
Norme internationale



3543

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

Revêtements métalliques et non métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta

Metallic and non-metallic coatings — Measurement of thickness — Beta backscatter method

Première édition — 1981-07-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3543:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37297961-f3bd-4ae6-9aaa-43e012992d8a/iso-3543-1981>

CDU 669.058 : 531.717 : 537.533.74

Réf. n° : ISO 3543-1981 (F)

Descripteurs : revêtement, revêtement métallique, revêtement non métallique, mesurage de dimension, épaisseur, essai non destructif, méthode par rétrodiffusion des rayons bêta.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 3543 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*, et a été soumise aux comités membres en mai 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 3543:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37297961-f3bd-4ae6-9aaa-43e012992d8a/iso-3543-1981)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37297961-f3bd-4ae6-9aaa-43e012992d8a/iso-3543-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Suède
Allemagne, R.F.	Israël	Suisse
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	URSS
France	Mexique	USA
Hongrie	Royaume-Uni	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Revêtements métalliques et non métalliques — Mesurage de l'épaisseur — Méthode par rétrodiffusion des rayons bêta

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de mesurage non destructif de l'épaisseur des revêtements, basée sur le principe de la rétrodiffusion des rayons bêta. Elle est applicable aux revêtements métalliques ou non métalliques, que les substrats soient ou non métalliques. Pour que la présente méthode soit applicable, il faut que les numéros atomiques ou les numéros atomiques équivalents du revêtement et du substrat diffèrent d'une quantité convenable.

ATTENTION — Les instruments à rétrodiffusion des rayons bêta, utilisés pour le mesurage de l'épaisseur des revêtements, utilisent un certain nombre de sources radioactives différentes. Bien que les activités de ces sources soient généralement très faibles, elles peuvent présenter un danger pour la santé si elles ne sont pas manipulées correctement. En conséquence, tous les règlements et directives de sécurité prescrits par les autorités locales ou nationales doivent être respectés.

2 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

2.1 désintégration radioactive : Transformation nucléaire spontanée dans laquelle sont émis des particules ou un rayonnement gamma, ou dans laquelle est émis un rayonnement X consécutif à une capture électronique, ou dans laquelle le noyau subit une fission spontanée.*

2.2 particule bêta : Électron, de charge positive ou négative, qui a été émis par un noyau atomique ou un neutron au cours d'une transformation nucléaire.*

2.3 isotope émetteur de rayons bêta; source émettrice de rayons bêta; émetteur de rayons bêta : Matière dont les noyaux He émettent des particules bêta.

Il est possible de classer les émetteurs de rayons bêta d'après l'énergie des particules qu'ils libèrent pendant leur désintégration.

2.4 électronvolt : Unité d'énergie égale à la variation d'énergie d'un électron qui subit une variation de potentiel de 1 V. (1 eV = 1,602 10 × 10⁻¹⁹ J.)*

Cette unité étant trop petite pour les énergies développées par les particules bêta, on utilise communément le mégaelectronvolt (MeV).

2.5 activité : Nombre de désintégrations nucléaires spontanées qui se produisent dans une quantité donnée de matière durant un intervalle de temps convenablement petit, divisé par cet intervalle de temps.*

Par conséquent, dans le mesurage de la rétrodiffusion des rayons bêta, une plus grande activité correspond à une plus grande émission de particules bêta.

L'unité SI d'activité est le becquerel (Bq). L'activité d'un élément radioactif utilisé dans les jauges à rétrodiffusion des rayons bêta est généralement exprimée en microcuries (μCi) (1 μCi = 3,7 × 10⁴ Bq, ce qui représente 3,7 × 10⁴ désintégrations par seconde).

2.6 demi-vie radioactive; période radioactive : Dans le cas d'un processus unique de désintégration radioactive, temps nécessaire pour que l'activité diminue jusqu'à la moitié de sa valeur selon ce processus.*

2.7 diffusion : Processus dans lequel un changement de direction ou d'énergie d'une particule incidente ou d'un rayonnement incident est causé par une collision avec une particule ou un système de particules.*

2.8 rétrodiffusion : Diffusion ayant comme résultat le départ d'une particule d'un corps de matière par la même surface que celle par laquelle elle est entrée.

NOTE — Le mesurage de la rétrodiffusion peut tenir compte de certains rayonnements autres que les rayons bêta émis ou rétrodiffusés par un revêtement et un substrat. Lorsqu'on utilise le mot «rétrodiffusion» dans la présente Norme internationale, il est sous-entendu qu'on fait référence au rayonnement total mesuré.

* Définition extraite de l'ISO 921, *Vocabulaire de l'énergie nucléaire*.

2.9 coefficient de rétrodiffusion, R (d'une substance) : Rapport du nombre de particules rétrodiffusées par cette substance au nombre de particules γ pénétrant.

Ce nombre R est indépendant de l'activité de l'isotope et de la durée du mesurage.

2.10 comptage de la rétrodiffusion :

2.10.1 comptage absolu de la rétrodiffusion, X : Nombre de particules bêta rétrodiffusées durant un intervalle de temps et reçues par un détecteur.

X dépendra donc de l'activité de l'isotope, de la durée du mesurage, de la configuration géométrique du système de mesure et des caractéristiques du détecteur. Le comptage obtenu avec le matériau de base non revêtu est généralement désigné par X_0 et celui qui est obtenu avec le matériau de revêtement par X_s . Pour obtenir ces valeurs, il est nécessaire de pouvoir disposer de ces matériaux en épaisseurs supérieures à l'épaisseur de saturation (voir 2.13).

2.10.2 comptage normalisé de la rétrodiffusion, x_n : Grandeur indépendante de l'activité de l'isotope, de la durée du mesurage et des caractéristiques du détecteur, et définie par l'équation

$$x_n = \frac{X - X_0}{X_s - X_0}$$

où

X_0 est le comptage absolu de la rétrodiffusion de l'épaisseur de saturation du matériau de base;

X_s est le comptage absolu de la rétrodiffusion de l'épaisseur de saturation du matériau de revêtement;

X est le comptage absolu de la rétrodiffusion de l'échantillon revêtu;

chacun de ces comptage étant pris sur le même intervalle de temps.

Pour simplifier, il est souvent avantageux d'exprimer le comptage normalisé de la rétrodiffusion en pourcentage, en multipliant x_n par 100.

2.11 courbe normalisée de rétrodiffusion : Courbe obtenue en portant l'épaisseur de revêtement en fonction de x_n .

2.12 numéro atomique équivalent [apparent] : Pour un matériau, c'est-à-dire un alliage ou un composé, numéro atomique d'un élément qui a le même coefficient de rétrodiffusion R que le matériau.

2.13 épaisseur de saturation : Épaisseur minimale d'un matériau qui produit une rétrodiffusion qui n'est pas modifiée lorsque l'épaisseur augmente. (Voir également annexe C.)

2.14 source scellée : Source radioactive enfermée dans un boîtier scellé, ou revêtu d'une enveloppe à laquelle elle est intimement liée, ce boîtier ou cette enveloppe devant présenter une résistance suffisante pour empêcher le contact avec la matière radioactive et la dispersion de celle-ci dans les conditions d'emploi pour lesquelles elle a été conçue.*

(Également appelée isotope scellé.)

2.15 ouverture : Orifice du masque en contact avec l'éprouvette, qui détermine la forme et les dimensions de la surface sur laquelle est mesurée l'épaisseur du revêtement. (Ce masque est aussi appelé platine ou platine d'ouverture ou support d'éprouvette.)

2.16 géométrie de la source : Disposition dans l'espace de la source, de l'ouverture et du détecteur, les uns par rapport aux autres.

2.17 temps mort : Période de temps durant laquelle un tube de Geiger-Müller reste insensible à la réception de particules bêta ultérieures.

2.18 temps de résolution : Temps de restitution des tubes de Geiger-Müller et autres appareils électroniques associés durant lequel le circuit de comptage reste insensible à des impulsions ultérieures.

ISO 3543:1981

3 Principe

Lorsque des particules bêta viennent frapper un corps, une certaine proportion d'entre elles sont rétrodiffusées. L'intensité de rétrodiffusion des particules est essentiellement une fonction du numéro atomique du corps.

Si le corps est recouvert d'un revêtement superficiel dont le numéro atomique est assez différent de celui du substrat, l'intensité de la rétrodiffusion se situera entre deux limites : intensité de rétrodiffusion du substrat et intensité de rétrodiffusion du revêtement. Ainsi, un appareillage de mesure convenable, notamment quant au dispositif de lecture, permet d'utiliser l'intensité de la rétrodiffusion pour mesurer la masse par unité d'aire du revêtement qui, à condition que la masse volumique soit uniforme, est directement proportionnelle à l'épaisseur, c'est-à-dire l'épaisseur moyenne dans l'aire de mesurage.

La courbe représentant l'épaisseur du revêtement en fonction de l'intensité de rétrodiffusion est une courbe continue qui peut se subdiviser en trois régions distinctes comme le montre la figure 1 sur laquelle le comptage normalisé, x_n , est porté sur l'axe des X , et le logarithme de l'épaisseur du revêtement sur l'axe des Y . Dans l'intervalle $0 \leq x_n \leq 0,35$, la courbe est essentiellement linéaire. Dans l'intervalle $0,35 < x_n < 0,85$, la courbe est presque logarithmique; cela implique que, dessinée sur un papier semi-logarithmique, comme sur la figure 1, la courbe se rapproche d'une ligne droite. Dans l'intervalle $0,85 < x_n < 1$, la courbe est presque hyperbolique.

* Définition extraite de l'ISO 921, *Vocabulaire de l'énergie nucléaire*.

4 Appareillage de mesure

Une jauge à rétrodiffusion des rayons bêta comprend en général

- a) une source émettrice (isotope), émettant principalement des particules bêta ayant une énergie appropriée pour l'épaisseur de revêtement à mesurer;
- b) un palpeur ou un système de mesure, ayant une gamme d'ouvertures permettant de limiter le rayonnement de particules bêta à la zone de l'éprouvette sur laquelle doit être mesurée l'épaisseur du revêtement et contenant un détecteur capable de compter le nombre des particules rétrodiffusées, par exemple un compteur (ou tube) de Geiger-Müller;
- c) un appareil de mesure sur lequel s'affiche l'intensité de la rétrodiffusion. Cet affichage qui peut se faire soit en unités métriques, soit sous forme numérique, est proportionnel au comptage absolu ou au comptage normalisé absolu, ou à l'épaisseur de revêtement exprimée soit de façon linéaire, soit en masse par unité d'aire.

5 Facteurs se rapportant à la précision de mesurage

5.1 Statistique du comptage

La désintégration radioactive est de nature aléatoire. Cela implique que, durant un intervalle de temps donné, le nombre de particules bêta rétrodiffusées est variable. Cela donne naissance à des erreurs statistiques inhérentes au comptage des radiations. En conséquence, une estimation du taux de comptage, basée sur une courte durée de mesurage (par exemple 5 s), peut différer de façon appréciable d'une estimation basée sur une longue période de comptage, en particulier si le taux de comptage est peu élevé. Pour réduire l'erreur statistique à un niveau acceptable, il est nécessaire d'appliquer une durée de comptage suffisamment longue pour accumuler un nombre élevé de comptages.

Pour les comptages normalement évalués, l'écart-type (σ) est très voisin de la racine carrée du comptage absolu, c'est-à-dire $\sigma = \sqrt{X}$; dans 95 % des cas, le comptage exact sera à l'intérieur de l'intervalle $X \pm 2\sigma$. Pour estimer la précision, il est souvent utile d'exprimer l'écart-type comme un pourcentage du comptage, c'est-à-dire $100\sqrt{X}/X$ ou $100/\sqrt{X}$. Ainsi, un comptage de 100 000 conduira à un résultat dix fois plus précis que celui obtenu avec un comptage de 1 000. Si possible, la durée du comptage devra être choisie de façon à conduire à un comptage d'environ 10 000, ce qui correspondra à un écart-type de 1 % en raison de la nature aléatoire de la désintégration radioactive.

Les instruments à lecture directe sont également soumis à ces erreurs statistiques dues au caractère aléatoire. Toutefois, si ces instruments ne fournissent pas l'enregistrement du taux de comptage réel, une manière d'estimer la précision de la mesure est d'effectuer un grand nombre de mesurages répétitifs au même endroit du même échantillon revêtu et de calculer l'écart-type selon les méthodes conventionnelles.

NOTE IMPORTANTE — La précision d'un mesurage par rétrodiffusion bêta est toujours inférieure à celle qui est indiquée précédemment,

étant donné qu'elle dépend d'autres facteurs qui sont répertoriés ci-après.

5.2 Matières constituant le revêtement et le substrat

L'intensité de la rétrodiffusion dépendant des numéros atomiques du substrat et du revêtement, la précision du mesurage dépend, dans une large mesure, de la différence entre ces numéros; avec les mêmes paramètres de mesure donc, plus la différence est grande, plus le mesurage est précis.

Pour la plupart des utilisations, il peut être établi empiriquement que la différence des numéros atomiques doit être d'au moins 5. Pour les matières dont le numéro atomique est inférieur à 20, cette différence peut être réduite de 25 % du numéro le plus élevé; pour les matières de numéro atomique supérieur à 50, la différence doit être d'au moins 10 % du numéro le plus élevé. La plupart des plastiques non chargés et autres matières organiques connexes (par exemple photorésistantes) sont censés avoir un numéro atomique apparent proche de 6.

(L'annexe B donne les numéros atomiques des matériaux de substrats et de revêtements couramment utilisés.)

5.3 Ouverture

En dépit du caractère de collimateur des sources utilisées dans les jauges à rétrodiffusion du commerce, la rétrodiffusion enregistrée par le détecteur est, en général, la somme de la rétrodiffusion causée par l'éprouvette exposée dans l'ouverture et de celle du support d'éprouvette. Il est donc avantageux d'utiliser pour l'ouverture un matériau de numéro atomique faible et de choisir l'ouverture la plus grande possible. Des erreurs se produiront également si les bords de l'ouverture sont usés ou endommagés, ou si l'éprouvette n'entre pas bien en contact avec les bords de celle-ci.

L'aire de mesurage de l'éprouvette devant être constante pour éviter l'apparition d'une autre variable, à savoir les dimensions de l'éprouvette, l'ouverture doit être plus petite que l'aire de mesurage.

5.4 Épaisseur du revêtement

5.4.1 L'erreur de mesure relative dans la partie logarithmique de la courbe est presque constante et atteint sa valeur la plus faible.

5.4.2 Dans la partie linéaire, l'erreur de mesure absolue, exprimée en masse par unité d'aire ou d'épaisseur, est presque constante, ce qui signifie que plus l'épaisseur du revêtement diminue, plus l'erreur de mesure relative augmente. Pour ou au voisinage de $x_n = 0,35$, les erreurs relatives de la partie linéaire et de la partie logarithmique sont à peu près identiques. Cela implique que l'on peut utiliser, pour calculer l'erreur absolue pour toute la partie linéaire, l'erreur relative en ce point.

5.4.3 Dans la partie hyperbolique, l'erreur de mesure est toujours très grande puisqu'une faible variation de l'intensité de la rétrodiffusion des rayons bêta entraîne une grande variation de la valeur mesurée de l'épaisseur du revêtement.

5.5 Temps de résolution du détecteur

Par suite du temps mort du tube de Geiger-Müller (voir 2.17), le comptage indiqué par l'instrument de mesure est toujours inférieur au nombre réel de particules bêta rétrodiffusées qui auraient autrement été mesurées. Cela ne diminue pas la précision de mesure, à moins que le taux de comptage ne soit extrêmement élevé.

5.6 Géométrie de la source

La plus grande précision de mesure s'obtient lorsque la source est placée dans une position particulière par rapport à l'éprouvette. Cette position dépend de la collimation du faisceau de particules bêta de la source, de la forme et des dimensions de l'ouverture. Si possible, la plus grande partie des rayonnements rétrodiffusés devrait provenir de l'éprouvette et non du support. En général, on peut réduire à un minimum l'incertitude de la mesure en montant l'isotope sur la platine d'ouverture, endroit où il peut être ajusté dans la position optimale. Les instructions du fabricant relatives au montage de la source doivent être scrupuleusement suivies.

5.7 Courbure

La présente méthode d'essai est sensible à la courbure de l'éprouvette. Toutefois, la courbe normalisée de rétrodiffusion reste la même si la surface courbée de l'éprouvette ne dépasse pas l'ouverture du cache de plus d'environ 50 µm, ou si l'étalonnage est effectué avec des étalons présentant la même courbure que l'éprouvette. L'utilisation de caches spécialement sélectionnés, dans lesquels l'isotope est monté dans la position optimale, permet d'obtenir des lectures à peu près identiques sur des éprouvettes courbées. Cela permet d'utiliser des étalons plats pour effectuer les mesurages sur des éprouvettes courbées.

La relation entre ouverture maximale et courbure de l'éprouvette dépend, dans la plupart des cas, de la conception de chaque instrument. Les meilleurs renseignements sont, pour cette raison, obtenus auprès du fabricant.

5.8 Épaisseur du substrat

5.8.1 Éprouvettes sans couche intermédiaire entre le revêtement et le matériau de base

La méthode d'essai est sensible à l'épaisseur du substrat, mais, pour chaque isotope et chaque matière de revêtement, il existe une épaisseur critique appelée « épaisseur de saturation » au-delà de laquelle la mesure n'est plus affectée par une augmentation de l'épaisseur du substrat. Cette épaisseur est fonction de l'énergie de l'isotope et de la masse volumique du matériau; elle dépend très peu du numéro atomique du matériau. Si les valeurs ne sont pas communiquées par le fabricant, elles doivent être déterminées expérimentalement.

Si l'épaisseur du substrat est inférieure à l'épaisseur de saturation, mais constante, une correction pour tenir compte du substrat donne, en général, des mesures précises. Toutefois, si l'épaisseur du substrat est inférieure à l'épaisseur de saturation,

et également variable, la présente méthode d'essai ne donne pas une seule valeur d'épaisseur de revêtement, mais une gamme de valeurs, avec un minimum et un maximum. Si l'instrument à lecture directe est capable de fournir le taux de comptage absolu ou normalisé de la rétrodiffusion, des graphiques simplifiés peuvent être utilisés pour déterminer cette gamme pour chaque épaisseur de substrat, sans recourir à l'usage d'étalons réels. Si le fabricant ne fournit pas ces graphiques, cette gamme doit être déterminée expérimentalement.

5.8.2 Éprouvettes avec couche intermédiaire entre le revêtement et le matériau de base

Si la couche intermédiaire voisine du revêtement est plus épaisse que l'épaisseur de saturation, la méthode d'essai n'est affectée par aucune variation de l'épaisseur du substrat, dans la mesure où l'instrument est étalonné avec des étalons ayant même matériau de base et même couche intermédiaire.

Si l'épaisseur de la couche intermédiaire est inférieure à l'épaisseur de saturation, mais constante, une correction pour tenir compte du substrat donne, en général, des mesures précises. Toutefois, si l'épaisseur de la couche intermédiaire est inférieure à l'épaisseur de saturation, et également variable, la présente méthode d'essai ne donne pas une seule valeur d'épaisseur de revêtement, mais une gamme de valeurs, avec un minimum et un maximum. Si l'instrument à lecture directe est capable de fournir le taux de comptage absolu ou normalisé de la rétrodiffusion, des graphiques simplifiés peuvent être utilisés pour déterminer cette gamme pour chaque épaisseur de substrat, sans recourir à l'usage d'étalons réels. Si le fabricant ne fournit pas ces graphiques, cette gamme doit être déterminée expérimentalement.

5.9 Propreté de la surface

Des corps étrangers, tels que salissure, graisse, produits de corrosion, etc., peuvent produire des erreurs de lecture. Les couches naturelles d'oxyde qui se forment sur certains revêtements métalliques tendent également à abaisser la précision, en particulier si le mesurage nécessite l'utilisation d'isotopes dont l'émission bêta a une énergie inférieure à 0,25 MeV.

5.10 Matériau du substrat

Pour obtenir des mesures précises, il est nécessaire que les rayonnements rétrodiffusés produits par le matériau de base de l'éprouvette et par celui de l'étalon soient les mêmes. S'ils sont différents, il faut utiliser d'autres étalons ou appliquer les corrections nécessaires, suivant les instructions du fabricant.

5.11 Masse volumique du matériau de revêtement

La méthode par rétrodiffusion des rayons bêta est basée sur la comparaison des masses par unité d'aire du matériau de revêtement de l'éprouvette et de celui du revêtement de l'étalon. Si ces masses surfaciques diffèrent l'une de l'autre, les lectures d'épaisseur doivent être corrigées pour tenir compte de cette différence. Cela se fait en effectuant l'opération suivante : produit de l'épaisseur mesurée par la masse volumique du revêtement de l'étalon, divisé par la masse volumique du revêtement de l'éprouvette. La porosité ou des manques dans le matériau de revêtement peuvent également modifier la masse volumique apparente du matériau.

5.12 Composition du revêtement

Du fait de l'influence de la composition du revêtement sur sa masse par unité d'aire, la composition affectera également la réponse de l'instrument (c'est-à-dire la quantité de rayonnement bêta rétrodiffusé). Cette influence est négligeable pour des éléments d'alliages dont les masses volumiques sont voisines, tels que les alliages nickel-cobalt. De très petites quantités d'éléments d'alliages, tels que ceux présents dans les dépôts à teneur élevée en or, ont également peu d'influence.

5.13 Énergie des particules bêta

Du fait que la précision de mesure n'est pas constante sur toute la gamme des mesures pour un isotope donné, mais qu'elle est maximale dans la partie logarithmique de la courbe normalisée de rétrodiffusion (voir figure 1), il faut, si possible, choisir l'isotope de façon que les mesures escomptées tombent dans l'intervalle $0,35 \leq x_n \leq 0,85$ de la courbe normalisée.

En général, les renseignements permettant de choisir l'isotope convenable sont fournis par le fabricant.

5.14 Durée du mesurage

Des durées de mesurage trop courtes conduiront à une faible précision de mesure. Le choix de la durée de mesurage dépendra donc de la précision requise pour les mesures. Chaque fois que la durée de mesurage est multipliée par n , l'incertitude du comptage est réduite d'un facteur \sqrt{n} .

5.15 Activité de la source radioactive

Le taux de comptage dépend de l'activité de la source. Une source vieille peut avoir une faible activité et nécessiter des temps excessivement longs pour obtenir une bonne mesure (voir 5.1). En pratique, la source doit être remplacée avant la fin de sa période radioactive.

5.16 Ensemble substrat-revêtement

La précision de mesure dépend de la différence des numéros atomiques du substrat et du revêtement. Plus cette différence est grande, meilleure est la précision. (Voir également 5.2.)

5.17 Rugosité de la surface

La précision de mesure peut également être influencée par la rugosité de la surface du revêtement, mais cet effet est généralement négligeable, en particulier si l'énergie des particules bêta est élevée et si le numéro atomique du revêtement est faible.

6 Étalonnage des instruments

6.1 Fréquence de l'étalonnage

Tous les instruments de rétrodiffusion des rayons bêta doivent

être étalonnés avant utilisation et à chaque changement dans les conditions opératoires, à l'aide d'étalons d'épaisseur convenable. En cours d'utilisation, l'étalonnage devrait être vérifié au moins toutes les 4 h, et un point d'étalonnage, en général celui du substrat nu, au moins toutes les heures, suivant la stabilité de l'instrument. Il faut veiller aux facteurs répertoriés dans le chapitre 5 et aux modes opératoires spécifiés dans le chapitre 7.

6.2 Méthode d'étalonnage

En plus du point zéro, la courbe d'étalonnage complète peut être définie soit par deux points de la partie logarithmique, soit par un point unique si la pente de la partie logarithmique est connue. Dans le premier cas, deux étalons sont nécessaires et, dans le second, un seul suffit.

6.3 Étalons

L'appareillage doit être étalonné avec des étalons ayant un revêtement d'épaisseur uniforme. Si possible, ces étalons seront précis à $\pm 5 \%$, ou mieux (voir 8.2). Les numéros atomiques du matériau de base et du revêtement des étalons seront les mêmes que (ou équivalents à) ceux du matériau de base et du revêtement de l'éprouvette. Des étalons correspondant au matériau de base nu et au matériau de revêtement sont également considérés comme étant des «étalons». Il est parfois également possible d'utiliser, pour l'étalonnage, des feuilles en matériau du revêtement qui sont placées sur et en contact avec le substrat. Dans ce cas, il est nécessaire de garantir que ces feuilles sont propres, lisses et d'épaisseur uniforme, et en contact intime avec le substrat.

Le substrat des étalons doit avoir les mêmes propriétés de rétrodiffusion que celles du substrat de l'éprouvette. Cela doit être vérifié par comparaison de l'intensité de rétrodiffusion des deux substrats non revêtus.

Si les matériaux de revêtement ont des numéros atomiques identiques ou équivalents, mais des masses volumiques différentes, les courbes normalisées de rétrodiffusion seront, en pratique, parallèles. Dans ce cas, les mesures de l'épaisseur doivent être corrigées pour tenir compte de la différence des masses volumiques (voir également 5.11).

Si l'on utilise des étalons «équivalents», c'est-à-dire de matériaux différents mais de même caractéristique de rétrodiffusion, pour l'étalonnage des instruments de mesure, il faut au préalable vérifier que ces étalons conviennent.

6.4 Épaisseur du substrat

L'épaisseur du substrat de l'éprouvette doit être la même que celle du substrat de l'étalon, sauf si l'épaisseur de saturation définie en 5.8.1 est dépassée. Si elles sont différentes, il faut appliquer les corrections nécessaires.

6.5 Courbure

Les courbures de l'étalon et de l'éprouvette doivent être identiques, sauf s'il est démontré que les lectures faites avec des éprouvettes plates et avec des éprouvettes courbées sont pratiquement les mêmes. Si ce n'est pas possible, les lectures doivent être corrigées.

7 Mode opératoire

7.1 Étalonnage et mesure

Les instruments doivent fonctionner conformément aux instructions du fabricant, compte tenu des facteurs répertoriés dans le chapitre 5. Ils doivent être étalonnés conformément aux instructions du chapitre 6.

L'étalonnage d'un instrument de mesure doit être vérifié sur place chaque fois que l'instrument est mis en service, ainsi qu'à intervalles fréquents en cours d'utilisation, conformément à 6.1.

7.2 Précautions

Il faut observer les précautions suivantes.

7.2.1 Épaisseur du substrat

Vérifier que l'épaisseur du substrat dépasse l'épaisseur de saturation. Dans le cas contraire, vérifier que l'étalonnage a été effectué avec un substrat ayant la même épaisseur et les mêmes propriétés que celles du substrat de l'éprouvette, ou appliquer les corrections de lecture selon les méthodes exposées en 5.8.

7.2.2 Ouverture de mesure

La dimension de l'ouverture de mesure utilisée dépend des dimensions et de la forme de l'éprouvette. Il faut suivre les recommandations du fabricant quant au choix de l'ouverture adéquate. En aucun cas cette ouverture ne doit être plus grande que la surface revêtue de l'éprouvette. L'éprouvette doit être fixée de façon solide sur l'ouverture de mesure, sauf dans le cas d'un mesurage en continu ou de mesurages sur grandes surfaces.

7.2.3 Éprouvettes courbées

Vérifier que l'ouverture convient au rayon de courbure de l'éprouvette et, si l'étalonnage n'a pas été fait avec des étalons de même courbure que l'éprouvette, vérifier que l'étalonnage est valable pour le mesurage. Cela peut être effectué de la façon suivante.

7.2.3.1 Éprouvettes

Deux éprouvettes sont nécessaires, l'une étant courbée, l'autre étant plate, toutes deux du même matériau.

7.2.3.2 Mode opératoire

Placer l'éprouvette plate sur l'ouverture du cache et en contact intime avec lui. Enregistrer le taux de comptage obtenu pour cette éprouvette et pour l'appareillage considéré. Enlever et replacer plusieurs fois l'éprouvette et enregistrer chaque fois le taux de comptage. Déterminer la valeur moyenne de celui-ci et l'écart-type correspondant.

Remplacer l'éprouvette plate par l'éprouvette courbée et répéter le mode opératoire utilisé pour l'éprouvette plate. Le taux de

comptage moyen obtenu avec l'éprouvette courbée doit, en principe, rester dans les limites fixées à l'aide de l'éprouvette plate, si le cache utilisé pour l'essai est valable. En pratique, une légère erreur due à la courbure est acceptable si cette erreur est négligeable par rapport à l'erreur de mesure de l'épaisseur du revêtement (voir 5.4).

7.2.4 Matériau constituant le substrat

La rétrodiffusion produite par le substrat de l'étalon doit être la même que celle produite par le substrat de l'éprouvette. Cela doit être vérifié par des essais réels. Dans le cas d'une différence dépassant la loi statistique, il faut appliquer les corrections nécessaires suivant les instructions du fabricant, ou utiliser de nouveaux étalons conformes à l'éprouvette.

7.2.5 Propreté de la surface

Avant le mesurage, enlever tous les corps étrangers, tels que salissure, graisse, vernis, oxydes et revêtements de conversion, en nettoyant la surface sans enlever du revêtement. Il faut éviter d'utiliser, pour le mesurage, des éprouvettes ayant des surfaces qui présentent des défauts visibles, tels que flux, taches d'acide, etc.

7.2.6 Temps de mesurage

Le temps de mesurage doit être suffisant pour obtenir une répétabilité des mesures conduisant à la fidélité désirée.

7.2.7 Mesurage en continu

Le matériau mesuré, le mécanisme d'alimentation en matériau et la tête de mesure utilisés, doivent répondre aux conditions s'étendant à l'intérieur des limites de réception fixées conformément aux recommandations du fabricant.

8 Justesse et fidélité de la mesure

8.1 On trouve dans le commerce des jauges mesurant les épaisseurs avec une erreur de quelques pour cent seulement.

8.2 L'appareillage et le mode opératoire doivent être tels que l'épaisseur du revêtement puisse être déterminé à $\pm 10\%$ de son épaisseur réelle.

9 Procès-verbal d'essai

9.1 Le procès-verbal du mesurage d'épaisseur doit être accompagné d'une déclaration sur la fiabilité et la certification des étalons, et de l'indication de l'écart-type pour chaque épaisseur, calculé à partir de mesures réelles répétées.

NOTE — Certains fabricants fournissent des méthodes simplifiées de détermination de l'erreur aléatoire sur une mesure d'épaisseur préalable à la mesure réelle. Si ce n'est pas le cas, l'erreur peut être déterminée selon l'une des deux méthodes suivantes :

- par calcul de l'écart-type à partir de plusieurs mesures d'épaisseur;
- par calcul de l'écart-type du taux de comptage à partir de plusieurs comptages, et calcul de l'écart équivalent de l'épaisseur.

9.2 Le procès-verbal du mesurage d'épaisseur doit être accompagné des indications suivantes, ou d'indications équivalentes, chaque fois qu'elles sont justifiées (voir 6.3) :

a) l'épaisseur du revêtement de l'éprouvette n'a pas été corrigée pour tenir compte de sa masse volumique;

b) le revêtement de l'éprouvette n'a pas la même composition que celui de l'étalon;

c) le substrat de l'éprouvette n'est pas le même que celui de l'étalon, mais (aucune) correction (n') a été appliquée pour tenir compte de la différence.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3543:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37297961-f3bd-4ae6-9aaa-43e012992d8a/iso-3543-1981>