

DIN EN ISO 9220



ICS 25.220.40

Entwurf

Einsprüche bis 2021-05-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 9220:1995-01

**Metallische Überzüge –
Messung der Schichtdicke –
Verfahren mit Rasterelektronenmikroskop (ISO/DIS 9220:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 9220:2021**

Metallic coatings –
Measurement of coating thickness –
Scanning electron microscope method (ISO/DIS 9220:2021);
German and English version prEN ISO 9220:2021

Revêtements métalliques –
Mesurage de l'épaisseur de revêtement –
Méthode au microscope électronique à balayage (ISO/DIS 9220:2021);
Version allemande et anglaise prEN ISO 9220:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-03-05 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 36 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9220:2021) 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 1463	siehe	DIN EN ISO 1463
ISO 2064	siehe	DIN EN ISO 2064
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 13528	siehe	DIN ISO 13528

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 9220:1995-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Hinzufügung von zwei weiteren Kalibrierverfahren in 5.2, 8.2 und 8.3;
- b) Streichung von technisch veralteten Inhalten, die die Instabilität von REM und analogen Fotos oder den Betrieb von REM betreffen [Streichung der alten Unterabschnitte 6.11, 6.12, 6.13, 8.4, 9.2.1, 9.2.2, 9.3, A.2.3, A.3.2, A.3.3, A.3.4 und A.3.7; Überarbeitung von Punkt e) in Abschnitt 12];
- c) Betrachtung der Einflüsse von Abbildungsparametern auf die Messunsicherheit (neuer Unterabschnitt 6.11);
- d) Überarbeitung von Abschnitt 10 und Ergänzung von Anhang B mit Präzisionsdaten aus Ringversuchen;
- e) Überarbeitung von Anhang A zur (erneuten) Angleichung an ISO 1463:2021;
- f) Hinzufügung von Literaturhinweisen mit informativen Verweisungen;
- g) redaktionelle Überarbeitung.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1463, *Metall- und Oxidschichten — Schichtdickenmessung — Mikroskopisches Verfahren*

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

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 13528, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche*

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Metallische Überzüge — Messung der Schichtdicke — Verfahren mit Rasterelektronenmikroskop (ISO/DIS 9220:2021)
<i>Titel en:</i>	Metallic coatings — Measurement of coating thickness — Scanning electron microscope method (ISO/DIS 9220:2021)
<i>Titel fr:</i>	Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode au microscope électronique à balayage (ISO/DIS 9220:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte	6
5.1 Rasterelektronenmikroskop (REM)	6
5.2 Werkzeuge zum Kalibrieren der Längenmessfunktion der REM-Software	7
6 Faktoren, die die Messergebnisse beeinflussen	7
6.1 Oberflächenrauheit	7
6.2 Schräglage des Querschnitts	7
6.3 Schrägstellung des Probekörpers	7
6.4 Verformung des Überzugs	7
6.5 Kantenabrundung der Schicht	7
6.6 Beschichten	8
6.7 Ätzen	8
6.8 Verschmierung	8
6.9 Unzureichender Kontrast	8
6.10 Vergrößerung	8
6.11 Parameter der REM-Bildgebung	8
7 Präparation der Querschnitte	9
8 Kalibrierung der Geräte	9
8.1 Allgemeines	9
8.2 Aufnahme	9
8.3 Messung	9
9 Durchführung	10
10 Präzision	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Wiederholpräzision (r)	10
10.3 Vergleichgrenze (R)	10
11 Angabe von Ergebnissen	11
12 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Allgemeine Leitlinien für die Präparation und Messung von Querschnitten	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Einbetten	12
A.2.1 Allgemeines	12
A.2.2 Beschichten	12
A.2.3 Spaltfreies Einbetten	13
A.3 Schleifen und Polieren	13

A.3.1	Allgemeines	13
A.3.2	Überprüfung auf Schräglage.....	14
A.4	Anwendung des Rasterelektronenmikroskops	14
	Anhang B (informativ) Einzelheiten zur Präzision	15
B.1	Dickenbereich von 1 µm	15
B.2	Dickenbereich von 10 µm bis 30 µm	16
	Literaturhinweise.....	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9220:2021) 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 9220:1994 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 9220:2021 wurde von CEN als prEN ISO 9220:2021 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/foreword.html).

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 zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 9220:1988), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Hinzufügung von zwei weiteren Kalibrierverfahren in 5.2, 8.2 und 8.3;
- Streichung von technisch veralteten Inhalten, die die Instabilität von REM und analogen Fotos oder den Betrieb von REM betreffen [Streichung der alten Unterabschnitte 6.11, 6.12, 6.13, 8.4, 9.2.1, 9.2.2, 9.3, A.2.3, A.3.2, A.3.3, A.3.4 und A.3.7; Überarbeitung von Punkt e) in Abschnitt 12];
- Betrachtung der Einflüsse von Abbildungsparametern auf die Messunsicherheit (neuer Unterabschnitt 6.11);
- Überarbeitung von Abschnitt 10 und Ergänzung von Anhang B mit Präzisionsdaten aus Ringversuchen;
- Überarbeitung von Anhang A zur (erneuten) Angleichung an ISO 1463:2021;
- Hinzufügung von Literaturhinweisen mit informativen Verweisungen.

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 zerstörendes Verfahren zur Messung der örtlichen Schichtdicke metallischer Überzüge fest (nachstehend sind auch andere anorganische Überzüge gemeint), in dem Querschnitte mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht werden. Das Verfahren kann für Schichtdicken bis zu mehreren Millimetern angewendet werden, allerdings ist es für solch dicke Schichten üblicherweise praktischer, ein Lichtmikroskop (ISO 1463) zu verwenden, sofern anwendbar. Die untere Dickengrenze hängt von der erreichten Messunsicherheit (siehe Abschnitt 10) ab.

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 1463, *Metallic and oxide coatings — Measurement of coating thickness — Microscopical method*

ISO 2064, *Metallic and other non-organic 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

Für die metallographische Untersuchung mit einem Rasterelektronenmikroskop wird von einem Querschnitt des Überzugs ein Probekörper abgetrennt, geschliffen und poliert. Die Messung erfolgt an einem vom REM erzeugten digitalen Bild, entweder mit den Werkzeugen der REM-Betriebssoftware oder durch Importieren der Bilddatei zusammen mit ihren Kalibrierdaten in eine Bildverarbeitungssoftware und Verwendung der Werkzeuge dieser Software.

5 Geräte

5.1 Rasterelektronenmikroskop (REM)

Geeignete Geräte sind im Handel erhältlich.

5.2 Werkzeuge zum Kalibrieren der Längenmessfunktion der REM-Software

Für die Kalibrierung der Längenmessfunktion der REM-Software sind geeignete Werkzeuge erforderlich. Es können entweder ein Objektstrichmaßstab oder eine Strichkreuzplatte oder ein Stück eines Silizium-Wafers mit einem regelmäßigen Muster aus (zylindrischen) metallischen Erhebungen mit einem zertifizierten Abstand der Zylinderachsen oder kugelförmige Polymerpartikel mit einem zertifizierten Durchmesser im Bereich von einigen Zehntelmikrometern bis zu einigen Mikrometern verwendet werden, die alle im Handel erhältlich sind. Sie müssen eine Messunsicherheit von weniger als 5 % haben.

6 Faktoren, die die Messergebnisse beeinflussen

6.1 Oberflächenrauheit

Falls der Überzug oder das Substrat im Verhältnis zur Schichtdicke relativ rau ist, können eine oder beide Grenzflächen, die den Schichtquerschnitt begrenzen, zu unregelmäßig sein, um eine genaue Messung der durchschnittlichen Schichtdicke im Sichtfeld durchzuführen. In diesem Fall kann es hilfreich sein, Softwarelösungen einzusetzen, die die Begrenzungslinien der Schicht erkennen und entweder deren Fläche bestimmen und durch die Bildbreite teilen oder automatisch z. B. 100 Messlinien setzen, um eine durchschnittliche Schichtdicke zu berechnen.

6.2 Schräglage des Querschnitts

Wenn die Querschnittsebene nicht rechtwinklig zur Schichtebene ist, dann wird die gemessene Schichtdicke größer als die tatsächliche Schichtdicke sein. Beispielsweise verursacht eine Neigung von 10° zur Senkrechten eine Messunsicherheit von 1,5 %.

ANMERKUNG Diese Fehlerquelle ist auch als Kosinusfehler in der Kleinwinkelnäherung bekannt.

6.3 Schrägstellung des Probekörpers

Jedes Schrägstellen (der Querschnittsebene) des Probekörpers zum REM-Strahl kann zu einer ungenauen Messung führen.

ANMERKUNG 1 Wenn sich die Schrägstellung des Probekörpers von der für die Kalibrierung verwendeten Schrägstellung unterscheidet, können Ungenauigkeiten entstehen.

ANMERKUNG 2 Diese Fehlerquelle ist auch als Kosinusfehler in der Kleinwinkelnäherung bekannt.

6.4 Verformung des Überzugs

Während der Einbettung und der Präparation von Querschliffen kann es bei weichen Schichten und Schichtwerkstoffen mit niedrigem Schmelzpunkt durch zu hohe Temperatur- und Druckeinwirkung sowie bei zu starkem Abrieb von spröden Werkstoffen während der Präparation der Querschliffe zu einer störenden Verformung der Schicht kommen.

6.5 Kantenabrundung der Schicht

Wenn die Kanten des Schichtquerschnitts abgerundet sind, d. h., wenn der Schichtquerschnitt nicht bis zu den Kanten völlig eben ist, kann die betrachtete Dicke von der wirklichen abweichen. Eine Kantenabrundung kann durch fehlerhaftes Einbetten, Schleifen, Polieren oder Ätzen entstehen (siehe 6.6 und A.1).