

DIN EN ISO 1463

ICS 25.220.20; 25.220.40

Entwurf

Einsprüche bis 2020-07-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 1463:2004-08

**Metall- und Oxidschichten –
Schichtdickenmessung –
Mikroskopisches Verfahren (ISO/DIS 1463:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 1463:2020**

Metallic and oxide coatings –
Measurement of coating thickness –
Microscopical method (ISO/DIS 1463:2020);
German and English version prEN ISO 1463:2020

Revêtements métalliques et couches d'oxyde –
Mesurage de l'épaisseur de revêtement –
Méthode par coupe micrographique (ISO/DIS 1463:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 1463:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-05-01 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 1463:2020) 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, einschließlich des Korrosionsschutzes und der Korrosionsprüfung von Metallen und Legierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-01-61 AA „Mess- und Prüfverfahren für Schichten und Schichtsysteme“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2064 siehe DIN EN ISO 2064

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 1463:2004-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme der digitalen Bildverarbeitung für Lichtmikroskope;
- b) Aufnahme weiterer Hinweise und Verfahren zur Präparation von Mikroschnitten;
- c) Streichung einiger gefährlicher Ätzrezepturen aus Anhang C;
- d) redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 2064, *Metallische und andere anorganische Schichten — Definitionen und Festlegungen, die die Messung der Schichtdicke betreffen*

Metall- und Oxidschichten — Schichtdickenmessung — Mikroskopisches Verfahren (ISO/DIS 1463:2020)

Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode par coupe micrographique (ISO/DIS 1463:2020)

Metallic and oxide coatings — Measurement of coating thickness — Microscopical method (ISO/DIS 1463:2020)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.10b

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Faktoren, die die Messunsicherheit beeinflussen	7
5.1 Oberflächenrauheit	7
5.2 Schräglage der Querschnittfläche	7
5.3 Verformung der Schicht	7
5.4 Kantenabrundung der Schicht	7
5.5 Beschichten	7
5.6 Ätzen	7
5.7 Materialverschmierung	7
5.8 Vergrößerung	7
5.9 Kalibrieren des Objektstrichmaßstabs	8
5.10 Kalibrieren der Längenmesseinrichtung des Mikroskops	8
5.10.1 Messokular	8
5.10.2 Digitale Bildverarbeitung	8
5.11 Gleichmäßigkeit der Vergrößerung	9
5.12 Güte der Linsen	9
5.13 Ausrichten der Messlinien	9
5.14 Tubuslänge	9
6 Präparation der Querschnittflächen	9
7 Messung	9
8 Messunsicherheit	10
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Leitlinie zur Präparation und Messung von Querschnittflächen	11
A.1 Einleitung	11
A.2 Einbetten	11
A.2.1 Allgemeines	11
A.2.2 Beschichten	11
A.2.3 Spaltfreies Einbetten	12
A.3 Schleifen und Polieren	12
A.4 Ätzen	13
A.5 Alternative zu dem in A.2 bis A.4 beschriebenen klassischen metallographischen Verfahren	13
A.6 Messen	13
Anhang B (informativ) Schräglage der Querschnittfläche und Messung an Schichten mit verzahnten Materialübergängen	14
B.1 Schräglage der Querschnittfläche	14
B.2 Messung an Schichten mit verzahnten Übergängen	15

B.2.1	Kurzbeschreibung.....	15
B.2.2	Auswertung.....	15
B.3	Empirische Werte für die Standardabweichung bei lichtmikroskopischen Messungen.....	15
Anhang C (informativ) Einige typische Ätzlösungen zur Anwendung bei Raumtemperatur		17
Literaturhinweise.....		18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 1463:2020) 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, einschließlich des Korrosionsschutzes und der Korrosionsprüfung von Metallen und Legierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 1463:2004 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 1463:2020 wurde von CEN als prEN ISO 1463:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 107, *Metallic and other inorganic coatings*, erarbeitet.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 1463:2003), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Aufnahme der digitalen Bildverarbeitung für Lichtmikroskope;
- Aufnahme weiterer Hinweise und Verfahren zur Präparation von Mikroschnitten;
- Streichung einiger gefährlicher Ätzrezepturen aus Anhang C;
- redaktionelle Änderungen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Messung der örtlichen Schichtdicke von metallischen Überzügen, Oxidschichten und Emailsichten durch Untersuchung der Querschnittflächen mit einem Lichtmikroskop fest.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Ausrüstungen mit sich bringen. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, auf alle Sicherheitsprobleme hinzuweisen, die mit ihrer Anwendung verbunden sind. 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 behördliche und gesetzliche 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).

ISO 2064, *Metallic and other inorganic coatings — Definitions and conventions concerning the measurement of thickness*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1
örtliche Schichtdicke
arithmetischer Mittelwert aus einer bestimmten Anzahl von Einzelmessungen der Schichtdicke, die im Bereich der Referenzfläche durchgeführt werden

[QUELLE: ISO 2064:1996, 3.4]

4 Kurzbeschreibung

Von der zu messenden Probe ist ein Teil abzutrennen und einzubetten. Mittels geeigneter Schleif-, Polier- und Ätzverfahren ist eine Querschnittfläche zu präparieren. Die Schichtdicke ist durch Messung an der Querschnittfläche mit einer kalibrierten Längenmesseinrichtung zu bestimmen.

ANMERKUNG Die Verfahren sind erfahrenen Metallographen bekannt, aber in Abschnitt 5 und Anhang A sind Leitlinien für Bearbeiter mit weniger Erfahrung angegeben.

5 Faktoren, die die Messunsicherheit beeinflussen

5.1 Oberflächenrauheit

Wenn die Oberfläche der Schicht und/oder des Substrats rau ist, können Metallübergangslinien auf der Querschnittfläche zu unregelmäßig sein, um eine korrekte Schichtdickenmessung durchzuführen (siehe A.5).

5.2 Schräglage der Querschnittfläche

Wenn die Querschnittfläche nicht rechtwinklig zur Schichtebene ist, dann wird die gemessene Schichtdicke größer als die tatsächliche Schichtdicke sein, eine Abweichung von 10° verursacht z.B. eine Messunsicherheit von 1,5 %.

ANMERKUNG Ein Leitfaden für schräge Querschnittflächen ist in B.1 angegeben.

5.3 Verformung der Schicht

Während der Einbettung und der Präparation der Querschnittfläche kann es bei weichen Schichten und Schichtwerkstoffen mit niedrigem Schmelzpunkt durch zu hohe Temperatur- und Druckeinwirkung zu einer störenden Verformung der Schicht kommen. Das Gleiche gilt auch bei zu starkem Abrieb von spröden Werkstoffen während der Präparation der Querschnittflächen.

5.4 Kantenabrundung der Schicht

Wenn die Kanten der Querschnittfläche abgerundet sind, d. h. wenn die Querschnittfläche nicht bis zu den Kanten völlig eben ist, kann die tatsächliche Dicke nicht mikroskopisch festgestellt werden. Eine Kantenabrundung kann durch fehlerhaftes Einbetten, Schleifen, Polieren oder Ätzen entstehen. Durch zusätzliches Beschichten der Probe vor dem Einbetten wird sie in der Regel minimal gehalten (siehe A.2).

5.5 Beschichten

Das Beschichten der Probe schützt die Kanten der Schicht während der Präparation der Querschnittfläche und verhindert dadurch eine fehlerhafte Messung. Ein Abtragen von Schichtwerkstoff während der Vorbereitung der Oberfläche zum Beschichten kann einen zu kleinen Messwert der Schichtdicke verursachen.

5.6 Ätzen

Optimales Ätzen der Querschnittfläche erzeugt eine eindeutige und schmale, dunkle Linie an der Grenzfläche von zwei Metallen. Überätzung ergibt eine unscharfe oder breite Linie, was zu einer fehlerhaften Messung führen kann.

5.7 Materialverschmierung

Unsatzgemäßes Polieren oder Beschichten mit einem weicheren Metall könnte zum Verschmieren eines Metalls über dem anderen führen, wodurch die Grenzlinie zwischen der Schicht und dem Substrat verwischt wird. Bei diesem Problem kann das mehrfache Wiederholen der Präparation der Querschnittfläche des beschichteten Metalls bis eine Wiederholpräzision der Schichtdickenmessung (siehe A.3 und A.5) erreicht wird, Abhilfe schaffen. Auch das Beschichten mit einem härteren Metall kann helfen.

5.8 Vergrößerung

Für jede gegebene Schichtdicke erhöht sich die Messunsicherheit im Allgemeinen mit abnehmender Vergrößerung des Mikroskops. Die Vergrößerung sollte so gewählt werden, dass das Sichtfeld dem 1,5-fachen bis 3-fachen der Schichtdicke entspricht.

5.9 Kalibrieren des Objektstrichmaßstabs

Messunsicherheiten bei der Kalibrierung des Objektstrichmaßstabs pflanzen sich bei der Messung der Probe fort. Es muss ein geeignetes, rückführbares Längennormal verwendet werden.

5.10 Kalibrieren der Längenmesseinrichtung des Mikroskops

5.10.1 Messokular

Für die Messung der Probe ist ein Okularfadenmikrometer ein geeignetes Mittel. Die Messunsicherheit wird durch die Kalibrierung des Okulars bestimmt. Da die Kalibrierung bedienerabhängig ist, muss das Okular von dem Bearbeiter kalibriert werden, der auch die Messung durchführt.

Bei wiederholten Kalibrierungen des Messokulars kann ein Streubereich von weniger als 1 % erwartet werden. Der Abstand zwischen den beiden Linien eines Objektstrichmaßstabs, die für die Kalibrierung verwendet werden, muss mit einer Unsicherheit von 0,2 µm oder 0,1 % bekannt sein, je nachdem, welcher Wert größer ist.

Einige Messokulare mit Bildteilung weisen eine Nichtlinearität auf, die bei kurzen Messabständen eine Messunsicherheit von bis zu 1 % verursacht.

Messunsicherheiten können durch den toten Gang bei der Bewegung des Messokulars verursacht werden. Um diese Messunsicherheit zu vermeiden, ist sicherzustellen, dass die letzte Bewegung der Messlinie bei ihrer Justierung auf die zu messende Objektstelle immer in der gleichen Richtung erfolgt.

5.10.2 Digitale Bildverarbeitung

Heutiger Stand der Technik sind Mikroskope mit Triokulartubus, Kameraadapter mit Projektionsobjektiv und Digitalkamera, die an einen Computer mit einer Software zur Bildaufnahme und -verarbeitung angeschlossen sind. Wie bei 5.10.1 hängt die Messunsicherheit von der Justierung und Kalibrierung der Längenmessfunktion (Kombination aus Hardware und Software) ab.

Zur Justierung werden digitale Bilder des Objektstrichmaßstabs (in beide Richtungen parallel zur x- und y-Achse des Bildes) für jede Kombination aus Objektiv, eventuell eingesetztem Zwischenvergrößerungswechsler und Auflösungseinstellung der Kamera (volle Auflösung und typische Binning-Einstellung) aufgenommen. Die Länge im Objektraum, die einem Pixel des digitalen Bildes entspricht, wird durch Messen eines bekannten Abstands auf dem Objektstrichmaßstab mit der entsprechenden Funktion der Software ermittelt und dann in der Software gespeichert. Üblicherweise werden die Bilder nach einer solchen Justierung „kalibriert“, d. h. mit dem dem Bild zugeordneten µm/Pixel-Faktor, aufgenommen, indem das Objektiv, der eventuell eingesetzte Zwischenvergrößerungswechsler und die Pixeleinstellung der Kamera in der Software zum Zeitpunkt der Bildaufnahme ausgewählt werden.

Die Justierung bzw. Kalibrierung bleibt üblicherweise über einen langen Zeitraum stabil. Darüber hinaus ist sie nicht bedienerabhängig, solange keine Veränderungen am Tubus, am eventuell eingesetzten Zwischenvergrößerungswechsler, an dem Kameraadapter oder der Kamera selbst vorgenommen werden und solange die gleiche Auflösung der Kamera (Anzahl der Pixel in x- und y-Richtung) für die Justierung bzw. Kalibrierung und die Messung verwendet wird. Üblicherweise reicht es aus, in regelmäßigen Zeitabständen Bilder des Objektstrichmaßstabs aufzunehmen und bekannte Abstände zu messen. Wenn die Abweichung der gemessenen Länge von der zertifizierten Länge kleiner als eine sinnvoll festgelegte Messunsicherheit für die Längenmessungen ist, die das Laboratorium erzielen will, z. B. 1 %, ist die Kalibrierung weiterhin gültig und eine erneute Justierung nicht erforderlich.

5.11 Gleichmäßigkeit der Vergrößerung

Es können Messunsicherheiten auftreten, wenn die Vergrößerung nicht über dem gesamten Sichtfeld gleich ist. Deshalb ist sicherzustellen, dass sowohl die Kalibrierung als auch die Messung über demselben Teil des Sichtfeldes erfolgen, wobei die gemessenen Materialgrenzlinien symmetrisch zu den optischen Achsen liegen.

5.12 Güte der Linsen

Da mangelnde Bildschärfe zur Messunsicherheit beiträgt, ist sicherzustellen, dass Linsen mit hoher Güte verwendet werden.

ANMERKUNG Manchmal kann die Bildschärfe durch Verwendung von monochromatischem Licht verbessert werden.

5.13 Ausrichten der Messlinien

Es ist sicherzustellen, dass die Bewegungsrichtung der Messlinie des Okulars bei der Ausrichtung bzw. der Messlinie einer digitalen Bildverarbeitungssoftware rechtwinklig zu den Materialgrenzlinien auf der Querschnittsfläche verläuft. Eine Fehlausrichtung von z. B. 10° verursacht eine Messunsicherheit von 1,5 %.

5.14 Tubuslänge

Eine Änderung der Tubuslänge verursacht eine Veränderung der Vergrößerung. Tritt diese Änderung zwischen dem Zeitpunkt der Kalibrierung und dem der Messung auf, wird die Messung unsicher. Es ist darauf zu achten, dass eine Veränderung der Tubuslänge vermieden wird. Diese kann durch erneutes Einsetzen des Okulars, Veränderung der Fokussierung des Okulars oder, bei manchen Mikroskopen, durch Feinjustierung der Bildschärfe bedingt sein.

6 Präparation der Querschnittsflächen

Die Probe ist so zu präparieren, zu einbetten, zu schleifen, zu polieren und zu ätzen, dass

- a) die Querschnittsfläche senkrecht zur Schichtebene liegt;
- b) die Oberfläche eben ist und die Schicht in ihrer gesamten Breite bei der für die Messung verwendeten Vergrößerung scharf abgebildet werden kann;
- c) alles durch das Abtrennen oder Präparieren verformte Material von der Querschnittsfläche entfernt ist;
- d) die Materialgrenzen auf der Querschnittsfläche lediglich durch das unterschiedliche Aussehen der Materialien (Kontrast) oder als eine schmale, gut definierte Linie erkennbar sind.

ANMERKUNG Weitere Leitlinien sind in Abschnitt 5 und Anhang A angegeben. Einige typische Ätzlösungen sind in Anhang C beschrieben.

7 Messung

7.1 Die in Absatz 5 und Anhang A angegebenen Einflüsse sind zu beachten.

7.2 Das Mikroskop und seine Messeinrichtung sind mithilfe eines zertifizierten oder kalibrierten Objektstrichmaßstabs zu kalibrieren.

7.3 Die Breite des Bildes der Querschnittsfläche ist an mindestens fünf über die Länge der Querschnittsfläche verteilten Stellen zu messen.