

NORME INTERNATIONALE

ISO
3497

Deuxième édition
1990-11-01

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

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai/>)
*Metallic coatings — Measurement of coating thickness — X-ray
spectrometric methods*

Document Preview

ISO 3497:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c1b1bab6-db5a-4719-a399-6a86c23607dd/iso-3497-1990>



Numéro de référence
ISO 3497:1990(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3497 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3497:1976), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

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

1 Domaine d'application

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

Ces méthodes permettent de mesurer en même temps certains systèmes à trois couches.

1.2 La présente Norme internationale est applicable, 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 plages pratiques de mesurage des matériaux de revêtement indiqués sont largement fonction de l'incertitude de mesure tolérée et peuvent différer selon l'instrument et le mode opératoire de mesurage utilisés. L'annexe A présente un tableau des plages types des matériaux les plus courants.

ATTENTION — 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 documents appropriés de l'ISO, aux documents nationaux et aux codes locaux, s'il en existe.

2 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes 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. L'émission secondaire a une longueur d'onde et une énergie caractéristiques de ce matériau.

2.2 intensité du rayonnement fluorescent: Intensité du rayonnement mesurée par l'appareil et exprimée en nombre d'impulsions par seconde.

2.3 intensité normalisée, I_n : Rapport de la différence d'intensité obtenue à partir d'un échantillon revêtu et d'un substrat non revêtu, à la différence obtenue à partir d'un matériau d'épaisseur égale ou supérieure à l'épaisseur de saturation (voir 2.4) et d'un substrat non revêtu, tous étant mesurés dans les mêmes conditions. L'intensité normalisée est donnée par

$$\frac{I_e - I_o}{I_s - I_o}$$

où

I_e est l'intensité obtenue sur un échantillon revêtu;

I_o est l'intensité obtenue sur un substrat non revêtu;

I_s est l'intensité obtenue sur un matériau d'épaisseur égale ou supérieure à l'épaisseur de saturation.

Cette variable 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.

2.4 épaisseur de saturation: Épaisseur dont le dépassement ne produit pas de variation détectable de l'intensité de la fluorescence.

NOTE 1 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.

2.5 couche intermédiaire: Couche se situant entre la couche supérieure et le substrat dont l'épaisseur est inférieure à l'épaisseur de saturation du matériau la constituant.

NOTE 2 Une couche se situant entre la couche supérieure et le substrat dont l'épaisseur est supérieure à l'épaisseur de saturation doit être considérée, elle-même, comme un substrat car le matériau qu'elle recouvre n'aura aucun effet sur les mesurages et peut en être éliminé.

2.6 taux de comptage: Nombre d'impulsions émises, enregistrées par l'appareil par unité de temps (voir 2.2).

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 pourvu qu'on donne également la valeur réelle de la masse volumique.

NOTE 3 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.

L'intensité de la fluorescence est également fonction du numéro atomique des matériaux. Or, le revêtement et le substrat ont des numéros atomiques différents. La couche supérieure de revêtement et le substrat produisent tous les deux un rayonnement caractéristique (tout comme la couche intermédiaire, s'il en existe) et l'on peut régler le système détecteur sur une ou plusieurs de ces bandes d'énergie. Le matériel peut ainsi mesurer soit la couche supérieure, soit, en même temps, la couche supérieure et 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 de 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

et les énergies distinctes sont caractéristiques des éléments composant le ou les revêtements 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 convenable 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. 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 de la protection du personnel et la stabilité potentielle d'émission que donnent les méthodes électroniques modernes.

3.2.3 Radio-isotopes

Seuls quelques radioisotopes 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 et parmi les avantages des radio-isotopes, on note la possibilité d'utiliser un appareil de construction plus compacte puisque 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 leur courte période et des problèmes de protection individuelle qu'ils posent (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. On sépare donc les composantes nécessaires 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 kiloélectronvolts, est donné par

$$\lambda \cdot E = 1,2396$$

3.4 Détection

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

3.4.2 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 ou les bandes d'énergie correctes.

3.5 Mesurage de l'épaisseur

Il existe deux méthodes de mesurage de l'épaisseur aux rayons X:

- 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 1a)].
- Méthode par absorption.** Si l'on mesure l'intensité du rayonnement caractéristique du substrat, l'intensité diminue quand l'épaisseur augmente [voir figure 1b)].

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. Ainsi, les revêtements minces produisent-ils de faibles intensités et les revêtements épais de fortes intensités.

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

Il est possible de combiner l'émission et l'absorption de rayons X lorsque les épaisseurs de revêtement s'expriment sous la forme d'un rapport des intensités respectives des matériaux du revêtement et du substrat. Les mesurages effectués par cette méthode du rapport sont très largement indépendants de la distance entre l'éprouvette et le détecteur.

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

Dans toutes les méthodes, on enregistre l'intensité du rayonnement secondaire sous la forme d'un nombre d'impulsions enregistrées sur un intervalle de temps fixé, déterminé à l'avance. 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, pour obtenir la meilleure précision de mesure sur la totalité de la plage de mesurage est-il avantageux 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.

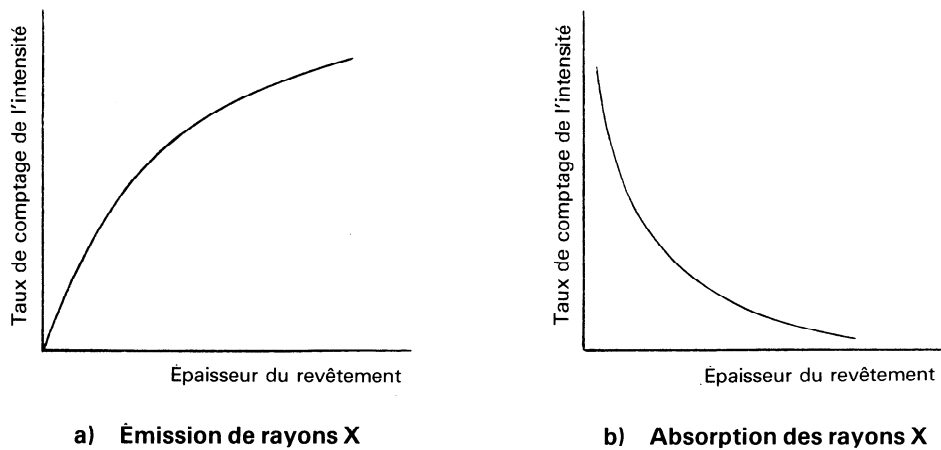


Figure 1 — Relation entre le taux de comptage de l'intensité et l'épaisseur du revêtement

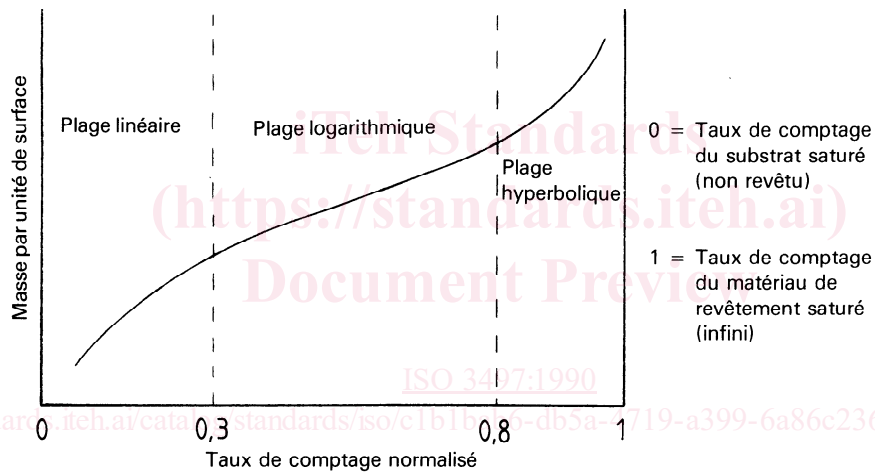


Figure 2 — Relation entre la masse par unité de surface et le taux de comptage normalisé

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 du 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.

3.6 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.