

NORME INTERNATIONALE

ISO
9220

Première édition
1988-10-01



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode au microscope électronique à balayage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Metallic coatings — Measurement of coating thickness — Scanning electron microscope
method*

ISO 9220:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d377c396-f8eb-42c1-8a87-c2f2071f3060/iso-9220-1988>

Numéro de référence
ISO 9220: 1988 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9220 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur de revêtement — Méthode au microscope électronique à balayage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le mesurage de l'épaisseur locale des revêtements métalliques par examen de coupes transversales au microscope électronique à balayage. La méthode est destructive et a une incertitude correspondant à la plus grande des deux valeurs 10 % ou 0,1 μm . Elle est utilisable pour des épaisseurs pouvant atteindre plusieurs millimètres, mais il est habituellement plus pratique, si cela est possible, d'utiliser un microscope optique (ISO 1463).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1463 : 1982, *Revêtements métalliques et couches d'oxyde — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par coupe micrographique*.

ISO 2064 : 1980, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques — Définitions et principes concernant le mesurage de l'épaisseur*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

épaisseur locale: Moyenne des mesurages d'épaisseur dont un nombre spécifié est fait à l'intérieur de la surface de référence. (Voir ISO 2064.)

4 Principe

Une éprouvette est découpée, rectifiée et polie sur une coupe transversale qui est soumise à un examen métallographique du microscope électronique à balayage. Le mesurage s'effectue sur une micrographie classique ou sur la photographie du signal d'onde vidéo pendant un balayage unique du revêtement.

5 Instrumentation

5.1 Microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage doit avoir un pouvoir de résolution égal ou supérieur à 50 nm. Des instruments convenables sont disponibles dans le commerce.

5.2 Micromètre de platine

Un micromètre de platine ou un repère de visée est nécessaire à l'étalonnage du grossissement du microscope électronique à balayage. Ce micromètre ou ce repère doit avoir une incertitude de mesurage inférieure à 5 % du grossissement employé. Des micromètres de platine ou des repères de visée convenables sont disponibles dans le commerce.

6 Facteurs ayant une influence sur les résultats de mesurage

Les facteurs suivants peuvent affecter la précision d'un mesurage de l'épaisseur de revêtement.

6.1 Rugosité superficielle

Si la rugosité du revêtement ou du métal de base est forte par rapport à l'épaisseur du revêtement, l'une des interfaces ou les deux interfaces délimitant la coupe peuvent être trop irrégulières pour permettre un mesurage précis de l'épaisseur moyenne dans le champ de vision.

6.2 Conicité de la coupe transversale

Si le plan de la coupe n'est pas perpendiculaire au plan du revêtement, l'épaisseur mesurée sera supérieure à l'épaisseur vraie. Ainsi, une inclinaison de 10° par rapport à la perpendiculaire donne-t-elle une erreur de 1,5 %.

6.3 Inclinaison de l'éprouvette

Une inclinaison de l'éprouvette (dans le plan de la coupe) par rapport au faisceau du microscope peut donner un mesurage imprécis.

NOTE — Si l'inclinaison de l'éprouvette est différente de celle qu'elle avait lors de l'étalonnage, il en résultera des erreurs.

6.4 Déformation du revêtement

Une température ou une pression excessive pendant le montage et la préparation des coupes de revêtements tendres ou de revêtements fondant à basses températures ainsi qu'une abrasion excessive des matériaux fragiles pendant la préparation des coupes peuvent provoquer une déformation rémanente du revêtement.

6.5 Arrondi des rives du revêtement

Si les rives du revêtement sont arrondies au niveau de la coupe, c'est-à-dire si la coupe n'est pas complètement plane jusqu'aux rives, l'épaisseur observée peut différer de l'épaisseur vraie. Cet arrondi peut résulter d'erreurs de montage, de rectification, de polissage ou de décapage (voir 6.6 et article A.1).

6.6 Surépaisseur de dépôt

Le dépôt d'une surépaisseur de revêtement sur l'éprouvette vise à protéger les rives pendant la préparation des coupes, et donc à empêcher les erreurs de mesurage. L'enlèvement de matière en cours de préparation peut entraîner une sous-évaluation de l'épaisseur.

6.7 Décapage

Un décapage optimal donne une ligne sombre, étroite et bien nette à l'interface entre les deux métaux. Une ligne large ou mal définie entraînera des erreurs de mesurage.

6.8 Souillures

Le polissage peut laisser des souillures métalliques qui obscurcissent la frontière vraie entre les deux métaux, et entraînent des erreurs de mesurage. Ce phénomène peut se produire avec les métaux tendres, tels que le plomb, l'indium et l'or. Pour aider à déterminer s'il y a ou non souillures, le polissage, le décapage et le mesurage doivent être répétés plusieurs fois. Toute variation significative entre les relevés est signe d'une souillure possible.

6.9 Mauvais contraste

Un microscope électronique à balayage donne un mauvais contraste visuel entre métaux dont le numéro atomique est voisin. Il est ainsi quasi impossible de distinguer des couches de nickel brillantes et semi-brillantes sans mise en évidence particulière de leur frontière commune par des techniques de décapage propres à ce type de microscope. Avec certaines combinaisons de métaux, il est pratique de recourir aux techniques aux rayons X à dispersion d'énergie (voir A.3.5) ou aux images de rétrodiffusion (voir A.3.6).

6.10 Grossissement

Pour une épaisseur de revêtement donnée, les erreurs de mesurage tendent à croître en proportion inverse du grossissement. Le grossissement doit donc si possible être choisi de telle sorte que le champ de vision soit compris entre 1,5 fois et 3 fois l'épaisseur du revêtement.

L'affichage de grossissement d'un microscope électronique à balayage diffère souvent du grossissement réel de plus des 5 %

habituellement mentionnés. On a trouvé sur certains appareils des variations de 25 % à travers le champ. Les erreurs de grossissement sont réduites au minimum par le bon usage d'un micromètre de platine.

6.11 Uniformité du grossissement

Le grossissement pouvant n'être pas uniforme sur tout le champ, des erreurs peuvent se produire si l'étalonnage et le mesurage ne sont pas dans la même partie de ce champ. Ces erreurs peuvent être très importantes.

6.12 Stabilité du grossissement

6.12.1 Il peut se produire une dérive du grossissement avec le temps. Cet effet peut être réduit au minimum par le montage côte à côte du micromètre de platine et de l'éprouvette sur la platine du microscope électronique à balayage pour réduire le plus possible le temps de transfert.

6.12.2 Une modification du grossissement peut se produire en cours de réglage de la mise au point, ou des autres commandes électroniques du microscope, par exemple commandes de rotation du balayage, de tension de fonctionnement, de contraste.

Cette modification peut être évitée si l'on ne touche plus les commandes de mise au point ou autres, après photographie de l'échelle du micromètre de platine sauf pour mettre au point les commandes d'axes x, y, z de la platine. Une manipulation appropriée des commandes d'axes amènera la surface de l'éprouvette au foyer du faisceau du microscope électronique à balayage.

6.13 Stabilité des micrographies

Une variation des dimensions des micrographies peut se produire avec le temps et avec les variations de température et d'humidité. Si l'on conserve ensemble la micrographie étalon de l'échelle du micromètre de platine et la micrographie de l'éprouvette et si on laisse le papier photographique se stabiliser, les erreurs de ce type seront réduites au minimum. Il est conseillé d'utiliser du papier durci.

7 Préparation des coupes

Préparer l'éprouvette de façon que

- la coupe soit perpendiculaire au plan du revêtement;
- la surface soit plane et que la totalité de la largeur de l'image du revêtement soit à une mise au point correcte partout, au grossissement utilisé par le mesurage;
- le matériau déformé par le découpage soit enlevé;
- les limites de la coupe transversale soient nettement définies soit par leur aspect contrastant, soit par un trait étroit bien net;
- si l'on mesure un signal d'onde vidéo, la trace du signal soit plate entre les limites du revêtement.

NOTE — D'autres indications sont données dans l'annexe A.

8 Étalonnage des appareils

8.1 Généralités

Chaque appareil (5.1) doit être étalonné avant l'emploi à l'aide d'un micromètre de platine ou d'un repère de visée (5.2) sur une photographie prise dans les mêmes conditions que pour le mesurage sur échantillon.

On veillera soigneusement au respect des facteurs indiqués dans l'article 6, du mode opératoire prescrit dans l'article 9 et des limites d'incertitude données dans l'article 10. La stabilité de l'étalonnage doit être vérifiée à intervalles fréquents.

8.2 Photographie

Photographier l'image de l'échelle du micromètre avec un rapport minimal signal/bruit de 2 sur 1 et avec un contraste suffisant pour la suite des mesurages.

8.3 Mesurage

8.3.1 Mesurer, à 0,1 mm près, la distance de centre à centre entre les bords de l'image photographiée. Utiliser pour ce mesurage un lecteur de plaque de diffraction ou l'équivalent.

8.3.2 Répéter le mesurage en au moins trois endroits différents de la photographie, distants d'au moins 3 mm, pour déterminer l'écartement moyen.

8.4 Calcul du grossissement

Calculer le grossissement de la photographie en divisant la moyenne des mesures entre les bords choisis, par la distance certifiée entre ces bords:

$$\gamma = \frac{l_m}{l_c} \times 1\,000$$

où

γ est le grossissement;

l_m est la distance, en millimètres, mesurée sur la photographie (moyenne des mesures);

l_c est la distance certifiée, en micromètres.

9 Mode opératoire

9.1 Chaque appareil (5.1) doit être manipulé conformément aux instructions de son fabricant. On veillera en particulier aux facteurs indiqués dans l'article 6 et aux limites d'incertitude données dans l'article 10.

9.2 Faire une micrographie de l'éprouvette dans les mêmes conditions et aux mêmes réglages que pour l'étalonnage et mesurer l'image sur la micrographie. Effectuer ce mesurage conformément aux instructions de 9.2.1 ou 9.2.2.

9.2.1 Micrographie traditionnelle

9.2.1.1 Les limites des revêtements étant clairement définies et bien nettes, réaliser des micrographies classiques de l'échelle du micromètre de platine du microscope électronique et de l'éprouvette.

9.2.1.2 Mesurer les micrographies à au moins 0,1 mm près, à l'aide d'un lecteur de plaque de diffraction ou autre instrument optique permettant de faire un mesurage linéaire précis sur film ou sur papier. Si cette opération n'est pas possible, c'est peut-être que l'échantillon n'a pas été convenablement préparé.

9.2.2 Signal d'onde vidéo

9.2.2.1 Photographier le signal d'onde vidéo sur un balayage de la coupe du revêtement et de l'échelle du micromètre de platine du microscope.

9.2.2.2 Pour mesurer le revêtement, mesurer la distance horizontale entre les points d'inflexion des portions verticales du balayage aux limites des revêtements. Effectuer le mesurage à 0,1 mm près, à l'aide d'un lecteur de plaque de diffraction ou d'un dispositif équivalent.

NOTE — D'autres indications sont données dans l'annexe A.

9.3 Calculer l'épaisseur à l'aide de l'équation

$$d = \frac{l_m}{\gamma} \times 1\,000$$

où

d est l'épaisseur de revêtement, en micromètres;

l_m est la distance linéaire, en millimètres, sur la micrographie;

γ est le facteur de grossissement (voir 8.4).

10 Incertitude de mesurage

L'appareil, son étalonnage et son fonctionnement doivent être tels que l'incertitude sur le mesurage de l'épaisseur de revêtement soit inférieure à la plus grande des deux valeurs: 10 % ou 0,1 μm (voir A.3.7).

11 Expression des résultats

Exprimer les résultats en micromètres, à 0,01 μm près, mais avec trois chiffres si le résultat est supérieur à 1 μm .

NOTE — Cette prescription vise à minimiser l'incertitude de mesurage résultant de l'arrondissement des valeurs calculées.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) la valeur mesurée;
- c) l'identification de l'éprouvette ou des éprouvettes;
- d) l'emplacement des mesurages sur l'éprouvette ou les éprouvettes;
- e) le grossissement mesuré avant et après mesurage sur l'éprouvette;
- f) les caractéristiques inhabituelles ayant pu affecter les résultats;
- g) la date des mesurages;
- h) le nom du responsable des mesurages;
- i) le type de mesurage: micrographie classique ou signal d'onde vidéo.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9220:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d377c396-f8eb-42c1-8a87-c2f2071f3060/iso-9220-1988>

Annexe A (informative)

Guide général de préparation et de mesurage des coupes

A.0 Introduction

La préparation des éprouvettes et les mesurages d'épaisseur de revêtement dépendent de la technique utilisée, et les techniques utilisables sont nombreuses. Il ne serait pas raisonnable de se limiter à un seul type de technique et il est impossible de les étudier tous. Aussi les techniques décrites dans la présente annexe ne sont-elles données qu'à titre indicatif.

A.1 Montage

Pour éviter d'arrondir les rives de la coupe du revêtement, il faut maintenir la surface libre du revêtement de telle façon qu'il n'y ait pas de jeu entre ce dernier et son support. On dépose généralement pour ce faire, une surépaisseur d'au moins 10 µm de métal de dureté similaire à celle du revêtement. Cette surépaisseur doit également donner un signal électronique différent de celui du revêtement.

La surface du matériau de montage doit être rendue conductrice de l'électricité pour éviter les charges électrostatiques.

Si le matériau préparé est très tendre, des particules abrasives peuvent s'y incruster pendant la rectification. On peut minimiser ce phénomène en immergeant complètement les papiers abrasifs dans du lubrifiant pendant la rectification ou en imprégnant l'éprouvette d'une copieuse couche de lubrifiant. Si des incrustations de particules abrasives se produisent néanmoins, on peut les enlever en polissant légèrement à la main la surface pendant un temps court avec un brillant à métaux après la rectification et avant le diamantage ou en alternant décapage et polissage pendant un ou plusieurs cycles.

A.2 Rectification et polissage

A.2.1 Il est fondamental que la surface du montage demeure perpendiculaire au revêtement. On peut, pour ce faire, intercaler des pièces de métal similaire dans le montage plastique, près des bords extérieurs, ou bien changer périodiquement le sens de la rectification (rotation à 90°) et maintenir la pression et le temps de rectification à des valeurs aussi faibles que possible. Si l'on inscrit des repères sur les côtés du montage avant la rectification, il est facile de mesurer l'inclinaison éventuelle par rapport à l'horizontale. Les éprouvettes montées doivent être rectifiées à l'aide d'un papier abrasif approprié et sous un lubrifiant acceptable du type eau ou white spirit. La pression appliquée doit être minimale pour ne pas biseauter la surface. Les premières passes de rectification doivent se faire avec un abrasif de classe 100 ou 180 pour mettre à nu le profil vrai de l'éprouvette et éliminer le métal déformé. Les passes suivantes doivent se faire avec des abrasifs de classes 240, 320, 500 et 600, sans

dépasser pour chaque papier un temps de rectification de 30 à 40 s. Modifier le sens des opérations de 90° à chaque changement de papier. Il est souvent recommandé de parfaire la rectification avec une toile diamantée à micrograins de 6 à 9 µm, 1 µm et 0,5 µm.

A.2.2 Un moyen pratique de vérifier le biseau de la coupe consiste à monter une petite tige ou un petit fil sur l'éprouvette de telle manière que la section de cette tige soit parallèle à la coupe du revêtement. S'il y a biseau, la section transversale de la tige apparaîtra elliptique.

A.2.3 Avec la technique du balayage avec signal d'onde vidéo, il est important d'éliminer toutes les rayures et de ne pas éliminer par excès de polissage et de façon sélective un métal plus qu'un autre, ce qui déformerait le signal. Avec un polissage sérieux, il est inutile d'utiliser des décapants chimiques.

A.3 Emploi du microscope électronique à balayage

A.3.1 Si l'on mesure l'image de la coupe telle qu'elle se présente sur une micrographie classique, et si les limites de la coupe ne sont définies que par le contraste photographique entre les deux matières, la largeur apparente de la coupe de revêtement peut varier suivant le réglage de contraste et de brillance adopté. Cette variation peut atteindre 10 % sans modification aucune du grossissement de l'appareil. Pour réduire l'incertitude qui en résulte, il faut régler le contraste et la brillance de sorte que l'image révèle le détail de la surface des matières des deux côtés de chaque limite.

A.3.2 Le grossissement d'un microscope électronique à balayage pouvant varier spontanément dans le temps, et aussi sous l'effet d'une modification d'un autre réglage de l'appareil, il est conseillé d'étalonner l'appareil immédiatement avant ou après le mesurage de l'éprouvette. Lorsque le mesurage est critique, il convient d'effectuer une moyenne de plusieurs étalonnages avant et après chaque mesurage. Ce procédé garantit l'absence de modification du grossissement et donne des indications quant à la fidélité de l'étalonnage.

A.3.3 Si le mesurage s'effectue sur la trace vidéo, on mesure la distance horizontale entre les points d'inflexion aux limites. Le point d'inflexion se situe à mi-distance entre les traces horizontales des deux métaux. Cette distance horizontale étant indépendante des réglages de contraste et de brillance et étant définie avec précision, certains opérateurs préfèrent mesurer la trace vidéo pour obtenir des mesures précises à des grossissements plus forts.

A.3.4 Pour une trace vidéo, on choisira une partie de l'éprouvette polie donnant un signal plat et lisse.

A.3.5 De nombreux microscopes électroniques à balayage sont équipés d'un spectroscope à rayons X à dispersion d'énergie qui peut être très utile pour identifier les couches de revêtement métallique. Le pouvoir de résolution de ce type d'appareil est 1 μm dans les meilleures conditions; il est souvent inférieur.

A.3.6 Il peut également être utile de recourir aux images rétrodiffusées plutôt qu'aux images électroniques secondaires

pour distinguer entre des couches métalliques ayant un numéro atomique proche et voisin de 1 lorsque le pouvoir de résolution est de 0,1 μm .

A.3.7 Aucune étude approfondie des erreurs de mesure n'a encore été faite. Sur une fine couche d'or, un laboratoire a fait état d'une incertitude de mesure de 0,039 μm pour la certification de l'échelle du micromètre de platine du microscope électronique, de 0,02 μm pour le mesurage des micrographies étalons et de 0,02 μm pour le mesurage d'un balayage avec signal d'onde vidéo.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9220:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d377c396-f8eb-42c1-8a87-c2f2071f3060/iso-9220-1988>

CDU 621.793 : 531.717 : 620.187

Descripteurs: revêtement, revêtement métallique, essai, détermination, épaisseur, mesurage d'épaisseur.

Prix basé sur 6 pages
