

DIN EN 15042-1

ICS 17.040.20

Ersatz für
DIN 50992-1:2002-05**Schichtdickenmessung und Charakterisierung von Oberflächen mittels Oberflächenwellen –****Teil 1: Leitfaden zur Bestimmung von elastischen Konstanten, Dichte und Dicke von Schichten mittels laserinduzierten Ultraschall-Oberflächenwellen;
Deutsche Fassung EN 15042-1:2006**

Thickness measurement of coatings and characterization of surfaces with surface waves –

Part 1: Guide to the determination of elastic constants, density and thickness of films by laser induced surface acoustic waves;

German version EN 15042-1:2006

Mesure de l'épaisseur des revêtements et caractérisation des surfaces à l'aide d'ondes de surface –

Partie 1: Guide pour la détermination des constantes élastiques, de la masse volumique et de l'épaisseur des films à l'aide d'ondes acoustiques de surface générées par laser;

Version allemande EN 15042-1:2006

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15042-1:2006) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 262 „Metallische und andere anorganische Überzüge“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI (Großbritannien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NMP 161 „Mess- und Prüfverfahren für metallische und andere anorganische Überzüge“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Änderungen

Gegenüber DIN 50992-1:2002-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) DIN 50992-1:2002-05 wurde vollständig als Europäische Norm übernommen;
- b) Literaturhinweise ergänzt.

Frühere Ausgaben

DIN V 32939:1998-05

DIN 50992-1:2002-05

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 11145, *Optik und optische Instrumente — Laser und Laseranlagen — Begriffe und Formelzeichen*

Deutsche Fassung

**Schichtdickenmessung und Charakterisierung von Oberflächen
mittels Oberflächenwellen —
Teil 1: Leitfaden zur Bestimmung von elastischen Konstanten,
Dichte und Dicke von Schichten mittels laserinduzierten
Ultraschall-Oberflächenwellen**

Thickness measurement of coatings and characterization of
surfaces with surface waves —
Part 1: Guide to the determination of elastic constants,
density and thickness of films by laser induced surface
acoustic waves

Mesure de l'épaisseur des revêtements et caractérisation
des surfaces à l'aide d'ondes de surface —
Partie 1: Guide pour la détermination des constantes
élastiques, de la masse volumique et de l'épaisseur des
films à l'aide d'ondes acoustiques de surface générées par
laser

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 2. März 2006 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	5
5 Beschreibung des Messverfahrens	6
6 Bestimmung von elastischen Konstanten, Dichte und Dicke.....	16
7 Prüfbericht.....	19
Anhang A (informativ) Werkstoffkennwerte	21
Anhang B (informativ) Alternative Verfahren zur Bestimmung des E-Moduls von Schichtwerkstoffen.....	23
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15042-1:2006) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 262 „Metallische und andere anorganische Überzüge“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2006 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt einen Leitfaden fest für die mechanische Charakterisierung von Oberflächen mit laserinduzierten Ultraschall-Oberflächenwellen zur Bestimmung von elastischen Konstanten, der Dichte sowie der Dicke von dünnen Schichten.

Es legt Messverfahren und Begriffe fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

EN ISO 11145:2001, *Optik und optische Instrumente — Laser und Laseranlagen — Begriffe und Formelzeichen (ISO 11145:2001)*

Internationales Wörterbuch der Metrologie, 2. Auflage 1994, Beuth Verlag GmbH Berlin Wien Zürich

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe des Internationalen Wörterbuches der Metrologie (VIM), die Begriffe nach EN ISO 11145:2001 und die folgenden Begriffe.

3.1

Ultraschall-Oberflächenwellen

Ultraschallwellen, die sich auf der Oberfläche des Prüfgegenstandes ausbreiten

ANMERKUNG Eine wichtige Eigenschaft dieser Wellen ist die frequenzabhängige Eindringtiefe der Wellen in das Material

3.2

Phasengeschwindigkeit

Geschwindigkeit, mit der sich eine bestimmte Phasenlage der Welle ausbreitet

3.3

Gruppengeschwindigkeit

Geschwindigkeit, mit der sich der durch die Laseranregung erzeugte Oberflächenimpuls ausbreitet

3.4

Dispersion

Abhängigkeit der Phasengeschwindigkeit von der Frequenz der Welle

3.5

Dispersionsrelation

Quotient aus Kreisfrequenz und Betrag des Wellenvektors (Wellenzahl)

3.6

Dispersionsgrad

Unterschied der Phasen- und Gruppengeschwindigkeit

ANMERKUNG Der Dispersionsgrad wird in Prozent ausgedrückt.

3.7

Bandbreite

Frequenzbereich des Amplitudenspektrums

3.8

Messlänge

Abstand zwischen den Messpositionen, innerhalb derer die Dispersionskurve gemessen wird

3.9

thermoelastische Anregung

Anregung einer Ultraschall-Oberflächenwelle durch örtlich rasche Erwärmung mittels Absorption von gepulster Laserstrahlung

4 Symbole und Abkürzungen

a	halbe Seitenlänge der Membrane beim Membranbiegeverfahren;
c	Phasengeschwindigkeit der Oberflächenwelle;
$c(E', E, \nu', \nu, \rho', \rho, d, f_k)$	theoretische Werte der Phasengeschwindigkeit (z. B. nach [2]);
$c(f_k)$	Phasengeschwindigkeit der gemessenen Dispersionskurve;
C_1, C_2	Konstanten (Funktionen der Querkontraktionszahl ν);
d	Schichtdicke;
d_S	Substratdicke;
d_N	Nitriertiefe;
δ	Eindrucktiefe;
Δf	Frequenzverschiebung;
Δd	Unsicherheit der Schichtdicke;
ΔE	Unsicherheit des E-Moduls der Schicht;
$\Delta \nu$	Unsicherheit der Querkontraktionszahl der Schicht;
$\Delta \rho$	Unsicherheit der Dichte der Schicht;
$\Delta E'$	Unsicherheit des E-Moduls des Substrates;
$\Delta \nu'$	Unsicherheit der Querkontraktionszahl des Substrates;
$\Delta \rho'$	Unsicherheit der Dichte des Substrates;
E^*	E-Modul;
E	E-Modul der Schicht;
E'	E-Modul des Substrates;
E_o	E-Modul des Eindringkörpers;
E_i	E-Modul, mit dem Indenter bestimmt;
E_{LA}	E-Modul, laserakustisch bestimmt;
f_k	Frequenzwerte der gemessenen Dispersionskurve;
f	Frequenz;
f_0	Eigenfrequenz beim Resonanzverfahren;
F	Kraft beim Indenter-Verfahren;
h	Durchbiegung beim Membranbiegeverfahren;
h_p	plastische Eindringtiefe beim Indenter-Verfahren;
k	Betrag des Wellenvektors;
λ_{Licht}	Lichtwellenlänge bei der Brillouin-Streuung;
p	Druck beim Membranbiegeverfahren;
ν^*	Querkontraktionszahl;
ν	Querkontraktionszahl der Schicht;

ν'	Querkontraktionszahl des Substrates;
ν_o	Querkontraktionszahl des Eindruckkörpers;
θ	Streuwinkel bei der Brillouin-Streuung;
ρ^*	Dichte;
ρ	Dichte der Schicht;
ρ'	Dichte des Substrates;
σ_E	Eigenspannung;
ω	Kreisfrequenz;
T_A	Anlasstemperatur;
U	Spannungsamplitude.

5 Beschreibung des Messverfahrens

5.1 Allgemeines

Der Elastizitätsmodul (E-Modul) bestimmt maßgeblich das mechanische Verhalten des beschichteten Werkstoffes, die Ausbildung der Eigenspannungen, die bei Belastung aufgenommene elastische Energie und damit die Bildung und Ausbreitung der Schichtrisse, d. h. das Versagensverhalten der Schicht.

Besonders bei ionisch und kovalent gebundenen Hartstoffen korreliert der E-Modul eindeutig mit der Härte, deren Messung bei dünnen Schichten meist mit beträchtlichen Unsicherheiten verbunden ist.

Beschichtungen lassen sich in ihrem Aufbau oft in weiten Grenzen durch die Herstellungstechnologie beeinflussen. Dementsprechend variiert der E-Modul. Der für kompakte Materialien gültige Tabellenwert stellt dann nur eine grobe Orientierung dar. Im Anhang A sind sie für einige ausgewählte Materialien angegeben. Folglich ermöglicht die Messung des E-Moduls die Kontrolle der Schichtqualität sowie der technologischen Stabilität und Reproduzierbarkeit. Für die Messung des E-Moduls werden verschiedene statische und dynamische Methoden angewendet, wie der Membran-Biegetest, das Indenterverfahren, die Brillouin-Streuung, die Ultraschallmikroskopie und der Resonanztest. Ein Überblick dieser Methoden wird in Anhang B gegeben.

Kennzeichnend für diese Verfahren ist, dass sie meist bestimmte Probenpräparationen erfordern, messtechnisch zeit- oder geräteaufwändig sind oder ihre Genauigkeit sich mit abnehmender Schichtdicke stark verringert, so dass sie bei Schichtdicken im Submikrometerbereich nicht mehr sicher anwendbar sind.

Das laserakustische Verfahren stellt ein praktikables Verfahren dar, mit dem der E-Modul auch von Schichten von weniger als 10 nm Schichtdicke reproduzierbar bestimmt werden kann, ohne dass aufwändige Probenpräparationen durchgeführt werden müssen. Das Verfahren erlaubt auch, die Schichtdicke zu bestimmen, und liefert einen Zugang zur Dichte des Schichtmaterials. Sie kann auch zur Charakterisierung von Randschichtbearbeitungen und -modifizierungen, wie Umwandlungshärten, Nitrieren, Schleifen oder Polieren, verwendet werden, die keine definierte Schicht hervorrufen, sondern eine kontinuierliche Variation des Werkstoffgefüges. Die Anwendbarkeit des Verfahrens wird hauptsächlich durch Schallschwächung des Werkstoffes begrenzt.

5.2 Akustische Oberflächenwellen

5.2.1 Eigenschaften

Das Prüfverfahren beruht auf der Messung der Dispersion von akustischen Oberflächenwellen, die eine Schwingungskomponente in Normalrichtung haben.

Akustische Oberflächenwellen breiten sich entlang der Oberfläche des Prüfgegenstandes aus. Für isotrope Medien ist ihre Eindringtiefe als der Abstand von der Oberfläche A definiert, bei der die Amplitude auf den Wert $1/e$ abgefallen ist (siehe Bild 1). Näherungsweise kann dieser Eindringtiefe die Wellenlänge λ gleichgesetzt werden. Die Eindringtiefe der Oberflächenwelle nimmt mit zunehmender Frequenz ab. Dies ergibt sich aus der Beziehung

$$\lambda = c/f \quad (1)$$

Dabei ist

c die Phasengeschwindigkeit, in m/s;

f die Frequenz, in Hz.

Die Phasengeschwindigkeit hängt von den elastischen Konstanten und der Dichte des Werkstoffes ab.

Für einen homogenen isotropen Halbraum ergibt sie sich aus der Näherungsbeziehung

$$c = \frac{0,87 + 1,12 \nu^*}{1 + \nu^*} \sqrt{\frac{E^*}{\rho^* (1 + \nu^*)}} \quad (2)$$

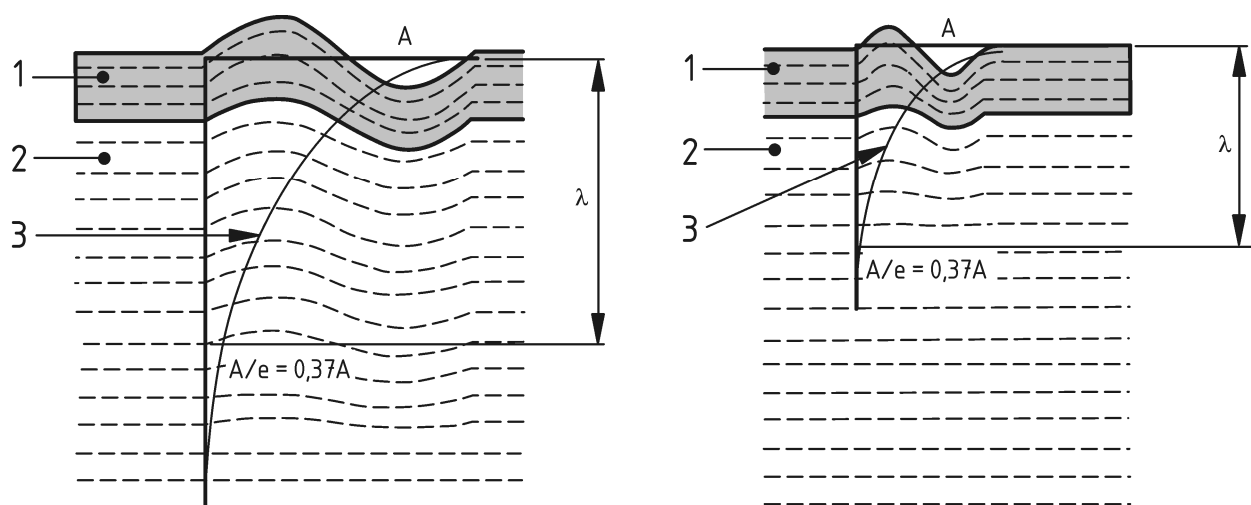
Dabei ist

ν^* die Querkontraktionszahl;

E^* der E-Modul, in N/m²;

ρ^* die Dichte, in kg/m³.

An der Oberfläche eines anisotropen Materials gilt die Gleichung (2) nicht. Die sehr komplexen Zusammenhänge sind in [2] dargestellt.



1a) Niedrige Frequenz: große Wellenlänge, hohe Eindringtiefe, kleiner Einfluss der Schicht

1b) Hohe Frequenz: kurze Wellenlänge, geringe Eindringtiefe, großer Einfluss der Schicht

Legende

- 1 Schicht
- 2 Substrat
- 3 Amplitudenverlauf
- A Amplitude an der Oberfläche

Bild 1 — Eigenschaften der akustischen Oberflächenwellen