

DIN 50996



ICS 17.040.20; 25.220.99

**Nichtleitende Schichten –
Zerstörungsfreie Messung der Schichtdicke –
Terahertz-Messverfahren**

Non-conductive coatings –
Non-destructive measurement of coating thickness –
Terahertz measurement method

Revêtements non conducteurs –
Mesurage non destructif de l'épaisseur du revêtement –
Méthode de mesure térahertz

Gesamtumfang 26 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung der Messung	7
5 Auswertung der Messsignale	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Pulserkennung	9
5.3 Entfaltung	9
5.4 Signalmodellierung	10
6 Faktoren, die die Messunsicherheit beeinflussen	12
6.1 Optische Konstanten n und k der Materialien	12
6.2 Materialkombination	12
6.3 Messsystem	13
6.4 Geometrie — Messkopfabstand	13
6.5 Geometrie — Messkopfausrichtung	13
6.6 Geometrie — Randeinfluss	13
6.7 Geometrie — Oberflächenkrümmung	13
6.8 Oberflächenrauheit	14
6.9 Vibrationseinfluss	14
7 Kalibrierung und Justierung des Messgerätes	14
7.1 Allgemeines	14
7.2 Referenzmessung	14
7.3 Kalibrierung/Justierung	15
8 Durchführung der Messung und Auswertung	15
8.1 Allgemeines	15
8.2 Anzahl der Messungen und Auswertung	15
9 Unsicherheit der Ergebnisse	15
10 Prüfbericht	16
Anhang A (normativ) Messprinzip — Zeitbereichsspektroskopie und Abtastverfahren	17
Anhang B (informativ) Beispiel für frequenzabhängige optische Konstanten	20
Anhang C (informativ) Grundlagen zur Bestimmung der Unsicherheit einer Messung des angewandten Messverfahrens nach ISO/IEC Guide 98-3	22
C.1 Allgemeines	22
C.2 Typ A	22
C.3 Typ B	23
Anhang D (informativ) Grundlegende Leistungsanforderungen an Schichtdickenmessgeräte, die auf dem Terahertz-Zeitbereichsmessverfahren basieren	24
D.1 Herstellerangaben	24
D.2 Kontrolle/Verifizierung der Messgeräte und Prüfköpfe nach der Lieferung, nach Reparatur und in regelmäßigen Zeitabständen während der Nutzung	24
D.3 Kontrolle/Verifizierung von Messgeräten und Prüfköpfen vor Ort durchgeführt	24
Anhang E (informativ) Tabelle des Student-Faktors	25
Literaturhinweise	26

Bilder

Bild 1 — Beispiel für den schematischen Aufbau eines Terahertz-Messkopfes in Reflexionsgeometrie	8
Bild 2 — Schematischer Verlauf eines Terahertz-Impulses durch ein 2-Schichtsystem (reflektierte und transmittierte Anteile) und dem resultierenden detektierten Signalverlauf im Zeitverlauf	9
Bild 3 — Prinzip des Entfaltungsverfahrens an einer 50 µm dicke Schicht auf Metall	10
Bild 4 — Signalverlauf reflektiert von einem 2-Schichtsystem im Vergleich zu den Anteilen der drei Grenzflächen	11
Bild A.1 — Schematische Darstellung der Detektion der Terahertz-Wellenform mittels Abtastverfahren (z. B. mit Verzögerungsstrecke)	18
Bild A.2 — Schematische Darstellung des Messprinzips zur Erzeugung und Detektion von Terahertz-Pulsen im ps-Bereich	19
Bild B.1 — Beispiel eines 4-Schichtsystems — optische Konstanten der Einzelschichten	20
Bild B.2 — Beispiel eines 4-Schichtsystems — Vergleich der Messung mit dem Ergebnis der Modellierung	21

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

In diesem Dokument werden ausschließlich Systeme berücksichtigt, die auf der sogenannten Zeitbereichsspektroskopie basieren. Diese Systeme erlauben aufgrund der gepulsten Strahlung eine Laufzeitanalyse zur Schichtdickenbestimmung. Auf Terahertz-Wellen basierende Verfahren können auch zur Bestimmung der inneren Struktur von Beschichtungen, von Einschlüssen oder Fehlern in den Beschichtungen und anderen Anwendungen eingesetzt werden. Diese Anwendungen werden in diesem Dokument nicht berücksichtigt. Die Dickenbestimmung insbesondere größerer Schichtdicken oder Teile ist auch mittels kontinuierlicher Terahertz-Strahlung möglich. Diese Messverfahren werden in diesem Dokument ebenfalls nicht betrachtet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die zerstörungsfreie Schichtdickenmessung von nicht-metallischen Beschichtungen mittels Zeitbereichsspektroskopie im Terahertz-Frequenzbereich fest. Der Spektralbereich erstreckt sich von etwa 0,1 THz bis 10 THz bzw. im korrespondierenden Wellenlängenbereich von etwa 30 µm bis 3 mm. Anwendbar ist dieses Verfahren für alle Beschichtungen, materialabhängig typischerweise ab etwa 10 µm, die für elektromagnetische Wellen im Terahertz-Bereich transparent sind. Die Beschichtungen können dabei sowohl auf metallischen als auch nicht-metallischen Grundwerkstoffen abgeschieden sein. Dabei kann auch von einem Schichtstapel die Dicke aller Einzelschichten in einer Messung bestimmt werden.

Dieses Verfahren ist auch geeignet, wenn die zu untersuchenden Schichten nicht auf einem Substrat aufgebracht, sondern freistehend sind.

Metallische bzw. generell leitfähige Schichten können von Terahertz-Strahlung nicht durchdrungen werden, sondern wirken als Reflektor, d. h. ihre Dicken können mit diesem Verfahren nicht bestimmt 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 EN ISO 2064, *Metallische und andere anorganische Schichten — Definitionen und Festlegungen, die die Messung der Schichtdicke betreffen*

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN ISO 2064, DIN EN ISO 4618 und die folgenden Begriffe.

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

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

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

3.1

Justierung eines Messsystems

Reihe von Tätigkeiten, die an einem Messsystem ausgeführt werden, sodass dieses festgelegte Anzeigen liefert, die Werten einer zu messenden Größe entsprechen

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Justierung eines Messsystems können Nullpunkteinstellung, Abgleich der Nullpunktverschiebung (Offsetjustierung) und Bereichsjustierung (manchmal als Gain-Abgleich bezeichnet) gehören.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Justierung eines Messsystems sollte nicht mit der Kalibrierung verwechselt werden, die eine Grundvoraussetzung für die Justierung ist.

Anmerkung 3 zum Begriff: Nach einer Justierung eines Messsystems ist das Messsystem im Allgemeinen erneut zu kalibrieren.

Anmerkung 4 zum Begriff: Umgangssprachlich wird der Begriff Kalibrierung häufig, jedoch fälschlicherweise, anstelle des Begriffs Justierung verwendet. In gleicher Weise werden die Begriffe Verifizierung oder Kontrolle anstelle des korrekten Begriffs Kalibrierung verwendet.

[QUELLE: VIM, ISO/IEC Guide 99:2007, 3.11, modifiziert, Anmerkung 4 ergänzt]

3.2

Kalibrierung

Tätigkeit, die unter festgelegten Bedingungen in einem ersten Schritt eine Beziehung zwischen den durch Normale zur Verfügung gestellten Größenwerten mit ihren Messunsicherheiten und den entsprechenden Anzeigen mit ihren beigeordneten Messunsicherheiten herstellt und in einem zweiten Schritt diese Informationen verwendet, um eine Beziehung herzustellen, mit deren Hilfe ein Messergebnis aus einer Anzeige erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Ergebnis einer Kalibrierung kann in Form einer Angabe, einer Kalibrierfunktion, eines Kalibrierdiagramms, einer Kalibrierkurve oder einer Kalibriertabelle angegeben werden. In einigen Fällen kann sie aus einer additiven oder multiplikativen Korrektur der Anzeige mit der beigeordneten Messunsicherheit bestehen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Kalibrierung sollte nicht mit Justierung eines Messsystems verwechselt werden, die oft fälschlicherweise „Selbst-Kalibrierung“ genannt wird, und auch nicht mit Verifizierung der Kalibrierung.

Anmerkung 3 zum Begriff: Oft wird nur der erste Schritt in der obigen Definition als Kalibrierung angesehen.

[QUELLE: VIM, ISO/IEC Guide 99:2007, 2.39]

3.3

Brechungsindex

n

Realteil des komplexen Brechungsindex bei einer gegebenen Wellenlänge λ

3.4

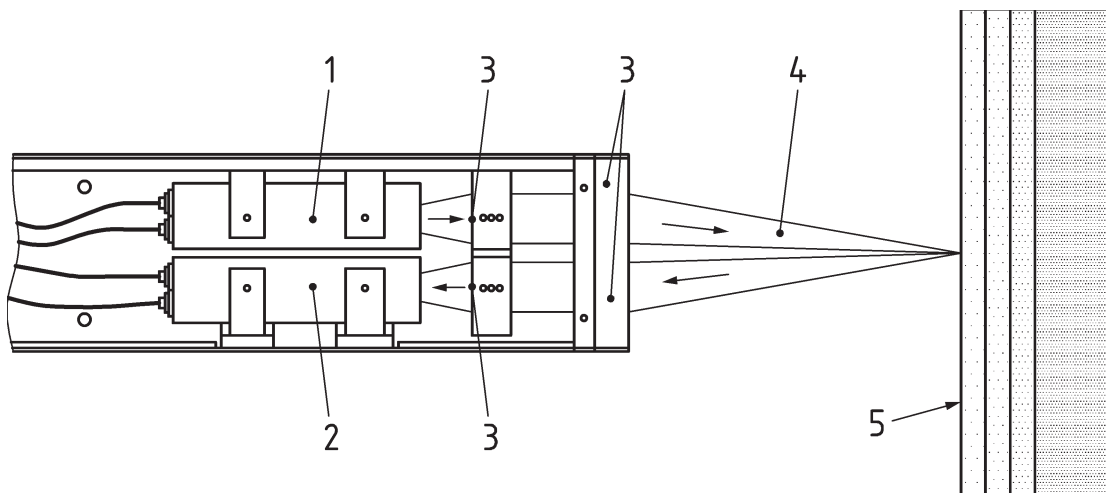
Extinktionskoeffizient

k

Imaginärteil des komplexen Brechungsindex bei einer gegebenen Wellenlänge λ

4 Kurzbeschreibung der Messung

Das in diesem Dokument beschriebene Messverfahren der Schichtdickenmessung beruht auf der Erzeugung von pulsförmiger Terahertz-Strahlung (Erzeugung im Terahertz-Emitter), die auf die Probe fokussiert wird und diese durchdringt. Die zu messenden Schichten müssen für die Terahertz-Strahlung transparent sein. Beim Durchlaufen werden die Terahertz-Pulse an jeder Grenzfläche zwischen den Schichten der Probe teilweise reflektiert und transmittiert. Das jeweilige Verhältnis der reflektierten bzw. transmittierten Anteile wird durch die optischen Konstanten Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient k der beteiligten Materialien und durch die Schichtdicken festgelegt. Die Summe aller reflektierten Pulsanteile wird auf den Terahertz-Detektor fokussiert. Aus diesem detektierten Signal der elektrischen Feldstärke können die Schichtdicken aller Einzelschichten der Probe berechnet werden. Für Schichtdickenmessungen, vor allem zur Analyse von Mehrschichtsystemen, wird bevorzugt in Reflexion gemessen, wobei der Messkopf senkrecht zur Probenoberfläche steht und die Terahertz-Strahlen senkrecht oder baubedingt annähernd senkrecht auf die Oberfläche treffen. Bild 1 zeigt eine Möglichkeit des schematischen Aufbaus des Messkopfes für den letzteren Fall.



Legende

- 1 Terahertz-Emitter
- 2 Terahertz-Detektor
- 3 Optik
- 4 Terahertz-Strahlengang
- 5 Mehrschichtsystem auf Substrat (Probe)

Bild 1 — Beispiel für den schematischen Aufbau eines Terahertz-Messkopfes in Reflexionsgeometrie

5 Auswertung der Messsignale

5.1 Allgemeines

Bild 2 zeigt den schematischen Verlauf eines Terahertz-Pulses durch das zu messende Schichtsystem (Beispiel 2-Schichtsystem) mit den an den Schichtgrenzflächen reflektierten bzw. transmittierten Anteilen und dem detektierten zeitlichen Verlauf der reflektierten Terahertz-Strahlung. Zur Auswertung des Terahertz-Signals kommen, meist in Abhängigkeit der zu ermittelnden Schichtdicken, verschiedene Verfahren zum Einsatz. Grob lassen sie sich in drei Gruppen unterscheiden:

- a) Bestimmung der Pulspositionen anhand von ausgewählten Punkten im Pulsverlauf, wie Maximum, Minimum oder Nulldurchgang;
- b) Bestimmung der Pulspositionen mittels Entfaltung;
- c) Simulation des Pulsverlaufs aufgrund eines mathematischen Modells.