

	Metallische Schichten Schichtdickenmessung Röntgenfluoreszenz-Verfahren (ISO 3497:2000) Deutsche Fassung EN ISO 3497:2000	DIN EN ISO 3497
ICS 17.040.20; 25.220.40 Metallic coatings – Measurement of coating thickness – X-ray spectrometric methods (ISO 3497:2000); German version EN ISO 3497:2000 Revêtements métalliques – Mesurage de l'épaisseur – Méthode par spectrométrie de rayons X (ISO 3497:2000); Version allemande EN ISO 3497:2000 Die Europäische Norm EN ISO 3497:2000 hat den Status einer Deutschen Norm. Nationales Vorwort Diese Norm wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 107 „Metallische und andere anorganische Überzüge“ erarbeitet und wurde von CEN/TC 262 im Rahmen der parallelen Abstimmung nach 5.1 der Wiener Vereinbarung angenommen. Für die deutsche Mitarbeit und Übersetzung ist der Arbeitsausschuss NMP 161 des Normenausschusses Materialprüfung verantwortlich. Änderungen Gegenüber DIN 50987:1987-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen: a) Erläuterung allgemeiner physikalischer Begriffe aufgenommen; b) redaktionelle Überarbeitung. Frühere Ausgaben DIN 50987: 1987-07 Fortsetzung 20 Seiten EN Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.		

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Metallische Schichten
Schichtdickenmessung
Röntgenfluoreszenz-Verfahren
(ISO 3497:2000)

Metallic coatings – Measurement of coating thickness –
X-ray spectrometric methods
(ISO 3497:2000)

Revêtements métalliques – Mesurage de l'épaisseur –
Méthode par spectrométrie de rayons X
(ISO 3497:2000)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 2000-12-15 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, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

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

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	5.10 Zwischenschichten	14
1 Anwendungsbereich	3	5.11 Krümmung des Messgegenstandes ..	14
2 Begriffe	3	5.12 Anregungsenergie und Anregungsintensität	14
3 Prinzip	4	5.13 Detektor	15
3.1 Grundlagen	4	5.14 Strahlungsweg	15
3.2 Anregung	5	5.15 Umwandlung der Impulsrate in die flächenbezogene Masse oder Dicke ..	15
3.3 Spektrale Zerlegung	5	5.16 Schrägstellung der Oberfläche des Messgegenstandes	15
3.4 Nachweis der Strahlung	6	6 Kalibrierung des Gerätes	15
3.5 Dickenmessung	6	6.1 Einleitung	15
3.6 Absorber für Sekundärstrahlung	7	6.2 Referenzproben	17
3.7 Mathematische Entfaltung	8	6.3 Auswahl der Referenzproben	17
3.8 Messungen an Mehrfachschichten ...	8	6.4 Emissionskennwerte von Referenz- proben	17
3.9 Messung der Dicke und Zusammensetzung von Legierungen ..	8	6.5 Emissionskennwerte des Grund- werkstoffs von Referenz- proben (Dickenmessung)	17
4 Prüfeinrichtungen	8	6.6 Dicke des Grundwerkstoffs	17
4.1 Quelle für die anregende Röntgenstrahlung	11	7 Durchführung	18
4.2 Kollimator	11	7.1 Allgemeines	18
4.3 Detektor	11	7.2 Kollimator oder Blende	18
4.4 Auswertegerät	11	7.3 Messung gekrümmter Oberflächen ...	18
5 Faktoren, die die Messergebnisse beeinflussen	12	7.4 Überprüfung der Kalibrierung	18
5.1 Zählstatistik	12	7.5 Messzeit	18
5.2 Referenzproben	12	7.6 Anzahl der Einzelmessungen	18
5.3 Schichtdicke	13	7.7 Vorsichtsmaßnahmen	18
5.4 Größe der Messfläche	13	7.8 Angabe der Ergebnisse	18
5.5 Zusammensetzung des Schicht- werkstoffs	13	8 Messunsicherheit	18
5.6 Dichte des Schichtwerkstoffs	13	9 Prüfbericht	19
5.7 Zusammensetzung des Grund- werkstoffs	14	Anhang A (informativ) Typische Mess- bereiche für einige häufig ver- wendete Schichtwerkstoffe	19
5.8 Dicke des Grundwerkstoffs	14		
5.9 Oberflächenreinheit	14		

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO/FDIS 3497:2000 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 107 „Metallic and other inorganic coatings“ in Zusammenarbeit mit dem 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 Juni 2001, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2001 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 3497:2000 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

WARNHINWEIS Probleme bezüglich des Strahlenschutzes der Mitarbeiter sind nicht Gegenstand der vorliegenden Internationalen Norm. Wegen Angaben zu diesem wichtigen Aspekt sollte auf die geltenden internationalen und nationalen Normen und Vorschriften Bezug genommen werden.

1.1 Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Messung der Dicke metallischer Schichten nach dem Röntgenfluoreszenz-Verfahren fest.

1.2 Die Messverfahren, für die diese Internationale Norm gilt, sind grundlegende Verfahren, bei denen die flächenbezogene Masse bestimmt wird. Bei bekannter Dichte des Schichtwerkstoffs können die Messergebnisse auch als längenbezogene Schichtdicke angegeben werden.

1.3 Die Messverfahren erlauben die gleichzeitige Messung von Schichtsystemen mit bis zu drei Schichten oder die gleichzeitige Messung der Dicke und Zusammensetzung von Schichten mit bis zu drei Bestandteilen.

1.4 Die praktischen Messbereiche vorgegebener Schichtwerkstoffe werden zum größten Teil von der Energie der zu analysierenden charakteristischen Röntgenfluoreszenzstrahlung und der zulässigen Messunsicherheit bestimmt, und sie können je nach Gerätesystem und Betriebsverfahren unterschiedlich sein.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Röntgenfluoreszenz

RF

Sekundärstrahlung, die auftritt, wenn ein einfallender Röntgenstrahl hoher Intensität auf einen Werkstoff, der im Strahlenweg des einfallenden Strahls angeordnet ist, auftrifft.

ANMERKUNG Die Wellenlängen und Energien der Sekundäremission sind für den betreffenden Werkstoff charakteristisch.

2.2

Intensität der Fluoreszenz-Strahlung

Vom Gerät gemessene Strahlungsintensität x , angegeben als Zählimpulse (Strahlungsimpulse) je Sekunde.

2.3

Sättigungsdicke

Dicke eines Werkstoffs, bei deren Überschreitung sich die Intensität der Fluoreszenzstrahlung nicht nachweisbar ändert.

ANMERKUNG Die Sättigungsdicke hängt von der Energie oder Wellenlänge der Fluoreszenzstrahlung, der Dichte und Ordnungszahl des Werkstoffs sowie dem Winkel der einfallenden und der Fluoreszenzstrahlung, bezogen auf die Oberfläche des Werkstoffs, ab.

2.4

Normierte Intensität

x_n

Verhältnis der Differenz der Intensität der von einem beschichteten Messgegenstand erhaltenen Strahlung x und der Strahlungsintensität x_0 eines unbeschichteten Werkstoffs zur Differenz der Strahlungsintensität von einem Werkstoff, dessen Dicke der Sättigungsdicke x_s (siehe 2.4) entspricht oder diese überschreitet, und der von einem unbeschichteten Grundwerkstoff x_0 , wobei sämtliche Messungen unter identischen Bedingungen durchgeführt wurden.

ANMERKUNG 1 Die mathematische Beziehung kann wie folgt wiedergegeben werden:

$$x_n = \frac{x - x_0}{x_s - x_0} \quad (1)$$

Dabei sind:

- x die Intensität vom beschichteten Messgegenstand;
- x_n die Intensität vom unbeschichteten Grundwerkstoff;
- x_s die Intensität von einem Werkstoff mit mindestens Sättigungsdicke.

ANMERKUNG 2 Die normierte Intensität hängt nicht von der Mess- und Integrationszeit sowie der Intensität der anregenden (einfallenden) Strahlung ab. Die geometrische Anordnung und die Energie der anregenden Strahlung können die normierte Impulsrate beeinflussen. Für x_n sind Werte gültig zwischen 0 und 1.

2.5

Zwischenschichten

Schichten, die sich zwischen der zu messenden obersten Schicht (Deckschicht) und dem Grundwerkstoff befinden und deren Dicke geringer als die Sättigungsdicke jeder der Schichten ist.

ANMERKUNG Jede Schicht zwischen der obersten Schicht und dem Grundwerkstoff, deren Dicke die Sättigungsdicke überschreitet, sollte selbst als echter Grundwerkstoff behandelt werden, weil der unter einer derartigen Schicht befindliche Werkstoff die Messung nicht beeinträchtigt und für Messzwecke vernachlässigt werden kann.

2.6

Impulsrate

Anzahl der Strahlungsimpulse, die je Zeiteinheit vom Gerät aufgezeichnet werden (siehe 2.2).

2.7

Grundwerkstoff; Grundmetall

Werkstoff, auf dem Überzüge aufgebracht oder gebildet werden.

[ISO 2080:1981, Begriff 134]

2.8

Substrat

Werkstoff, auf dem ein Überzug direkt aufgebracht ist. Für einen einzelnen oder den ersten Überzug ist das Substrat identisch mit dem Grundwerkstoff; für einen weiteren Überzug ist der vorherige Überzug das Substrat.

[ISO 2080:1981, Begriff 630]

3 Prinzip

3.1 Grundlagen

Zwischen der flächenbezogenen Masse der Schicht (und folglich der längenbezogenen Schichtdicke, wenn die Dichte bekannt ist) und der Intensität der Sekundärstrahlung besteht eine Beziehung. Diese Beziehung wird bei jedem in der Praxis eingesetzten Gerätesystem zuerst durch Kalibrierung unter Verwendung von Referenzproben mit Schichten, deren flächenbezogene Masse bekannt ist, nachgewiesen. Wenn die Dichte des Schichtwerkstoffs bekannt ist, kann die Schichtdicke angegeben werden, wenn der tatsächliche Dichtewert ebenfalls angegeben ist.

ANMERKUNG Die Dichte des Schichtwerkstoffs ist die Dichte nach Aufbringen der Schicht, die zu dem Zeitpunkt, an dem die Messung durchgeführt wurde, der theoretischen Dichte des Schichtwerkstoffs entspricht oder nicht. Wenn diese Dichte von der Dichte der Referenzproben abweicht, ist ein Faktor einzubeziehen, der diese Abweichung erfasst und der im Prüfbericht anzugeben ist.

Die Intensität der Fluoreszenzstrahlung hängt von der Ordnungszahl der Elemente ab. Unter der Voraussetzung, dass die oberste Schicht, die Zwischenschicht (falls vorhanden) und der Grundwerkstoff aus unterschiedlichen Elementen bestehen oder eine Schicht aus mehr als einem Element zusammengesetzt ist, erzeugen diese Elemente eine Strahlung, die für jedes von ihnen charakteristisch ist. Ein geeignetes Detektorsystem kann so eingestellt werden, dass entweder ein Energieband oder mehrere

Energiebänder ausgewählt wird bzw. werden, wodurch es ermöglicht wird, die Dicke und/oder Zusammensetzung der obersten Schicht oder der obersten Schicht und mehrerer Zwischenschichten gleichzeitig zu messen.

3.2 Anregung

3.2.1 Allgemeines

Die Schichtdickenmessung mit Hilfe von Röntgenfluoreszenzverfahren beruht auf der kombinierten Wechselwirkung der Schicht (oder Schichten) und des Grundwerkstoffs mit einem starken, häufig gebündelten schmalen Strahl einer polychromatischen oder monochromatischen Röntgenstrahlung. Bei dieser Wechselwirkung wird eine Sekundärstrahlung erzeugt, deren Wellenlänge oder Energie für die Elemente, aus denen Schicht(en) und Grundwerkstoff zusammengesetzt sind, charakteristisch ist.

Die anregende Strahlung wird in einer Röntgenröhre erzeugt oder von geeigneten radioaktiven Isotopen erhalten.

3.2.2 Erzeugung durch eine Röntgenröhre

Die geeignete Anregungsstrahlung wird mit Hilfe einer Röntgenröhre erzeugt, wenn an die Röhre eine ausreichende Spannung angelegt wird und stationäre Bedingungen gelten. Die angelegten Spannungen liegen bei den meisten Dickenanforderungen im Bereich von 25 kV bis 50 kV, jedoch können geringere Spannungen (bis zu 10 kV) erforderlich sein, um Schichtwerkstoffe mit niedriger Ordnungszahl zu messen. Bei einigen Anwendungen wird die Messunsicherheit verbessert, wenn zwischen Röntgenröhre und Messgegenstand ein Primärfilter angeordnet wird.

Die hauptsächlichen Vorteile dieses Anregungsverfahrens bestehen in der Möglichkeit, durch Kollimation auf einer sehr kleinen Messfläche einen Strahl mit sehr hoher Intensität zu erzeugen, in der Einfachheit, die Sicherheitsanforderungen für das Bedienungspersonal zu kontrollieren, und in der möglichen Stabilität der Emissionen, die mit Hilfe moderner elektronischer Verfahren erhalten werden können.

3.2.3 Erzeugung durch ein radioaktives Isotop

Nur wenige radioaktive Isotope emittieren Gammastrahlung in dem Energieband, das für Schichtdickenmessungen geeignet ist.

Idealerweise ist die anregende Strahlung geringfügig energiereicher (kürzere Wellenlänge) als die gewünschten charakteristischen Röntgenstrahlen. Die Vorteile einer Anregung durch radioaktive Isotope bestehen in der Möglichkeit, kompaktere Geräte zu bauen, weil keine Kühlung erforderlich ist. Darüber hinaus ist die Strahlung, im Gegensatz zur Strahlung von Röntgenröhren, im wesentlichen monochromatisch, und der Rauschuntergrund ist gering.

Der hauptsächliche Nachteil im Vergleich zum Verfahren mit Röntgenröhren besteht in der deutlich geringeren erreichbaren Intensität, was Messungen auf kleinen Flächen ausschließt, der kurzen Halbwertszeit einiger radioaktiver Isotope und den Problemen, die mit dem Schutz des Bedienungspersonals, der beim Umgang mit radioaktiven Isotopen mit hoher Intensität erforderlich ist (die Röntgenröhre kann einfach ausgeschaltet werden), verbunden sind.

3.3 Spektrale Zerlegung

3.3.1 Allgemeines

Die durch Röntgenbestrahlung einer beschichteten Oberfläche erzeugte Sekundärstrahlung enthält häufig zusätzliche Bestandteile zu denen, die für die Schichtdickenmessung erforderlich sind. Die gewünschten Bestandteile werden entweder nach der Wellenlänge oder nach der Energie spektral zerlegt.

3.3.2 Wellenlängendispersive Zerlegung

Die für den Schicht- oder Grundwerkstoff charakteristische Wellenlänge wird mit Hilfe eines Kristallspektrometers ausgewählt. Angaben über charakteristische Emissionen für häufig verwendete Kristalle sind in Form von Veröffentlichungen bei verschiedenen nationalen Behörden erhältlich.