

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, gegläht.....	22
8.4	Bestimmung der Sputterraten 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 Sputterraten 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