

## DIN EN ISO 19674



ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2020-12-23

**Entwurf**

**Hochleistungskeramik –  
Prüfverfahren für keramische Schichten –  
Bestimmung der inneren Spannung in keramischen Schichten durch  
Anwendung der Stoney-Formel (ISO 19674:2017);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19674:2020**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –  
Methods of test for ceramic coatings –  
Determination of internal stress in ceramic coatings by application of the Stoney formula  
(ISO 19674:2017);  
German and English version prEN ISO 19674:2020

Céramiques fines (céramiques avancées, céramiques techniques avancées) –  
Méthodes d'essai des revêtements céramiques –  
Détermination de la contrainte interne des revêtements céramiques par application de la  
formule de Stoney (ISO 19674:2017);  
Version allemande et anglaise prEN ISO 19674:2020

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-10-23 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](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nmp@din.de](mailto:nmp@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://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.

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Gesamtumfang 32 Seiten

## Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19674:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19674:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-01-64 AA „Kohlenstoffsichten und keramische Hartstoffsichten“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Der zuständige Arbeitsausschuss weist daraufhin, dass die vorgemerkten Korrekturen in den Fußnoten dem CEN/TC 184 mitgeteilt werden, damit diese Korrekturen auch dem erarbeitenden ISO/TC 206 übermittelt werden.

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 3274  | siehe | DIN EN ISO 3274  |
| ISO 18452 | siehe | DIN EN ISO 18452 |
| ISO 26423 | siehe | DIN EN ISO 26423 |

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

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 3274, *Geometrische Produktspezifikationen (GPS) — Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren — Nenneigenschaften von Tastschnittgeräten*

DIN EN ISO 18452, *Hochleistungskeramik — Bestimmung der Dicke keramischer Schichten mit einem Kontaktprofilometer*

DIN EN ISO 26423, *Hochleistungskeramik — Bestimmung der Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren*

|                  |                                                                                                                                                                                                                                                   |
|------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>Titel de:</i> | Hochleistungskeramik — Prüfverfahren für keramische Schichten — Bestimmung der inneren Spannung in keramischen Schichten durch Anwendung der Stoney-Formel (ISO 19674:2017)                                                                       |
| <i>Titel en:</i> | Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods of test for ceramic coatings — Determination of internal stress in ceramic coatings by application of the Stoney formula (ISO 19674:2017)                                |
| <i>Titel fr:</i> | Céramiques fines (céramiques avancées, céramiques techniques avancées) — Méthodes d'essai des revêtements céramiques — Détermination de la contrainte interne des revêtements céramiques par application de la formule de Stoney (ISO 19674:2017) |

## Inhalt

|                                                                     | Seite |
|---------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort.....                                           | 3     |
| Vorwort.....                                                        | 4     |
| Einleitung.....                                                     | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                           | 6     |
| 2 Normative Verweisungen.....                                       | 6     |
| 3 Begriffe.....                                                     | 6     |
| 4 Kurzbeschreibung.....                                             | 6     |
| 5 Prüfeinrichtung.....                                              | 7     |
| 6 Probenvorbereitung .....                                          | 8     |
| 6.1 Werkstoff.....                                                  | 8     |
| 6.2 Probengeometrie .....                                           | 8     |
| 6.3 Probenoberflächenbeschaffenheit .....                           | 9     |
| 6.4 Probenmaße.....                                                 | 9     |
| 7 Durchführung .....                                                | 9     |
| 7.1 Messbereich und ursprüngliches Profil.....                      | 9     |
| 7.2 Abscheidung der Schicht .....                                   | 10    |
| 7.3 Schichtdicke .....                                              | 11    |
| 7.4 Anpassung der Probengeometrie nach Abscheidung der Schicht..... | 11    |
| 7.5 Messung des endgültigen Profils .....                           | 11    |
| 7.6 Berechnung der Spannung.....                                    | 11    |
| 7.7 Anzahl der Wiederholungsmessungen .....                         | 12    |
| 8 Grenzen des Verfahrens.....                                       | 12    |
| 9 Prüfbericht .....                                                 | 12    |
| Anhang A (informativ) Bestimmung geeigneter Probenmaße.....         | 14    |
| Literaturhinweise .....                                             | 16    |

## Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19674:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19674:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 19674:2017 wurde von CEN als prEN ISO 19674:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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](http://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](http://www.iso.org/patents)).

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

Für eine Erläuterung zum 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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, *Fine ceramics* erarbeitet.

## Einleitung

Es werden zunehmend Beschichtungen eingesetzt, um die funktionelle Leistung von Werkstoffen und Bauteilen zu verbessern. Dies kann geschehen zum Schutz vor Schäden durch die Einwirkung einer herausfordernden Umgebung einschließlich hoher Spannungen und aggressiver chemischer Umgebungen, kann aber auch dazu dienen viele andere Eigenschaften zu verändern, z. B. die Wärmeleitfähigkeit durch Wärmedämmschichten, die Reibung durch reibungsarme Schichten wie z. B. diamantartige Kohlenstoffbeschichtungen (DLC, en: diamond like carbon), und die optische Reflektivität durch Beschichtungen mit kontrollierten optischen Eigenschaften.

Die geeignete Auswahl von Schichten für bestimmte Anwendungen hängt von den sich ergebenden mechanischen und anderen funktionellen Anforderungen ab. Ein Faktor, der bei der Bestimmung der Beschichtungsleistung und Lebensdauer entscheidend sein kann, ist die Eigenspannung, die durch den Abscheidungsprozess und/oder durch unterschiedliche Wärmeausdehnung der Beschichtung und des Substrates beim Abkühlen des Bauteils von der Verarbeitungstemperatur erzeugt wird.

Dieses Dokument beschreibt die Anwendung einer einfachen experimentellen Technik unter Verwendung der Stoney-Gleichung zur Analyse der beschichtungsinduzierten Biegung von Prüfkörpern mit bekannten mechanischen Eigenschaften, um die Eigenspannung in der Schicht zu bestimmen.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren fest zur Bestimmung der inneren Spannung in dünnen keramischen Schichten durch Anwendung der Stoney-Gleichung auf die Ergebnisse aus der Messung des Krümmungsradius von beschichteten Streifen oder Scheiben.

## 2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

## 3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp><sup>N1)</sup>

## 4 Kurzbeschreibung

Spannungen in Schichten beeinflussen vielfach die Funktionstüchtigkeit beschichteter Werkzeuge und Maschinenteile. Unterschiedliche Verfahren wurden entwickelt zur Bestimmung der Spannung in Schichten. Bei dem in diesem Dokument festgelegten Verfahren wird die Spannung aus der Verbiegung berechnet, die auftritt, wenn auf dünnen Scheiben oder Streifen bekannter Dicke aus einem Material mit bekannten Eigenschaften auf nur einer Seite eine Schicht aufgebracht wird. Es wird eine elastische Verformung vorausgesetzt, d. h. der Substrates würde zu seiner ursprünglichen Form zurückkehren, wenn die Schicht entfernt werden würde.

Die Spannung in der Schicht kann, ohne dass die elastischen Eigenschaften des Schichtwerkstoffs bekannt sein müssen, nach der Stoney-Gleichung (siehe 7.6) unter der Voraussetzung berechnet werden, dass die Schicht im Vergleich zur Dicke des Substrates dünn ist (Schichtdicke < 2 % der Dicke des Substrates), dass die Krümmung sphärisch ist und das Substrat vor dem Beschichten eine ebene Oberfläche oder eine bekannte Krümmung hatte.

Zur Anwendung dieses Verfahrens müssen die Dicke der Schicht und des Substrates sowie Elastizitätsmodul und Poissonzahl des Substrates exakt bekannt sein.

ANMERKUNG 1 Die Schichtdicke kann z.B. durch Messung der Stufenhöhe (siehe ISO 18452), nach dem Kalottenschleifverfahren (siehe ISO 26423) und durch Messung an Querschliffen (siehe EN 1071-10 [4]) bestimmt werden.

Da keramische Schichten üblicherweise bei höheren Temperaturen aufgebracht werden, wird bei allen anderen Temperaturen ein Wert für die Spannung ermittelt, der sich aus der Zunahme der Eigenspannung und der durch die unterschiedliche Wärmeausdehnung von Schicht und Substrat bedingten Spannung zusammensetzt.

Die innere Spannung  $\sigma_0$  in der Schicht wird aus dem gemessenen Krümmungsradius  $R_{\text{exp}}$  unter Anwendung der Stoney-Gleichung [6] nach Gleichung (1) berechnet:

---

<sup>N1)</sup> Nationale Fußnote: Der korrekte Link lautet: <https://www.iso.org/obp>

$$\sigma_0 = -\frac{1}{6} \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{h_s^2}{h_f} \frac{1}{R_{\text{exp}}} \quad (1)$$

Dabei ist

- $h_f$  die Dicke der Schicht;
- $h_s$  die Dicke des Substrats;
- $E_s$  der Elastizitätsmodul des Substrates;
- $\nu_s$  die Poissonzahl des Substrates.

ANMERKUNG 2  $\sigma_0$  ist die über die gesamte Dicke der Schicht ( $h_f \ll h_s$ ) gemittelte örtliche Spannung:

$$\sigma_0 = \frac{1}{h_f} \int_0^{h_f} \sigma_f(z) dz$$

Dabei ist  $\sigma_f(z)$  die Spannung der Schicht als Funktion der Position rechtwinklig zur Ebene des Substrats.

Der Krümmungsradius  $R_{\text{exp}}$  wird aus dem Profil der Probe bestimmt.

## 5 Prüfeinrichtung

Das Profil kann mit einem optischen Profilometer, einem Lichtmikroskop mit hoher Vergrößerung (Auflösung in der Größenordnung von  $1 \mu\text{m}$ ), das in Fokussierungsrichtung mit einem exakten Positionssensor (Auflösung besser als  $5 \mu\text{m}$ ) und einem Mikrometer mit einem verschiebbarem Objektisch ausgerüstet ist oder nach einem anderen geeigneten Verfahren gemessen werden. Für eine scheibenförmige Probe mit polierter Oberfläche, die z. B. aus einem polierten Silicium-Wafer ausgeschnitten wird, kann der Radius der Krümmung ermittelt werden, indem die Krümmung als konvexer oder konkaver Spiegel behandelt und mit einer optischen Bank oder nach einem anderen geeigneten Verfahren gemessen wird, z. B. durch Nutzung der Newtonschen Ringe. In allen Fällen sollte jedoch sichergestellt werden, dass das Profil der Probe durch das ausgewählte Messverfahren nicht verändert wird.

Wenn zur Messung ein Mikroskop mit verschiebbarem Objektisch eingesetzt wird, muss ein rechter Winkel zwischen Objektisch und optischer Achse sichergestellt werden. Die Überprüfung der Rechtwinkligkeit erfolgt am einfachsten dadurch, dass geprüft wird, ob die Oberfläche des verschiebbaren Objektisches bei der höchsten Vergrößerung des Mikroskops über eine Verschiebungsstrecke, die der Gesamtlänge der Probe entspricht, scharf eingestellt bleibt. Für alle Messverfahren muss sichergestellt sein, dass Kalibrierungen durchgeführt wurden und die Verfahren auf nationale Standards rückführbar sind.

Falls ein Kontaktprofilometer verwendet werden soll, sollte darauf geachtet werden, die niedrigste Kraft zu verwenden, mit der ein exaktes Ergebnis erreichbar ist, weil so eine Veränderung des Probenprofils durch die Kontaktkraft vermieden wird.

BEISPIEL Die Durchbiegung eines an seinen Enden abgestützten Balkens mit einer Last in der Balkenmitte ist

$$\delta = \frac{FL^3}{48EI}$$

Dabei ist

- $L$  die Länge des Balkens;
- $F$  die aufgebrachte Kraft;
- $E$  der Elastizitätsmodul;

$$I = \frac{bt^3}{12};$$

dabei ist

$b$  die Breite;

$t$  die Dicke.

Für ein Substrat aus Aluminium (Al) mit  $E = 70$  GPa,  $L = 100$  mm,  $b = 10$  mm und  $t = 0,5$  mm ergibt das Einsetzen der Werte in Gleichung (2):

$$\delta = 4,8 \times 10^{-3} F(\text{m})^{N2} \quad (2)$$

Für eine Kraft von 0,75 mN (siehe ISO 3274) beträgt die Durchbiegung  $3,6 \mu\text{m}^{N3}$ , d. h. bei einer Gesamtdurchbiegung von 1 mm resultiert eine Abweichung von  $\approx 0,5$  %. Es sollte beachtet werden, dass bei einem Balken unter den angegebenen geometrischen Bedingungen eine Gesamtdurchbiegung von 1 mm einem Krümmungsradius von 1,7 m entspricht; für ein Substrat mit entsprechender Dicke kann diese Durchbiegung durch eine 1  $\mu\text{m}$  dicke Schicht mit einer inneren Spannung von 2,45 GPa erreicht werden.

**ANMERKUNG** Falls Messungen während der Abscheidung der Schicht durchzuführen sind, oder wenn die Probe aus anderen Gründen nicht zugänglich ist, z. B. während sie sich für eine Prüfung des thermischen Spannungsverlaufs in einem Ofen befindet, ist die Anwendung einer einseitig an einem Ende eingespannten Streifenprobe möglich. Die Änderung ihrer Verbiegung kann dann bestimmt werden, indem die Probe als optischer Feinzeiger angesehen und die Durchbiegung an einer bekannten Stelle durch Anwendung eines Lasers und einer geeigneten Skala gemessen wird. Es ist jedoch zu beachten, dass in Abhängigkeit davon, ob die Proben während der Schichtabscheidung frei verformbar angeordnet oder eingespannt sind, unterschiedliche Spannungen berechnet werden, da die Abscheidungsbedingungen, besonders die Temperaturen, in beiden Fällen unterschiedlich sind. Außerdem besteht bei einigen Schichten die Möglichkeit, dass in dem Moment, indem die Verbiegung der Probe einsetzt, eine Abscheidung des Schichtwerkstoffs auf der Rückseite der Probe erfolgt, wodurch eine geringere Krümmung als bei einer Abscheidung auf nur einer Seite gemessen würde.

## 6 Probenvorbereitung

### 6.1 Werkstoff

Da bei diesem Prüfverfahren die Krümmung bestimmt wird, die ein Substrat durch die inneren Spannungen in einer auf ihm abgeschiedenen Schicht erfährt, muss unbedingt eine Probe aus einem Werkstoff mit bekannter Charakteristik für das Verfahren verwendet werden.

### 6.2 Probengeometrie

Proben in Streifenform sind zu bevorzugen, scheibenförmige Proben können jedoch auch verwendet werden. Die Proben müssen aus einem Werkstoff mit bekannten mechanischen Eigenschaften hergestellt werden, auf die durch eine Beschichtung bei höheren Temperaturen kein Einfluss ausgeübt wird. Die Proben müssen gleichmäßig dick und vor Abscheidung der Schicht in einem spannungsfreien Zustand sein.

Bei Bedarf sollten die Proben vor Aufbringung der Schicht bei einer Temperatur oberhalb der Beschichtungstemperatur gegläht werden, um Spannungen zu beseitigen, die durch das Herstellungsverfahren eingebracht wurden, z. B. beim Walzen, Schleifen oder Polieren.

---

N2) Nationale Fußnote: Die Formel lautet korrekterweise:  $\delta = 2,86 \times 10^{-3} F(\text{m})^2$ .

N3) Nationale Fußnote: Die korrekte Durchbiegung beträgt 2,14  $\mu\text{m}$ .