegt; die Proben werden entweder von einer einzelnen oder von mehreren Versorgungseinheiten angeschafft.

3.26

Wiederholbarkeit

Maß der Übereinstimmung zwischen Ergebnissen bei wiederholten Messungen derselben Messgröße, die mit demselben Verfahren, vom selben Beobachter mit demselben Messgerät im selben Labor in kurzen Zeitabständen durchgeführt wurden

3.27

Vergleichbarkeit

Maß der Übereinstimmung zwischen Ergebnissen von Messungen derselben Messgröße, wenn die einzelnen Messungen mit unterschiedlichen Messverfahren, mit anderen Messgeräten, von anderen Beobachtern, in unterschiedlichen Laboratorien, nach Zeitabständen, deren Dauer verglichen mit der Dauer einer einzelnen Messung lang ist, unter unterschiedlichen Normalbedingungen der eingesetzten Messgeräte durchgeführt wurden

3.28

Auflösung

<Energie> Breite eines Peaks, mit einem energiedispersiven Röntgenspektrometer gemessen und als die Peakbreite bei der Hälfte des Maximums der Peakintensität angegeben

ANMERKUNG Sie wird im Allgemeinen als der Wert für Mn K α (5,894 keV) angegeben, allerdings können auch Peaks von anderen geeigneten Elementen verwendet werden.

3.29

Auflösung

<räumlich> räumliche Spezifität der Mikroanalyse

ANMERKUNG Sie wird im Allgemeinen als lineares oder volumetrisches Maß des Bereiches der Probe angegeben, der durch die gemessene charakteristische Strahlung abgetastet wurde.

3.30

standardfreie Analyse

Verfahren zur quantitativen Röntgen-Mikroanalyse, bei dem die Referenzpeakintensität bei der Angabe des k-Werts (unbekannte Probe/Referenzprobe) aus rein physikalischen Berechnungen oder aus gespeicherten Daten zur Verfügung gestellt wird durch eine Serie von Referenzmaterialien, wobei Einstellungen vorgenommen wurden, um die Analysenbedingungen anzupassen und unvollständige Referenzdaten zu erweitern

3.31

Summenpeaks

Artefaktpeaks, die infolge zufälliger Impulseffekte erscheinen, die innerhalb der Impulspaarauflösung des Schaltkreises für die Pile-up-Untersuchung auftreten

ANMERKUNG Diese Peaks erscheinen bei Energien, die der Summe der Energien der beiden Photonen entspricht, die gleichzeitig am Detektor eintreffen.

3.32

Rückverfolgbarkeit

Vermögen, den Werdegang, die Verwendung oder den Ort einer Einheit anhand aufgezeichneter Kennzeichnungen verfolgen zu können

3.33

Unsicherheit

der Teil bei der Angabe des Messergebnisses, der den Wertebereich angibt, innerhalb der der „wahre“ Wert mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit schätzungsweise liegt

3.34

Validierung

Bestätigung durch Prüfung und Bereitstellung sachlicher Nachweise, dass die speziellen Anforderungen für den speziell geplanten Einsatz erfüllt werden

3.35

Röntgenabsorption

Schwächung der durch eine Materie dringenden Röntgenstrahlung, primär hervorgerufen durch fotoelektrische Absorption für Röntgenenergien und Bereiche, die für EPMA/EDS und REM/EDS geeignet sind

4 Probenpräparation

4.1 Das Material für die Analyse muss unter schwankenden Druckbedingungen und unter Elektronenbeschuss stabil sein. Proben im Lieferzustand können nach einfacher Reinigung untersucht werden, allerdings wird Oberflächeninhomogenität oder -topografie die Qualität der quantitativen Analyse nachteilig beeinflussen.

4.2 Für eine zuverlässige quantitative Analyse müssen die Proben eine ebene, glatte Oberfläche senkrecht zum Elektronenstrahl aufweisen. Diese Anforderung ist im Allgemeinen erfüllt, wenn konventionelle metallografische oder petrografische Techniken angewandt werden. Die bei der Analyse verwendete Fläche sollte über einen Bereich von typischerweise einigen Mikrometern Durchmesser um den Elektronenstrahl homogen sein.

4.3 Festkörperproben können auf eine geeignete Größe verringert werden, wobei sicherzustellen ist, dass sie während des Prozesses nicht verändert werden. Vor der Untersuchung, im Lieferzustand, sollten Oberflächenverunreinigungen mithilfe geeigneter Verfahren, z. B. Ultraschallreinigung, entfernt werden.

4.4 Proben für Querschliffe sollten, wenn möglich, vor dem metallografischen oder petrografischen Polieren nach Standardverfahren in ein leitfähiges Medium eingebettet werden. Das Medium ist mit Sorgfalt auszuwählen, um zu vermeiden, dass die leitfähige Komponente auf der Probenoberfläche verschmiert werden kann und fälschlicherweise durch Verändern der Zusammensetzung des analysierten Volumens als Bestandteil der Probe angesehen wird.

ANMERKUNG 1 Die Probe kann mit $\frac{1}{4}$ µm Diamant poliert werden, vorausgesetzt, es treten keine Reliefeffekte auf. Vorausgesetzt, die Flächen für die Analyse sind sauber und weisen kein Relief auf, ist es nicht erforderlich, alle Kratzer vollständig zu beseitigen.

Beschädigung der Probe während der Präparation sollte vermieden werden. Zu den möglichen Schadensmechanismen gehören:

- a) die Auswirkungen von Schmierstoffen;
- b) das Entfernen von Sekundärphasen (Ausscheidungen);
- c) unterschiedliches Polieren von Phasen mit unterschiedlicher Härte, somit entsteht ein Relief auf der Oberfläche;
- d) Einbringen von Spannung in die Oberfläche;
- e) Kantenwölbung.

Bei Querschliffen kann die Probe mit einem härteren Material umhüllt werden, um die Schnitthaltigkeit zu verbessern.

ANMERKUNG 2 Weitere Hinweise siehe ASTM E3 [9].

4.5 Wenn beim Lokalisieren der Analysenflächen optische Methoden anzuwenden sind, entweder bevor oder während die Probe im Messgerät ist, kann ein Ätzen der Probe erforderlich sein. Die Ätztiefe sollte auf ein Minimum beschränkt sein, da Ätzen zu oberflächlichen Veränderungen in der Zusammensetzung oder zur Ausbildung unerwünschter topografischer Effekte führen kann. Es kann erforderlich sein, dass die Ätzung nach dem Lokalisieren und Markieren der zu analysierenden Bereiche unter Bezugnahme auf vorhandene oder hinzugefügte Merkmale, z. B. ein Kratzer oder Härteindruck, wegpoliert werden muss.

4.6 Die Probe sollte gut leitfähig sein, um durch Bestrahlen mit dem Elektronenstrahl erzeugte Aufladungen zu vermeiden. Die Probe ist mit dem Messgerät zu erden, entweder durch eine leitfähige Halterung oder mit einem leitfähigen Streifen aus Silber- oder Kohlenstofflack. Um während der Analyse Störungen des Elektronenstrahls zu verhindern, sollte freiliegendes nichtleitendes Einbettmittel mit einem leitfähigen Medium bedeckt werden.

Als leitfähige Schicht kann Kohlenstoff bis zu einer Dicke von etwa 20 nm verwendet werden, obwohl auch eine metallische (z. B. Aluminium) Beschichtung mit geringerer Dicke verwendet werden darf, wenn Kohlenstoff unzulässig ist.

ANMERKUNG Das Beschichten mit einem Element, das bereits in der Probe enthalten ist, ändert die scheinbare Zusammensetzung dieses Elements in der Probe, wobei die Größenordnung dieses Effekts von der Beschleunigungsspannung und der Dicke der Beschichtung abhängt.

4.7 Die präparierten Proben sind bei den meisten Messungen auf dem Probenstisch so zu positionieren, dass die Oberfläche senkrecht zum einfallenden Elektronenstrahl zuverlässig gehalten werden kann.

4.8 Die Referenzmaterialien sollten mit ISO 14595 [18] übereinstimmen und müssen auf ähnliche Weise wie die unbekannten Proben präpariert sein, z. B. poliert, kohlenstoffbeschichtet und mit der gleichen Ausrichtung relativ zum Elektronenstrahl positioniert.

5 Vorsichtsmaßnahmen

5.1 Mit einem geeigneten Vakuum und bei eingeschaltetem Elektronenstrahl sollten Voruntersuchungen durchgeführt werden, um Strahlstabilität (besser als 1 % Impulsschwankung je Stunde an einer Standardprobe oder im Strahlstrom, mit einem Faraday-Becher gemessen) und stabile Detektorleistung sicherzustellen, bevor mit dem Kalibrieren und den Analysenverfahren begonnen wird. Die Detektorstabilität ist durch Messen der Detektorauflösung und Energiekalibrierung zu überwachen (siehe ISO 15632).

5.2 Die Energieskala des Detektorsystems ist in regelmäßigen Abständen (z. B. täglich) oder immer dann, wenn Bedenken hinsichtlich der Identität von Spektralpeaks bestehen, zu überprüfen oder erneut zu kalibrieren. Alle Kalibrierdaten und alle Abweichungen bei der Kalibrierung sind aufzuzeichnen.

5.3 Die Energieskala ist anhand der Linienpositionen für zwei Peaks zu überprüfen, ein Peak bei niedriger Energie (z. B. Al $K\alpha$ bei 1,486 keV) und ein Peak bei hoher Energie (z. B. Cu $K\alpha$ bei 8,040 keV). Zu diesem Zweck sind geeignete individuelle Referenzmaterialien reichlich verfügbar. Alternativ können $K\alpha$ -Peaks von zwei Elementen, z. B. Al und Cu, die im gleichen Referenzmaterial enthalten sind, im gleichen angezeigten Spektrum erfasst werden.

ANMERKUNG 1 Wenn der Nullpunkt der Energieskala überwacht werden kann, ist für die genaue Kalibrierung nur ein einziger Spektralpeak erforderlich.

ANMERKUNG 2 Die Verwendung der Linienpositionen für zwei Peaks des gleichen Elements, z. B. Cu $L\alpha$ und Cu $K\alpha$, zusammen mit einer einfachen Anpassung könnten wegen der Verzerrung von Cu $L\alpha$ durch Cu LI und Cu $L\beta$ eine verringerte Kalibriergenauigkeit ergeben.

5.4 Die Halbwertsbreite (FWHM) eines ausgewählten Peaks liefert ein Maß für die Detektorauflösung. Sie ist in regelmäßigen Zeitabständen nach dem in ISO 15632 beschriebenen Verfahren zu messen und muss weniger als eine zulässige Grenze (üblicherweise entsprechend einer Verschlechterung von mehr als 10 % der Auflösung im Lieferzustand) betragen bei vorgegebenen Einstellungen der Impulsverarbeitungselektronik. Wenn diese Grenzen überschritten werden, muss die Systemleistung untersucht und erforderlichenfalls

erneut validiert werden. Diese Messungen sind unter identischen Bedingungen durchzuführen und aufzuzeichnen.

ANMERKUNG Für genaue quantitative Analysen, die Peaks mit einer Energie in der Nähe von 1 keV verwenden, ist es nicht ratsam, einen Detektor zu verwenden, bei dem die Halbwertsbreite von Mn K_{α} 160 eV überschreitet, und liegt vorzugsweise unterhalb 135 eV.

5.5 Das Verhältnis der Intensitäten der Cu L_{α} - und Cu K_{α} -Peaks oder äquivalenter Peaks von anderen Elementen, z. B. Nickel, liefert ein Maß für die Detektoreffizienz und ist in regelmäßigen Abständen zu bestimmen und aufzuzeichnen. Wenn das Verhältnis auf einen unzulässigen Wert (üblicherweise nicht weniger als 2/3 des Werts im Lieferzustand) sinkt, muss das System vom Hersteller erneut validiert werden, insbesondere wo die standardfreie Analyse durchgeführt wird. Der Detektor sollte außerdem ISO 15632:2002, Anhang B, entsprechen.

5.6 Bei standardfreier Analyse ist das gemessene Spektrum mithilfe des Duane-Hunt-Gesetzes zu überprüfen.

ANMERKUNG Abweichungen auf der höherenergetischen Seite des Bremsstrahlungsuntergrunds von der angezeigten Hochspannung bedeutet entweder Aufladung der Probe oder eine falsch angezeigte Hochspannung am REM. In diesen Fällen kann keine quantitative Analyse durchgeführt werden.

6 Analysenverfahren

6.1 Das Filament muss gesättigt sein und ausreichend Zeit haben, um ausreichende Stabilität zu erreichen, z. B. besser als 1 % über die voraussichtliche Dauer des Analysendurchlaufs. Die Beschleunigungsspannung, üblicherweise zwischen 10 kV und 25 kV, ist so auszuwählen, dass sie eine oder mehrere von verschiedenen Kriterien erfüllt.

- a) Für eine ausreichende Anregung und gute Peakintensität ist eine Überspannung von mindestens 1,8 wünschenswert. Somit wird bei der Verwendung hochenergetischer Linien der Größenordnung von 8 keV bis 10 keV eine minimale Beschleunigungsspannung von 20 kV empfohlen.
- b) Für die Analyse niederenergetischer Linien, z. B. 1 keV bis 3 keV, ist es wünschenswert die Größenordnung der Absorptionskorrektur und mögliche daraus resultierende Fehler zu minimieren, durch Betrieb bei niedrigen Strahlspannungen, z. B. 10 kV, vorausgesetzt, die Anforderung zur Anregung nach a) ist für die betreffenden Linien erfüllt.

ANMERKUNG Bei 10 kV wird eine Analyse der Elemente mit $Z = 24$ (Cr) bis $Z = 29$ (Cu) nicht möglich sein, weil die K-Linien nicht ausreichend angeregt sind.

- c) Für eine genaue Analyse ist es wichtig, dass das analysierte Volumen während der gesamten Analysendauer vollständig im analysierten Merkmal enthalten ist; derartige Merkmale können Oberflächenschichten, kleine Einschlüsse, grenzflächennahe Bereiche usw. sein. Verfahren zur Schätzung des Einflusses der Beschleunigungsspannung auf die Analysenfläche und Analysentiefe sind in ISO 14594 enthalten und dürfen bei der Wahl einer geeigneten Beschleunigungsspannung angewandt werden.

6.2 Der Strahlstrom ist auf einen Wert einzustellen, der ausreichend groß ist, um eine adäquate Impulsrate für das gesamte Spektrum der Probe zu ermöglichen, allerdings nicht so groß, dass es zu elektronischen Verzerrungen oder Summenpeaks im Spektrum reiner Elementmaterialien kommt.

ANMERKUNG 1 Normalerweise reichen etwa 250 000 Impulse im Gesamtspektrum aus, obwohl das von der Konzentration des betreffenden Elements abhängt. Typische Bedingungen für einen Si(Li)-Detektor sind Eingangsimpulsraten von bis zu 10 000 Impulse/s und Totzeiten von weniger als 35 %; bei Silicium-Driftdetektoren (SDDs) können die Impulsraten wesentlich höher liegen.

Unabhängig vom Detektortyp sollten die möglichen Impulsraten des Systems überprüft werden, indem ein Spektrum, das bei einer Impulsrate unterhalb 2 000 Impulse/s erhalten wurde, mit einem Spektrum verglichen

wird, das bei der höchsten möglichen Impulsrate erhalten wird, um Peakverschiebung und Pile-up-Verzerrung nachzuweisen, die die relativen Peakhöhen beeinflussen könnten. Vor und nach der Analyse sollte die Strahlstabilität mithilfe eines Faraday-Bechers oder einer bekannten Referenzprobe mindestens zweimal überprüft werden.

ANMERKUNG 2 Bei der REM könnte der verfügbare Strahlstrom jedoch eingeschränkt sein durch die Anforderung, mit einem kleinen Strahldurchmesser (en: spot size) zu arbeiten, um eine gute analytische räumliche Auflösung zu erreichen.

6.3 Die Probe muss korrekt unter dem Elektronenstrahl positioniert sein, wobei folgendes zu berücksichtigen ist:

- a) Wird das energiedispersive Röntgenspektrometer zusammen mit einem ESMA-Gerät verwendet, muss sich die Probenoberfläche in der Brennebene des Lichtmikroskops befinden und im gerätespezifischen Winkel zum Strahl (normalerweise 90°). Fehler bei der Positionierung oder unbeabsichtigtes Kippen können die Genauigkeit der angewandten Datenreduktionsverfahren beeinträchtigen.
- b) Bei der REM wird die Probenhöhe durch den Arbeitsabstand bestimmt, der gewählt oder vom Hersteller als für EDS geeignet angegeben wurde. Die Kippung der Probe ist auf Null einzustellen.

ISO 16700 enthält Einzelheiten für die Einstellung des Probenstisches bei 0° Kippung.

6.4 Die Einstellungen für die Impulsverarbeitung sind so zu wählen, dass sie die möglichst optimale Auflösung ergeben, in Einklang mit der gewünschten Impulsrate und den Totzeiteinstellungen nach 6.2.

6.5 Die Positionen für die Analyse an der Probe sind unter Bezugnahme auf licht- oder rasterelektronenmikroskopische Abbildungen auszuwählen. In den ausgewählten Bereichen ist die Homogenität zu überprüfen, indem vorläufige Linienscans der Röntgenintensität von einem oder mehreren der Hauptelemente in der Probe oder Punktanalysen an mehreren nach dem Zufallsprinzip gewählten Stellen durchgeführt werden, die ausreichend weit von Phasengrenzen entfernt sind.

Steht ein optisches System zum Lokalisieren der Positionen auf der Probe zur Verfügung, sollte darauf geachtet werden, dass die Mitten des optischen und des elektronenoptischen Systems übereinstimmen.

6.6 Bei der Verwendung von Referenzmaterialien müssen diese in Bezug zum Elektronenstrahl auf die exakt gleiche Weise wie die Probe positioniert und mit einem leitenden Material vergleichbarer Dicke beschichtet werden. Die Spektren sind von der Probe und von allen Referenzmaterialien unter den gleichen Analysenbedingungen zu erfassen, wobei mindestens ein Referenzmaterial zu Beginn und Ende des Durchlaufs untersucht wird, um Stabilität des Strahls und anderer Systemparameter nachzuweisen, z. B. Grundlinienverschiebung, Verstärkungsdrift, Auflösung und Strahlstrom.

6.7 Es ist eine Erfassungszeit zu wählen, die für die erforderlichen Gesamtimpulse in den betreffenden Peaks ausreicht. Das hängt von der Präzision ab, die für die Endergebnisse erforderlich ist. Bestehen jedoch Bedenken hinsichtlich der Präzision, ist die Analyse zu wiederholen, so dass die Wiederholbarkeit des Ergebnisses verifiziert werden kann.

6.8 Alle relevanten Messparameter (Abnahmewinkel, Kippung der Probe, Beschleunigungsspannung usw.) müssen aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG Da die Spektrometerrauflösung in der Größenordnung von 100 eV liegt, erscheinen bei der EDS die komplexen Serien charakteristischer Röntgenlinien als wenige breite Peaks im digitalisierten Energiespektrum. Elektronische Zählimpulsverluste werden normalerweise durch Verlangsamen der Systemuhr automatisch korrigiert und das Spektrum wird für eine vorgegebene „Live time“, in Sekunden, aufgezeichnet, bei der die „live“ Sekunden geringfügig länger als tatsächliche Sekunden sind. Die Fläche eines Peaks, in Impulsen dividiert durch die vorgegebene Live time, ergibt die Intensität der Röntgenstrahlung, die die aktive Fläche des Detektors trifft. Unter der Annahme, dass der gleiche einfallende Elektronenstrahlstrom und die gleiche Erfassungs-Live time verwendet werden, ist die Peakfläche ein geeignetes Maß für den Vergleich von Röntgenintensitäten bei der quantitativen Analyse und folglich werden in dieser Internationalen Norm die Begriffe „Peakintensität“ und „Peakfläche“ verwendet.

7 Datenreduktion

7.1 Allgemeines

Die in den Spektren enthaltenen Informationen über die Proben bestehen aus Peaks, die durch die charakteristische Röntgenstrahlung der im analysierten Volumen der Probe enthaltenen Elemente entstehen. Obwohl die Intensität eines Peaks mit dem Gehalt des in der Probe vorhandenen Elements zusammenhängt, darf die relative Intensität der Peaks verschiedener Elemente nicht verwendet werden, um die relativen Konzentrationen der Elemente anzugeben.

7.2 Peak-Identifizierung

In einem Spektrum sind alle Peaks zu identifizieren, wobei die Möglichkeit von Peaküberlappung zu beachten ist — siehe Anhang B (siehe auch Literaturhinweise [9] und [10]).

Vom Hersteller des Messgeräts könnten Softwareprogramme zur automatischen Peakidentifizierung zur Verfügung stehen und einige Softwareprogramme werden sich mit dem Überlappen von Peaks beschäftigen. Die Leistung hängt jedoch von der Genauigkeit der Modellierung des Peakprofils ab und folglich werden unterschiedliche Kombinationen von Programmen, Elektronik und Detektoren zu unterschiedlichen Ergebnissen an derselben Probe führen.

Alternativ sollte eine systematische manuelle Peakidentifizierung durchgeführt werden, beginnend mit den intensivsten Peaks — siehe Anhang A. Der Anwender muss die Identifizierung aller Elemente unter Bezugnahme auf veröffentlichte Daten zur Peakintensität nachweisen, mit besonderer Verweisung auf die Energien und relativen Intensitäten der Linien innerhalb jeder der betrachteten K-, L- oder M-Serien. Fehlerhafte Peakintensitätsverhältnisse oder ungleichmäßig geformte Peaks könnten die Anwesenheit eines störenden Elements anzeigen und sollten untersucht werden, wobei man Intensitätsverluste berücksichtigen darf, die bei niederenergetischen Linien in der Nähe der unteren Grenze des Detektoransprechens auftreten können, oder wenn die Überspannung für die betreffende Linie unzureichend ist. Alle im Spektrum aufgezeichneten Peaks müssen zugeordnet werden, einschließlich mögliche erscheinende Escape-Peaks oder Summenpeaks, die bei hohen Impulsraten auftreten.

Anschließend sind geeignete Peaks auszuwählen, mit denen die Konzentration von jedem enthaltenen Element analysiert werden soll. Beispielsweise sind bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV die folgenden Linien zur Quantifizierung geeignet: Z = 11 bis 30: K-Linien, Z = 29 bis 71: L-Linien, Z = 72 bis 92: M-Linien.

7.3 Abschätzung der Peakintensität

Um die betreffende Netto-Peakintensität zu berechnen, ist es erforderlich, den darunterliegenden Untergrund (normalerweise durch die Software) zu subtrahieren. Dieser kann durch Modellierung und Subtraktion vom gesamten Spektrum, durch digitale Filterung oder durch lineare Interpolation zwischen Punkten auf beiden Seiten des Peaks entfernt werden. Untergrundsubtraktion ist bei Schätzung über einen großen Energiebereich wahrscheinlich weniger genau. Das gewählte Verfahren hängt stark von den verfügbaren Möglichkeiten der Analysensoftware und deren Genauigkeit in Bezug auf die beabsichtigte Gesamtgenauigkeit der Analyse ab.

Bei Peaküberlappung kann die Software Peakentfaltungsroutinen anbieten oder manuelle Schätzungen, die mithilfe der relativen Peakintensitäten der verschiedenen im Spektrum eines reinen Elements erscheinenden Peaks erfolgen, bieten Möglichkeiten zur Korrektur. Unabhängig von der Vorgehensweise muss eine Validierung mit CRMs/RMs als Proben erfolgen (siehe Literaturhinweis [12]).

7.4 Berechnung von k-Verhältnissen

Die ermittelten Peakintensitäten (nach der Untergrundsubtraktion) für die in der Probe nachgewiesenen Elemente, dividiert durch die Intensitäten der zugehörigen Peaks im Spektrum der reinen Elementreferenzen, ergeben die k-Verhältnisse. Sind keine reinen Elemente verfügbar und werden Verbindungs-

referenzmaterialien verwendet, sind die betrachteten Referenzpeaks auf Matrixeffekte zu korrigieren; die meisten Softwarepakete bieten entsprechende Korrekturen.

Alternativ zur Verwendung von Referenzmaterialien können die k-Verhältnisse durch Vergleich von Peakintensitäten der Probe mit Elementintensitäten erhalten werden, die von einem der vielen verfügbaren „standardfreien“ Verfahren bereitgehalten oder berechnet werden (siehe 7.7).

7.5 Matrixeffekte

Bei den k-Verhältnissen für die in der Probe identifizierten Elemente werden Matrixeffekte korrigiert, indem eine der vielen zur Verfügung stehenden Korrekturroutinen angewandt wird. Die Korrekturen sind für Ordnungszahl- (Z), Röntgenabsorption- (A) und Fluoreszenz- (F) Effekten möglich; das führte zu der häufig verwendeten Bezeichnung ZAF. Unzählige weitere Verfahren wurden entwickelt, um die Leistung zu optimieren und dürfen den rein numerischen ZAF-Routinen vorgezogen werden. Beispielsweise gestattet das „Phi-rho-Z“-Modell auch die Darstellung der Tiefenverteilung der erzeugten Röntgenstrahlung. Das ist von besonderem Wert bei der Beurteilung, ob sich die Analyse auf die gewünschte Tiefe (oder Fläche) innerhalb der Probe beschränkt.

Nach dieser Korrektur, jedoch bevor eine Normalisierung in Betracht kommt, sind die Summen aller Konzentrationen zu beachten. Bei einem Verfahren mit einer separaten Messung an mindestens einem Referenzmaterial sind nichtnormalisierte Analysensummen im Bereich von 95 % bis 105 % zulässig. Werte außerhalb dieses Bereiches müssen untersucht werden, um zu bestimmen, ob nicht identifizierte Elemente enthalten sind, einschließlich Elemente mit Ordnungszahl 10 und darunter, oder ob während der Analyse gerätechtechnische Instabilitäten aufgetreten sind.

Bei einer Analysensumme < 100 % und wenn bekannt ist, dass ein einziges Element mit $Z < 11$ enthalten ist, kann dessen Konzentration als Differenzwert abgeleitet werden, vorausgesetzt, die Auswirkungen dieses Elements auf die Matrixkorrekturen sind bekannt. Das trifft vor allem auf das Element Sauerstoff und wenn ein stöchiometrischer Zusammenhang mit ihm besteht zu. Die Messung eines Elements durch Differenz kann zu großen relativen Fehlern in der Elementkonzentration führen, besonders bei geringer Konzentration.

7.6 Verwendung von Referenzmaterialien

Bei der quantitativen Analyse mit Röntgenmikroanalyse sollten die Referenzmaterialien möglichst zertifiziert sein. Es können jedoch auch Referenzmaterialien mit einer den Proben vergleichbaren Zusammensetzung auf zwei Arten verwendet werden:

- a) in jeder Analysencharge kann eine Probe eines derartigen Materials enthalten sein, um zu verifizieren, dass zufriedenstellende Ergebnisse erhalten werden, und um Informationen zu der mit der Analyse verbundenen Unsicherheit zu liefern;
- b) es könnte zulässig sein, die in der Probe und im Referenzmaterial beobachteten Peakintensitäten direkt zu vergleichen, um eine Schätzung der Probenzusammensetzung zu erhalten. Das könnte die optimale Vorgehensweise sein, wenn keine geeigneten Referenzmaterialien zur Verfügung stehen.

Die Daten für die Probe und das Referenzmaterial müssen unter denselben Betriebsbedingungen aufgenommen werden.

ANMERKUNG Moderne Softwareprogramme können Unterschiede bei den Betriebsbedingungen häufig kompensieren. Außerdem stehen Referenzmaterialien, die aus mehreren Elementen bestehen, für eine tägliche Überwachung der Kalibrierung zur Verfügung, d. h. Überprüfungen von relativen Intensitätspeaks und der Peakpositionen.

7.7 Standardlose Analyse

Die in 7.4 erwähnte standardfreie Analyse kann angewandt werden, wenn zum Zeitpunkt der Analyse keine Elementreferenzmaterialien zur Verfügung stehen. Diese Routinen liefern Schätzungen von Elementkonzentrationen, die wesentlich genauer sind, als solche, die aus nichtkorrigierten relativen Peaks abgeleitet werden. Die standardfreien Routinen bieten Korrektur für festgelegte Anregungsbedingungen und

Geometrien. Die k-Verhältnisse werden bei diesen Verfahren durch Bezugnahme auf durch Berechnung abgeleitete Elementpeakintensitäten erhalten oder einer vom Hersteller zur Verfügung gestellten Bibliothek mit Element- oder Verbindungsspektren (oder –profilen) entnommen oder durch Spektren ersetzt, die vom Anwender zu früheren Gelegenheiten aufgenommen wurden. Die erreichte relative Gesamtunsicherheit kann besser als $\pm 10\%$ sein. Trotzdem können größere Fehler erwartet werden, wenn die verwendeten Analysenbedingungen von denen abweichen, die für die standardfreien Verfahren festgelegt sind, und bei geringen Konzentrationen.

In ihrer einfachsten Form liefert die standardfreie Analyse Schätzungen der relativen Elementkonzentrationen und ergibt eine Summe von 100 %, was ein plausibles Ergebnis ergibt, selbst wenn Elemente von der Analyse ausgelassen werden, die falschen Elemente bestimmt werden oder grobe Fehler bei der Bestimmung von Peakintensitäten auftreten. Können einige Elemente nicht analysiert werden, weil kein geeigneter Peak vorhanden ist, ist das auf dem Ausdruck der Ergebnisse zu notieren, weil die mittels standardfreier Analyse berechneten relativen Konzentrationen den Effekt dieser fehlenden Elemente auf die Röntgenintensitätskorrekturen für andere Elemente nicht enthalten werden (siehe Literaturhinweis [1]).

Ein zuverlässigeres Verfahren kann die Messung an einer oder mehreren Referenzmaterialien einbeziehen, um Schätzungen der zu messenden absoluten Konzentrationen zu ermöglichen. Mithilfe von nicht-normalisierten Gesamtbeträgen kann anschließend festgestellt werden, ob nichtdetektierte Elemente in der Probe enthalten sind.

Die Validierung stellt einen wichtigen Teil bei der Ableitung der Unsicherheit dar, die mit der standardfreien Vorgehensweise verbunden ist, und ist an bekannten Materialien durchzuführen, die ähnliche Eigenschaften wie die zu analysierende Probe aufweisen; es sollte darauf geachtet werden, die experimentellen Bedingungen an die Bedingungen anzupassen, die für das standardfreie Verfahren erforderlich sind (siehe ISI/IEC 17025:2005, 5.4.5 und 5.9).

Das Verfahren (Software und Durchführung) ist zu validieren, bevor mit den Analysen begonnen wird. Das kann mit zertifizierten Referenzmaterialien erfolgen.

7.8 Unsicherheit von Ergebnissen

7.8.1 Allgemeines

Für eigene Entwicklungen und die Durchführung von Validierungen enthalten 7.8.2 und 7.8.3 Anleitungen zur Schätzung der Unsicherheit (siehe Literaturhinweise [13] bis [16]).

7.8.2 Routineanalysen an wiederholten oder ähnlichen Proben

Der Anwender muss die interne Wiederholbarkeit und Genauigkeit der Messung für typische im Labor analysierte Proben bestimmen und sollte außerdem das Verfahren validieren, um sicherzustellen, dass es für den Zweck geeignet ist.

Die Vergleichbarkeit einer Messung ist durch wiederholte Prüfung derselben Probe unter nominell gleichen Bedingungen nach Zeitabständen, deren Dauer verglichen mit der Dauer einer einzelnen Messung lang ist, zu bestimmen. Das kann verschiedene Anwender und unterschiedliche Analysenstellen innerhalb der gleichen Phase einbeziehen. Diese Komponente der Unsicherheit berücksichtigt eine Reihe der in Anhang C aufgeführten Faktoren.

Beteiligung an Eignungsprüfungsprogrammen und Ringversuchen bietet ein sinnvolles Maß für die Vergleichpräzision zwischen Laboratorien und könnte auf andere Unsicherheiten in den Analysen von einem einzelnen Labor hinweisen.

ANMERKUNG Die Wiederholbarkeit einer Messung wird aus wiederholten Ablesungen erhalten, die vom selben Anwender mit demselben Messgerät unter Verwendung derselben Bedingungen durchgeführt wurden und die dieselbe Probenfläche innerhalb einer kurzen Zeit untersuchen. Diese Komponente der Unsicherheit enthält normalerweise weniger als die in Anhang C aufgeführten Faktoren.