



中华人民共和国国家标准

GB/T 16921—2005/ISO 3497:2000
代替 GB/T 16921—1997

金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X射线光谱方法

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

(ISO 3497:2000, IDT)

2005-10-12 发布

2006-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 术语和定义	1
3 原理	2
4 仪器	5
5 影响测量结果的因素	8
6 仪器的校准	10
7 规程	12
8 测量不确定度	13
9 测试报告	13
附录 A(资料性附录) 常见覆盖层测量的典型测量范围	14
参考文献	15

前 言

本标准等同采用 ISO 3497:2000(E)《金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X 射线光谱方法》(英文版)。

本标准按 GB/T 1.1 的编辑要求,根据 ISO 3497 重新起草。本标准对应 ISO 3497 作了如下修改:

——取消了 ISO 3497 的前言内容,重新起草了本标准前言;

——增加了“目次内容”;

——用“本标准”代替“本国际标准”。

本标准代替 GB/T 16921—1997《金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X 射线光谱方法》。

本标准与 GB/T 16921—1997 相比主要变化如下:

——在范围中增加了警告;

——在术语和定义中增加了基体材料、基体金属和基体的定义,且将归一化强度(1997 年版的 2.3; 本版的 2.4)的数学符号定义为 r_n (1997 年版为 I_n),相应的数学关系式也随之改变;

——在 3.3.3 能量色散中,将波长和能量的关系式进行了修正;

——在原理中,将其内容进行了重新排列,增加了 3.5.3 比率方法和 3.7 数学反卷积的描述;

——对 5.1.2 随机误差的标准偏差 s 以及 5.6 覆盖层密度的公式进行了修正;

——对 5.16 试样表面的倾斜度的影响,做了更精确的修正;

——在仪器的校准中增加了 6.1.5 计算机模拟主要参数的无标样技术的描述;

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:机械工业表面覆盖层产品质量监督检测中心。

本标准起草人:姜新华、凌国伟、刘建国、钟立畅、宋智玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 16921—1997。

金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X 射线光谱方法

1 范围

警告：本标准不包括人员防 X 射线辐射的问题，关于此重要方面的信息，可参考现行的国际和国家标准及地方法规。

- 1.1 本标准规定了应用 X 射线光谱方法测量金属覆盖层厚度的方法。
- 1.2 本标准所用的测量方法基本属于测定单位面积质量的一种方法。如果已知覆盖层材料的密度，则测量结果也可用覆盖层的线性厚度表示。
- 1.3 本测量方法可同时测量三层覆盖层体系，或同时测量三层组分的厚度和成分。
- 1.4 给定覆盖层材料的实际测量范围主要取决于被分析的特征 X 射线荧光的能量以及所允许的测量不确定度，而且因所用仪器设备和操作规程而不同。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

X 射线荧光 X-ray fluorescence (XRF)

高强度入射 X 射线撞击置于入射光束路径上的材料时产生的二次辐射。

注：此二次发射具有该材料的波长和能量特征。

2.2

荧光辐射强度 intensity of fluorescent radiation

辐射强度 x ，由仪器测量的、用每秒计数(辐射脉冲)来表示。

2.3

饱和厚度 saturation thickness

即为超过时，荧光强度不再产生任何可察觉的变化的厚度。

注：饱和厚度取决于荧光辐射的能量或波长、材料的密度和原子序数、入射角度以及材料表面的荧光辐射。

2.4

归一化强度 x_n normalized intensity

在同一条件下得到的覆盖层试样 x 和未涂覆基体材料 x_0 的强度差与厚度大于或等于饱和厚度的材料 x_s (见 2.3) 和未涂覆基体材料 x_0 的强度差之比。

注 1：归一化强度数学关系式为：

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

式中：

x ——覆盖层试样的强度；

x_0 ——未涂覆基体材料的强度；

x_s ——厚度大于或等于饱和厚度的材料的强度。

注 2：归一化强度与测量和积分时间及激发(入射辐射)强度无关。激发辐射的几何结构和能量影响归一化的计数率，其值在 0 到 1 之间有效。

2.5

中间覆盖层 intermediate coatings

位于表面覆盖层和基体材料之间的厚度小于其每层饱和厚度的覆盖层。

注：表面覆盖层和基体材料(基体)之间厚度超过饱和厚度的任何覆盖层本身都可视为真正的基体，因为在这样的覆盖层下的材料不会影响测量，测量时可以不考虑。

2.6

计数率 count rate

每单位时间仪器记录辐射脉冲的数目(见 2.2)。

2.7

基体材料 basis material

基体金属 basis metal

在其表面沉积或形成覆盖层的材料[ISO 2080:1981,定义 134]。

2.8

基体 substrate

被一种覆盖层直接沉积的材料[ISO 2080:1981,定义 630]。

注：对于单一的或第一层镀层，基体与基体材料等同；对后续镀层，中间镀层即为基体。

3 原理

3.1 操作机理

覆盖层单位面积质量(若密度已知，则为覆盖层线性厚度)和二次辐射强度之间存在一定的关系。对于任何实际的仪器系统，该关系首先由已知单位面积质量的覆盖层校正标准块校正确定。若覆盖层材料的密度已知，同时又给出实际的密度，则这样的标准块就能给出覆盖层线性厚度。

注：覆盖层材料密度是覆盖状态的密度，不一定是测量时的覆盖层材料的理论密度。如果该密度与校正标准的密度不同，应当采用一个反映这种差别的系数并在测试报告中加以评注。

荧光强度是元素原子序数的函数，如果表面覆盖层、中间覆盖层(如果存在)以及基体是由不同元素组成或一个覆盖层由不止一个元素组成，则这些元素会产生各自的辐射特征。可调节适当的检测器系统以选择一个或多个能带，使此设备既能测量表面覆盖层又能同时测量表面覆盖层和一些中间覆盖层的厚度和组成。

3.2 激发

3.2.1 一般要求

X 射线光谱方法测定覆盖层厚度是基于一束强烈而狭窄的多色或单色 X 射线与基体和覆盖层的相互作用。此相互作用产生离散波长和能量的二次辐射，这些二次辐射具有构成覆盖层和基体的元素特征。

高压 X 射线管发生器或适当的放射性同位素可产生这样的辐射。

3.2.2 由高压 X 射线管产生

稳定条件下如果对 X 射线管外加足够的电位，则能产生适当的激发辐射。大多数厚度测量要求的外加电压约为 25 kV~50 kV，但为了测量低原子序数覆盖层材料，可能有必要将电压降至 10 kV。由于应用了安装在 X 射线管和试样之间的基色滤色器，降低了测量的不确定度。

该激发方法的主要优点为：

- 通过准直，能在很小的测量面上产生一束极强的辐射束；
- 人身安全要求容易保证；
- 通过现代电子学方法可获得足够稳定的发射。

3.2.3 由放射性同位素产生

只有几种放射性同位素发射的 γ 射线在能量带上适合覆盖层厚度测量。理想的是，激发辐射的能量比要求的特征 X 射线能量稍高(波长稍短)，放射性同位素激发的优点在于仪器结构更紧凑，这主要

是因为无需冷却。此外,与高压 X 射线管发生器不同,其辐射是单色的而且本底强度低。

与 X 射线管方法相比,其主要技术缺点是:

——所得强度低得多,不能进行小面积测量;

——一些放射性同位素半衰期短;

· 高强度放射性同位素带来人员防护问题(高压 X 射线管可简单关闭)。

3.3 色散

3.3.1 一般要求

覆盖层表面经 X 射线照射产生的二次辐射通常包含除覆盖层厚度测量所要求之外的成分。利用波长色散或能量色散可分离所需要的成分。

3.3.2 波长色散

用一个晶体分光仪可选择覆盖层或基体的波长特征,现有的常用晶体典型特征辐射数据见各国权威机构的出版物。

3.3.3 能量色散

X 射线量子通常是以波长或等效能量表示。波长和能量的关系式为:

$$\lambda \times E = 1.2398427$$

式中:

λ ——波长,单位为纳米(nm);

E ——能量,单位为千电子伏特(keV)。

3.4 检测

波长色散系统用的检测器类型由一充气管、固态检测器或与光电倍增器相连接的闪烁计数器构成。

能量色散系统用的最适当的接收荧光光子的检测器由仪器设计者根据应用选定。在 1.5 keV~100 keV 的能带范围内,可在正常气氛中进行测量,而不需氮气或真空。

不同特征能量的荧光辐射先进入能量色散检测器,然后再进入一多道分析仪以控制选择正确的能带。

3.5 厚度测量

3.5.1 发射方法

若测量覆盖层的特征辐射强度,则在达到饱和厚度前,此强度将随厚度的增加而增加,见图 1a)。

使用 X 射线发射方法时,将仪器调到接收选定的覆盖层材料的特征能量带,这样,薄覆盖层产生低强度而厚覆盖层产生高强度。

3.5.2 吸收方法

若测量基体的特征辐射强度,则此强度随厚度增加而减小,见图 1b)。

X 射线吸收方法利用基体材料的特征能带。这样,薄覆盖层产生高强度而厚覆盖层产生低强度。在实际运用时,要注意确保不存在中间层。

吸收特征与发射特征反向相似。

3.5.3 比率方法

当覆盖层厚度用基体和覆盖材料各自的强度比表示时,则可能使 X 射线吸收方法和发射方法结合。这种强度比率方法的测量基本同试样和检测器之间的距离无关。

3.5.4 测量

对 3.5.1 和 3.5.2 中所描述的两种方法,许多商用仪器常采用归一化计数率系统,将无覆盖层的基体的特征计数率调整为 0,而无限厚度的覆盖层材料的特征计数率为 1,因此,所有可测厚度计数率都处于 0 到 1 的归一化计数率范围。见图 2。

在所有的情况下,测量的最好或最灵敏范围大约在 0.3~0.8 的特征计数率标度之间。因此,要在整个厚度范围得到最好的测量精度,宜用 0.3~0.8 的特征计数率值的校正标准。为了确保其他厚度的测量精度,一些仪器可能用其他标准。因为校正标准的不确定度随厚度的减少而增加,所以通过适当使用具有厚覆盖层而低不确定度的标准块,在厚度范围的薄端建立正确的数学关系。

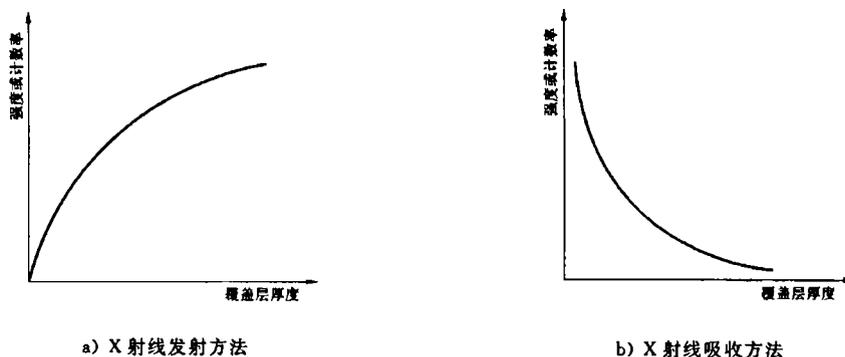
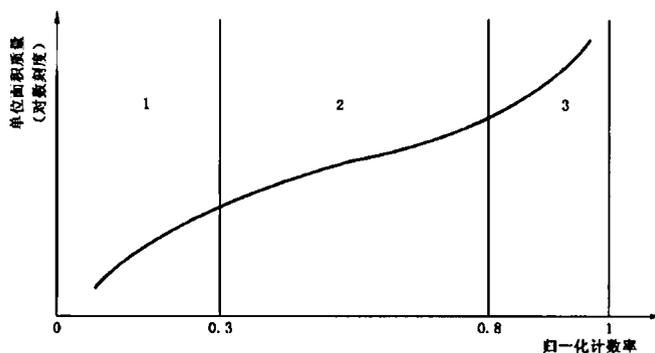


图 1 强度或计数率与覆盖层厚度之间关系的图示



- 1——线性范围；
- 2——对数范围；
- 3——双曲线范围。

注：饱和基体(未覆盖)材料计数率=0；饱和覆盖层(无限)材料计数率=1。

图 2 单位面积质量与归一化计数率之间关系的图示

3.6 二次辐射的吸收器

当测量具有宽能量差异(能量色散系统)的覆盖层/基体材料组合时,饱和厚度覆盖层和无覆盖层基体的特征计数率的比率很高(典型为 10 : 1)。在这种情况下,不一定需要具有类似或相同基体的校正标准(因为基体材料将不辐射与覆盖层材料同样的能带)。当无覆盖层基体与无限厚覆盖层的计数率比为 3 : 1 时(对具有相似能量的覆盖层/基体组合),往往必须选用一种“吸收器”,以吸收其中一种材料的辐射,通常指基体材料的辐射。这种吸收器通常是手动或自动放置在被测表面与检测器之间。

3.7 数学反卷积

在使用多道分析器时,二次辐射频谱的数学反卷积可求出特征辐射强度。当被检测特征辐射的能量不能充分地区分时,如来自金(Au)和黄铜(Br)的特征辐射,则可使用这种方法。这种方法被称为“数字滤波”而有别于滤波法(见 3.6)。

3.8 多层测量

只要内层的特征 X 射线发射不完全被外层吸收,则可以测量一层以上的覆盖层。在一个能量色散系统中安装多道分析仪,用以接收两种或更多种材料的两个或更多个不同的特征能带。

3.9 合金成分厚度测量

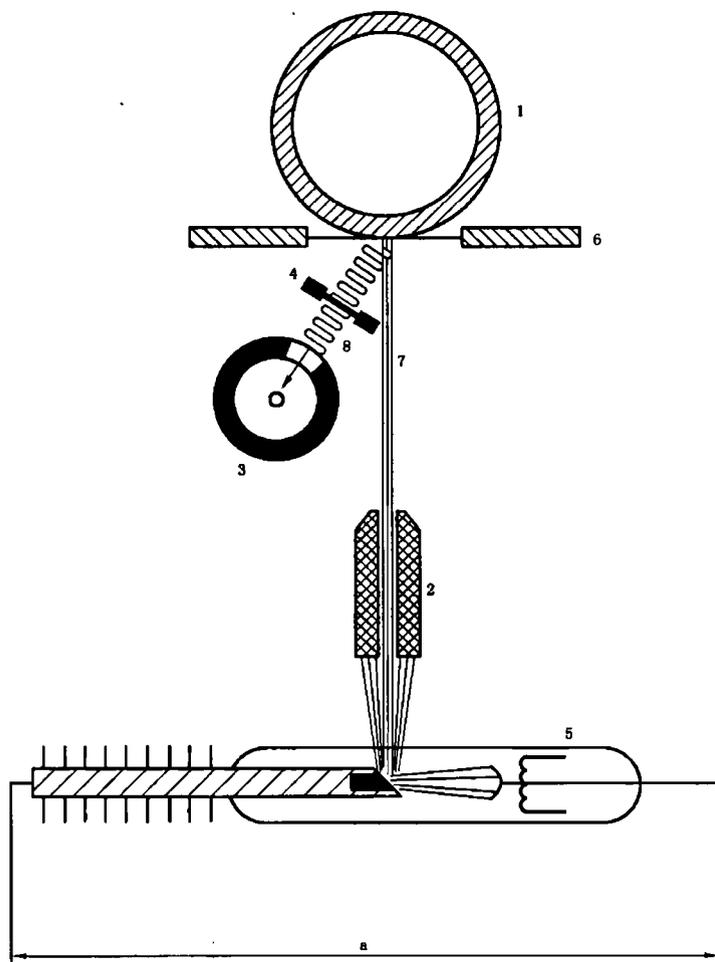
某种合金和化合物,例如锡-铅,可以同时测量其成分和厚度。在某些情况下,该方法也可在 3.8 描述的情况下使用,例如,铜合金基体上/镍/钯/金。因为合金或化合物的厚度测量取决于合金的成分,所

以,必须在测量厚度之前知道或认定其成分或者能测量其成分。

注:认定的成分会引入厚度测量误差。一些覆盖层会通过与基体的互相扩散形成合金,这种合金层的存在可能增加测量的不确定度。

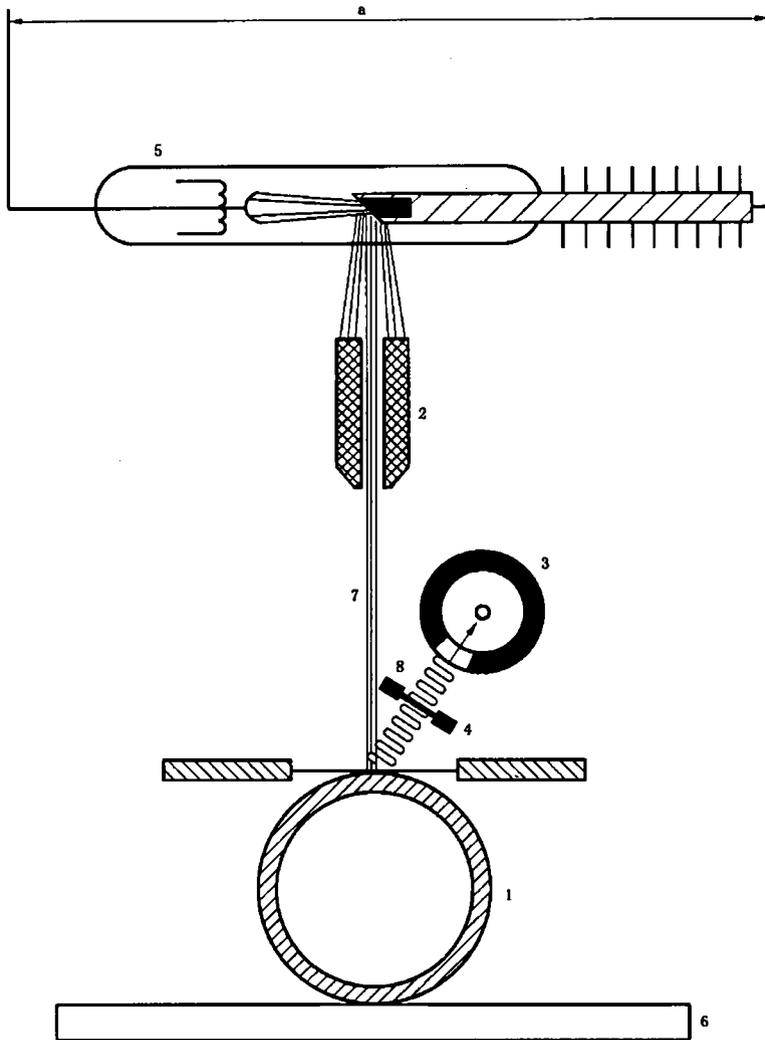
4 仪器

见图3~图5。



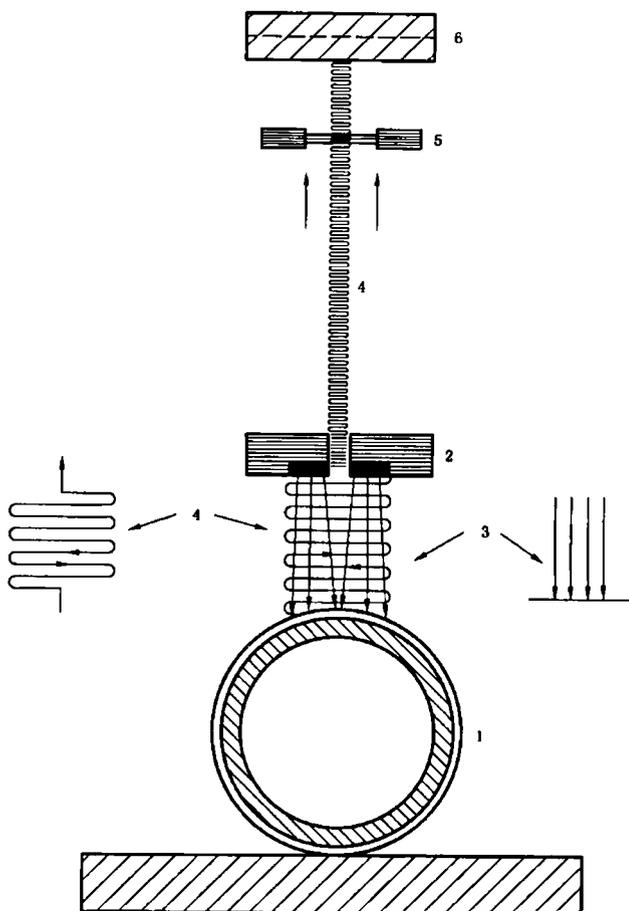
- 1—测试试样;
 - 2—准直器;
 - 3—检测器;
 - 4—吸收器;
 - 5—X射线发生器;
 - 6—试样支架;
 - 7—入射X射线光束;
 - 8—检测和分析的特征荧光X射线光束。
- a 高压。

图3 X射线管图示



- 1—测试试样；
- 2—准直器；
- 3—检测器；
- 4—吸收器；
- 5—X射线发生器；
- 6—试样支架；
- 7—入射X射线光束；
- 8—检测和分析的特征荧光X射线光束。
- a—高压。

图4 带固体试样支架的X射线管图示



- 1 测试试样；
 2 同位素和准直器；
 3 入射 X 射线光束；
 4 检测和分析的特征荧光 X 射线光束；
 5 吸收器；
 6 检测器。

图 5 同位素作为初级 X 射线源图示

4.1 初级 X 射线源

这是一个 X 射线管或适当的放射性同位素，两者都能激发测量用的荧光辐射。

4.2 准直器

采用尺寸精确的单孔或多孔，这些孔在理论上可为任何形状。这种孔的大小和形状决定被测覆盖层表面的入射 X 射线光束的尺寸。现有商用仪器的准直器孔呈圆形、正方形或长方形。

4.3 检测器

接收被测样品的荧光辐射，并将它转化为进行评价的电信号，评价系统用于选择一个或多个表面覆盖层、中间层和/或基体材料的特征能带。

4.4 评价系统

此系统根据软件程序处理获得的数据从而确定试样的单位面积覆盖层质量或覆盖层厚度。

注：符合本标准的测量覆盖层厚度的荧光 X 射线设备在市场上可买到，覆盖层测厚专用设备属于能量色散类设备，常配有微处理器，用以将强度测量转化为单位面积质量或厚度，以储存校正数据以及计算不同的统计测量。荧光 X 射线覆盖层测厚仪主要包括一个初级 X 射线源、准直器、试样台、检测器和一个评价系统。射线源、准直器和检测器通常相互几何固定。如果覆盖层和基体材料的原子序数非常接近，则要引入一吸收器吸收其中一种材料如基体的特征荧光能量。

5 影响测量结果的因素

5.1 计数统计

5.1.1 就时间而论，X 射线量子的产生是随机的，这就意味着在一固定的时间间隔内，发射的量子数不一定总相同，于是产生了统计误差。这种统计误差是所有的辐射测量固有的。因此，一个短计数期（如 1 秒或 2 秒）的计数率可能与一个长计数期的计数率明显不同，在计数率低的时候更是如此。此误差与其他误差，如操作者的错误或使用不正确的标准等引起的误差无关。要将统计误差降到可接受的水平，必须采用一个适当长的计数周期，以积累足够的计数。当使用能量色散系统时，应该认识到预定计数周期的相当大部分可能以死时间而消耗，即超过系统计数容量的时间。遵照制造厂对其特殊仪器的使用说明，可以修正死时间的损失。

5.1.2 随机误差的标准偏差 s 非常近似于计数率和累计时间商的平方根。即：

$$s = \sqrt{\frac{X}{t_{\text{mess}}}}$$

式中：

s ——标准偏差；

X ——计数率；

t_{mess} ——累计时间（测量时间）的秒数。

所测量的 95% 的计数率在这范围内： $x - 2s \leq x \leq x + 2s$

5.1.3 厚度测量的标准偏差与计数率的标准偏差不一样，但与计数率的标准偏差具有函数关系，此关系取决于测量点的校正曲线的斜率。大部分商用 X 射线荧光测厚仪的标准偏差都表示为微米或平均厚度的百分率。

当用解析（数字过滤器）方法时，计数率的标准偏差的另一来源为数学的规则系统。

5.2 校正标准块

用厚度标准块进行校正测量是可行的，标准块的不确定度小于 5%（一些特别情况会更高），但对于薄覆盖层，由于粗糙度、孔隙和扩散等原因，保证 5% 的不确定度十分困难。该校正标准块仅用于覆盖层的归一化计数率在 0.05~0.9 的范围内。

除校正标准块的可靠性之外，校正过程中的测量重现性影响来自不同仪器和不同实验室的覆盖层厚度结果的再现性。

标准块的单位面积质量、密度、厚度和组成必须有保证，且能溯源至国家、国际或其他能接受的标准，供应商和顾客之间能互相接受。

5.3 覆盖层厚度

在可重复的条件下测量厚度范围影响测量的不确定度。在图 2 所示的曲线中，大约在曲线的近似 30%~80% 的饱和状态的相对精度最高。而超出此范围外，在给定时间内测量精度迅速下降。此情况类似于吸收曲线。一般来说，覆盖层材料不同，厚度极限范围不同。

5.4 测量面的尺寸

为了在一较短计数周期内得到满意的统计计数（见 5.1），应选择一个与试样形状和尺寸相称的准

直器孔径以得到尽可能大的测量面。在大多数情况下,被测的有关的或有代表性的面积要大于准直器光束的面积(测量表面的准直器光束面积不一定和准直器孔径尺寸相同)。然而,在有些情况下,被测面积可以比光束面积小(见 5.1)。这种情况被测面积的变化必须充分校正。

一定要注意测量面积是否产生饱和计数率或超过检测器的能力(有些商用仪器会自动限制计数率,但这应经过有关厂商的检验)。

5.5 覆盖层组成

覆盖层中的外来物质如夹杂物、共沉积物或由基体与覆盖层界面扩散形成的合金层,都会对单位面积质量的测量有影响。所以,如有可能厚度和组成同时测量(见 3.7)。

除此之外,厚度的测量还受空洞和孔隙的影响。可采用相同条件制备的并有代表性 X 射线特征的标准块来消除一些误差。由于夹杂物、孔隙或空洞的存在导致密度不同,具有这些缺陷的覆盖层最好以单位面积质量进行测量,如果知道实际覆盖层密度值,将其输入测量仪器就能进行修正(见 5.6)。

5.6 覆盖层密度

如果覆盖层材料的密度与校正标准不同,在测厚时将会产生一个相应的误差。当覆盖层材料密度已知时,则可得到其厚度(见 3.1)。

如果仪器测量以单位面积质量 m 为单位,则线性厚度 d 可由该值除以覆盖层密度 ρ

$$d = \frac{m}{\rho}$$

如果测量使用线性单位密度修正的厚度式为:

$$d = d_m \times \frac{\rho_{\text{standard}}}{\rho_{\text{coating}}}$$

式中:

d ——线性厚度,单位为微米(μm);

d_m ——线性厚度读数,单位为微米(μm);

ρ_{standard} ——校正标准块覆盖层材料的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

ρ_{coating} ——测试试样覆盖层材料的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

m ——测试试样覆盖层单位面积质量,单位为毫克每平方厘米(mg/cm^2)。

5.7 基体成分

如果采用发射方法,那么在下列情况下基体组成差别可忽略不计:

- a) 基体发射的荧光 X 射线不侵入覆盖层能量的特征能带(如果发生侵入,则需采取措施消除其影响);
- b) 基体材料的荧光 X 射线不能激发覆盖层材料。

如果采用吸收方法或强度比率方法,校正标准块或参考标准块的基体成分应和试样的基体成分相同。

5.8 基体厚度

用 X 射线发射方法测量时,双面覆盖层试样的基体应足够厚,以防止任何反面材料的干扰。

用 X 射线吸收方法或强度比率方法测量时,基体厚度应等于或大于其饱和厚度,如果不符合此标准,则必须用相同基体厚度的参考标准校正仪器(见 6.3)。

5.9 表面清洁度

表面上的外来物质会导致测量不精确,保护层、表面处理或油脂也会导致测量不精确。

5.10 中间覆盖层

在中间覆盖层吸收性能不清楚的情况下,吸收方法不能用。在这种情况下,建议采用发射方法。

5.11 试样曲率

如果测量必须在曲面上进行,应选择合适的准直器或光束限制孔,使表面曲率影响最小。测试时选

择比表面曲率更小尺寸的准直器,以降低表面曲率的影响。

注:测量圆柱形表面使用矩形孔为宜。

如果用与试样同样尺寸或形状的标准块进行校正,则可消除试样表面曲率的影响,但这种测量一定要在相同的位置、相同的表面和相同测量面积上进行。这时,有可能使用面积大于测试试样的准直器孔。

5.12 激发能量和激发强度

由于荧光辐射强度取决于激发能量和激发强度,所以所用的仪器必须足够稳定以在校正和测量时提供相同的激发特性,例如,X射线管电流的变化将改变射线管辐射的初级强度。

5.13 检测器

检测系统的不稳定或非正常运行会引入测量误差。所以使用前,要检验仪器的稳定性。

稳定性检验可以是:

- a) 仪器自动进行;
- b) 操作者手动进行。

在两种情况下,将单个参比件或试样放于X光束中,且在检验过程中不要移动,在一较短时间内作一系列的单个计数率测量,该系列的标准偏差不应明显大于该系列平均值的平方根。为了确定较长时期的稳定性,将以上结果与其他时间预先得到的(或储存于仪器中自动检验的)结果相比较。

注:以用于单个测量系列的时间或两个独立测量系列所间隔的时间,来确定那一时期的稳定性。

5.14 辐射程

由于辐射在路径中的损失会增加测量的不确定度,所以辐射程应尽可能短。仪器设计者应按使用范围使辐射程最佳。原子序数低于20的元素不能发射图3、图4、图5所示仪器类型所需的足够强度的辐射。因此测量较低原子序数元素时,必须使用真空或氦分光计。

5.15 计数率转换为单位面积质量或厚度

现代商用仪器使用微处理器将计数率转换为单位面积质量或厚度。微处理器常具有一个用数学方法导出的主程序,该程序在输入适宜的校正或参考标准块后,可满足测试的实际需要。转换的可靠性取决于标准曲线、方程式、计算方法和其他转换方法的正确性,也取决于校正标准块的质量、数量以及相对于被测厚度的标准块校正点的厚度值。

当某一覆盖层导致其他层产生附加荧光时,转换方法应予考虑。在校正标准块确定的厚度范围外推,可能导致很大的误差。

5.16 试样表面的倾斜度

如果试样表面相对于X射线束的倾斜度与在校正过程中不同,则计数率有明显变化,尤其是校正曲线高于0.9时的归一化计数率,将造成极大的厚度变化,例如,倾斜度相差 5° 可造成计数率3%的变化,由此导致厚度12%的变化。

6 仪器的校准

6.1 概述

6.1.1 一般要求

仪器校准应按仪器说明书规定进行,并适当考虑第5章中所述的因素和第8章中的要求。

仪器校准时所用标准块的覆盖层和基体的组成应与被测材料相同。当条件的变化不影响用来计算厚度(和组成)读数的辐射特性时,例外是允许的。

无论何时仪器必须用标准块来校准。当标准块很难得到时,例如,覆盖层和基体材料不常用时,就可用通过以基本参数为基础的计算机模拟的无标样方法来校正。尽管用来校准的任何标准块应与被测材料具有相同的覆盖层和基体组成,但当条件的变化不影响用来计算厚度(和组成)读数的辐射特性时,例外是允许的。

示例:

——待测试样:不锈钢上镀金;

——校准用:镍上镀金;

金上的辐射强度不受镍或不锈钢的辐射特性影响。使用发射方法(见 3.5.1),如果金上的强度交迭的峰值被修正,则可用镍上镀金的标准块来校准。

校准曲线的不确定度的一方面原因是由校准程序中所选择的测量时间而产生,因此必须选择足够长的测量时间,以使标准块计数率测量的不确定度足够小。

6.1.2 线性范围校准

为测量厚度很薄的覆盖层,即产生归一化计数率低于 0.3(满量程的 30%)的线性范围的覆盖层,建议使用未覆盖的基体材料和在线性范围内已知厚度的单个覆盖层厚度标准块进行校准。使用者必须确定要测量的厚度以及校准标准处于线性范围内。

6.1.3 对数范围校准

为在此范围进行测量,在大多数情况下,必须采用至少四个一套的标准块:

——一个未覆盖的基体标准块;

——一个至少为饱和厚度的覆盖层材料标准块;

——一个厚度接近或达到对数范围下限的覆盖层标准块;

——一个厚度接近对数范围上限的覆盖层标准块。

6.1.4 全部测量范围

从零到双曲线范围内进行测量,则必须运用附加的覆盖层标准块,以更严格地限制厚度范围的极限。

用附加覆盖层标准块校准的一些仪器能够在零值和标准块最小厚度值之间内插。如超过标准块最大厚度,一般不要外推,否则可能会导致不可靠结果(见 5.2)。

6.1.5 计算机模拟主要参数的无标样技术

对无标样技术来说,模拟软件必须精确地模拟试样真实的物理特性。

此项技术可获得厚度和组成的测量值,而这在过去是很困难的或是不可能。然而,如使用标准块其测量准确性则会提高。遵循 6.1.1 的相同的程序和同样的限制条件,通过外加的标准块来修正这些测量。

当试样和所用的标准块不具备 6.1.1 的条件时,若满足以下条件时基于基础参数技术的计算机模拟将适用这些情况:

a) 标准块覆盖层的组成与被测部分没有明显不同;

b) 如果基体成分的特征辐射影响计算覆盖层厚度和成分的辐射强度,标准块基体的成分与试样没有明显的不同。

6.2 标准块

6.2.1 一般要求

使用可靠的参考标准块校准仪器。最后的测量不确定度直接取决于校准标准块的测量不确定度和测量精度。

参考标准块应具有已知单位面积质量或厚度的均匀的覆盖层,如果是合金,则应知其组成。参考标准块的有效或限定表面的任何位置的覆盖层不能超过规定值的 $\pm 5\%$ 。只要用于相同组成和同样或已知密度的覆盖层,规定以厚度为单位(而不是单位面积质量)的标准块,将是可靠的。合金组成的测定,校准标准不需要相同,但应当已知。

6.2.2 金属箔标准片

如果使用金属箔贴在特殊基体表面作标准片,就必须注意确保接触面清洁,无皱折扭结。任何密度差异,除非测量允许,否则必须进行补偿后再测。

6.3 标准块的选择

可用标准块的单位面积质量或厚度单位校准仪器。如果是以后者校正,厚度值必须伴随着覆盖层材料的密度,或者如果标准块的厚度由单位面积质量的测量来校正,则其厚度值伴随着假定的密度。标准块应与被测试样具有相同的覆盖层和基体材料(见 5.7 和 5.8),尽管一些仪器设计允许与此目标有一些偏离(见 3.1)。

6.4 标准块的 X 射线发射(或吸收)特性

校正标准块的覆盖层应与被测覆盖层具有相同的 X 射线发射(或吸收)特性(见 5.6)。

6.5 厚度标准块的基体 X 射线发射特性

如果厚度由 X 射线吸收方法或比率方法确定,则厚度标准块的基体应于被测试样的基体具有相同的 X 射线发射特性,通过比较被测试样与校正参考标准块的未镀基体所选的特征辐射的强度,可以证明这一点。

6.6 基体厚度

在 X 射线吸收方法或比率方法中,除非超过其饱和厚度(见 2.3),否则试样与校正标准块的基体厚度应该相同。

如果覆盖层的曲面不能用平面校准时,则要:

- a) 遵照 5.11 的预防措施;或者
- b) 用与试样具有相同曲率的标准块进行校正。

7 规程

7.1 一般要求

按仪器说明书操作仪器,同时适当考虑第 5 章中所列的因素及 6.2 和第 8 章的精度要求。

7.2 准直器或孔

根据试样的形状和有效测试面积的大小选择准直器或孔。确保准直器孔口与试样之间的距离在测量过程中保持不变。根据仪器说明书,检验试样表面入射 X 射线光束的位置和面积。

7.3 曲面测量

测量曲面时,如能选择足够小的准直器孔使得被测试的曲面特性近似符合平表面,可用平面厚度标准块校正后进行测量。否则,应考虑 5.4 和 5.11 的要求。

7.4 校准校核

通过重复测量校准标准块或已知单位面积质量或厚度的参考试样,周期性或一个测量系列前校核仪器校准。当厚度测量变化大到不能满足第 8 章的要求时,应重新校准仪器。

7.5 测量时间

由于测定不确定度取决于测量时间,应选取足够的时间以产生一个可接受的、低的测量不确定(重现性)。

7.6 测量次数

测量不确定度部分决定于测量次数,增加测量次数可降低测量不确定度。假如测量次数增加 n 倍,则测量不确定度将降低 $1/\sqrt{n}$ 。

在入射 X 射线光束上下的同一测量面内重复定位进行至少 10 次测量,来计算标准偏差。

7.7 防护措施

见第 1 章警告。

7.8 结果表示

强度值(计数率)向单位面积质量或厚度的转换,商售仪器可自动进行。对于其他仪器,使用适当的校准标准绘制类似于图 1 的曲线。除非另有规定,单位面积质量的结果用 mg/cm^2 表示,厚度测量结果用 μm 表示。

8 测量不确定度

仪器的校准和操作都应使测量不确定度小于10%。

测量的不确定度同样还取决于标准块的真实性、校准曲线的精确性、测量的重现性以及第5章描述的未修正的系统因素。为降低测量的不确定度,可以增加测量时间、提高校准和测试试样的测量次数,选择最大可能的准直器或孔的尺寸。

9 测试报告

测试报告应包括下列内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 试样的准确标识;
- c) 测量日期;
- d) 试样上测量位置;
- e) 平均每份报告的测量次数;
- f) 如果两尺寸不同,要标明准直器孔径和测量面积大小;
- g) 测量数值;
- h) 用于厚度计算的密度值及使用理由;
- i) 报告的测量值具有代表性的标准偏差;
- j) 与本标准方法的差别;
- k) 可能影响报告结果解释的因素;
- l) 实验室名称和操作者姓名;
- m) 最近期的校准证书或其他可接受的参考标准块的使用及溯源。

附录 A
(资料性附录)

常见覆盖层测量的典型测量范围

表 A.1 常见覆盖层测量的典型测量范围

覆盖层	基 体	近似厚度范围	
		μm	in
铝	铜	0~100.0	0~0.004
铜	铁	0~60.0	0~0.002 4
铜	铝	0~30.0	0~0.001 2
铜	铁	0~30.0	0~0.001 2
铜	塑料	0~30.0	0~0.001 2
金	陶瓷	0~8.0	0~0.000 32
金	铜或镍	0~8.0	0~0.000 32
铅	铜或镍	0~15.0	0~0.000 6
镍	铝	0~30.0	0~0.001 2
镍	陶瓷	0~30.0	0~0.001 2
镍	铜	0~30.0	0~0.001 2
镍	铁	0~30.0	0~0.001 2
钯	镍	0~40.0	0~0.001 6
钯-镍合金	镍	0~20.0	0~0.000 8
铂	钛	0~7.0	0~0.000 28
铱	铜或镍	0~50.0	0~0.002 0
银	铜或镍	0~50.0	0~0.002
锡	铝	0~60.0	0~0.002 4
锡	铜或镍	0~60.0	0~0.002 4
锡-铅合金	铜或镍	0~40.0	0~0.001 6
锌	铁	0~40.0	0~0.001 6

注 1: 在整个范围内测量不确定度不是恒定的,而且靠近每个范围两端会增大。
 注 2: 所给定的范围是近似的,而且主要取决于可接受的测量不确定度。
 注 3: 如果同时测量表层和中间层,由于荧光 X 射线光束的各种相互作用,即表层会吸收中间层的荧光,那么各覆盖层材料可测厚度范围会发生变化,例如测量在铜上的金和镍时,若金覆盖层厚度超过 2.0 μm ,则无足够的荧光保证镍层高精度测量。
 注 4: 当进行厚度大于 0 μm (如铜或镍上的金: $\pm 0.005 \mu\text{m}$)覆盖层厚度测量过程中,测量仪应显示仪器规定的测量不确定度。这就必须了解测量范围的下限。

参 考 文 献

ISO 2080:1981《电镀及有关工艺 术语》

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金 属 覆 盖 层 覆 盖 层 厚 度 测 量
X 射 线 光 谱 方 法
GB/T 16921—2005/ISO 3497:2000

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com

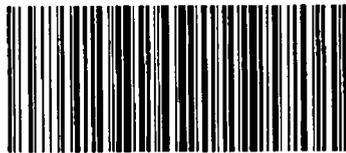
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字
2006 年 4 月 第 一 版 2006 年 4 月 第 一 次 印 刷

*



GB/T 16921-2005

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533