

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
9220

ISO/TC 107

Secrétariat: KATS

Début de vote:
2021-11-23

Vote clos le:
2022-01-18

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 9220](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642acee8542/iso-fdis-9220)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-
f642acee8542/iso-fdis-9220](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642acee8542/iso-fdis-9220)

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 9220:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 9220

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642aeee8542/iso-fdis-9220>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	1
5.1 Microscope électronique à balayage	1
5.2 Outils destinés à l'étalonnage de la fonction de mesure de longueur du logiciel du MEB	2
6 Facteurs ayant une influence sur les résultats du mesurage	2
6.1 Rugosité de surface	2
6.2 Conicité de la coupe transversale	2
6.3 Inclinaison de l'éprouvette	2
6.4 Déformation du revêtement	2
6.5 Arrondissement des bords du revêtement	2
6.6 Dépôt d'une couche de protection	3
6.7 Attaque	3
6.8 Souillures	3
6.9 Mauvais contraste	3
6.10 Grossissement	3
6.11 Paramètres d'imagerie MEB	3
7 Préparation des coupes transversales	4
8 Étalonnage des appareils	4
8.1 Généralités	4
8.2 Photographie	4
8.3 Mesurage	4
9 Mode opératoire	4
10 Fidélité	5
10.1 Généralités	5
10.2 Répétabilité, r	5
10.3 Limite de reproductibilité, R	5
11 Expression des résultats	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Recommandations générales de préparation et de mesurage des coupes transversales	7
Annexe B (informative) Informations sur la fidélité	10
Bibliographie	13

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 262, *Revêtements métalliques et inorganiques, incluant ceux pour la protection contre la corrosion et les essais de corrosion des métaux et alliages*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9220:1988), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout de deux méthodes d'étalonnage supplémentaires en [5.2](#), [8.2](#) et [8.3](#);
- suppression des éléments techniquement obsolètes relatifs à l'instabilité des MEB et des photographies analogiques ou au fonctionnement des MEB [suppression des anciens paragraphes 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 et A.3.7; révision du point e) à l'[Article 12](#)];
- commentaire relatif à l'influence des paramètres d'imagerie sur l'incertitude de mesure (nouveau paragraphe [6.11](#));
- révision de l'[Article 10](#) et ajout d'une [Annexe B](#) présentant des données de fidélité issues d'essais interlaboratoires;
- révision de l'[Annexe A](#) pour la (ré-)harmoniser avec l'ISO 1463:2021;
- ajout d'une bibliographie comportant des références informatives.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 9220

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642aeee8542/iso-fdis-9220>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 9220

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642aeee8542/iso-fdis-9220>

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode destructive pour le mesurage de l'épaisseur locale des revêtements métalliques et d'autres revêtements inorganiques par examen de coupes transversales au microscope électronique à balayage (MEB). Cette méthode s'applique aux épaisseurs pouvant atteindre plusieurs millimètres; toutefois, pour les revêtements d'une telle épaisseur, il est généralement plus pratique d'utiliser un microscope optique (voir l'ISO 1463). La limite inférieure de l'épaisseur dépend de l'incertitude de mesure obtenue (voir l'Article 10).

NOTE Cette méthode peut également être utilisée pour les couches organiques lorsqu'elles ne sont endommagées ni par la préparation de la coupe transversale ni par le faisceau d'électrons pendant l'imagerie.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions (standards.iteh.ai)

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

épaisseur locale

moyenne des mesures d'épaisseur, correspondant au nombre prescrit à l'intérieur de l'aire de référence

[SOURCE: ISO 2064:1996, 3.4]

4 Principe

Une éprouvette est découpée, meulée et polie à partir d'une coupe transversale du revêtement afin d'être soumise à un examen métallographique au microscope électronique à balayage. Le mesurage s'effectue sur l'image numérique générée par le MEB soit à l'aide des outils du logiciel d'exploitation du MEB, soit par importation du fichier image, conjointement avec ses données d'étalonnage, dans un logiciel de traitement d'image et utilisation des outils inclus dans ce logiciel.

5 Appareillage

5.1 Microscope électronique à balayage

Des instruments appropriés sont disponibles dans le commerce.

5.2 Outils destinés à l'étalonnage de la fonction de mesure de longueur du logiciel du MEB

Des outils appropriés sont nécessaires pour l'étalonnage de la fonction de mesure de longueur du logiciel du MEB. Peuvent être utilisés, par exemple: une platine micrométrique; un repère de visée; un morceau de plaquette de silicium comportant un motif régulier de bosses métalliques (cylindriques) présentant une distance certifiée des axes de cylindre; des particules polymères sphériques de diamètre certifié dans la plage de quelques dixièmes de micromètre à quelques micromètres. Tous ces éléments sont disponibles dans le commerce. Il convient qu'ils présentent une incertitude inférieure à 5 %.

6 Facteurs ayant une influence sur les résultats du mesurage

6.1 Rugosité de surface

Si la rugosité du revêtement ou du subjectile est élevée par rapport à l'épaisseur du revêtement, l'une des interfaces ou les deux interfaces de la coupe transversale de revêtement peuvent être trop irrégulières pour permettre un mesurage exact de l'épaisseur moyenne dans le champ de vision. Dans ce cas, il peut s'avérer utile de recourir à des solutions logicielles, qui permettent d'identifier les limites du revêtement et soit de déterminer son aire et de la diviser par la largeur de l'image, soit de placer automatiquement, par exemple, 100 lignes de mesure afin de calculer une épaisseur moyenne de revêtement.

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 la valeur vraie de l'épaisseur. Par exemple, une inclinaison de 10° par rapport à la perpendiculaire entraînera une erreur de 1,5 %.

NOTE Cette source d'erreur est également connue comme étant l'erreur en cosinus dans l'approximation des petits angles.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c56c177-9bfb-4a43-aff7-f642acece8542/iso-fdis-9220>

6.3 Inclinaison de l'éprouvette

Toute inclinaison de l'éprouvette (dans le plan de la coupe) par rapport au faisceau du MEB peut conduire à un mesurage inexact.

NOTE 1 Si l'inclinaison de l'éprouvette est différente de celle qu'elle présentait lors de l'étalonnage, il peut en résulter des erreurs.

NOTE 2 Cette source d'erreur est également connue comme étant l'erreur en cosinus dans l'approximation des petits angles.

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 basse température ainsi qu'une abrasion excessive des matériaux fragiles pendant la préparation des coupes peuvent provoquer une déformation rémanente du revêtement.

6.5 Arrondissement des bords du revêtement

Si les bords du revêtement sont arrondis, c'est-à-dire si la coupe transversale n'est pas complètement plane jusqu'aux bords, l'épaisseur observée peut différer de la valeur vraie de l'épaisseur. Cet arrondissement des bords peut résulter d'une mauvaise opération de montage, de meulage, de polissage ou d'attaque (voir 6.6 et A.2).

6.6 Dépôt d'une couche de protection

Le revêtement complémentaire de l'éprouvette, c'est-à-dire le dépôt d'une couche de protection sur cette dernière, vise à protéger les bords du revêtement pendant la préparation des coupes transversales et ainsi à éviter les erreurs de mesurage. L'élimination de matériau de revêtement au cours de la préparation de la surface pour le revêtement complémentaire peut entraîner le mesurage d'une épaisseur plus faible.

6.7 Attaque

Une attaque optimale produit une ligne sombre, étroite et bien nette à l'interface entre les deux métaux. Une ligne large ou mal définie peut entraîner des erreurs de mesurage.

NOTE Une attaque est généralement appliquée pour la méthode par coupe micrographique (voir l'ISO 1463) et peut également s'avérer utile pour les revêtements relativement épais examinés par MEB, en particulier lorsque des couches individuelles du même matériau doivent être distinguées et que l'image d'électrons rétrodiffusés présente un contraste nul ou trop faible entre les matériaux (voir 6.9). Pour les revêtements (très) fins, l'attaque a souvent un effet défavorable sur l'incertitude de mesure.

6.8 Souillures

Le polissage peut laisser des souillures métalliques qui obscurcissent la véritable limite entre les deux métaux, et entraînent des erreurs de mesurage. Ce phénomène peut se produire avec les métaux tendres, tels que l'indium ou l'or. Pour permettre de déterminer la présence ou non de souillures, réitérer à plusieurs reprises le polissage, l'attaque et le mesurage. Tout écart significatif entre les mesures est signe d'une éventuelle souillure.

6.9 Mauvais contraste

Le MEB présente un mauvais contraste visuel entre métaux dont le numéro atomique est voisin. Par exemple, des couches de nickel brillant et semi-brillant ne peuvent pas être distinguées sans mise en évidence particulière de leur limite commune par des techniques d'attaque (voir 6.7) et de MEB appropriées.

6.10 Grossissement

Pour une épaisseur de revêtement donnée, les erreurs de mesurage tendent à croître de façon inversement proportionnelle au grossissement. Si possible, il convient que le grossissement soit choisi de sorte que le champ de vision soit compris entre 1,5 fois et 3 fois l'épaisseur du revêtement. Pour les revêtements très fins, souvent cela n'est pas réalisable; dans ce cas, choisir le grossissement maximal auquel l'image du revêtement et de ses limites apparaissent toujours nettes.

6.11 Paramètres d'imagerie MEB

La tension d'accélération du MEB peut influencer sur l'aspect du revêtement apparaissant à l'image. À titre d'exemple, une tension d'accélération plus élevée augmente la profondeur à partir de laquelle le signal est capté et peut altérer la visibilité des bords, par exemple, à l'interface entre un métal et un polymère (par exemple, résine de moulage).

Les courants de sonde élevés peuvent améliorer la brillance et le contraste de l'image et augmenter les taux de comptage pour la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS), mais peuvent également réduire la résolution et donc augmenter l'incertitude de mesure.

Le réglage de la brillance, du contraste et des rayons gamma peut influencer sur l'aspect du revêtement apparaissant à l'image et, en particulier pour les revêtements fins, l'épaisseur mesurée.

7 Préparation des coupes transversales

Préparer l'éprouvette de façon que:

- a) la coupe soit perpendiculaire au plan du revêtement;
- b) la surface soit plane et que la mise au point soit correcte sur toute la largeur de l'image du revêtement, au grossissement utilisé par le mesurage;
- c) tout matériau déformé par le découpage soit éliminé;
- d) les limites de la coupe transversale soient nettement définies soit par leur aspect contrastant, soit par une ligne étroite bien nette.

NOTE D'autres recommandations figurent à l'[Annexe A](#).

8 Étalonnage des appareils

8.1 Généralités

Chaque appareil ([5.1](#)) doit être étalonné avant emploi à l'aide d'un outil approprié ([5.2](#)) dans les mêmes conditions que pour le mesurage sur échantillon.

Il doit être pris soin de veiller scrupuleusement au respect des facteurs indiqués à l'[Article 6](#), du mode opératoire spécifié à l'[Article 9](#) et des limites d'incertitude figurant à l'[Article 10](#). La stabilité de l'étalonnage doit être vérifiée à intervalles réguliers.

8.2 Photographie

Capter une image de l'étalon de référence certifié, par exemple l'échelle du micromètre, le repère de visée, 10×10 à 15×15 des bosses métalliques en vue du dessus ou quelques particules sphériques ([5.2](#)), avec un contraste suffisant pour un mesurage ultérieur.

Les particules sphériques ([5.2](#)), provenant d'une suspension, déposées sur un porte-échantillon MEB propre tendent à s'agglomérer. Rechercher des particules isolées sur le porte-échantillon pour enregistrer les images en vue de l'étalonnage. Un choix inadapté des paramètres d'imagerie ([6.11](#)) peut compromettre l'étalonnage.

8.3 Mesurage

8.3.1 À l'aide des outils du logiciel de MEB ou d'un logiciel d'analyse d'images distinct, dans lequel le fichier image et ses données d'étalonnage ont été importés, mesurer la distance de gauche à gauche ou de droite à droite entre les lignes de la platine micrométrique ou du repère de visée ([5.2](#)) ou le diamètre des particules sphériques ([5.2](#)).

8.3.2 Répéter le mesurage à trois emplacements différents, au minimum, sur tout le champ de l'image.

8.3.3 L'image des bosses métalliques ([5.2](#)) doit être analysée à l'aide d'un logiciel pouvant ajuster des cercles à la vue du dessus des bosses cylindriques et déterminer ensuite la distance entre leurs centres.

9 Mode opératoire

9.1 Chaque appareil ([5.1](#)) doit être manipulé conformément aux instructions de son fabricant. Il doit être pris soin de veiller scrupuleusement au respect des facteurs indiqués à l'[Article 6](#) et des exigences d'incertitude figurant à l'[Article 10](#).

9.2 Capturer une image de l'éprouvette dans les mêmes conditions et avec les mêmes réglages de l'instrument que pour l'étalonnage. Les limites des revêtements doivent être définies de manière nette et précise. Effectuer un mesurage approprié à l'aide des outils du logiciel de MEB ou avec un logiciel d'analyse d'images distinct, dans lequel le fichier image et ses données d'étalonnage ont été importés.

10 Fidélité

10.1 Généralités

Pour de plus amples informations relatives à la détermination de la fidélité, voir l'[Annexe B](#).

10.2 Répétabilité, r

La répétabilité, r , est la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai, obtenus sous des conditions de répétabilité (selon l'ISO 5725-1:1994, 3.16). La limite de répétabilité, r , conformément au présent document et calculée avec une probabilité de 95 %, est indiquée dans le [Tableau 1](#) pour les applications types de cette technique de mesurage.

Tableau 1 — Limite de répétabilité, r

Application	Épaisseur t μm	Limite de répétabilité r μm
Coupe transversale d'un revêtement de Ti sur une plaquette de Si	≈ 1	$\approx 0,05$
Coupe transversale d'une feuille de polyimide	≈ 14	$\approx 0,5$
Coupe transversale d'une feuille de polyimide	≈ 25	$\approx 0,5$

10.3 Limite de reproductibilité, R

La limite de reproductibilité, R , est la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai obtenus sous des conditions de reproductibilité (selon l'ISO 5725-1:1994, 3.20). La limite de reproductibilité, R , conformément au présent document et calculée avec une probabilité de 95 %, est indiquée dans le [Tableau 2](#) pour les applications types de cette technique de mesurage.

Tableau 2 — Limite de reproductibilité, R

Application	Épaisseur t μm	Limite de reproductibilité R μm
Coupe transversale d'un revêtement de Ti sur une plaquette de Si	≈ 1	$\approx 0,12$
Coupe transversale d'une feuille de polyimide	≈ 14	$\approx 2,0$
Coupe transversale d'une feuille de polyimide	≈ 25	$\approx 2,0$