DIN ISO 16962:2018-12 (D)

Chemische Oberflächenanalyse - Analyse von Zink- und/oder Aluminium basierten metallischen Beschichtungen mit optischer Emissionsspektrometrie mit Glimmentladung (ISO 16962:2017)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort ... 6
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise ... 7
Vorwort ... 8
Einleitung ... 9
1 Anwendungsbereich ... 10
2 Normative Verweisungen ... 10
3 Begriffe ... 10
4 Kurzbeschreibung ... 10
5 Prüfeinrichtung ... 11
5.1 Optisches Glimmentladungs-Emissionsspektrometer ... 11
5.1.1 Allgemeines ... 11
5.1.2 Auswahl der Spektrallinien ... 11
5.1.3 Auswahl des Typs des Glimmentladungsquelle ... 12
6 Justieren der Einstellungen des Glimmentladungsspektrometrie-Systems ... 13
6.1 Allgemeines ... 13
6.2 Einstellung der Parameter einer DC-Quelle ... 14
6.2.1 Eingespeister Konstantstrom und Konstantspannung ... 14
6.2.2 Eingespeister Konstantstrom und Konstantdruck ... 15
6.2.3 Konstantspannung und Konstantdruck ... 15
6.3 Einstellung der Entladungsparameter einer HF-Quelle ... 15
6.3.1 Allgemeines ... 15
6.3.2 Zugeführte Konstantleistung und Konstantdruck ... 16
6.3.3 Zugeführte Konstantleistung und konstante DC-Vorspannung ... 16
6.3.4 Konstante effektive Leistung und HF-Spannung ... 17
6.4 Mindestanforderungen an die Leistungsfähigkeit ... 17
6.4.1 Allgemeines ... 17
6.4.2 Minimale Wiederholpräzision ... 17
6.4.3 Nachweisgrenze ... 18
7 Probenahme ... 19
8 Kalibrierung ... 20
8.1 Allgemeines ... 20
8.2 Kalibrierproben ... 20
8.2.1 Allgemeines ... 20
8.2.2 Messing-Kalibrierproben ... 20
8.2.3 Zn-Al-Legierungsproben ... 20
8.2.4 Niedriglegierte Eisen- oder Stahlproben ... 20
8.2.5 Proben aus nichtrostendem Stahl ... 21
8.2.6 Nickellegierungsproben ... 21
8.2.7 Proben aus Aluminium-Silicium-Legierung ... 21
8.2.8 Proben aus Aluminium-Magnesium-Legierung ... 21
8.2.9 Hochreine Kupfer- und Zinkproben ... 21

8.3 Validierungsproben und wahlfreie Referenzmaterialien (RM) für die Kalibrierung 21
8.3.1 Allgemeines 21
8.3.2 RM mit elektrolytischer Zink-Nickel-Beschichtung 21
8.3.3 RM mit elektrolytischer Zink-Eisen-Beschichtung 21
8.3.4 RM mit Zink-Aluminium-Schmelztauchbeschichtung 22
8.3.5 RM mit Zink-Eisen-Schmelztauchbeschichtung, geglüht 22
8.4 Bestimmung der Sputterrate von Kalibrierproben und Proben für die Validierung 22
8.5 Messungen der Emissionsintensität von Kalibrierproben 23
8.6 Berechnung der Kalibriergleichungen 24
8.7 Validierung mit Referenzmaterialien 24
8.7.1 Allgemeines 24
8.7.2 Überprüfung der Analysengenauigkeit mit massiven Referenzmaterialien 24
8.7.3 Überprüfung der Analysengenauigkeit mit oberflächenbeschichteten Referenzmaterialien 25
8.8 Verifizierung und Driftkorrektur 26

9 Analyse der Proben 26
9.1 Einstellung der Entladungsparameter 26
9.2 Einstellen der Messzeit und Datenerfassungsrate 26
9.3 Quantitative Analyse der Tiefenprofile von Proben 27

10 Angabe der Ergebnisse 27
10.1 Angabe des quantitativen Tiefenprofils 27
10.2 Bestimmung der Gesamtbeschichtungsmasse je Flächeneinheit (flächenbezogene Beschichtungsmasse) 28
10.2.1 Allgemeines Verfahren 28
10.2.2 Verfahren für besondere Anwendungen 28
10.3 Bestimmung der mittleren Massenanteile 29

11 Präzision 29

12 Prüfbericht 30

Anhang A (normativ) Berechnung der Kalibrierkonstanten und quantitative Bewertung der Tiefenprofile 31
A.1 Allgemeines 31
A.2 Formelzeichen 31
A.2.1 In diesem Anhang allgemein verwendete Formelzeichen 31
A.2.2 Formelzeichen, die in A.2 und A.6 bezüglich der relativen Sputterraten verwendet werden 33
A.2.3 Formelzeichen, die in A.3 und A.7 bezüglich der absoluten Sputterraten verwendet werden 33
A.3 Berechnung der Kalibrierkonstanten mit relativen Sputterraten 33
A.4 Berechnung der Kalibrierkonstanten mit absoluten Sputterraten 35
A.5 Korrektur der Elementintensitäten und gesputterten Masse bei Schwankungen der Entladungsparameter 36
A.5.1 Allgemeines 36
A.5.2 Korrektur der Elementintensitäten auf Grundlage tabellierter Konstanten für Entladungsparameter 36
A.5.3 Spannungskorrektur der Emissionsausbeute in der Kalibrierfunktion 37
A.5.4 Korrektur der Sputterrate bezüglich Schwankungen der Entladungsparameter 37
A.6 Korrektur der Emissionsausbeuten aufgrund von Wasserstoffeinfluss 38
A.6.1 Allgemeines 38
A.6.2 Korrektur der Elementintensitäten auf Grundlage der Wasserstoff-Referenzintensität und tabellierter Konstanten 38
A.6.3 Wasserstoffkorrektur der Emissionsausbeute in der Kalibrierfunktion 38
A.7 Berechnung der Massenanteile und gesputterten Masse mit relativen Sputterraten 39
A.7.1 Allgemeines 39
A.7.2 Berechnung auf Grundlage der relativen Element-Sputterraten 39
A.7.3 Berechnung auf Grundlage der Massenanteile der Elemente 40

A.8 Berechnung der Massenanteile und gesputterten Massen mit absoluten Sputterraten 40
A.8.1 Allgemeines 40
A.8.2 Berechnung auf Grundlage der Element-Sputterraten 40
A.8.3 Berechnung auf Grundlage der Massenanteile der Elemente 41
A.9 Berechnung der Sputtertiefe 41
A.9.1 Allgemeines 41
A.9.2 Berechnung auf Grundlage des konstanten Atomvolumens 42
A.9.3 Berechnung auf Grundlage der mittleren Dichte 42

Anhang B (informativ) Vorschläge geeigneter Spektrallinien 43

Anhang C (informativ) Bestimmung der Beschichtungsmasse je Flächeneinheit (flächenbezogene Beschichtungsmasse) 44
C.1 Allgemeines 44
C.2 Verfahren 1 44
C.2.1 Justierung der Fe-Kalibrierung 47
C.3 Verfahren 2 47

Anhang D (informativ) Zusätzliche Angaben zu internationalen Ringversuchen 50

Literaturhinweise 52

Bilder

Bild 1 — Quantitatives Tiefenprofil einer Zn-Al-Schmelztauchbeschichtung auf Stahl 27

Bild 2 — Quantitatives Tiefenprofil einer Zn-Fe-Galvanneal-Beschichtung auf Stahl 28

Bild C.1 — Quantitative Tiefenprofile für die Bestimmung des 95 % Punktes des Zn-Plateauwertes einer Zn-Fe-Galvanneal-Beschichtung 46

Bild C.2 — Quantitative Tiefenprofile einer Zn-Fe-Galvanneal-Beschichtung, Bestimmung des Grenzflächenprofils der Fe-Beschichtung nach Verfahren 1 46

Bild C.3 — Quantitatives Tiefenprofil, angegeben als Massenanteil als Funktion der Tiefe zur Darstellung von Verfahren 2 bei einer Zn-Fe-Galvanneal-Beschichtung 48

Bild D.1 — Zusammenhang zwischen flächenbezogener Beschichtungsmasse und Wiederholstandardabweichung (SD_r) 51

Bild D.2 — Logarithmischer Zusammenhang zwischen Elementanteil und Wiederholstandardabweichung 51

Tabellen

Tabelle 1 — Ergebnisse für die Wiederholstandardabweichung und die Wiederholgrenze der flächenbezogenen Beschichtungsmasse 29

Tabelle 2 — Ergebnisse für die Wiederholstandardabweichung und die Wiederholgrenze des prozentualen Massenanteils in einer Beschichtung 29

Tabelle B.1 — Vorgeschlagene Spektrallinien für die Bestimmung bestimmter Elemente 43

Tabelle D.1 — Verwendete Proben und damit ermittelte Werte 50