

DIN 50990



ICS 17.040.20

Ersatz für
DIN 50990:1993-11 und
die 2015-11 zurückgezogene
Norm
DIN 50988-2:1988-04

**Messung von Schichtdicken –
Messung der flächenbezogenen Masse von metallischen Schichten
mittels spektrometrischer Messverfahren**

Measurement of coating thickness –
Measurement of the area-related mass of metallic layers by means of spectrometric
measurement methods

Mesure de l'épaisseur des revêtements –
Mesurer le poids de base des couches métalliques au moyen de la méthode de mesure
spectrométrique

Gesamtumfang 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Einheiten	4
5 Kurzbeschreibung	4
6 Geräte und Reagenzien	5
6.1 Geräte	5
6.2 Reagenzien	5
7 Einflüsse auf das Messergebnis	5
7.1 Oberfläche	5
7.2 Messstelle	5
7.3 Fremdanteile in der Schicht	6
7.4 Chemisches Auflösen	6
7.5 Anodisches Auflösen	6
7.6 Grundwerkstoff	6
7.7 Störungen der Messungen	6
8 Durchführung	7
8.1 Probenvorbereitung	7
8.2 Herstellen der Lösungen	7
8.2.1 Allgemeines	7
8.2.2 Probenlösungen	7
8.2.3 Blindwertlösung	7
8.2.4 Bezugslösungen	7
8.3 Bezugsfunktion	8
8.4 Durchführung der Messungen	9
9 Auswertung	10
10 Messunsicherheit	11
11 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Beispiele für Ablöseflüssigkeiten	13
Literaturhinweise	14

Tabellen

Tabelle 1 — Geeignete Wellenlängen zur AAS — Analyse metallhaltiger Lösungen	8
Tabelle 2 — Geeignete Wellenlängen zur ICP — Analyse metallhaltiger Lösungen [4]	9
Tabelle 3 — Dichte des Volumenmaterials	11
Tabelle A.1 — Beispiele für Ablöseflüssigkeiten	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-01-61 AA „Mess- und Prüfverfahren für Schichten und Schichtsysteme“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN 50990:1993-11 und der 2015-11 zurückgezogenen Norm DIN 50988-2:1988-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Erweiterung des Anwendungsbereiches und daher Überarbeitung des Titels der Norm;
- b) Regelungsinhalte aus DIN 50988-2 übernommen;
- c) normative Verweisungen überarbeitet;
- d) Messmethode ICP ergänzt;
- e) Tabellen überarbeitet;
- f) neuer Anhang zu Ablösemitteln ergänzt;
- g) redaktionelle Änderungen.

Frühere Ausgaben

DIN 50954: 1965-02
DIN 50988-2: 1988-04
DIN 50990: 1993-11

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt fest, wie mithilfe von spektrometrischen Messverfahren die flächenbezogene Masse von metallischen Schichten auf metallischen oder nichtmetallischen Grundwerkstoffen bestimmt wird, nachdem die Schicht aufgelöst worden ist. Wegen der großen Empfindlichkeit des Messverfahrens ist dieses Verfahren vorzugsweise für die Massenbestimmung dünner Schichten ($< 10 \mu\text{m}$) anzuwenden.

Als Messverfahren kommen Atomabsorptionsspektrometrie (Flammentchnik, AAS) sowie optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) zum Einsatz. Aus der bestimmten Massenkonzentration des Schichtwerkstoffes und der Fläche der Messstelle wird die flächenbezogene Masse berechnet. Bei bekannter Dichte der metallischen Schicht kann daraus die örtliche Schichtdicke berechnet werden.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen und dafür Sorge zu tragen, dass die behördlichen und gesetzlichen Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

DIN 51002-1, *Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN 51401, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) und Atomfluoreszenzspektrometrie (AFS) — Begriffe*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51002-1 und DIN 51401.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Einheiten

Die flächenbezogene Masse des Schichtwerkstoffes wird in g/m^2 bzw. — bei bekannter Dichte — die Schichtdicke in μm angegeben.

5 Kurzbeschreibung

Die metallischen Schichten werden chemisch oder elektrochemisch aufgelöst. Die entsprechend der zu erwartenden flächenbezogenen Masse verdünnte Probenlösung wird der Messung mittels spektrometrischem Messverfahren direkt zugeführt. Die gemessene Konzentration ist ein Maß für die zu bestimmende Schichtdicke. Die Auswertung erfolgt durch Vergleich mit Messwerten von Bezugslösungen, die das zu bestimmende Element und die für das Auflösen des Schichtwerkstoffes verwendeten Reagenzien enthalten.

Aus der Massenkonzentration der Probenlösung wird unter Berücksichtigung der Fläche der Messstelle die flächenbezogene Masse des Elementes berechnet.

AAS: Besteht die Schicht aus einer Legierung, so müssen die flächenbezogenen Massen der Legierungsbestandteile einzeln bestimmt werden. Bei bekannter Dichte des Schichtwerkstoffes kann die örtliche Schichtdicke berechnet werden.

ICP-OES: Die Legierungsbestandteile einer Legierung können simultan in einer Messung bestimmt werden. Außerdem lassen sich mit diesem Messverfahren kleine Mengen anderer Elemente identifizieren, die die Messung beeinflussen könnten (Matrixeffekte).

6 Geräte und Reagenzien

6.1 Geräte

6.1.1 Atomabsorptionsspektrometer (AAS, Begriffe nach DIN 51401), mit geeignetem Linienstrahler; oder

6.1.2 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, Begriffe nach DIN 51002-1).

6.1.3 Übliche Laborausrüstung. Alle verwendeten Glasgeräte müssen gründlich gereinigt sein. Es wird empfohlen, mit 5 mol/l HNO₃ auszukochen und anschließend mit deionisiertem Wasser zu spülen.

6.1.4 Stanzwerkzeug zum Ausstanzen von Blechproben mit bekannter Fläche.

6.1.5 Messzelle mit Ringdichtungen, z. B. nach DIN EN ISO 2177.

6.2 Reagenzien

Es werden nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität bzw. mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwendet.

6.2.1 Entionisiertes oder destilliertes Wasser.

6.2.2 Stammlösungen der Elemente der Schichtwerkstoffe, (siehe Tabelle 1) mit der jeweiligen Massenkonzentration $\beta(Me) = 1,0 \text{ g/l}$.

6.2.3 Geeignete Ablöseflüssigkeiten, zum chemischen Auflösen von Schichten (siehe Beispiele in Anhang A) oder zum anodischen Auflösen von Schichten (siehe DIN EN ISO 2177). Es ist zu beachten, dass die Ablöseflüssigkeit das zu bestimmende Element nicht enthalten darf.

6.2.4 Gemisch aus Distickstoffmonoxid (Lachgas) und Ethin (Acetylen), in Druckgasflaschen (zur Verwendung bei AAS).

6.2.5 Argon, in Druckgasflasche (zur Verwendung bei ICP-OES).

7 Einflüsse auf das Messergebnis

7.1 Oberfläche

Verunreinigungen, z. B. Fette und dergleichen, Oxidschichten, isolierende Schichten, Anstriche oder ähnliche organische Beschichtungen und Umwandlungsschichten können das vollständige Auflösen der Schichtwerkstoffe verhindern und damit zu einer Verfälschung des Messergebnisses führen.

7.2 Messstelle

Die Messstelle, an der die metallische Schicht aufgelöst wird, ist so festzulegen, dass die Fläche auf < 1 % bestimmt werden kann.