

Prüfung galvanischer Überzüge Mikroskopische Messung der Schichtdicke

DIN 50 950

Testing of electroplated metallic coatings; microscopic measurement of coating thickness

Essais des dépôts électrolytiques; mesure microscopique de l'épaisseur des dépôts

Zusammenhang mit einer in Vorbereitung befindlichen ISO-Empfehlung siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

Diese Norm legt fest, wie die Dicke von galvanischen Überzügen an einer bestimmten Stelle — im folgenden kurz Schichtdicke genannt — lichtmikroskopisch gemessen wird. Zum Messen ist ein Schnitt durch den Überzug erforderlich, der grundsätzlich unter jedem Winkel zur Oberfläche liegen kann. In dieser Norm wird nur das Verfahren mit einem Schnitt senkrecht zur Oberfläche, das sogenannte Querschliffverfahren, behandelt. Anhand der Tabelle im Abschnitt 6.3 kann entschieden werden, von welcher kleinsten Schichtdicke an das Verfahren als hinreichend genau erachtet wird.

2. Kurzbeschreibung

Auf einer metallographischen Schliffprobe mit senkrecht zur Probenoberfläche liegender Schlifffläche wird an einer festgelegten Meßstelle die Schichtdicke lichtmikroskopisch gemessen.

3. Probenahme und Probenanzahl

Durch Messen der Schichtdicke an einer bestimmten Stelle eines galvanischen Überzuges werden Unterschiede der Schichtdicke nicht erfaßt. Allgemeingültige Richtlinien über Art und Umfang der Probenahme sowie Anzahl und Lage der Schliffflächen und Meßstellen für den Fall, daß die durchschnittliche Schichtdicke oder Unterschiede der Schichtdicke zu messen sind, können wegen der unterschiedlichen Formen von Gegenständen mit galvanischen Überzügen in dieser Norm nicht festgelegt werden. Vielmehr müssen darüber in jedem Einzelfall Vereinbarungen getroffen werden. Je unregelmäßiger die Gegenstände geformt sind, desto mehr Schliffflächen und Meßstellen sollten vorgesehen werden.

4. Herstellen von Schliffproben

Beim Herstellen der Schliffproben ist sorgfältig darauf zu achten, daß die fertige Schlifffläche möglichst wenig von der senkrechten Lage zur Probenoberfläche abweicht.

¹⁾ Elze, J.; Pantzke, D.: Metallographische Querschliffe elektrolytisch abgeschiedener Metallniederschläge. Metall 18 (1964) S. 600—603.

²⁾ Siehe z. B. Schrader, A.: Ätzheft. Verfahren zur Schliffherstellung und Gefügeentwicklung in der Metallographie. 4. Aufl. Berlin 1957.

4.1. Einbettungsüberzüge¹⁾ (siehe auch Anmerkungen)

Alle zu prüfenden galvanischen Überzüge außer denjenigen, bei denen die äußere Schicht aus Chrom besteht, sollen wegen der möglichen Gratbildung und Verrundung der Kanten beim Schleifen und Polieren und zur besseren Erkennbarkeit der zu messenden Schichten mit einem zusätzlichen galvanischen Überzug (Einbettungsüberzug) von mindestens 10 µm Dicke versehen werden.

Beim Aufbringen des Überzuges ist darauf zu achten, daß die zu messende Schicht nicht beschädigt oder z. B. durch Kratzen, Bürsten, Beizen oder Legierungsbildung dünner wird.

4.2. Einspannen und Einbetten

Proben mit ebenen Flächen werden im allgemeinen in Schliffhalter eingespannt. Die Schliffhalter sind der Härte des Proben- und Überzugswerkstoffes anzupassen, sie können z. B. aus Stahl, Messing oder Kunststoff bestehen. Gekrümmte Proben werden zweckmäßigerweise in ausreichend hartes Kunstharz eingebettet.

4.3. Schleifen und Polieren

Das Schleifen und Polieren kann nach jedem zum Herstellen metallographischer Schliffproben üblichen, für den Grund- und Überzugswerkstoff geeigneten Verfahren vorgenommen werden.

4.4. Ätzen

Um den Überzug, dessen Dicke gemessen werden soll, deutlich erkennen zu können, muß die Schliffprobe im allgemeinen geätzt werden. Das anzuwendende Ätzmittel ist für den jeweils vorliegenden Fall auszuwählen²⁾.

5. Messen der Schichtdicke

(siehe auch Anmerkungen)

Die Schichtdicke wird mit einem Lichtmikroskop im Auflicht gemessen, z. B. mit einem Metallmikroskop. Es wird zweckmäßigerweise ein Objektiv mit einer Vergrößerung von mindestens 40× bei einer Vergrößerung des Mikroskopes von mindestens 400× benutzt (siehe DIN 58 886).

Die Schlifffläche muß möglichst genau senkrecht zur optischen Achse liegen.

Die Schichtdicke soll bei streng senkrechter Hellfeldbeleuchtung möglichst in der Mitte des Gesichtsfeldes unter Verwenden eines Grünfilters gemessen werden. Das Gesichtsfeld soll dabei nicht weiter als bis zu $\frac{2}{3}$ ausgenutzt werden.

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 4

Die Öffnung der Aperturblende (Beleuchtungsapertur) soll der verwendeten Objektivapertur möglichst angeglichen sein; sie soll keinesfalls auf mehr als $\frac{2}{3}$ · Objektivapertur geschlossen werden, falls sich Beugungserscheinungen störend bemerkbar machen.

An der Meßstelle wird die Schichtdicke mit einem gegen ein Objektmikrometer eingemessenen Okularschraubenmikrometer gemessen. Dabei wird jeweils dieselbe Seitenkante des Fadenkreuzes des Okularschraubenmikrometers von derselben Seite her zuerst an die eine und dann an die andere Grenze der zu messenden Schicht gelegt.

Für maßgebliche Messungen sind 3 Einzelmessungen an jeder Meßstelle vorzunehmen. Maßgeblich ist eine Messung, die als Beweis dafür dienen soll, ob eine Norm, Lieferbedingung oder technische Vorschrift erfüllt ist oder nicht.

Für Schiedsmessungen sind 10 Einzelmessungen an jeder Meßstelle vorzunehmen.

6. Meßfehler ³⁾

6.1. Erfahrungsgemäße Standardabweichung ⁴⁾ beim Mikroskopieren (siehe auch Anmerkungen)

6.1.1. Standardabweichung s in μm unter Wiederhol-Bedingungen ⁵⁾ $\pm 0,3 \mu\text{m}$

6.1.2. Standardabweichung s in μm unter Vergleich-Bedingungen ⁶⁾ $\pm 0,8 \mu\text{m}$

6.2. Unsicherheitsspanne und statistische Sicherheit ⁷⁾ des Mittelwertes (siehe auch Anmerkungen)

6.2.1. Für maßgebliche Messungen (Anzahl der Einzelmessungen $n = 3$) und für Schiedsbestimmungen ($n = 10$) ergibt sich auf Grund des Wertes $s = \pm 0,8 \mu\text{m}$ der Standardabweichung unter Vergleich-Bedingungen (nach Abschnitt 6.1.2) für einen Mittelwert $\bar{x}$ die gleiche Unsicherheitsspanne $\bar{x} \pm 0,6 \mu\text{m}$, jedoch mit unterschiedlicher statistischer Sicherheit

$P = 68,3\%$ für maßgebliche Messungen ($n = 3$) und

$P = 95\%$ für Schiedsbestimmungen ($n = 10$).

Wird für Schiedsbestimmungen (Standardabweichung $s = \pm 0,8 \mu\text{m}$, $n = 10$) eine statistische Sicherheit von $P = 68,3\%$ vereinbart, so ergibt sich abgerundet eine Unsicherheitsspanne des Mittelwertes $\bar{x}$ von $\bar{x} \pm 0,2 \mu\text{m}$.

6.2.2. Für die innerbetriebliche Prüfung (ein Beobachter, ein Gerät) ergibt sich auf Grund des Wertes $s = \pm 0,3 \mu\text{m}$ der Standardabweichung unter Wiederhol-Bedingungen (nach Abschnitt 6.1.1) für einen Mittelwert $\bar{x}$ sowohl für $n = 3$ als auch für $n = 10$ gerundet die Unsicherheitsspanne $\bar{x} \pm 0,2 \mu\text{m}$, jedoch mit unterschiedlicher statistischer Sicherheit

$P = 68,3\%$ bei $n = 3$ und

$P = 95\%$ bei $n = 10$.

6.3. Relativer Fehler (siehe auch Anmerkungen)

Aus den Werten der Unsicherheitsspannen nach Abschnitt 6.2 ergeben sich folgende relative Fehler in % der Schichtdicke für die Messungen an einer Meßstelle:

Schichtdicke μm	Relativer Fehler in % der Schichtdicke bei	
	Unsicherheitsspanne $\pm 0,6 \mu\text{m}$ für Schiedsbestimmungen mit $n = 10$ und $P = 95\%$ und für maßgebliche Messungen mit $n = 3$ und $P = 68,3\%$	Unsicherheitsspanne $\pm 0,2 \mu\text{m}$ für Schiedsbestimmungen mit $n = 10$ und $P = 68,3\%$ und für innerbetriebliche Prüfungen mit $n = 3$ und $P = 68,3\%$ oder $n = 10$ und $P = 95\%$
80	$\pm 0,8$	$\pm 0,2$
40	$\pm 1,5$	$\pm 0,5$
20	± 3	± 1
10	± 6	± 2
8	$\pm 7,5$	$\pm 2,5$
4	± 15	± 5
2	± 30	± 10
1	± 60	± 20

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Lage der Schliffprobe in dem mit einem galvanischen Überzug versehenen Gegenstand (möglichst mit Skizze)

Anzahl und Lage der Schliffflächen und Meßstellen in der Schliffprobe (möglichst mit Skizze)

Gemessene Schichtdicke für jede Meßstelle (Mittelwert und dessen Unsicherheitsspanne) in μm auf eine Stelle nach dem Komma

Anzahl der Einzelmessungen n

Statistische Sicherheit P

³⁾ Unter Beachtung der Angaben im Abschnitt 5.

⁴⁾ Standardabweichung s nach DIN 1319, Ausgabe Dezember 1963, Abschnitt 9.2. Vgl. auch Anmerkungen zum Abschnitt 6.1.

⁵⁾ Nach DIN 1319, Ausgabe Dezember 1963, Abschnitt 9.5.1. Zum Zahlenwert $\pm 0,3$ vgl. Anmerkungen zum Abschnitt 6.1.1.

⁶⁾ Nach DIN 1319, Ausgabe Dezember 1963, Abschnitt 9.5.2. Zum Zahlenwert $\pm 0,8$ vgl. Anmerkungen zum Abschnitt 6.1.2.

⁷⁾ Nach DIN 1319, Ausgabe Dezember 1963, Abschnitt 9.3.