



中华人民共和国国家标准

GB/T 20018—2005/ISO 3543:2000

金属与非金属覆盖层 覆盖层厚度测量 β 射线背散射方法

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

(ISO 3543:2000, 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
中国国家标准化管理委员会

发布



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金属与非金属覆盖层 覆盖层厚度测量
 β 射线背散射方法
GB/T 20018—2005/ISO 3543:2000

*

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.bzecs.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 字数 22 千字
2006年4月第一版 2006年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-27291 定价 12.00 元

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



GB/T 20018-2005

前 言

本标准等同采用 ISO 3543:2000(E)《金属与非金属覆盖层 覆盖层厚度测量 β 射线背散射方法》(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 3543 作了如下修改:

——取消了 ISO 3543 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。

目 次

前言 I

1 范围 1

2 术语和定义 1

3 原理 3

4 仪器 3

5 影响测量不确定度的因素 4

6 仪器的校准 7

7 测量程序 7

8 测量不确定度 8

9 测试报告 8

附录 A (资料性附录) 一般信息 10



金属与非金属覆盖层 覆盖层厚度测量 β 射线背散射方法

1 范围

警告 测量覆盖层厚度的 β 射线背散射仪使用各种放射源,尽管这些放射源的强度通常很低,但如果处理不当,对人的健康还是有害的。因此,操作人员必须遵守现行的国际和国家标准及地方法规。

本标准规定了应用 β 射线背散射仪无损测量覆盖层厚度的方法。它适用于测量金属和非金属基体上的金属和非金属覆盖层的厚度。使用本方法,覆盖层和基体的原子序数或等效原子序数应该相差一个适当的数值。

注:由于 X 射线荧光方法的使用,β 射线背散射方法越来越少用于覆盖层厚度的测量,然而,由于它的消耗低,对许多应用来说,它仍是一种非常有用的测量方法。此外,它具有较宽的测量范围。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

放射性衰变 radioactive decay

一种自然的核蜕变。蜕变中放射粒子或 γ 射线或被轨道电子捕获而放射 X 射线,或原子核发生自然裂变[ISO 921:1997,定义 972]。

2.2

β 粒子 beta particle

核蜕变过程中,由原子核或中子发射的带正电荷或带负电荷的电子[ISO 921:1997,定义 81]。

2.3

发射 β 的同位素 beta-emitting isotope

β 发射源 beta-emitting source

β 发射体 beta-emitter

其原子核发射 β 粒子的物质。

注 1: β 发射体可以按其蜕变时释放出来的粒子的最大能级分类。

注 2: 表 A.1 列出了 β 射线背散射仪使用的一些同位素。

2.4

电子伏特 electron-volt

一个能量单位,等于通过电位差为 1 V 的一个电子的能量变化[ISO 921:1997,定义 393]。

注 1: $1\text{ eV}=1.60219\times 10^{19}\text{ J}$ 。

注 2: 因为这个单位对所遇到的 β 粒子来说太小,所以通常用百万电子伏特(MeV)。

2.5

活度 activity

衰变率 disintegration rate

在一个适当小的时间间隔内,一定数量物质发生的自然核蜕变数除以该时间间隔[ISO 921:1997,定义 23]。

注 1: 在 β 背散射测量中, 活度越高, 相应的 β 粒子发射就越多。

注 2: 活度的国际单位是贝克勒尔(Bq)。用在 β 背散射仪的放射性元素的活度通常以微居里(μCi)表示($1\mu\text{Ci}=3.7\times 10^4\text{ Bq}$, 表示每秒中有 3.7×10^4 个衰变)。

2.6

放射性半衰期 radioactive half-life

一放射性衰变的活度减少到它原来数值一半所需要的时间[ISO 921:1997, 定义 975]。

2.7

散射 scattering

入射的粒子或辐射与粒子或粒子体系碰撞而使其方向或能量发生变化的过程[ISO 921:1997, 定义 1085]。

2.8

背散射 backscatter

粒子进入物体沿同一表面背向离开该物体的散射。

注: β 射线以外的辐射由覆盖层和基体产生发射或背散射, 它们中有一些可能被包含在背散射测量之中。在本标准中, 背散射这一术语的使用意味着所有辐射测量。

2.9

(物体的)背散射系数 R backscatter coefficient(of a body)

物体背散射粒子数与入射粒子数之比。

注: R 值与同位素活度和测量时间无关。

2.10

背散射计数 backscatter count

2.10.1

绝对背散射计数 X absolute backscatter count

在一固定的时间间隔内, 检测器接收到的背散射粒子数。

注: X 与同位素的活度、测量时间、测量系统的几何形状以及检测器的性能有关。通常, 若无覆盖层材料得到的计数为 X_0 , 覆盖层材料得到的计数为 X_s , 为得到这些数值, 所得材料的厚度都应超过其饱和厚度(见 2.13)。

2.10.2

归一化背散射计数 X_n normalized backscatter count

一个与同位素的活度、测量时间和检测器性能无关的数值, 它由下式决定

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

式中:

X_0 ——基体材料在饱和厚度时的绝对背散射计数;

X_s ——覆盖层材料在饱和厚度时的绝对背散射计数;

X ——覆盖层试样的绝对背散射计数。

从相同的时间间隔取得每次计数。

注 1: X_n 值在 0~1 之间。

注 2: 为简便起见, 通常将归一化背散射计数 X_n 乘 100 后以百分数表示。

2.11

归一化背散射曲线 normalized backscatter curve

覆盖层厚度与 X_n 的函数关系曲线。

2.12

等效(表观)原子序数 equivalent (apparent) atomic number

一种可能是合金或化合物的材料, 某一种元素的背散射系数 R 与这种材料相同, 则该元素的原子序数可视为这种材料的等效原子序数。

2.13

饱和厚度 saturation thickness

当材料厚度增加,而产生的背散射不再改变,这种情况下的材料最小厚度即为饱和厚度。

注:图 A.1 显示了饱和厚度 S 按不同的同位素划分作为密度的系数。

2.14

密封射线源 sealed source

放射源被密封在一个容器内或具有粘合牢靠的包裹物。为了在使用和磨损的条件下,防止放射性材料泄漏和与人接触,容器和包裹物应该很坚固[ISO 921:1997,定义 1094]。

注:密封射线源也可称密封同位素。

2.15

孔眼 aperture

支撑试样的障板的开口,决定覆盖层厚度的被测面积的尺寸。

注:障板也被称为台板、开孔台板或试样支座。

2.16

放射源的几何结构 source geometry

指放射源、孔眼和检测器之间的相互位置。

2.17

死时间 dead time

盖革-弥勒计数管对接收更多的粒子不再有反应的那个时间间隔。

2.18

分辨时间 resolving time

盖革-弥勒计数管及其连接的电子装置当计数电路对输入更多的脉冲不再响应的恢复时间。

2.19

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]。

2.20

基体 substrate

被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

当 β 粒子射到材料上时,其中一部分发生背散射,这种背散射主要是该材料原子序数的函数。

如果物体表面有覆盖层,基体和覆盖层材料的原子序数相差又足够大,那么,背散射的强度将介于基体与覆盖层的背散射强度之间。用适当的仪器显示,就可以根据背散射强度测出覆盖层单位面积质量,如果覆盖层的密度均匀,则它与厚度成正比,即与被测面积内的平均厚度成正比。

表示覆盖层厚度与 β 背散射强度关系的曲线是连续的,并且可以细分为三个区域,如图 1 所示, X 轴为归一化计数 X_n , Y 轴为覆盖层厚度的对数。在 $0 \leq X_n \leq 0.3$ 区域,曲线基本呈线性,在 $0.3 \leq X_n \leq 0.8$ 区域,曲线近似为对数,也就是说,当描绘于半对数坐标纸上,就像在图 1 中,曲线近似为直线。在 $0.8 \leq X_n \leq 1$ 区域,曲线近似为双曲线。

4 仪器

β 背散射仪由下列部分组成:

- a) 一个主要发射 β 粒子的放射源(同位素),其 β 粒子能量适合测量覆盖层厚度;
- b) 一个探头或测量系统,它应该具有一系列的孔眼,以便限制 β 粒子射到试样上测量覆盖层厚度的面积。它还包括一个可以对背散射粒子计数的检测器,例如盖革-弥勒计数器(或计数管);
- c) 一个显示背散射强度的读数仪表;
- d) 读数仪表显示可以是仪表读数或数字显示,读数可以是比例的绝对计数或绝对归一化计数,也可以是厚度单位或单位面积质量表示的覆盖层厚度。

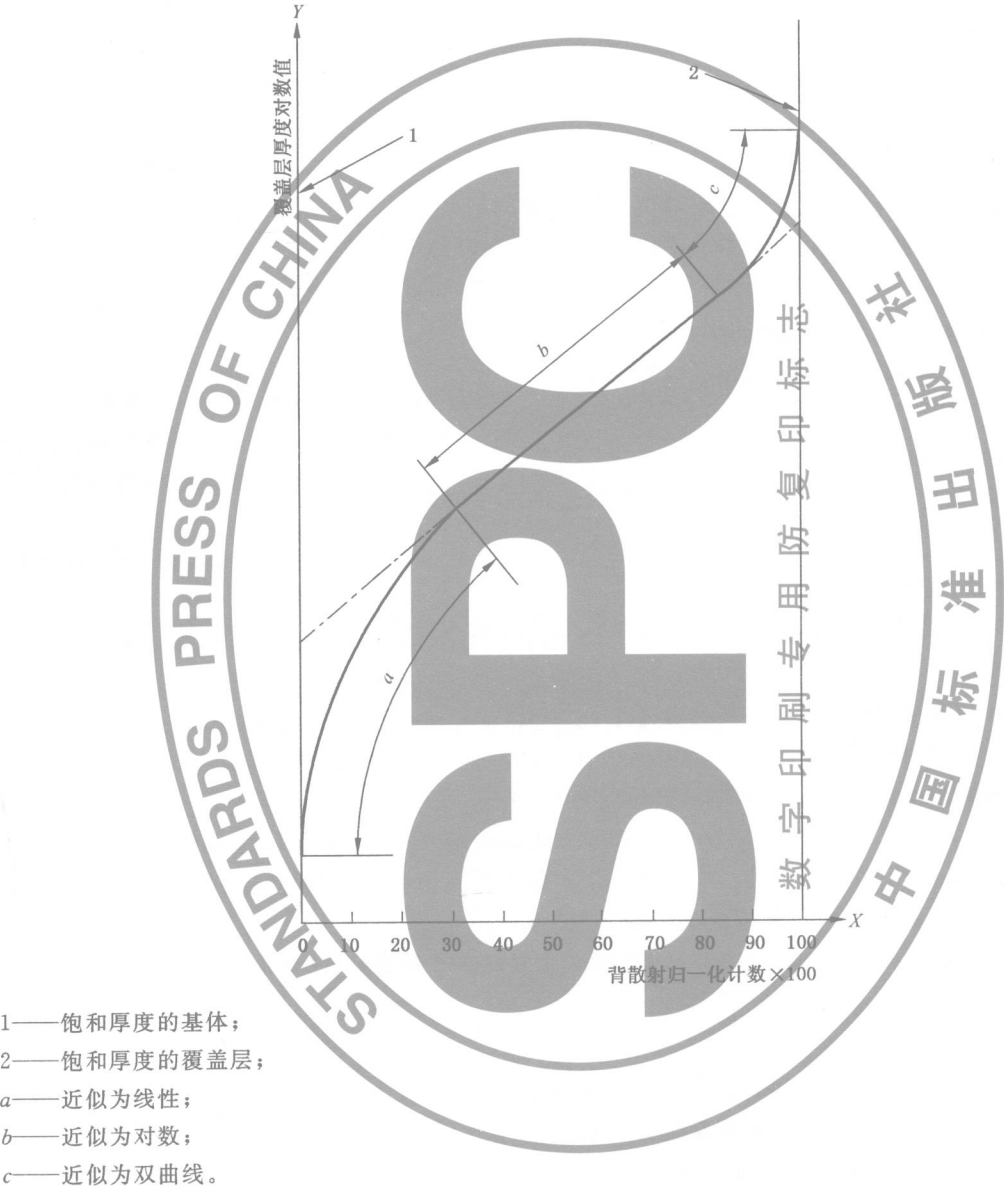


图 1 典型的归一化背散射曲线

5 影响测量不确定度的因素

5.1 计数统计

放射性衰减以一种随机的方式发生。这就意味着在每一个固定的时间间隔内,背散射的 β 粒子数将不总是一样的,于是引起辐射计数固有的统计误差。因此,短计数间隔(例如 5 s)的计数率测定可能与较长计数周期的计数率测定有较大的差异,当计数率低时尤其如此。为了减少统计误差到可以接受的程度,计数间隔必须足够长,以积累足够的计数数量。

通常计数的标准偏差 σ 很接近绝对计数的平方根,即 $\sigma=\sqrt{X}$;有95%的情况真正的计数在 $X\pm 2\sigma$ 以内。为了判断有效的精度,往往将标准偏差表示为计数的一个百分数,即用 $100\sqrt{X}/X$ 或 $100/\sqrt{X}$ 表示,这样100 000个计数给出的数值将比1 000个计数精确10倍。无论何时,选择的计数时间间隔至少能提供100 000计数,这相当于放射性衰减的随机性质所引起的标准偏差为1%。

直接读数仪器也有这些统计的随机误差。但是如果这些仪器不能显示实际的计数率,确定精度的一种方法是对覆盖层试样的同一部位进行多次重复测量,再用常规的方法计算其标准偏差。

注: β 背反射测厚的精度总是低于5.1描述的精度,因为它与5.2~5.17描述的因素也有关。

5.2 覆盖层和基体的材料

由于测量的背散射强度与基体和覆盖层的原子序数有关,测量的不确定度在很大程度上将取决于这些原子序数的差异。所以,测量参数相同,则原子序数相差越大,测量就越精确。

大多数应用得到的一个规则是:基体和覆盖层原子序数差不应少于5。原子序数低于20的材料,差值可以降低到较高的原子序数的25%;原子序数高于50的材料,这个差值至少为较高的原子序数的10%。可以假定大多数无填充塑料和相近的有机材料(如感光性树脂)的等效原子序数近似为6。

注:表A.2给出了一些典型的覆盖层和基体材料的原子序数。

5.3 孔眼

不论商业上的背散射仪的放射源的准直特性如何,检测器记录到的背散射几乎总是为暴露于障板孔眼的那部分试样和样品支撑台所产生背散射的总和。所以最好采用低原子序数的材料制造台板,应用的台板尽可能选择大的孔眼。然而,如果孔眼的边缘磨损或损坏,或试样不能与边缘适当地接触,仍然会产生误差。

为了避免另一个变量即检测试样尺寸的影响,试样上的测量面积应该保持不变,也就是说,孔眼应该比被测表面的面积小。

5.4 覆盖层厚度

5.4.1 在对数区域,相对测量误差近似不变,且为最小值。

5.4.2 在线性区域,以单位面积质量或厚度表示的绝对测量误差近似不变。这就意味着随着覆盖层厚度减少,相对测量误差增加。靠近 $X_a=0.3$ 的地方,线性区和对数区的相对误差大致相等。这就是说为了实用目的,可以用该点的相对误差来计算整个线性区域的绝对误差。

5.4.3 在双曲线区域,测量误差总是比较大,因为 β 背散射强度较小变化将使被测覆盖层厚度的测量值产生大的变化。

5.5 检测器的分辨时间

因为盖革-弥勒计数管有死时间(见2.17),所以读数仪表显示的计数总是低于其他方法所得的实际的 β 粒子的背散射计数。除非计数率非常高,它才不至于降低测量精度。

5.6 放射源的几何形状

放射源相对于检测试样的某一位置放置,可以获得最好的测量精度。这个位置与放射源 β 粒子束的准直、孔眼的部位、形状和尺寸的大小有关。如果可能,射线的背散射大部分应该来自检测试样,而不是来自台板。通常,当同位素放在有孔眼的台板上,并被调节到最佳位置时,测量不确定度可以减至最小。必须按照说明书规定安装放射源。

5.7 曲率

该测试方法对试样的曲率敏感,但是如果试样表面凸入台板孔眼的尺寸不超过 $50\mu\text{m}$,或者用具有与试样相同的曲率的标准块进行校正,则归一化背散射曲线仍然相同。通过特别选择的开孔台板或障板,同位素安放在一个最佳的固定位置上,平面和曲面试样可以得到几乎相同的读数。这样可以使用平面试样标准块来测量曲率试样。

多数情况下最大孔径尺寸和样品表面曲率因不同的仪器设计而不同。详细情况可以从制造者提供的数据得到。

5.8 基体厚度

5.8.1 覆盖层和基体材料之间没有中间层的试样

这种试验方法对基体厚度敏感,但对每一种同位素和材料都有一个临界厚度,称为“饱和厚度”。超过这个厚度,基体厚度增加,将不再影响测量。饱和厚度取决于同位素的能量和材料的密度,材料的原子序数影响很小。如果仪器制造厂没有提供这些数据,则由实验确定。

如果试样基体厚度小于饱和厚度,但恒定不变,通常经过基体校正后,仍不影响测量精度。但是如果基体厚度小于饱和厚度,而且是变化的,此方法得不到一个单一的覆盖层厚度值,而是一个具有上下限的厚度范围。如果读数仪表能够显示绝对或归一化背散射计数率,当没有实际标准块时,也可应用简化的图表来决定每一基体厚度的这一范围。如果制造者没有提供这个范围的数据,则需要由实验决定。

5.8.2 覆盖层和基体材料之间有中间层的试样

如果紧靠覆盖层的中间层的厚度大于饱和厚度,基体厚度的任何变化对试验方法没有影响,仪器只需用具有的中间层作为基体材料的标准块进行校正。

如果中间层的厚度小于饱和厚度,但恒定不变,通常经过基体校正后,不影响测量精度。但是如果中间层厚度小于饱和厚度,而且是变化的,此方法得不到一个单一的覆盖层厚度值,而是一个具有上下限的厚度范围。如果读数仪表能够显示绝对或归一化背散射计数率,当没有实际标准块时,也可应用简化的图表来决定每一基体厚度的这一范围。如果制造者没有提供这个范围的数据,则需要由实验决定。

5.9 表面清洁度

灰尘、油脂、腐蚀产物等外来物质会导致错误的读数。某些金属镀层上形成的自然氧化膜会产生偏低的读数,特别是当需要应用能量低于 0.25 MeV 的同位素进行测量时,更是如此。

5.10 基体材料

为了得到精确的厚度读数,要求试样基体产生的背散射和校正标准块产生的相同。如果不同,就要采用其他的校正标准块,或根据说明书进行适当的修正。

5.11 覆盖层材料的密度

β 背散射试验方法基本上是一种比较方法,比较试样上覆盖层材料与标准块上覆盖层材料单位面积质量。如果它们二者有差异,必须根据这些差异修正厚度读数。修正的方法是先用校正标准块的覆盖层密度乘测得的厚度值,然后用试样的覆盖层密度除这个乘积。覆盖层材料中的孔隙和空洞也可以改变材料的表观密度。

5.12 覆盖层的组成

因为覆盖层的成分影响单位面积覆盖层的质量,所以也影响仪器的灵敏度(β 背散射总数)。如果合金元素的密度彼此相近,例如钴-镍合金,此影响可以忽略。当合金元素的量很少,例如在高合金镀层中,此影响也很小。

5.13 β 粒子能量

对于某一同位素,在整个测量范围内,测量精度是变化的,但在归一化 β 背散射曲线(见图 1)的对数部分精度最高。因此无论何时,都应尽可能这样选择同位素,使测量都落在标准曲线 $0.3 \leq X_n \leq 0.8$ 的范围内。

通常,对于合适的同位素的选择,制造商已作了说明。

5.14 测量时间

测量时间太短,测量精度不高,因此测量时间要根据要求的测量精度选择。每当测量时间增加 n 倍,计数的误差就减少到原值的 $1/\sqrt{n}$ 。

5.15 放射源的活度

计数率与放射源的活度有关。旧放射源活度低,要使测量精确,就需要特别长的测量时间(见 5.1)根据实际经验,放射源到半衰期就要更换。

5.16 覆盖层-基体组合

测量精度与覆盖层和基体之间的原子序数之差有关。此差别越大,测量精度越高(见 5.2)。

5.17 表面粗糙度

覆盖层表面粗糙度能影响测量精度,但通常可以忽略不计,特别是在 β 粒子的能量高、而覆盖层的原子序数低时更是如此。

6 仪器的校准

6.1 校正次数

在测量前或每次测量条件改变时,都要用标准校正块校正 β 背散射仪。使用期间,至少每 4 h 要核对上述的校正。而且根据仪器的稳定性,至少每 1 h 要在一个点上校正一次,这个点通常选在没有覆盖层的基体材料上。校正时要注意第 5 章所列的因素和第 7 章中的规程。

6.2 校正方法

除零点外,整个校正曲线可根据对数区域的两个点校正,如果对数区域的斜率已知,也可以根据对数区的一个点来校正,但前者需要两个校正块,而后者只需要一个。

6.3 校正标准块

仪器应该用具有均匀覆盖层厚度的标准块校正,只要可能,这些标准块应该有 5% 或更高的精度(见 8.2)。标准块的基体和覆盖层材料的原子序数应该与试样的相同或等效。相应的未覆盖镀层的基体材料和覆盖层材料的标准块也看作是“校正”标准。有时也可以用覆盖层的材料箔贴在基体上校正仪器,这些箔片应该清洁、平滑、厚度均匀并能与基体紧密接触。

校正标准块基体的背散射特性应与试样的相同,检验的方法是比较它们未覆盖镀层的基体材料的背散射强度。

如果标准块的覆盖层材料的原子序数与试样相同或等效,但密度不同,此时,归一化背散射曲线实际上是平行的。在这种情况下,厚度的测量应该按不同的密度修正(见 5.11)。

如果用材质不同但 β 背散射性能相同的材料做成等效校正标准块校正仪器,则在测量前应该确定它们的适用性。

6.4 基体厚度

除非超过规定的饱和厚度(见 5.8.1),试样和校正标准块的基体厚度应该相同。如果不同,则必须进行适当的修正。

6.5 曲率

试样和校正标准块的曲率应该相同,除非能够证明平面试样和曲面试样的读数实际上是相同的,否则,读数应该进行修正。

7 测量程序

7.1 校正和操作

每一仪器应该按照说明书操作,要特别注意第 5 章所列的因素,按照第 6 章进行校正。

每当仪器投入使用,或使用期间,都要按 6.1 所规定的时间间隔,对仪器的校正进行检验。

7.2 注意事项

7.2.1 基体厚度

基体厚度应该超过饱和厚度。如果没有超过,要确保用一个与试样厚度和性质相同的基体校正,或者根据 5.8 所述的规程修正读数。

7.2.2 测量孔眼

测量孔眼的尺寸依赖于试样的形状和尺寸。应该遵循制造者关于测量孔眼选择的建议。测量的孔眼决不能大于试样上覆盖层的有效测量面积。除非是进行连续或大面积测量,试样应该对着测量孔眼

稳固可靠地放置。

7.2.3 曲面试样

校核测量孔眼使之适合试样的曲率半径,如果仪器未用与试样曲率半径相同的标准块校正,就按下述方法检验用于测量的校正是否适用。

需要两个试验试样,一个是曲面试样,另一个是同种材料的平面试样。

将平面试样放在台板的孔眼上并与其紧密接触。记录在本仪器、同位素和台板条件下该试样所得到的计数率,移动并重新放置试样几次,记下每一次的计数率,确定计数率的平均值以及相关的偏差。

用曲面试样取代平面试样,重复平面试样的程序。如果所用的台板对这个试验完全合适,曲面试样所得的平均计数率应该完全在平面试样所确定的范围内。实际上,由曲率引起的小误差与覆盖层测量误差(见 5.4)比较可以忽略,则是可以允许的。

7.2.4 基体材料

标准块的基体所产生的背散射应该与试样的相同。这点可根据实际试验验证。如果有显著不同,应遵照说明书进行修正,或用与试样一致的新标准块校正。

7.2.5 表面清洁度

所有外来杂质,如灰尘、油脂、漆、氧化物和转化膜在测量前都应从表面除去。清洗时不能除去任何覆盖层。应该避免在有溶渣、酸蚀点等可见缺陷的表面上进行测量。

7.2.6 测量时间

所用的测量时间要满足读数的重现性和所要求的精度。

7.2.7 连续测量

被测材料、测量供给装置和测量头都应该处于仪器制造厂建议规定的条件。

8 测量不确定度

8.1 市场上已有测量不确定度为百分之几的覆盖层测厚仪。

8.2 仪器和操作应能使测得的覆盖层厚度的误差不超过真实厚度值的 10%。

9 测试报告

测试报告应包括下列内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 试样的明确标识;
- 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) 孔眼的尺寸;
- g) 根据实际的重复测量计算所得的测量值和标准偏差应附有所用校正标准块鉴定和可靠性的说明(见注);不论何时厚度测试报告都应该附有下列说明或与它们等效的情况说明(见 6.3):
 - 1) 未对密度修正的覆盖层厚度;
 - 2) 覆盖层与校正标准块的成分不一样;
 - 3) 试样基体和校正标准块不同,有无对它们之差进行修正。
- h) 用于厚度计算的密度值及使用理由;
- i) 本标准测量方法的任何偏差;
- j) 可能影响报告结果解释的因素;
- k) 实验室名称和操作者姓名;
- l) 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。

注：在实际测量之前，根据某些说明书，可以确定厚度测量随机误差的简便方法。如果没有，可按下列两种方法确定误差：

- 1) 根据重复的厚度测量计算标准偏差；
- 2) 根据重复的计数，计算计数率的标准偏差，并计算厚度的等效偏差。

附 录 A
(资料性附录)
一 般 信 息

表 A.1 列出 β 背散射仪的一些同位素,表 A.2 列出了一些典型覆盖层和基体的原子序数。图 A.1 显示了厚度 S 作为各种同位素的函数关系。

表 A.1 β 背散射仪使用的同位素

同位素或源	符号	$E_{\max}$ MeV	半衰期 年
碳	C-14	0.16	5 750
钷	Pm-147	0.22	2.6
铊	Tl-204	0.77	3.8
铋-铅(镭 D+E)	Bi-210	1.17	19.4
锶	Sr-90	2.27	28
钌	Ru-106	3.54	1
$E_{\max}$ = β 射线的最大能量。			

表 A.2 某些常用覆盖层和基体的原子序数

元 素	原 子 序 数
铝	13
镉	48
铬	24
钴	27
铜	29
金	79
铁	26
铅	82
镁	12
镍	28
有机材料	≈ 6
铂	78
铈	45
银	47
锡	50
钛	22
锌	30

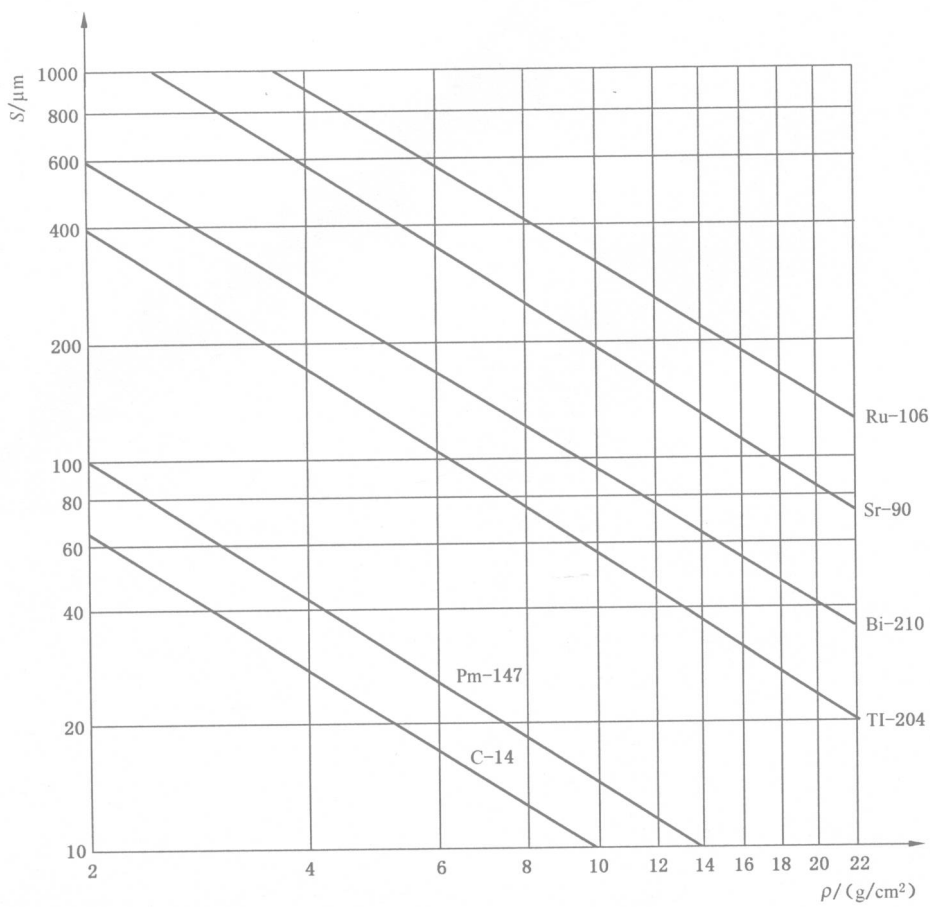


图 A.1 不同同位素饱和厚度 S 与密度 ρ 的关系