

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10618:2014

ISO 9220:1988

Xuất bản lần 1

**LỚP PHỦ KIM LOẠI - ĐO CHIỀU DÀY LỚP PHỦ -
PHƯƠNG PHÁP HIỂN VI ĐIỆN TỬ QUÉT**

*Metallic coating - Measurement of coating thickness -
Scanning electron microscope methods*

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10618:2014 hoàn toàn tương đương ISO 9220:1988.

TCVN 10618:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 174, *Đồ trang sức* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lớp phủ kim loại - Đo chiều dày lớp phủ - Phương pháp hiển vi điện tử quét

Metallic coating - Measurement of coating thickness - Scanning electron microscope methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định một phương pháp đo chiều dày cục bộ của lớp phủ kim loại bằng cách kiểm tra mặt cắt ngang với sự trợ giúp của kính hiển vi điện tử quét (SEM). Đó là phương pháp phá hủy và có độ không đảm bảo đo nhỏ hơn 10 % hoặc 0,1 μm , tùy chọn cách nào tốt hơn. Nó có thể được sử dụng cho chiều dày tới vài milimet, nhưng thông thường khi áp dụng, thực tiễn hơn là sử dụng kính hiển vi quang học (ISO 1463).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu dưới đây là rất cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu có ghi năm công bố, áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu không có năm công bố, áp dụng phiên bản mới nhất kể cả các sửa đổi (nếu có).

ISO 1463:1982, *Metallic and oxide coatings – Measurement of coating thickness – Microscopical method* (Lớp phủ ôxyt và kim loại – Đo chiều dày lớp phủ - Phương pháp hiển vi quang học).

ISO 3543:1981, *Metallic and other non-organic coatings – Definitions and conventions concerning the measurement of thickness* (Lớp phủ kim loại và phi hữu cơ khác – Định nghĩa và các quy ước liên quan đến phép đo chiều dày).

3 Định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau.

3.1

Chiều dày cục bộ (local thickness)

Giá trị trung bình của các phép đo chiều dày mà ở đó một số lần đo quy định được tiến hành trong một diện tích tham chiếu (xem ISO 2064).

4 Nguyên lý

Mẫu thử từ một mặt cắt ngang của lớp phủ được cắt, mài và đánh bóng dùng để kiểm tra kim tương bằng một kính hiển vi điện tử quét. Phép đo được thực hiện trên một vi ảnh quy ước hoặc trên một ảnh chụp của tín hiệu video dạng sóng đối với một quá trình quét đơn ngang qua lớp phủ.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Kính hiển vi điện tử quét (SEM)

Kính hiển vi điện tử quét phải có khả năng phân giải 50 nm hoặc tốt hơn. Trên thị trường hiện sẵn có bán các thiết bị phù hợp.

5.2 Trắc vi kế có đĩa soi SEM

Một trắc vi kế có đĩa soi hoặc lưới cần có để hiệu chỉnh độ khuếch đại của SEM. Trắc vi kế có đĩa soi hoặc lưới phải có độ không đảm bảo đo nhỏ hơn 5 % đối với sự khuếch đại sử dụng. Trên thị trường hiện sẵn có bán trắc vi kế có đĩa soi hoặc lưới thích hợp.

6 Các nhân tố ảnh hưởng đến kết quả đo

Các nhân tố sau đây có thể ảnh hưởng độ chính xác của một phép đo chiều dày lớp phủ:

6.1 Độ nhám bề mặt

Nếu lớp phủ hoặc lớp nền tương đối nhám so với chiều dày lớp phủ, một hoặc cả hai giao diện liên kết mặt cắt ngang lớp phủ có thể quá không đều để cho phép phép đo chính xác chiều dày trung bình trong trường quan sát.

6.2 Độ vát của mặt cắt ngang

Nếu mặt phẳng của mặt cắt không vuông góc với mặt phẳng lớp phủ, chiều dày đo được sẽ lớn hơn chiều dày thực. Ví dụ, nếu nghiêng 10° so với mặt phẳng vuông góc sẽ dẫn tới sai số 1,5 %.

6.3 Độ nghiêng của mẫu

Bất cứ độ nghiêng nào của mẫu (mặt phẳng của mặt cắt ngang) so với chùm tia SEM có thể dẫn tới một phép đo không chính xác.

CHÚ THÍCH: Nếu độ nghiêng của mẫu khác so với độ nghiêng của mẫu dùng để hiệu chuẩn, có thể dẫn tới sai số.

6.4 Sự biến dạng của lớp phủ

Sự biến dạng bất lợi của lớp phủ do nhiệt độ hoặc áp suất quá mức gây ra trong giai đoạn gá lắp và chuẩn bị mặt cắt của lớp phủ mềm hoặc lớp phủ dễ nóng chảy ở nhiệt độ thấp, và do việc mài quá mức bằng vật liệu dễ vỡ trong quá trình chuẩn bị mặt cắt ngang.

6.5 Sự làm tròn mép lớp phủ

Nếu các mép của mặt cắt ngang lớp phủ bị làm tròn, nghĩa là nếu mặt cắt ngang lớp phủ không hoàn toàn phẳng cho đến tận cạnh mép, thì chiều dày quan sát có thể khác so với chiều dày thực. Việc làm tròn mép có thể xảy ra bởi quá trình gá lắp, mài, đánh bóng hoặc tẩy thực (xem 6.6 và Điều A.1).

6.6 Lớp mạ trên

Lớp mạ trên mẫu phục vụ cho việc bảo vệ các mép lớp phủ trong quá trình chuẩn bị mặt cắt ngang và như vậy nhằm loại trừ phép đo không chính xác. Việc loại bỏ vật liệu lớp phủ đối với lớp mạ trên trong quá trình chuẩn bị bề mặt có thể gây nên số đo chiều dày thấp đi.

6.7 Tẩy thực

Tẩy thực tối ưu sẽ tạo được một đường mảnh sẫm màu và xác định rõ tại giao diện giữa hai kim loại. Một đường rộng hoặc kém xác định có thể đưa đến phép đo không chính xác.

6.8 Sự dính bẩn

Quá trình đánh bóng có thể để lại kim loại dính bám mà nó làm mờ biên giới thực giữa hai kim loại và đưa đến một phép đo không chính xác. Điều này có thể xảy ra với các kim loại mềm như chì, indi và vàng. Để giúp nhận diện có hoặc không sự dính bám, cần lặp lại quá trình đánh bóng, tẩy thực, và đo một vài lần. Bất kỳ sự thay đổi đáng kể nào trong số đọc là một chỉ dẫn về sự dính bẩn có thể.

6.9 Độ tương phản kém

Độ tương phản nhìn bằng mắt giữa các kim loại trong SEM là kém khi số nguyên tử của chúng gần nhau. Ví dụ, các lớp niken sáng bạc và nửa sáng bạc không thể phân biệt được chỉ đến khi biên giới chung của chúng có thể được làm rõ ra một cách thích đáng bằng quá trình tẩy thực phù hợp và phương pháp SEM. Đối với một số hợp chất kim loại, phương pháp tia X phân bố theo năng lượng (xem A.3.5) hoặc hình ảnh tán xạ ngược (xem A.3.6) có thể hữu ích.

TCVN 10618:2014

6.10 Độ khuếch đại

Đối với một chiều dày lớp phủ đã cho, sai số đo có khuynh hướng tăng lên với độ khuếch đại giảm đi. Nếu vậy, thực tế phải chọn độ khuếch đại sao cho trường quan sát trong khoảng 1,5 đến 3 lần chiều dày lớp phủ.

Sự chỉ báo độ khuếch đại của một SEM thường là khác với độ khuếch đại thực sự trên 5 % thường được niêm yết và đối một số thiết bị, nhận thấy độ khuếch đại biến đổi 25 % ngang qua trường quan sát. Sai số độ khuếch đại được giảm thiểu đến mức nhỏ nhất bằng cách sử dụng một thiết bị trắc vi kế có bàn soi SEM phù hợp.

6.11 Sự đồng đều của độ khuếch đại

Do độ khuếch đại có thể không đồng đều trên toàn bộ trường, sai số có thể sinh ra nếu cả phép đo hiệu chuẩn và phép đo mẫu không được thực hiện trên cùng một phần của trường. Những sai số này là rất đáng kể.

6.12 Tính ổn định của độ khuếch đại

6.12.1 Tính ổn định của độ khuếch đại có thể thay đổi theo thời gian. Sự ảnh hưởng này có thể được giảm đến mức nhỏ nhất bằng cách lắp đặt bàn soi trắc vi kế và vật mẫu liền kề trên bàn soi SEM sao cho việc duy trì được thời gian di chuyển ngắn.

6.12.2 Một sự thay đổi độ khuếch đại có thể xảy ra khi việc điều chỉnh được thực hiện với sự điều tiêu và sự điều chỉnh điện tử SEM khác; ví dụ quá trình điều chỉnh vòng quay quét, điện thế vận hành và độ tương phản.

Một sự thay đổi như vậy được ngăn cản bằng cách không sử dụng sự điều chỉnh tiêu điểm hoặc sự điều chỉnh điện tử khác của SEM sau khi chụp ảnh thang đo vi trắc kế trên đĩa ngoại trừ tiêu điểm sử dụng sự điều chỉnh x, y và z của bàn soi. Sự thao tác thích hợp sự điều chỉnh x, y và z sẽ đưa bề mặt mẫu tới điểm tiêu cự của chùm tia SEM.

6.13 Tính ổn định của vi ảnh

Sự thay đổi kích thước của vi ảnh có thể xảy ra theo thời gian và với sự thay đổi của nhiệt độ và độ ẩm. Nếu việc hiệu chỉnh vi ảnh của thang đo vi trắc kế trên bàn soi và vi ảnh của mẫu thử được duy trì cùng với nhau và cho phép thời gian để ổn định hóa giấy ảnh, sai số từ nguồn này sẽ được giảm đến mức nhỏ nhất. Tốt nhất nên sử dụng loại giấy phủ nhựa.

7 Chuẩn bị mặt cắt ngang

Chuẩn bị mẫu thử sao cho:

a) Mặt cắt ngang vuông góc với mặt phẳng lớp phủ;

- b) Bề mặt phẳng và toàn bộ chiều rộng của hình ảnh lớp phủ nằm trong tiêu điểm cùng lúc ở độ khuếch đại được dùng để đo;
- c) Tất cả vật liệu bị biến dạng do quá trình cắt hoặc tạo mặt cắt ngang được loại bỏ;
- d) Biên giới mặt cắt ngang lớp phủ được xác định sắc nét bởi không có gì hơn ngoài dạng tương phản hoặc bởi vạch nhỏ hẹp, rõ ràng xác định;
- e) Nếu có thể đo được tín hiệu sóng video, đường quét tín hiệu là phẳng trừ phần ngang qua hai biên giới của lớp phủ.

CHÚ THÍCH: Chỉ dẫn tiếp theo được nêu trong Phụ lục A

8 Hiệu chỉnh thiết bị

8.1 Quy định chung

Trước khi sử dụng, từng thiết bị (5.1) phải được hiệu chỉnh với một trắc vi kế có bàn soi SEM hoặc lưới (5.2) sử dụng một ảnh được chụp ở cùng điều kiện như khi sử dụng để đo mẫu thử.

Phải có sự chú ý thích đáng đến các nhân tố nêu trong Điều 6, tới cách tiến hành nêu trong Điều 9, và tới giới hạn độ không đảm bảo đo của Điều 10. Phải kiểm tra tính ổn định việc hiệu chỉnh tại những khoảng thời gian thường xuyên.

8.2 Chụp ảnh

Chụp ảnh hình của thang đo vi trắc kế sử dụng một tỷ lệ tín hiệu - nhiễu nhỏ nhất 2 đến 1 và với độ tương phản hình ảnh đủ lớn cho phép đo sau này.

8.3 Phép đo

8.3.1 Đo khoảng cách vuông góc tâm đến tâm giữa các đường trong hình ảnh được chụp với độ chính xác nhỏ nhất 0,1 mm. Đối với phép đo này sử dụng một thiết bị đọc nhiễu xạ phẳng hoặc tương đương.

8.3.2 Lặp lại phép đo tại ít nhất tại 3 vị trí khác nhau và chúng cách nhau trên ảnh ít nhất 3 mm để xác định khoảng cách trung bình.

8.4 Tính độ khuếch đại

Tính độ khuếch đại của bức ảnh bằng cách chia giá trị trung bình các phép đo giữa các đường đã chọn cho khoảng cách được thừa nhận giữa các đường này:

$$\gamma = \frac{l_m}{l_c} \times 1000$$

Trong đó:

γ độ khuếch đại;

TCVN 10618:2014

- l_m khoảng cách đo trên bức ảnh (trung bình các phép đo), tính bằng milimet;
- l_c khoảng cách được thừa nhận, tính bằng milimet.

9 Cách tiến hành

9.1 Mỗi một thiết bị (5.1) phải được vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Phải có sự chú ý thích đáng đến các nhân tố nêu trong Điều 6 và độ không đảm bảo đo của Điều 10.

9.2 Thực hiện một vi ảnh của mẫu thử trong cùng điều kiện, chỉnh đặt thiết bị như khi sử dụng cho việc hiệu chuẩn và thực hiện một phép đo thích hợp của hình vi ảnh. Tiến hành các bước theo 9.2.1 hoặc 9.2.2.

9.2.1 Vi ảnh quy ước

9.2.1.1 Với các biên giới của lớp phủ được xác định sáng sủa và rõ ràng, tiến hành làm các vi ảnh quy ước của thang đo trắc vi kế trên giá soi SEM và của mẫu thử.

9.2.1.2 Tiến hành đo các vi ảnh với độ chính xác ít nhất đến 0,1 mm sử dụng thiết bị đọc nhiễu xạ phẳng hoặc thiết bị quang học khác để thực hiện phép đo độ dài chính xác trên phim hoặc trên giấy. Nếu điều này không thực tiễn, có thể việc chuẩn bị mẫu là chưa phù hợp.

9.2.2 Tín hiệu video dạng sóng

9.2.2.1 Chụp ảnh tín hiệu video dạng sóng đối với một quá trình quét tín hiệu qua mặt cắt lớp phủ và qua thang đo trắc vi kế có đĩa soi SEM.

9.2.2.2 Để đo lớp phủ, tiến hành đo khoảng cách nằm ngang giữa điểm uốn của các phần thẳng đứng của quá trình quét tại các đường biên của lớp phủ. Thực hiện các phép đo với độ chính xác 0,1 mm sử dụng thiết bị đọc nhiễu xạ phẳng hoặc dụng cụ tương đương.

CHÚ THÍCH: Chỉ dẫn tiếp theo được nêu trong Phụ lục A.

9.3 Tính chiều dày từ công thức

$$d = \frac{l_m}{\gamma} \times 1000$$

Trong đó:

- d chiều dày lớp phủ, tính bằng milimet;
- l_m khoảng cách tuyến tính trên vi ảnh, tính bằng milimet;
- γ hệ số độ khuếch đại (xem 8.4).

10 Độ không đảm bảo đo

Việc hiệu chỉnh và vận hành thiết bị phải được thực hiện để độ không đảm bảo của phép đo chiều dày lớp phủ nhỏ hơn 10 % hoặc $0,1\mu\text{m}$, chọn khả năng nào lớn hơn (xem A.3.7).

11 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả ra micromet với độ chính xác đến $0,01\mu\text{m}$, nhưng với ba chữ số nếu lớn hơn $1\mu\text{m}$.

CHÚ THÍCH: Điều kiện này nhằm làm giảm đến mức nhỏ nhất độ không đảm bảo đo do việc làm tròn các giá trị đã tính.

12 Báo cáo thử

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 10618 (ISO 9220);
- b) Giá trị đo được;
- c) Sự nhận diện (các) mẫu thử;
- d) Vị trí các phép đo trên (các) mẫu thử;
- e) Độ khuếch đại khi đo trước và sau các phép đo mẫu thử;
- f) Bất kỳ đặc điểm không bình thường của phép đo mà nó ảnh hưởng đến kết quả;
- g) Ngày tháng thực hiện phép đo;
- h) Tên của người chịu trách nhiệm đối với các phép đo;
- i) Kiểu đo: vi ảnh quy ước hay tín hiệu video dạng sóng.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Hướng dẫn chung về việc chuẩn bị và đo mặt cắt ngang

A.0 Mở đầu

Việc chuẩn bị mẫu thử và đo chiều dày lớp phủ phụ thuộc phần lớn vào các biện pháp kỹ thuật riêng và tồn tại một sự đa dạng các biện pháp kỹ thuật phù hợp hiện có. Không hợp lý để quy định chỉ một loạt các kỹ thuật và không thực tiễn để gộp chung tất cả các kỹ thuật phù hợp đó. Các kỹ thuật trình bày trong phụ lục này chỉ nhằm mục đích hướng dẫn.

A.1 Gá lắp

Để ngăn ngừa việc làm tròn mép mặt cắt ngang lớp phủ, bề mặt thoáng của lớp phủ phải được gá đỡ sao cho không có khoảng trống giữa lớp phủ và vật gá đỡ nó. Điều này thường được thực hiện bằng cách mạ chông trên lớp phủ ít nhất 10 μm một kim loại có độ cứng tương tự với độ cứng lớp phủ. Đồng thời lớp mạ chông phải có tín hiệu điện tử khác biệt so với tín hiệu điện tử của lớp phủ.

Bề mặt vật liệu gá đỡ có khả năng làm dây dẫn điện để ngăn ngừa sự tích điện tăng cao.

Nếu việc gia công mẫu được thực hiện từ vật liệu rất mềm, các hạt bột mài có thể trở nên dính vào trong quá trình mài. Điều này có thể giảm thiểu bằng cách nhúng giấy nháp vào một chất bôi trơn trong quá trình mài hoặc bằng cách sử dụng một dòng chảy xiết chất bôi trơn. Nếu các hạt bột mài trở nên dính vào, chúng có thể được loại bỏ bằng cách áp dụng cách đánh bóng nhanh chóng, nhẹ nhàng bằng tay với kim loại đánh bóng sau khi mài và trước khi đánh bóng kim cương hoặc bằng một hoặc nhiều chu trình tẩm thực và đánh bóng xen kẽ nhau.

A.2 Mài và đánh bóng

A.2.1 Điều quan trọng là duy trì được bề mặt mặt cắt ngang của vật gá lắp vuông góc với lớp phủ. Điều này được thực hiện bằng cách kết hợp chặt chẽ các mảnh phụ của một kim loại tương tự trong quá trình gá lắp dẻo gần mép ngoài, bằng cách thay đổi một cách có chu kỳ hướng mài (xoay qua 90°), và bằng cách duy trì thời gian và áp lực mài nhỏ nhất. Nếu như trước khi tiến hành mài, các vạch chuẩn được đánh dấu ở phía thiết bị gá lắp, bất kỳ độ nghiêng nào so với phương nằm ngang cũng dễ dàng đo được. Mài các mẫu được gá lắp trên giấy nhám thích hợp, sử dụng một chất bôi trơn chấp nhận được như là nước hoặc cồn trắng và dùng một áp lực nhỏ nhất để loại trừ sự cắt vát bề mặt. Quá trình mài ban đầu phải sử dụng giấy có độ nhám 100 hoặc 180 để làm lộ ra biên dạng thực của mẫu và để loại bỏ bất kỳ kim loại biến dạng nào. Tiếp theo, dùng giấy có độ nhám 240, 320, 500 và 600 mài từ 30 đến 40 s trên mỗi loại giấy, không được vượt quá thời gian, đổi hướng mài 90° cho mỗi quá trình thay giấy. Sau đó, theo khuyến nghị, nên đánh bóng lần lượt với bột kim cương từ 6 đến 9 μm , 1 μm , và 0,5 μm trên vải siêu mịn.

A.2.2 Một cách tiện lợi để kiểm tra độ côn của mặt cắt ngang là gá lắp một đoạn que tròn hoặc dây thép có đường kính nhỏ cùng với mẫu vật sao cho mặt cắt ngang vuông góc của que song song với mặt cắt của lớp phủ. Nếu tồn tại độ lệch, mặt cắt của que sẽ là hình elip.

A.2.3 Nếu sử dụng kỹ thuật quét tín hiệu video dạng sóng, điều quan trọng là các vết xước phải được hoàn toàn loại bỏ và vì quá trình đánh bóng phía trên không loại bỏ một cách chọn lọc được nhiều hơn so với các phương pháp khác một trong nhiều kim loại, cho nên việc quét tín hiệu bị méo. Với quá trình đánh bóng cẩn thận, không cần phải sử dụng hóa chất ăn mòn.

A.3 Sử dụng hiển vi điện tử quét

A.3.1 Nếu hình ảnh của mặt cắt ngang, như bộc lộ ra trong vi ảnh quy định, sẽ được tiến hành đo và nếu các đường biên của mặt cắt ngang lớp phủ được lộ ra đơn độc bởi độ tương phản chụp được giữa hai vật liệu, chiều rộng biểu kiến của mặt cắt ngang lớp phủ có thể thay đổi tùy thuộc vào sự điều chỉnh độ tương phản và sáng tối. Sự thay đổi có thể lớn tới 10 % khi không có bất kỳ thay đổi nào ở độ khuếch đại của thiết bị. Để làm giảm đến mức nhỏ nhất độ không chắc chắn thu được, điều chỉnh độ tương phản và độ sáng tối sao cho hình ảnh hiện lên chi tiết bề mặt của vật liệu ở mỗi bên của mỗi đường biên.

A.3.2 Bởi vì độ khuếch đại của một SEM có thể thay đổi đồng thời theo thời gian và có thể thay đổi như là một hệ quả của việc thay đổi các thiết lập thiết bị khác, cho nên cần hiệu chỉnh thiết bị ngay trước và sau phép đo mẫu thử. Đối với các phép đo giới hạn, phải sử dụng giá trị trung bình của các phép đo hiệu chỉnh được thực hiện trước và sau phép đo mẫu thử. Điều này bảo đảm là không có sự thay đổi trong độ khuếch đại đã xảy ra và nó cung cấp thông tin về độ chính xác của sự hiệu chỉnh.

A.3.3 Nếu tiến hành đo đường quét dạng sóng video, phép đo được thực hiện ở khoảng cách nằm ngang giữa các điểm uốn tại đường biên. Điểm uốn là nửa chừng giữa đường quét ngang của hai vật liệu. Bởi vì khoảng cách nằm ngang này độc lập với độ tương phản và độ sáng tối và được xác định một cách chính xác, một số người vận hành ưa thích việc đo đường quét dạng sóng video cho các phép đo chính xác tại độ khuếch đại cao hơn.

A.3.4 Đối với đường quét dạng sóng video, chọn một phần của mẫu thử đã được đánh bóng mà nó sinh ra một tín hiệu bằng phẳng, êm ả.

A.3.5 Nhiều kính hiển vi điện tử quét SEM được trang bị quang phổ tia X phân bố theo năng lượng (EDS) giúp ích cho việc nhận diện các tầng khác nhau của lớp phủ kim loại. Độ phân giải của EDS tốt nhất là khoảng 1 μm và thường là kém hơn.

A.3.6 Việc sử dụng các hình ảnh tán xạ ngược thay thế cho các hình ảnh điện tử thứ cấp cũng có thể giúp ích trong việc phân biệt các lớp kim loại với số nguyên tử gần sát nhau như 1 và với một độ phân giải 0,1 μm .

A.3.7 Sự nghiên cứu toàn diện về sai số đo chưa có báo cáo. Đối với một lớp phủ vàng mỏng, một phòng thí nghiệm đã báo cáo độ không đảm bảo đo 0,039 μm dùng để chứng nhận thang đo trắc vi kế

TCVN 10618:2014

có bản soi SEM, 0,02 μm đối với phép đo vi ảnh hiệu chỉnh và 0,02 μm đối với phép đo quá trình quét tín hiệu video dạng sóng.
