
**Revêtements métalliques — Mesurage
de l'épaisseur du revêtement —
Méthodes par spectrométrie de rayons X**

*Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray
spectrometric methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3497:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3497:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Principe	3
4 Appareillage	7
5 Facteurs influant sur les résultats de mesurage	10
6 Étalonnage de l'appareillage	14
7 Mode opératoire	16
8 Incertitude de mesurage	17
9 Rapport d'essai	17
Annexe A (informative) Plages de mesurage caractéristiques de quelques matériaux de revêtement courants	19

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3497:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 3497 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 2, *Méthodes d'essai*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3497:1990), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 3497:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653c536e-966d-40e2-b6e0-1cc23505a968/iso-3497-2000)

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

Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur du revêtement — Méthodes par spectrométrie de rayons X

1 Domaine d'application

AVERTISSEMENT La présente Norme internationale ne traite pas des problèmes de protection du personnel contre les rayons X. Pour tout renseignement sur cet aspect essentiel, il convient de se référer aux Normes internationales et normes nationales, ainsi qu'aux codes locaux, s'il en existe.

1.1 La présente Norme internationale spécifie des méthodes de mesurage, par spectrométrie de rayons X, de l'épaisseur des revêtements métalliques.

1.2 Les méthodes de mesurage de la présente Norme internationale sont applicables, avant tout, à la détermination de la masse de revêtement par unité de surface. Connaissant la masse volumique du matériau de revêtement, il est possible, également, d'exprimer les résultats mesurés en épaisseur linéaire de revêtement.

1.3 Les méthodes de mesurage permettent de mesurer simultanément les systèmes de revêtement ayant jusqu'à trois couches, ou de mesurer simultanément l'épaisseur et les compositions des couches ayant jusqu'à trois composants.

1.4 Les plages pratiques de mesurage des matériaux de revêtement indiqués sont largement fonction de la puissance de la fluorescence X caractéristique à analyser et de l'incertitude de mesure tolérée, et peuvent différer selon l'appareillage et le mode opératoire utilisés.

2 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

fluorescence X **XRF**

rayonnement secondaire provoqué par le choc d'un faisceau de rayons X incident à haute intensité sur un matériau placé dans la trajectoire du faisceau

NOTE L'émission secondaire a une longueur d'onde et une énergie caractéristiques de ce matériau.

2.2

intensité du rayonnement fluorescent

intensité du rayonnement, x , mesurée par l'appareil et exprimée en nombre d'impulsions (impulsions du rayonnement) par seconde

2.3

épaisseur de saturation

épaisseur dont le dépassement ne produit pas de variation détectable de l'intensité de la fluorescence

NOTE L'épaisseur de saturation dépend de l'énergie ou de la longueur d'onde du rayonnement fluorescent, de la masse volumique et du numéro atomique du matériau, ainsi que de l'angle du rayonnement incident et du rayonnement fluorescent par rapport à la surface du matériau.

2.4
intensité normalisée

x_n
rapport de la différence d'intensité obtenue à partir d'un échantillon revêtu, x , et d'un substrat non revêtu, x_0 , à la différence obtenue à partir d'un matériau d'épaisseur égale ou supérieure à l'épaisseur de saturation, x_s (voir 2.3), et d'un substrat non revêtu, x_0 , tous étant mesurés dans les mêmes conditions

NOTE 1 Le rapport mathématique est donné par

$$x_n = \frac{x - x_0}{x_s - x_0}$$

où

- x est l'intensité obtenue sur un échantillon revêtu;
- x_0 est l'intensité obtenue sur un substrat non revêtu;
- x_s est l'intensité obtenue sur un matériau d'épaisseur égale ou supérieure à l'épaisseur de saturation.

NOTE 2 L'intensité normalisée est indépendante de la durée du mesurage et de l'intégration, et de l'intensité du rayonnement d'excitation (rayonnement incident). La configuration géométrique et l'énergie du rayonnement incident peuvent avoir une incidence sur le taux de comptage normalisé. La valeur de x_n est valide si elle se situe entre 0 et 1.

2.5
couches intermédiaires

couches se situant entre la couche supérieure et le substrat et dont l'épaisseur est inférieure à l'épaisseur de saturation du matériau la constituant

NOTE Il convient qu'une couche se situant entre la couche supérieure et le matériau de base (substrat), et dont l'épaisseur est supérieure à l'épaisseur de saturation, soit considérée elle-même comme un substrat, car le matériau qu'elle recouvre n'aura aucun effet sur les mesurages et peut en être éliminé à des fins de mesurages.

2.6
taux de comptage

nombre d'impulsions émises, enregistrées par l'appareil par unité de temps (voir 2.2)

2.7
matériau de base
métal de base

matériau sur lequel les revêtements sont appliqués ou produits

[ISO 2080:1981, définition 134]

2.8
substrat

matériau sur lequel un revêtement est déposé directement

NOTE Pour un revêtement unique ou pour la première couche, le substrat est identique au matériau de base; pour les couches subséquentes, c'est la couche intermédiaire qui joue le rôle du substrat.

[ISO 2080:1981, définition 630]

3 Principe

3.1 Principe de base

Un rapport existe entre la masse surfacique du revêtement (et donc l'épaisseur linéaire du revêtement si l'on connaît sa masse volumique) et l'intensité du rayonnement secondaire. Quel que soit l'appareillage utilisé, ce rapport est d'abord établi par étalonnage sur des étalons primaires ayant des revêtements de masse surfacique connue. Si l'on connaît la masse volumique du matériau de revêtement, on peut utiliser des étalons dont l'épaisseur est évaluée en unités linéaires d'épaisseur, à condition de donner également la valeur réelle de la masse volumique.

NOTE La masse volumique du matériau de revêtement est la masse volumique à l'état de revêtement, qui peut ou non correspondre à la masse volumique théorique du matériau au moment du mesurage. Si cette masse volumique diffère de la masse volumique des étalons primaires, un facteur représentant cette différence est utilisé et décrit dans le rapport d'essai.

L'intensité de la fluorescence est également fonction du numéro atomique des matériaux. Si le revêtement supérieur, le revêtement intermédiaire (le cas échéant) et le substrat ont des numéros atomiques différents ou si un revêtement est constitué de plus d'un élément, chacun de ces éléments produit un rayonnement caractéristique. Il est possible de régler le système détecteur sur une ou plusieurs de ces bandes d'énergie; le matériel peut ainsi mesurer l'épaisseur et/ou la composition soit de la couche supérieure, soit, en même temps, de la couche supérieure et de quelques couches intermédiaires.

3.2 Excitation

3.2.1 Généralités

Le mesurage de l'épaisseur des revêtements par spectrométrie des rayons X est fondé sur l'interaction combinée d'un ou plusieurs revêtements et du substrat avec un faisceau intense, souvent étroit, de rayonnements X polychromatiques ou monochromatiques. Cette interaction engendre des rayonnements secondaires dont la longueur d'onde ou les énergies distinctes sont caractéristiques des éléments composant le(s) revêtement(s) et le substrat.

Le rayonnement est engendré par un générateur à tube à rayons X à haute tension ou à partir de radio-isotopes appropriés.

3.2.2 Tube à rayons X à haute tension

Le rayonnement d'excitation approprié est engendré par un tube à rayons X si l'on applique à ce tube un potentiel suffisant dans des conditions stables. Les tensions appliquées sont de l'ordre de 25 kV à 50 kV pour la plupart des mesures d'épaisseur, mais des tensions plus faibles allant jusqu'à 10 kV peuvent être nécessaires pour mesurer l'épaisseur de matériaux de revêtement à faible numéro atomique. Pour certaines applications, l'utilisation d'un filtre primaire, placé entre le tube à rayons X et l'éprouvette, réduit l'incertitude de mesurage.

Les principaux avantages de cette méthode d'excitation sont

- la possibilité de concentrer par collimation, sur une très petite surface de mesure, un faisceau d'intensité très élevée;
- la facilité du contrôle des exigences de sécurité du personnel;
- la stabilité potentielle d'émission que donnent les méthodes électroniques modernes.

3.2.3 Radio-isotopes

Seuls quelques radio-isotopes émettent un rayonnement gamma dans la bande d'énergie appropriée à la mesure des épaisseurs de revêtement.

Dans l'idéal, le rayonnement d'excitation est légèrement plus énergétique (longueur d'onde plus courte) que les rayons X caractéristiques désirés. Parmi les avantages des radio-isotopes figure la possibilité d'utiliser un appareil de construction plus compact, ceci étant dû principalement au fait que le refroidissement est inutile. En outre, contrairement au rayonnement des générateurs de rayons X à haute tension, celui des radio-isotopes est essentiellement monochromatique avec une faible intensité de bruit de fond.

Les inconvénients techniques majeurs que présentent les radio-isotopes par rapport au tube à rayons X viennent

- de l'intensité bien inférieure qu'ils donnent, qui empêche les mesurages sur de petites surfaces;
- de la courte période de certains radio-isotopes;
- des problèmes de protection individuelle associés aux radio-isotopes de très haute intensité (le tube à rayons X a juste à être éteint).

3.3 Dispersion

3.3.1 Généralités

Le rayonnement secondaire résultant de l'exposition d'une surface revêtue aux rayons X contient souvent des composantes qui s'ajoutent à celles qui sont nécessaires pour le mesurage d'épaisseur. Les composantes nécessaires sont séparées par dispersion des longueurs d'onde ou des énergies.

3.3.2 Dispersion des longueurs d'onde

Un spectromètre à cristal permet de séparer une longueur d'onde caractéristique soit du revêtement, soit du substrat. Les caractéristiques types d'émission des cristaux les plus couramment utilisés figurent dans les publications des diverses autorités nationales.

3.3.3 Dispersion des énergies

Les quanta de rayons X sont généralement prescrits en termes de longueur d'onde ou d'énergie équivalente. Le rapport de la longueur d'onde, λ , en nanomètres, à l'énergie, E , en kiloelectronvolts (keV), est donné par

$$\lambda \times E = 1,239\ 842\ 7.$$

3.4 Détection

Le type de détecteur à utiliser dans les systèmes à dispersion des longueurs d'onde est généralement un tube rempli de gaz, un détecteur d'état solide ou un compteur de scintillation connecté à un photomultiplicateur.

Le détecteur à utiliser dans les systèmes de dispersion des énergies pour recevoir les photons fluorescents est choisi par le concepteur de l'appareil parmi ceux qui correspondent le mieux à l'utilisation prévue. Dans la bande d'énergie comprise entre 1,5 keV et 100 keV, les mesurages peuvent être effectués sous atmosphère normale, sans avoir recours à l'hélium ou au vide.

Le rayonnement fluorescent des différentes énergies caractéristiques passe dans le tube détecteur d'un compteur proportionnel, puis dans un analyseur multicanaux réglé pour sélectionner la bande d'énergie correcte.

3.5 Mesurage de l'épaisseur

3.5.1 Méthode par émission

Si l'on mesure l'intensité du rayonnement caractéristique du revêtement, celle-ci augmente avec l'épaisseur, jusqu'à l'épaisseur de saturation. Voir Figure 1 a).

Avec la méthode par émission de rayons X, l'appareil est réglé de manière à recevoir une bande choisie d'énergies caractéristiques du matériau du revêtement. Les revêtements minces produisent donc des intensités faibles et les revêtements épais des intensités fortes.

3.5.2 Méthode par absorption

Si l'on mesure l'intensité du rayonnement caractéristique du revêtement, celle-ci diminue avec l'épaisseur, jusqu'à l'épaisseur de saturation. Voir Figure 1 b).

La méthode par absorption des rayons X se fonde sur la bande des énergies caractéristiques du matériau du substrat. Les revêtements minces produisent donc des intensités fortes et vice versa. En pratique, il faut vérifier avec soin qu'il n'existe pas de couche intermédiaire.

La caractéristique d'absorption est sensiblement l'inverse de la caractéristique d'émission.

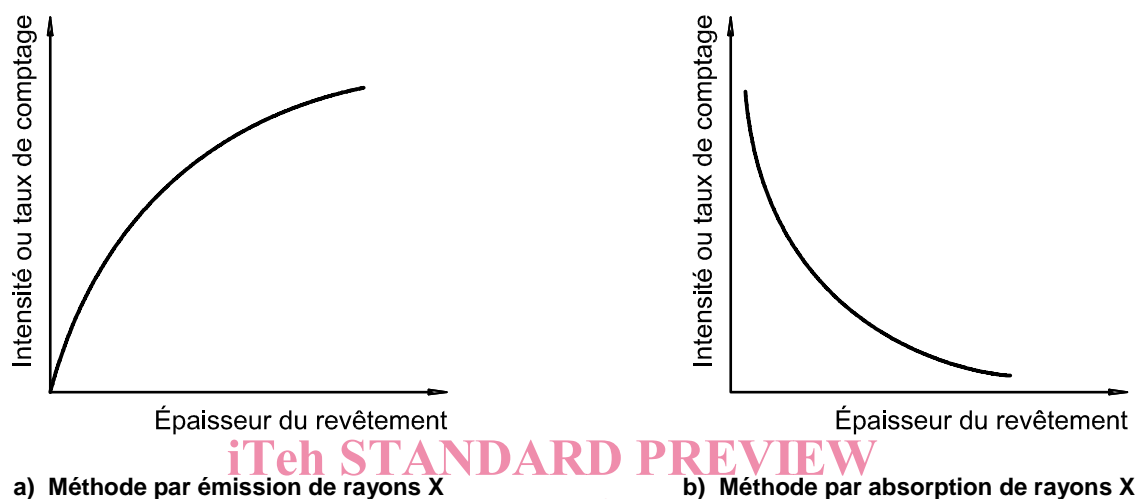


Figure 1 — Représentation schématique de la relation entre le taux de comptage ou l'intensité et l'épaisseur du revêtement

3.5.3 Méthode proportionnelle

Il est possible de combiner absorption et émission par rayons X lorsque les épaisseurs du revêtement sont exprimées comme un rapport des intensités respectives des matériaux de revêtement et du substrat. Les mesurages par la méthode proportionnelle sont largement indépendants de la distance entre l'éprouvette et le détecteur.

3.5.4 Mesurage

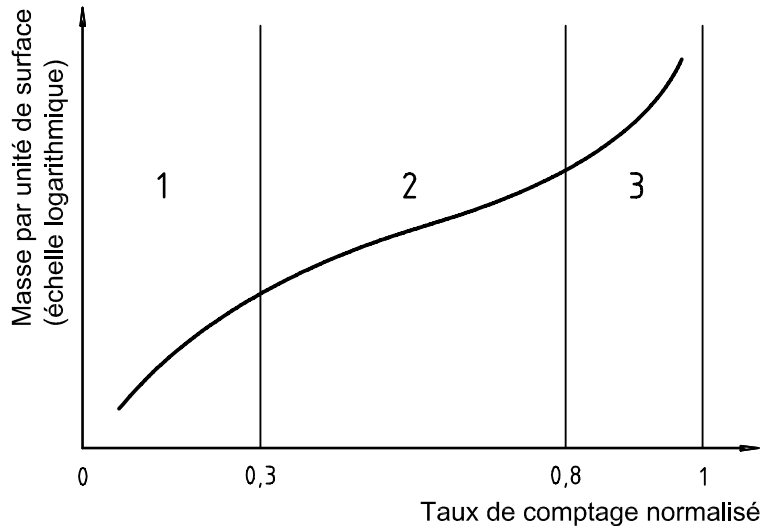
Pour les deux méthodes décrites en 3.5.1 et 3.5.2, beaucoup d'instruments commercialisés utilisent un système de comptage normalisé, réglé de façon que zéro corresponde au taux de comptage caractéristique d'un substrat non revêtu et 1 corresponde au taux de comptage caractéristique d'un échantillon de matériau de revêtement d'épaisseur infinie. Toutes les épaisseurs mesurables produisent donc des taux de comptage se situant dans la plage normalisée de 0 à 1. Voir Figure 2.

Dans tous les cas, la plage de mesurage la meilleure ou la plus sensible se situe approximativement entre 0,3 et 0,8 sur l'échelle de taux de comptage normalisée. Aussi est-il avantageux, pour obtenir la meilleure précision de mesure sur la totalité de la plage de mesurage, d'utiliser des étalons primaires ayant un taux de comptage caractéristique compris entre 0,3 et 0,8. D'autres étalons peuvent être nécessaires avec certains matériels pour assurer la fidélité de mesurage à d'autres épaisseurs. L'incertitude relative d'étalonnage des étalons augmente quand l'épaisseur diminue; il est donc essentiel de définir un rapport mathématique correct au bout étroit de la plage, en utilisant des étalons ayant des épaisseurs de revêtement plus grandes mais des incertitudes plus faibles.

3.6 Absorbant de rayonnement secondaire

Lorsqu'on mesure des combinaisons de matériaux de revêtement et de substrat ayant des énergies très différentes (systèmes à dispersion des énergies), le rapport des taux de comptage caractéristiques du revêtement saturé et du substrat non revêtu est très élevé (il n'est pas rare de rencontrer 10:1). Dans ce cas, il n'est pas toujours essentiel que les étalons primaires aient le même substrat ou un substrat similaire (car le matériau du substrat n'émettra pas

de rayons dans la même bande d'énergie que le matériau de revêtement). Lorsque le rapport des taux de comptage du substrat non revêtu et d'un revêtement d'épaisseur infinie est égal à 3:1 (pour des combinaisons de matériaux de revêtement et de substrat ayant des énergies similaires), il est souvent nécessaire d'utiliser un «absorbeur» choisi de manière à absorber le rayonnement de l'un des matériaux, en général celui du substrat. Cet absorbeur est normalement placé à la main ou automatiquement entre la surface à mesurer et le détecteur.



Légende

- 1 Plage linéaire
- 2 Plage logarithmique
- 3 Plage hyperbolique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 0 = taux de comptage du substrat saturé (non revêtu); 1 = taux de comptage du matériau de revêtement saturé (infini).
ISO 3497:2000

Figure 2 — Représentation schématique de la relation entre la masse par unité de surface et le taux de comptage normalisé

3.7 Déconvolution mathématique

Si un analyseur multicanaux est utilisé, une déconvolution mathématique du spectre du rayonnement secondaire peut être appliquée pour obtenir les intensités du rayonnement propre. Cette méthode peut être employée lorsque les énergies des rayonnements propres détectées ne diffèrent pas suffisamment, par exemple le rayonnement propre de l'Au et du Br. Cette méthode est parfois décrite comme un «filtrage numérique» afin de la distinguer de la méthode de filtrage (voir 3.6).

3.8 Mesurage de plusieurs couches

Il est possible de mesurer en même temps plusieurs couches de revêtement pourvu que l'émission caractéristique de rayons X des couches intérieures ne soit pas absorbée entièrement par les couches supérieures. Dans un système à dispersion des énergies, l'analyseur multicanaux est réglé de manière à recevoir deux ou plusieurs bandes d'énergie distinctes caractéristiques de deux ou plusieurs matériaux.

3.9 Mesurage de l'épaisseur d'une composition d'alliages

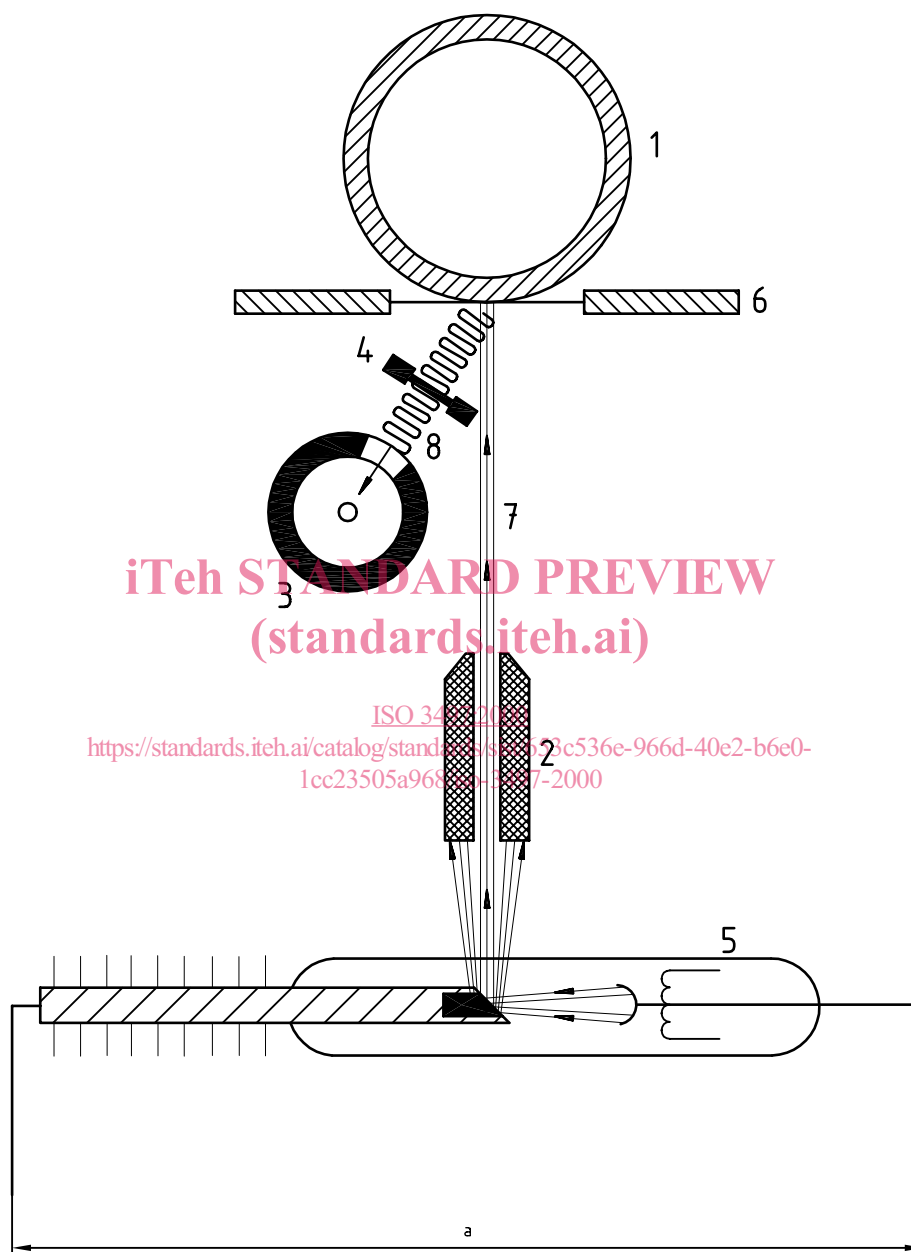
Certains alliages et composés, par exemple étain-plomb, peuvent voir leur composition et leur épaisseur mesurées en même temps. Dans certains cas, cette méthode peut également être utilisée dans les conditions spécifiées en 3.8, par exemple Au sur Pd/Ni sur un substrat en alliage cuivreux. Le mesurage de l'épaisseur d'un alliage ou d'un composé étant fonction de la composition de l'alliage, il est essentiel soit de connaître, soit de supposer connaître la composition avant de mesurer l'épaisseur ou de pouvoir mesurer la composition.

NOTE Supposer connaître l'épaisseur peut introduire des erreurs dans le mesurage d'épaisseur.

Certains revêtements peuvent former des alliages par interdiffusion avec le substrat. La présence de ce type de couches d'alliage peut s'ajouter à l'incertitude de mesurage.

4 Appareillage

Voir Figures 3, 4 et 5.



Légende

- | | | | | | |
|---|-----------------|---|--|---|-------------------------------|
| 1 | Éprouvette | 3 | Détecteur | 6 | Support d'éprouvette |
| 2 | Collimateur | 4 | Absorbeur | 7 | Faisceau de rayons X incident |
| 5 | Tube à rayons X | 8 | Faisceau de rayons X fluorescent caractéristique pour détection et analyse | | |

a Haute tension

Figure 3 — Représentation schématique d'un tube à rayons X