

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10310:2014

ISO 3497:2000

Xuất bản lần 1

**LỚP PHỦ KIM LOẠI - ĐO CHIỀU DÀY LỚP PHỦ -
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ TIA X**

*Metallic coating - Measurement of coating thickness -
X-ray spectrometric methods*

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10310:2014 hoàn toàn tương đương ISO 3479:2000.

TCVN 10310:2014 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 quang phổ tia X

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

1 Phạm vi áp dụng

CẢNH BÁO: Tiêu chuẩn này không đề cập tới vấn đề bảo vệ thử nghiệm viên khỏi tác hại của tia X. Thử nghiệm viên phải được đào tạo về an toàn bức xạ. Thiết bị phải được kiểm tra an toàn bức xạ định kỳ theo quy định về an toàn bức xạ hiện hành.

1.1 Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp đo chiều dày lớp phủ kim loại bằng cách sử dụng các phương pháp quang phổ tia X.

1.2 Các phương pháp đo quy định trong tiêu chuẩn này chính là các phương pháp xác định khối lượng kim loại trên một đơn vị diện tích. Khi biết tỷ khối của lớp phủ, kết quả phép đo có thể được biểu thị như chiều dày tuyến tính của lớp phủ.

1.3 Các phương pháp đo cho phép đo đồng thời những hệ phủ có tới 3 lớp, hoặc đo đồng thời chiều dày và thành phần các lớp có đến ba cấu tử.

1.4 Các phạm vi đo thực tế của vật liệu phủ đã cho thường được xác định bởi năng lượng huỳnh quang tia X đặc trưng cần được phân tích và bởi độ không đảm bảo đo chấp nhận được của phép đo và chúng có thể khác nhau tùy thuộc vào hệ thống thiết bị và quy trình vận hành sử dụng.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa và thuật ngữ sau:

2.1

Huỳnh quang tia X, XRF (X-ray fluorescence, XRF)

Bức xạ thứ cấp được sinh ra khi một chùm tia X tới có cường độ lớn tác động lên một vật liệu nằm trên đường đi của chùm tia tới.

TCVN 10310:2014

CHÚ THÍCH: Phát xạ thứ cấp có các bước sóng và năng lượng đặc trưng cho vật liệu đó

2.2

Cường độ bức xạ huỳnh quang (intensity of fluorescent radiation)

Cường độ bức xạ, x , được đo bằng một thiết bị, được biểu thị bằng số lần đếm (các xung bức xạ) trên giây.

2.3

Chiều dày bão hoà (saturation thickness)

Đó là chiều dày, nếu vượt quá sẽ không sinh ra bất kỳ một thay đổi nào nhận biết được ở cường độ huỳnh quang.

CHÚ THÍCH : Chiều dày bão hoà tùy thuộc vào năng lượng hoặc bước sóng của bức xạ huỳnh quang, vào tỷ khối và số nguyên tử của kim loại đó và phụ thuộc vào góc của bức xạ tới và góc của bức xạ huỳnh quang so với bề mặt kim loại đó.

2.4

Cường độ chuẩn hoá x_n (normalized intensity)

Tỷ số của hiệu cường độ đo được từ một mẫu thử được phủ, x , và một vật liệu nền không phủ, x_0 , và hiệu đo được từ một vật liệu có chiều dày bằng hoặc lớn hơn chiều dày bão hoà, x_s , (xem 2.3) và một vật liệu nền không phủ, x_0 , tất cả được đo trong cùng một điều kiện.

CHÚ THÍCH 1: Mỗi quan hệ toán học được biểu thị như sau:

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

Trong đó:

x là cường độ đo được từ mẫu thử được phủ;

x_0 là cường độ đo được từ vật liệu nền chưa được phủ;

x_s là cường độ đo được từ vật liệu có chiều dày bằng hoặc lớn hơn chiều dày bão hoà;

CHÚ THÍCH 2: Cường độ chuẩn hoá độc lập với phép đo và thời gian thu nhận và cường độ kích thích (bức xạ tới). Dạng hình học và năng lượng bức xạ kích thích có thể ảnh hưởng tới tốc độ đếm chuẩn hoá. Giá trị của x_n thích hợp giữa 0 và 1.

2.5

Lớp phủ trung gian (intermediate coatings)

Những lớp phủ nằm giữa lớp phủ trên cùng và vật liệu nền và có chiều dày nhỏ hơn chiều dày bão hoà đối với mỗi vật liệu phủ.

CHÚ THÍCH: Bất cứ lớp phủ nào nằm giữa lớp phủ trên cùng và vật liệu nền và có một chiều dày trên bão hoà phải được coi là phần nền thực sự vì vật liệu dưới một lớp phủ như vậy không ảnh hưởng tới phép đo và có thể được loại trừ khi đo.

2.6**Tốc độ đếm (count rate)**

Số xung bức xạ được thiết bị ghi lại trên một đơn vị thời gian (xem 2.2).

2.7**Vật liệu nền/kim loại nền (basis material/basis metal)**

Vật liệu mà phía trên nó có những lớp phủ lắng đọng hoặc hình thành.

[TCVN 8571:2010 (ISO 2080:2010), định nghĩa 3.22]

2.8**Lớp nền (substrate)**

Vật liệu mà trên nó một lớp phủ lắng đọng trực tiếp.

CHÚ THÍCH: Đối với một lớp phủ hoặc lớp phủ đầu tiên, lớp nền đồng nghĩa với vật liệu nền, đối với một lớp phủ tiếp theo, lớp phủ trung gian là lớp nền.

[TCVN 8571:2010 (ISO 2080:2010), định nghĩa 3.185]

3 Nguyên tắc**3.1 Cơ sở quá trình hoạt động**

Tồn tại một mối quan hệ giữa khối lượng trên một đơn vị diện tích lớp phủ (và chiều dày tuyến tính của lớp phủ, nếu biết tỉ trọng) và cường độ bức xạ thứ cấp. Đối với bất kỳ hệ thống thiết bị thực tế nào, mối quan hệ này được thiết lập trước hết bằng cách hiệu chỉnh dùng các mẫu chuẩn hiệu chỉnh có các lớp phủ được biết trước khối lượng trên một đơn vị diện tích. Nếu biết được tỷ khối vật liệu phủ, các mẫu chuẩn như vậy có thể có các lớp phủ có chiều dày biết trước theo đơn vị tuyến tính, với điều kiện là giá trị tỷ khối thực cũng đã biết.

CHÚ THÍCH: Tỷ khối vật liệu phủ là tỷ khối khi được phủ, có thể hoặc không có thể là tỷ khối lý thuyết của vật liệu phủ tại thời điểm thực hiện phép đo. Nếu tỷ khối này khác với tỷ khối của mẫu chuẩn dùng hiệu chỉnh, cần sử dụng một một hệ số phản ánh sự khác nhau này và nó được ghi vào báo cáo thử.

Cường độ huỳnh quang là một hàm theo bậc số nguyên tử của các nguyên tố. Các nguyên tố này sẽ phát ra bức xạ có tính đặc trưng cho từng nguyên tố với điều kiện là lớp phủ trên, lớp phủ trung gian (nếu có) và lớp nền chứa các nguyên tố khác nhau hoặc một lớp phủ có nhiều hơn một nguyên tố. Một hệ thống detector phù hợp có thể điều chỉnh được để chọn lọc một hoặc nhiều vùng năng lượng, giúp thiết bị có khả năng đo chiều dày và/hoặc thành phần của lớp phủ trên hoặc đồng thời lớp phủ trên và một số lớp phủ trung gian.

TCVN 10310:2014

3.2 Kích thích

3.2.1 Quy định chung

Phép đo chiều dày các lớp phủ bằng phương pháp quang phổ tia X dựa trên tương tác kết hợp của một lớp phủ (hoặc các lớp phủ) và lớp nền với chùm tia X đơn năng hoặc đa năng mạnh, thường là hẹp. Tương tác này phát ra các bước sóng (hoặc năng lượng) rời rạc của bức xạ thứ cấp đặc trưng cho các nguyên tố cấu thành (các) lớp phủ và lớp nền.

Bức xạ phát ra thu được từ một thiết bị phát như ống tia X cao thế hoặc từ những đồng vị phóng xạ thích hợp.

3.2.2 Phát bằng ống tia X cao thế

Bức xạ kích thích phù hợp được tạo ra bằng ống tia X khi được cấp một điện thế đủ lớn và trong các điều kiện ổn định. Điện thế sử dụng từ 25 đến 50 kV đối với hầu hết các yêu cầu chiều dày, nhưng có thể cần thiết hạ điện thế xuống 10 kV để đo vật liệu phủ có số nguyên tử thấp. Trong một số ứng dụng, việc sử dụng một bộ lọc sơ cấp đặt giữa ống tia X và mẫu thử sẽ làm giảm độ không đảm bảo đo.

Những lợi thế chính của phương pháp kích thích này là:

- Bằng cách chuẩn trực, có khả năng tạo ra một chùm tia có cường độ rất cao trên một đơn vị diện tích đo rất nhỏ;
- Dễ dàng kiểm soát đối với các yêu cầu an toàn về con người;
- Độ ổn định điện áp của quá trình phát xạ có thể đạt được bằng các phương pháp điện tử hiện đại.

3.2.3 Phát bằng đồng vị phóng xạ

Chỉ có một số ít đồng vị phóng xạ phát ra bức xạ gamma trong vùng năng lượng thích hợp cho việc đo chiều dày lớp phủ.

Điều lý tưởng là, bức xạ kích thích có một năng lượng cao hơn một chút (bước sóng ngắn hơn) so với các tia X đặc trưng yêu cầu. Ưu điểm của phát bằng đồng vị phóng xạ bao gồm khả năng tạo ra thiết bị gọn hơn, chủ yếu là nhờ không cần làm mát. Ngoài ra không giống các ống phát tia X cao thế, bức xạ về cơ bản là đơn sắc và có cường độ nền thấp.

Những bất lợi kỹ thuật cơ bản khi so sánh với phương pháp ống tia X là:

- Tạo ra cường độ thấp hơn nhiều làm hạn chế các phép đo trên diện tích nhỏ;
- Một số đồng vị phóng xạ có chu kỳ bán rã ngắn;
- Vấn đề bảo vệ con người liên quan tới đồng vị phóng xạ cường độ cao (ống tia X cao thế có thể được tắt nguồn một cách đơn giản).

3.3 Sự phân tán

3.3.1 Quy định chung

Bức xạ thứ cấp hình thành từ chiếu xạ tia X bề mặt lớp phủ thường chứa các thành phần thêm vào, bên cạnh các thành phần cần có để xác định chiều dày lớp phủ. Các thành phần mong muốn được tách ra bằng phương pháp phân tán theo bước sóng hoặc phân tán theo năng lượng.

3.3.2 Sự phân tán theo bước sóng

Bước sóng đặc trưng hoặc của lớp phủ hoặc lớp nền được lựa chọn bằng cách sử dụng một máy quang phổ tinh thể.

Các dữ liệu phát xạ đặc trưng tiêu biểu cho các tinh thể thường dùng hiện có sẵn trong các dạng tài liệu được xuất bản tại các quốc gia khác nhau.

3.3.3 Sự phân tán theo năng lượng

Lượng tử tia X thường được quy định theo thuật ngữ của bước sóng hoặc năng lượng tương đương. Mối quan hệ giữa bước sóng λ tính bằng nanomet và năng lượng E, tính bằng kiloelectron-volt (keV) được viết như sau:

$$\lambda \times E = 1,239\ 842\ 7.$$

3.4 Sự nhận biết

Loại detector được dùng cho các hệ phân tán theo bước sóng có thể là một ống đếm khí, một detector bán dẫn hoặc một ống đếm nhấp nháy.

Detector phù hợp nhất dùng để nhận biết lượng tử huỳnh quang và dùng trong hệ thống phân tán theo năng lượng được nhà thiết kế thiết bị lựa chọn tùy theo sự áp dụng. Trong vùng năng lượng khoảng 1,5 keV đến 100 keV có thể thực hiện phép đo trong khí quyển bình thường không cần thiết khí heli hoặc tạo chân không.

Bức xạ huỳnh quang với các năng lượng đặc trưng khác nhau đi vào đầu đo phân bố năng lượng và tiếp đó đến máy phân tích đa kênh đã được điều chỉnh thích hợp để chọn đúng dải năng lượng.

3.5 Phép đo chiều dày

3.5.1 Phương pháp phát xạ

Nếu đo cường độ bức xạ đặc trưng từ một lớp phủ, cường độ đó tăng theo độ dày cho đến chiều dày bão hoà. Xem Hình 1a).

Khi sử dụng phương pháp phát xạ tia X, thiết bị được điều chỉnh để nhận được một vùng chọn lọc các năng lượng đặc trưng của vật liệu phủ. Vì thế các lớp phủ mỏng tạo ra cường độ thấp và các lớp phủ dày tạo ra cường độ cao.

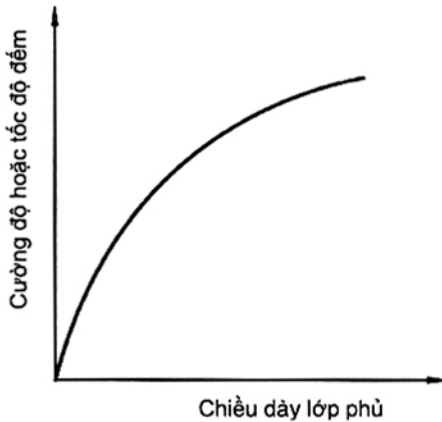
TCVN 10310:2014

3.5.2 Phương pháp hấp thụ

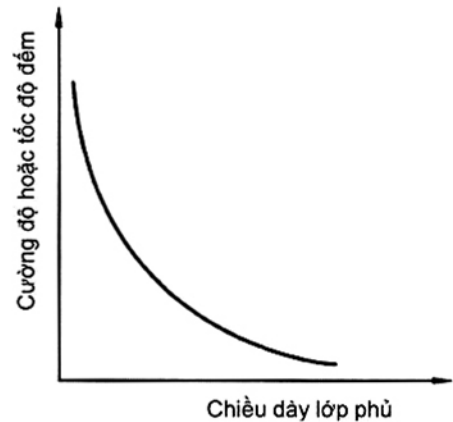
Nếu đo cường độ bức xạ đặc trưng từ lớp nền, cường độ giảm đi cùng với việc chiều dày tăng lên. Xem Hình 1b).

Phương pháp hấp thụ tia X sử dụng một vùng với các năng lượng đặc trưng của vật liệu nền. Do vậy lớp phủ mỏng thu được cường độ cao và lớp phủ dày tạo ra cường độ thấp. Trong thực tế, phải chú ý để bảo đảm rằng không có lớp phủ trung gian nào.

Đặc trưng hấp thụ tương tự như nghịch đảo của đặc trưng phát xạ.



a) Phương pháp phát xạ tia X



b) Phương pháp hấp thụ tia X

Hình 1 – Sơ đồ minh họa mối quan hệ giữa cường độ hoặc tốc độ đếm và chiều dày lớp phủ

3.5.3 Phương pháp tỷ số

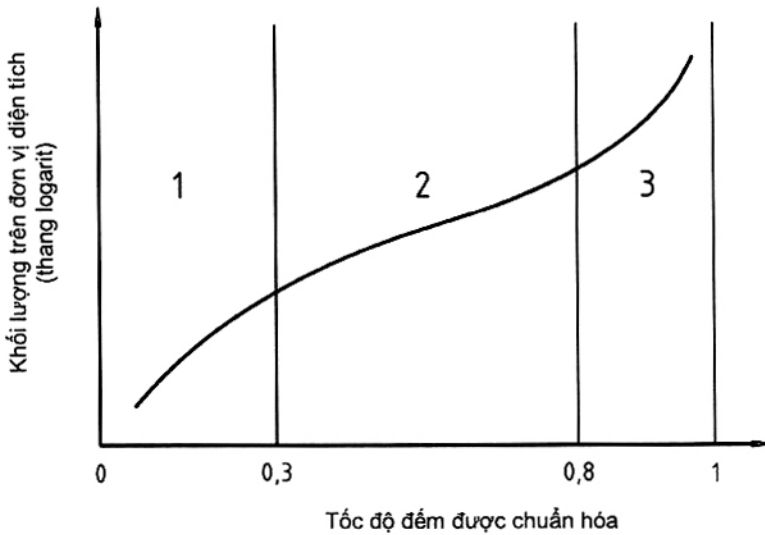
Có thể kết hợp phát xạ và hấp thụ tia X khi chiều dày lớp phủ được biểu thị như một tỷ số cường độ tương ứng của lớp nền và lớp phủ. Các phép đo bằng phương pháp tỷ số không phụ thuộc nhiều vào khoảng cách giữa mẫu thử và detector.

3.5.4 Phép đo

Đối với cả hai phương pháp được miêu tả trong 3.5.1 và 3.5.2, hệ thống tốc độ đếm chuẩn hoá thường được sử dụng trong nhiều thiết bị đang lưu hành trên thị trường, được điều chỉnh sao cho đặc trưng tốc độ đếm của lớp nền không phủ là số không và với một mẫu vật liệu phủ có chiều dày bão hòa là một đơn vị. Như vậy tất cả mọi chiều dày đo được tạo ra những tốc độ đếm nằm trong phạm vi tốc độ đếm chuẩn hoá từ 0 đến 1. Xem Hình 2.

Trong tất cả các trường hợp, phạm vi đo tốt nhất hoặc nhạy nhất nằm trong khoảng 0,3 đến 0,8 trên thang tốc độ đếm chuẩn hoá. Do vậy để có độ chính xác tốt nhất của phép đo trên toàn bộ phạm vi chiều dày, việc sử dụng mẫu chuẩn hiệu chỉnh có các đặc trưng tốc độ đếm từ 0,3 đến 0,8 là có lợi

thể. Để đảm bảo độ chính xác tại các chiều dày khác, ở một số thiết bị cần những mẫu chuẩn khác. Do độ không đảm bảo đo tương đối của các mẫu hiệu chuẩn tăng lên khi chiều dày giảm, cần thiết phải thiết lập một mối tương quan toán học chính xác đối với đầu mỏng của phạm vi bằng cách sử dụng một cách thích hợp mẫu chuẩn có lớp phủ dày hơn nhưng độ không đảm bảo đo thấp hơn.



CHÚ DẪN:

- 1 Khoảng tuyến tính.
- 2 Khoảng logarit.
- 3 Khoảng hypecbon.

CHÚ THÍCH: 0 = Tốc độ đếm từ vật liệu lớp nền bão hòa (chưa phủ)

1 = Tốc độ đếm từ vật liệu phủ bão hòa (vô hạn)

Hình 2 - Biểu đồ minh họa mối quan hệ giữa khối lượng trên đơn vị diện tích với tốc độ đếm được chuẩn hóa

3.6 Bộ lọc hấp thụ bức xạ thứ cấp

Khi đo các tổ hợp vật liệu phủ/nền có khác biệt lớn về năng lượng (hệ phân tán theo năng lượng), tỷ lệ các đặc trưng tốc độ đếm của lớp phủ bão hòa so với lớp nền không phủ rất cao (điển hình là 10:1). Trong các trường hợp như vậy, không phải lúc nào cũng cần phải có mẫu hiệu chỉnh có lớp nền tương tự hay giống hệt (bởi vì vật liệu nền sẽ không bức xạ ở cùng một vùng năng lượng như vật liệu phủ). Khi tỷ lệ tốc độ đếm lớp nền không phủ/lớp phủ vô hạn là 3:1 (đối với các tổ hợp lớp phủ/lớp nền có năng lượng tương tự), rất có lợi khi sử dụng một "vật hấp thụ" chọn lọc để hấp thụ bức xạ của một trong các vật liệu đó, thông thường là của vật liệu nền. Vật hấp thụ này thường được đặt giữa bề mặt đo và detector bằng phương pháp thủ công hay tự động.

TCVN 10310:2014

3.7 Giải chấp toán học

Khi sử dụng máy phân tích đa kênh, có thể sử dụng việc giải chấp toán học bức xạ thứ cấp để tách ra các cường độ của bức xạ đặc trưng. Có thể sử dụng phương pháp này khi năng lượng của các bức xạ đặc trưng được phát hiện không đủ khác nhau, ví dụ như bức xạ đặc trưng có từ Au và Br. Phương pháp này đôi khi được diễn đạt như là "sự lọc số" để phân biệt với phương pháp lọc (xem 3.6).

3.8 Phép đo nhiều lớp

Có thể đo nhiều hơn một lớp phủ với điều kiện là sự phát xạ tia X đặc trưng cho các lớp trong không bị các lớp ngoài hấp thụ hoàn toàn. Trong một hệ phân tán theo năng lượng, cài đặt một máy phân tích đa kênh để tiếp nhận hai hoặc nhiều vùng năng lượng riêng rẽ đặc trưng của hai hoặc nhiều vật liệu.

3.9 Phép đo chiều dày, thành phần hợp kim

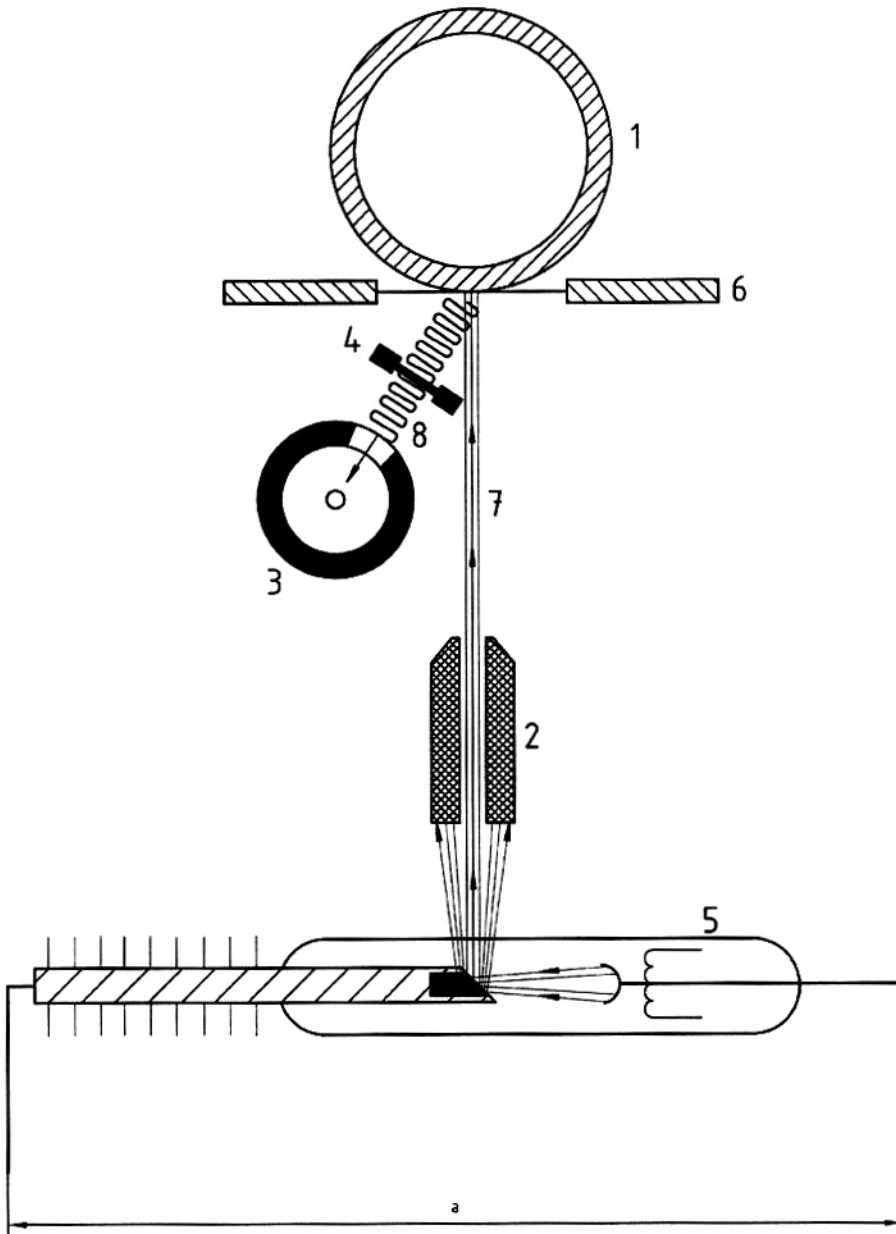
Những hợp kim và hợp chất nhất định, ví dụ Sn-Pb, có thể được đo đồng thời thành phần và chiều dày. Trong một số trường hợp có thể sử dụng phương pháp này với các điều kiện như đã nêu tại 3.8, ví dụ Au trên Pd/Ni trên một lớp nền hợp kim Cu. Bởi vì việc đo chiều dày của một hợp kim hay hợp chất tùy thuộc vào thành phần hợp kim, điều quan trọng là hoặc phải biết được hoặc phải thừa nhận thành phần trước phép đo chiều dày hoặc có thể đo được thành phần.

CHÚ THÍCH: Thành phần thừa nhận có thể đem đến sai số trong các phép đo chiều dày.

Một số lớp phủ có thể tạo thành hợp kim với chất nền do quá trình khuếch tán vào nhau. Sự có mặt của các lớp hợp kim như vậy có thể làm tăng thêm độ không đảm bảo đo của phép đo.

4 Thiết bị, dụng cụ

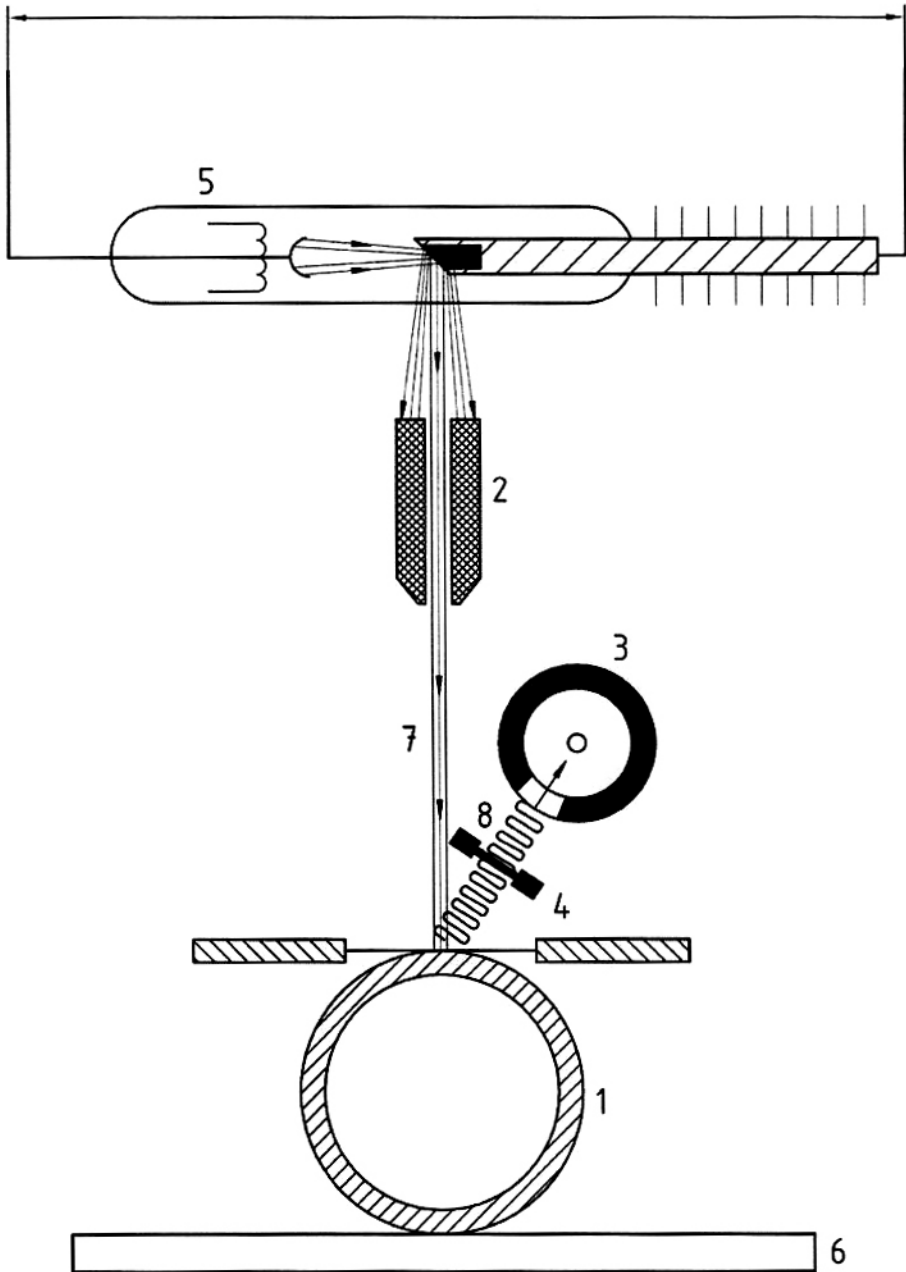
Xem Hình 3, 4 và 5.



CHÚ DẪN:

- | | | |
|----------------------|-------------------|--|
| 1. Mẫu thử | 4. Bộ lọc hấp thụ | 7. Chùm tia X tới |
| 2. Ống chuẩn trực | 5. Ống tia X | 8. Chùm huỳnh quang tia X đặc trưng dùng để nhận biết và phân tích |
| 3. Detector | 6. Giá đỡ mẫu | |
| ^a Cao thế | | |

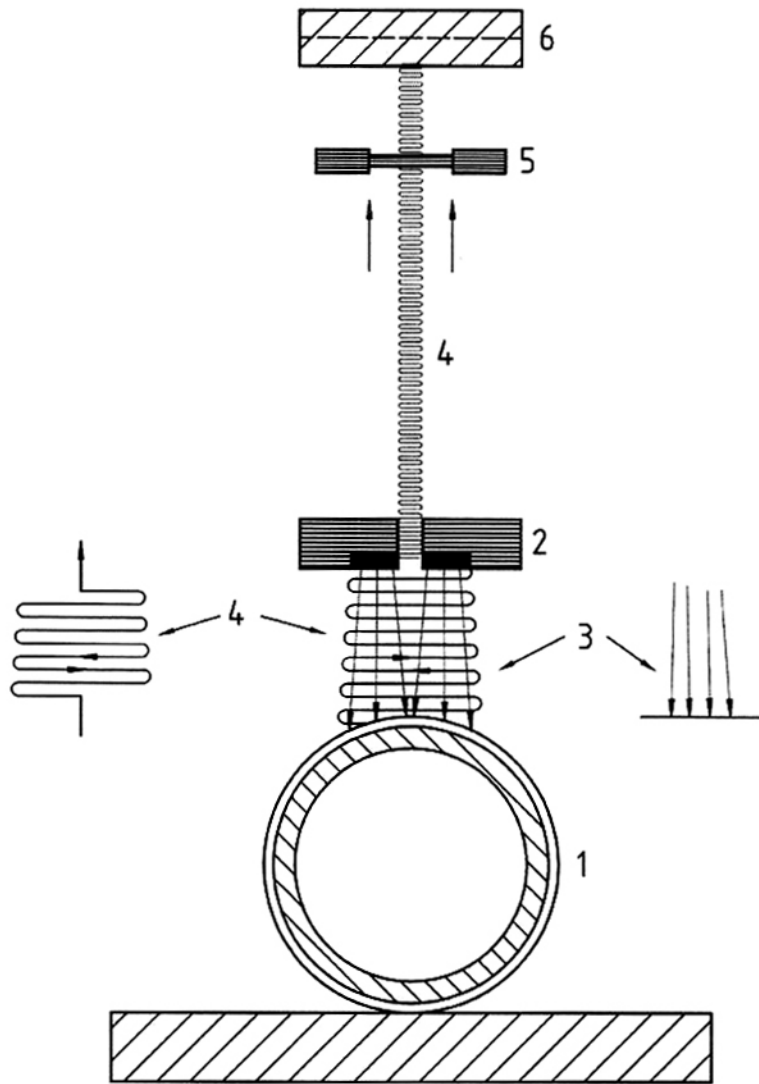
Hình 3 – Sơ đồ biểu diễn một ống tia X



CHÚ DẪN:

- | | | |
|-------------------|-------------------|--|
| 1. Mẫu thử | 4. Bộ lọc hấp thụ | 7. Chùm tia X tới |
| 2. Ống chuẩn trực | 5. Ống tia X | 8. Chùm huỳnh quang tia X đặc trưng dùng để nhận biết và phân tích |
| 3. Detector | 6. Giá đỡ mẫu | |
| ° Cao thế | | |

Hình 4 – Sơ đồ biểu diễn một ống tia X với một giá đỡ mẫu thử rắn



CHÚ DẪN:

1. Mẫu thử.
2. Đồng vị phóng xạ và ống chuẩn trực.
3. Chùm tia X tới.
4. Chùm huỳnh quang tia X đặc trưng dùng để nhận biết và phân tích.
5. Bộ lọc hấp thụ.
6. Detector.

Hình 5 – Sơ đồ biểu diễn một đồng vị phóng xạ như nguồn tia X sơ cấp

4.1 Nguồn tia X sơ cấp, hoặc là một ống tia X, hoặc là một đồng vị phóng xạ thích hợp hoặc là một thiết bị nào đó mà nó phải có khả năng kích thích một bức xạ huỳnh quang được dùng cho phép đo.

TCVN 10310:2014

4.2 Ống chuẩn trực, ở dạng có một độ mờ được định kích thước chính xác hoặc là các độ mờ theo lý thuyết, có thể là bất kỳ hình dáng nào. Kích thước lỗ hờ và hình thù quyết định kích thước chùm tia X tới tại bề mặt lớp phủ cần đo. Các thiết bị đang bán trên thị trường có các độ mờ ống chuẩn trực dạng tròn, vuông và chữ nhật.

4.3 Detector, dùng để nhận bức xạ huỳnh quang từ mẫu vật cần đo, và chuyển đổi nó sang một tín hiệu điện sau đó được chuyển tiếp để đánh giá. Bộ phận đánh giá được cài đặt để lựa chọn một hay nhiều vùng năng lượng đặc trưng của vật liệu trên cùng, trung gian và, hoặc vật liệu nền.

4.4 Bộ phận đánh giá, để xử lý số liệu đầu vào phù hợp với chương trình phần mềm của nó và từ đó xác định khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày của mẫu thử.

CHÚ THÍCH: Thiết bị huỳnh quang tia X thích hợp cho việc đo chiều dày lớp phủ phù hợp với tiêu chuẩn này hiện đang sẵn có trên thị trường. Thiết bị được thiết kế đặc biệt để đo chiều dày lớp phủ là thiết bị thuộc loại phân tán theo năng lượng và thường kèm theo một bộ vi xử lý để chuyển đổi phép đo cường độ sang khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày, dùng để lưu trữ các dữ liệu hiệu chỉnh và để tính toán các phép đo thống kê khác nhau.

Các bộ phận chủ yếu của máy đo chiều dày lớp phủ bằng huỳnh quang tia X bao gồm một nguồn tia X sơ cấp, một ống chuẩn trực, một giá đỡ dùng cho mẫu thử, một detector và một hệ thống đánh giá. Thông thường, nguồn tia, ống chuẩn trực và detector được liên kết hình học cố định với nhau. Nếu số nguyên tử của vật liệu phủ và vật liệu nền rất sát nhau, cần thiết phải đưa một vật hấp thụ để hấp thụ năng lượng huỳnh quang đặc trưng của một trong các vật liệu này, chẳng hạn vật liệu nền.

5 Các nhân tố ảnh hưởng đến kết quả đo

5.1 Số liệu thống kê quá trình đếm

5.1.1 Sự tạo thành lượng tử tia X là ngẫu nhiên về thời gian. Điều này có nghĩa là trong một khoảng thời gian cố định, số lượng tử phát ra sẽ không luôn bằng nhau. Điều này làm tăng sai số thống kê mà điều đó là cố hữu trong tất cả các phép đo bức xạ. Do vậy một sự ước tính về tốc độ đếm dựa trên một khoảng thời gian đếm ngắn (ví dụ 1s hoặc 2 s) có thể khác biệt đáng kể so với đánh giá dựa trên khoảng thời gian đếm dài hơn, đặc biệt nếu tốc độ đếm thấp. Sai số này độc lập với các nguồn sai số khác, chẳng hạn sai số phát sinh do các lỗi từ phía người thao tác, từ việc sử dụng mẫu chuẩn không đúng. Để làm giảm sai số thống kê đến một mức chấp nhận được, khoảng thời gian đếm cần đủ dài để thu thập một số đếm đủ lớn. Khi sử dụng một hệ thống phân tán theo năng lượng, cần thừa nhận rằng một phần đáng kể của khoảng thời gian đếm dự định có thể được tiêu tốn như thời gian chết, là phần thời gian mà khả năng đếm của hệ thống không đáp ứng được. Có thể hiệu chỉnh do sự mất số đếm do thời gian chết bằng những chỉ dẫn của nhà sản xuất đối với các thiết bị đo riêng biệt.

5.1.2 Độ lệch chuẩn, s , của sai số ngẫu nhiên này, gần bằng với căn bậc hai của tỷ số giữa tốc độ đếm và thời gian tích lũy, tức là:

$$S = \sqrt{\frac{X}{t_{\text{meas}}}}$$

Trong đó:

X là tốc độ đếm

t_{meas} là thời gian tích lũy (thời gian đo) tính bằng giây.

95% của tất cả các phép đo nằm trong khoảng

$$X - 2s \leq X \leq X + 2s$$

5.1.3 Độ lệch chuẩn của phép đo chiều dày không giống như độ lệch chuẩn của tốc độ đếm nhưng có liên quan đến nó bằng một hàm số phụ thuộc vào độ dốc của đường cong hiệu chỉnh tại điểm đo. Hầu hết các máy đo chiều dày huỳnh quang tia X đang bán trên thị trường đều hiển thị độ lệch chuẩn tính bằng micromet hoặc như một tỷ lệ phần trăm của chiều dày trung bình.

Với việc ứng dụng phương pháp giải chập (lọc số) độ lệch chuẩn sẽ bị đóng góp thêm một phần sai số do các thuật toán toán học gây ra.

5.2 Mẫu hiệu chỉnh

Các mẫu chuẩn chiều dày dùng cho phép đo hiệu chỉnh đang được lưu hành. Tuy nhiên không thể đảm bảo độ chính xác các mẫu chuẩn như thế cao hơn 5% (giá trị sẽ thấp hơn trong các trường hợp đặc biệt). Rất khó khăn để duy trì được độ chính xác 5% cho các lớp phủ vì tính giòn, tính rỗ xốp và sự khuếch tán của chúng. Mẫu chuẩn hiệu chỉnh chiều dày chỉ được sử dụng nếu như nó tạo ra được một tốc độ đếm chuẩn hoá nằm trong khoảng 0,05 đến 0,9.

Cùng với độ đúng của mẫu chuẩn, độ lặp lại của phép đo trong quá trình hiệu chỉnh sẽ ảnh hưởng đến độ tái lập kết quả đo chiều dày lớp phủ của các thiết bị khác nhau và từ các phòng thí nghiệm khác nhau.

Khối lượng trên đơn vị diện tích, chiều dày và thành phần của mẫu chuẩn phải được chứng nhận. Quan trọng là phải rõ được nguồn gốc của mẫu chuẩn quốc gia, quốc tế hoặc các loại mẫu khác được chấp nhận.

5.3 Chiều dày lớp phủ

Độ không đảm bảo đo trong điều kiện lặp lại sẽ bị ảnh hưởng bởi phạm vi được đo. Trong đường cong biểu diễn ở Hình 2, độ chính xác tương đối được coi là tốt nhất nằm ở phần đường cong gần giữa 30% và 80% chiều dày bão hoà. Độ chính xác đối với một thời gian đo cho trước giảm mạnh ở ngoài phạm vi này. Đối với đường cong hấp thụ, tình hình cũng tương tự. Đối với mỗi vật liệu phủ, chiều dày giới hạn nói chung là khác nhau.

TCVN 10310:2014

5.4 Độ lớn của diện tích đo

Để có được các thống kê đếm vừa ý (xem 5.1) trong một thời gian đếm ngắn hợp lý, lựa chọn độ mở ống chuẩn trực để tạo ra diện tích đo rộng nhất có thể phù hợp với độ lớn và hình dáng của mẫu vật. Trong hầu hết các trường hợp, diện tích liên quan hay diện tích đại diện sẽ đo phải lớn hơn diện tích chùm tia chuẩn trực (diện tích chùm tia chuẩn trực tại bề mặt đo không nhất thiết phải y hệt như kích thước độ mở ống chuẩn trực. Tuy nhiên ở một số trường hợp, diện tích cần đo có thể nhỏ hơn diện tích chùm tia (xem Hình 5.11). Trong trường hợp này, một sự thay đổi diện tích đo phải được hiệu chỉnh thích hợp.

Đồng thời cần phải chú ý nếu như diện tích đo phát sinh một tốc độ đếm làm bão hoà hay vượt quá khả năng của detector (một số thiết bị đang bán trên thị trường có thể giới hạn phạm vi tốc độ đếm này một cách tự động, nhưng việc này phải cùng với nhà chế tạo liên quan kiểm tra).

5.5 Thành phần lớp phủ

Phép đo khối lượng trên đơn vị diện tích có thể bị ảnh hưởng do có mặt của vật liệu ngoại lai như là các chất xâm nhập, vật liệu cùng lắng đọng hoặc các lớp hợp kim được tạo thành do sự khuếch tán tại bề mặt phân giới lớp phủ/lớp nền. Bởi vậy, nếu có khả năng, chiều dày và thành phần phải được đo đồng thời (xem 3.7).

Ngoài ra, những lỗ hổng và trạng thái rối xốp cũng ảnh hưởng đến các phép đo chiều dày. Một số nguồn sai số có thể được loại trừ bằng cách sử dụng mẫu chuẩn đại diện để hiệu chỉnh, nghĩa là mẫu chuẩn được chế tạo ở cùng điều kiện và có cùng các đặc trưng tia X. Bởi vì các phần tử lẫn vào, tình trạng rối xốp hay lỗ hổng có thể làm tăng sự khác biệt về tỷ khối, tốt nhất là đo các lớp phủ như vậy theo đơn vị khối lượng trên đơn vị diện tích. Nếu biết giá trị tỷ khối thực của lớp phủ có thể đưa vào trong thiết bị đo nhằm tạo khả năng thực hiện việc chỉnh sửa.

5.6 Tỷ khối lớp phủ

Nếu tỷ khối lớp phủ khác với tỷ khối của mẫu chuẩn dùng hiệu chỉnh thì khi đó sẽ có sai số tương ứng trong phép đo chiều dày. Khi biết được tỷ khối của vật liệu phủ, có thể tính được chiều dày (xem 3.1).

Nếu số đo trên thiết bị, m , được tính bằng các đơn vị khối lượng trên đơn vị diện tích, thì chiều dày tuyến tính, d , được tính bằng cách chia số đo này cho tỷ khối lớp phủ ρ .

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

Nếu số đo tính bằng các đơn vị tuyến tính, có thể áp dụng việc chỉnh sửa tỷ khối theo phương trình sau:

$$d = d_m \times \frac{\rho_{\text{tiêu chuẩn}}}{\rho_{\text{lớp phủ}}}$$

Trong đó:

- d là chiều dày tuyến tính, tính bằng micrômét ;
- d_m là số ghi chiều dày tuyến tính, tính bằng micrômét ;
- $\rho_{\text{tiêu chuẩn}}$ là tỷ khối vật liệu phủ của mẫu chuẩn, tính bằng gam trên centimét khối;
- $\rho_{\text{lớp phủ}}$ là tỷ khối vật liệu phủ của mẫu thử, tính bằng gam trên centimét khối;
- m là khối lượng trên đơn vị diện tích của lớp phủ mẫu thử, tính bằng miligam trên centimét vuông.

5.7 Thành phần lớp nền

Nếu sử dụng phương pháp phát xạ, ảnh hưởng của sự khác nhau trong thành phần lớp nền là không đáng kể với điều kiện là:

- a) Tia X huỳnh quang từ lớp nền không lấn sang vùng năng lượng được chọn lọc đối với năng lượng đặc trưng của lớp phủ (nếu xảy ra sự xâm lấn, cần thiết phải có giải pháp đặc biệt để loại trừ tác dụng của nó);
- b) Tia X huỳnh quang từ vật liệu nền không có khả năng kích thích lên vật liệu phủ.

Nếu sử dụng phương pháp hấp thụ hoặc phương pháp tỷ số cường độ, quan trọng là thành phần lớp nền của mẫu hiệu chỉnh hoặc mẫu tham chiếu phải giống hệt như thành phần lớp nền của mẫu thử.

5.8 Chiều dày lớp nền

Đối các phép đo bằng phát xạ tia X, quan trọng là lớp nền có vật liệu tiếp xúc ở cả hai mặt đủ dày để ngăn ngừa sự nhiễu loạn từ các vật liệu nằm dưới nó.

Đối với phương pháp hấp thụ tia X hoặc phương pháp tỷ số cường độ, điều cơ bản là lớp nền phải bằng hoặc lớn hơn chiều dày bão hoà của nó. Nếu tiêu chí này không được đáp ứng, nhất thiết phải hiệu chỉnh thiết bị bằng mẫu chuẩn tham chiếu có cùng chiều dày lớp nền (xem 6.3).

5.9 Độ sạch của bề mặt

Vật liệu lạ có trên bề mặt sẽ làm phép đo không chính xác. Các lớp sơn phủ bảo vệ, các quá trình xử lý bề mặt hoặc các lớp sơn dầu cũng dẫn đến những điểm sai.

5.10 Lớp phủ trung gian

Không thể sử dụng phương pháp hấp thụ khi có lớp phủ trung gian, mà tính chất hấp thụ chưa rõ. Trong những trường hợp đó, phải sử dụng phương pháp phát xạ.

5.11 Độ cong của mẫu thử

Nếu cần phải tiến hành các phép đo trên các bề mặt cong, phải lựa chọn độ mờ ống chuẩn trực hoặc độ mờ chùm tia hạn chế để giảm tới mức thấp nhất ảnh hưởng của độ cong bề mặt. Bằng cách sử

TCVN 10310:2014

dụng một độ mở có kích thước nhỏ so với bán kính cong của bề mặt thử, ảnh hưởng độ cong bề mặt được giảm tới mức tối thiểu.

CHÚ THÍCH: Sử dụng các độ mở hình chữ nhật là có lợi trong việc đo các bề mặt hình trụ

Nếu việc hiệu chỉnh được thực hiện bằng mẫu chuẩn với cùng kích thước và hình dạng như mẫu thử, ảnh hưởng của độ cong bề mặt được loại trừ, nhưng các phép đo phải được thực hiện trên cùng một vị trí, cùng một mặt phẳng và cùng một diện tích đo. Trong các trường hợp như thế, đôi khi có thể sử dụng một độ mở ống chuẩn trực lớn hơn so với mẫu thử.

5.12 Năng lượng kích thích và cường độ kích thích

Bởi vì cường độ bức xạ huỳnh quang phụ thuộc vào năng lượng cũng như cường độ kích thích, điều quan trọng là thiết bị sử dụng phải đủ ổn định để cung cấp các đặc trưng kích thích như nhau trong cả hai quá trình hiệu chỉnh và đo. Lấy ví dụ, một sự thay đổi dòng điện của ống tia X cũng có thể thay đổi cường độ bức xạ sơ cấp của ống.

5.13 Detector

Có thể bổ sung các sai số khi đo vì sự hoạt động thất thường hoặc không ổn định của hệ thống detector. Trước khi sử dụng, thiết bị phải được kiểm tra độ ổn định.

Kiểm tra độ ổn định theo một trong các cách sau:

- Thực hiện kiểm tra theo phương pháp tự động hoá trên một số thiết bị; hoặc
- Thực hiện kiểm tra bằng phương pháp thủ công do một nhân viên vận hành.

Trong cả hai trường hợp, mẫu tham chiếu đơn hoặc mẫu thử phải được đặt trong chùm tia X và không được di dời trong quá trình kiểm tra. Một loạt các phép đo tốc độ đếm đơn lẻ phải được thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn và độ lệch tiêu chuẩn của loạt này không được lớn hơn đáng kể so với căn bậc hai giá trị trung bình của loạt đó. Để xác định độ ổn định trong một khoảng thời gian dài, những kết quả trên phải được so sánh với các kết quả thu được trước đây (hoặc được lưu lại trong thiết bị đối với trường hợp kiểm tra tự động) ở những lần kiểm tra khác.

CHÚ THÍCH: Thời gian tiêu tốn cho một loạt các phép đo riêng lẻ hoặc thời gian đòi hỏi giữa hai loạt tách biệt sẽ xác định độ ổn định cho khoảng thời gian đó.

5.14 Đường đi của bức xạ

Đường đi của bức xạ phải được duy trì ngắn nhất có thể, bởi vì các hao hụt bức xạ có thể làm tăng độ không đảm bảo đo. Nhà thiết kế thiết bị phải tối ưu hoá đường đi của bức xạ phù hợp với phạm vi áp dụng. Các nguyên tố có số nguyên tử dưới 20 không tạo ra bức xạ đủ mạnh đối với loại thiết bị được nêu trong Hình 3,4 và 5. Do vậy, nếu như vật liệu có số nguyên tử thấp, cần thiết phải sử dụng các máy quang phổ chân không hoặc quang phổ heli để đo.

5.15 Sự chuyển đổi tốc độ đếm sang khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày

Các thiết bị hiện đại bán trên thị trường sử dụng những bộ vi xử lý để chuyển đổi tốc độ đếm sang khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày. Các bộ vi xử lý này thường chứa một chương trình tính toán chính, được biến đổi theo các yêu cầu địa phương sử dụng mẫu chuẩn hiệu chỉnh hoặc mẫu chuẩn tham chiếu. Độ tin cậy của việc chuyển đổi tùy thuộc vào tính hiệu lực của đường cong hiệu chỉnh, phương trình, thuật toán hoặc vào bất kể sự chuyển đổi nào được sử dụng. Đồng thời nó phụ thuộc vào chất lượng các mẫu chuẩn hiệu chỉnh và số lượng và giá trị chiều dày của các điểm chuẩn so với chiều dày cần đo.

Khi một lớp phủ gây ra một huỳnh quang phụ từ lớp khác. Điều quan trọng là phương pháp chuyển đổi phải tính đến điều này.

Phép ngoại suy bên ngoài dải chiều dày được xác định bằng mẫu chuẩn hiệu chỉnh có thể đưa đến những sai số nghiêm trọng.

5.16 Độ nghiêng của bề mặt mẫu thử

Nếu độ nghiêng của bề mặt thử so với chùm tia X khác với độ nghiêng sử dụng trong quá trình hiệu chỉnh, thì khi đó có thể xảy ra một thay đổi lớn trong tốc độ đếm, đặc biệt ở phần đường cong hiệu chỉnh phía trên tốc độ đếm chuẩn hóa 0,9, tại đó có thể xảy ra một sự thay đổi lớn về chiều dày, ví dụ một sự khác nhau 5° trong độ nghiêng có thể gây ra một thay đổi 3 % trong tốc độ đếm và từ đó dẫn tới một sự thay đổi 12 % trong chiều dày.

6 Sự hiệu chỉnh thiết bị

6.1 Giới thiệu

6.1.1 Quy định chung

Phải hiệu chỉnh thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị. Phải thật sự chú ý đến các nhân tố ảnh hưởng đã nêu ở Điều 5 và các yêu cầu ở Điều 8.

Phải hiệu chỉnh thiết bị với mẫu chuẩn có cùng thành phần của (các) lớp phủ và lớp nền cũng như vật liệu được đo. Các trường hợp ngoại lệ được phép nếu như tình trạng thay đổi không ảnh hưởng đến tính chất bức xạ dùng để tính toán các số ghi chiều dày (và thành phần).

Phải hiệu chỉnh thiết bị bằng mẫu chuẩn bất cứ khi nào có điều kiện. Trong tình trạng khi mà các mẫu chuẩn rất khó đạt được như ý muốn, ví dụ, hoặc là lớp phủ hoặc là lớp nền không bình thường, thì có thể sử dụng phương pháp hiệu chỉnh không dùng chuẩn, với các mô phỏng máy tính dựa vào phương pháp các tham số cơ bản. Dù vậy, bất cứ mẫu chuẩn nào được sử dụng để hiệu chỉnh phải có thành phần của lớp phủ và lớp nền giống như vật liệu được đo, có thể có ngoại lệ nếu như các điều kiện thay đổi không ảnh hưởng đến tính chất bức xạ được dùng để tính toán chiều dày (và thành phần).

TCVN 10310:2014

VÍ DỤ:

- Để đo được: vàng trên thép không gỉ.
- Để hiệu chỉnh sử dụng: vàng trên niken.
- Cường độ của bức xạ Au-L không bị ảnh hưởng bởi bức xạ đặc trưng của niken hoặc thép không gỉ. Sử dụng phương pháp phát xạ (xem 3.5.1) và nếu cường độ của Au-L được chỉnh sửa đối với các pic chồng lấn lên nhau thì khi đó có thể hiệu chỉnh bằng mẫu chuẩn vàng trên niken.

Thời gian đo được chọn trong quá trình hiệu chỉnh cũng đóng góp vào độ không đảm bảo đo của đường cong hiệu chỉnh. Do đó phải chọn thời gian đo đủ dài để sao cho độ không đảm bảo đo của các phép đo tốc độ đếm đối với mẫu chuẩn là đủ nhỏ.

6.1.2 Hiệu chỉnh dải tuyến tính

Đối với các phép đo trên các lớp phủ rất mỏng, trong dải tuyến tính, nghĩa là, đối với các lớp phủ mà nó tạo ra tốc độ đếm chuẩn hoá dưới 0,3 (30% của toàn bộ thang đo), phải tiến hành một quá trình hiệu chỉnh sử dụng một mẫu vật liệu nền không phủ và một mẫu chuẩn phủ đơn với chiều dày đã biết nằm trong dải tuyến tính. Người sử dụng phải biết chắc là chiều dày đo và chiều dày của mẫu chuẩn hiệu chỉnh nằm trong dải tuyến tính.

6.1.3 Hiệu chỉnh dải logarit

Đối với các phép đo trong dải logarit, trong hầu hết các trường hợp cần thiết dùng một bộ với ít nhất 4 mẫu chuẩn:

- Một mẫu có lớp nền không phủ;
- Một mẫu vật liệu phủ có chiều dày ít nhất là bão hòa;
- Một mẫu chuẩn được phủ tại hoặc rất gần phía thấp của dải chiều dày logarit;
- Một mẫu chuẩn được phủ có một lớp phủ ở phía cao của dải chiều dày logarit.

6.1.4 Toàn dải có thể đo

Để đo từ zero đến dải hypebon, phải sử dụng bổ sung mẫu chuẩn được phủ để xác định cẩn thận hơn các điểm tận cùng của dải chiều dày.

Một số thiết bị được chuẩn với các chuẩn bổ sung này có khả năng nội suy cho các chiều dày nằm giữa giá trị zero và giá trị chuẩn nhỏ nhất.

Không nên ngoại suy ra ngoài mẫu chuẩn cao nhất bởi vì rất dễ cung cấp một kết quả không đáng tin cậy (xem 5.2).

6.1.5 Kỹ thuật không sử dụng mẫu chuẩn bằng mô phỏng máy tính theo phương pháp các tham số cơ bản

Đối với kỹ thuật không sử dụng mẫu chuẩn, phần mềm mô phỏng mô hình hóa một cách chính xác các thuộc tính vật lý thực của mẫu.

Kỹ thuật này cho phép nhận được các số đo chiều dày và thành phần mà các phương pháp khác phải rất khó khăn hoặc không thể. Tuy nhiên, nếu có thể, độ chính xác của các phép đo này sẽ được cải thiện bằng cách sử dụng mẫu chuẩn. Các hiệu chỉnh cho các phép đo này trong trường hợp sử dụng bổ sung mẫu chuẩn tuân theo cùng một cách thực hiện và cùng một điều kiện giới hạn 6.1.1.

Trong trường hợp tại đó mẫu thử và mẫu chuẩn có sẵn không đáp ứng được các điều kiện 6.1.1, sự mô phỏng của máy vi tính dựa trên kỹ thuật thống số cơ bản sẽ bao gồm cả những tình trạng này nếu đáp ứng các điều kiện sau đây:

- a) Thành phần của lớp phủ của mẫu chuẩn và của phần được đo không khác nhau đáng kể;
- b) Khi bức xạ đặc trưng của các hợp phần lớp nền ảnh hưởng đến cường độ bức xạ dùng để tính toán chiều dày và thành phần của lớp phủ, thì thành phần của lớp nền mẫu chuẩn và mẫu thử không được khác nhau nhiều.

6.2 Mẫu chuẩn

6.2.1 Quy định chung

Sử dụng mẫu chuẩn phù hợp để hiệu chỉnh thiết bị. Độ không đảm bảo đo cuối cùng của phép đo phụ thuộc trực tiếp vào độ không đảm bảo của phép đo mẫu chuẩn hiệu chỉnh và độ chính xác của phép đo.

Mẫu chuẩn phải có lớp phủ đồng đều với khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày biết trước và trong trường hợp các hợp kim, có thành phần biết trước. Lớp phủ, bất kỳ ở đâu, trên bề mặt sẵn có hoặc bề mặt xác định của mẫu chuẩn không được sai lệch quá $\pm 5\%$ so với giá trị quy định. Mẫu chuẩn được quy định về đơn vị chiều dày (ngược lại với khối lượng trên đơn vị diện tích) được cho là tin cậy với điều kiện chúng được sử dụng cho các lớp phủ có cùng thành phần và có cùng hoặc tỷ khối biết trước. Đối với phép đo thành phần của một hợp kim, thành phần của mẫu chuẩn hiệu chỉnh không cần phải giống hệt nhau, nhưng phải được biết trước.

6.2.2 Lá mỏng

Nếu các mẫu chuẩn có hình dạng lá mỏng được phủ lên một bề mặt nền đặc biệt, cần thiết phải chú ý các thao tác khi dùng để bề mặt tiếp xúc sạch sẽ không có các nếp gấp hoặc vết xoắn. Bất kỳ sự chênh lệch tỷ khối phải được bù trừ hoặc tính đến trong phép đo cuối cùng.

6.3 Lựa chọn mẫu chuẩn

Hiệu chỉnh thiết bị hoặc là theo khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc theo đơn vị chiều dày, trong trường hợp sau, giá trị chiều dày phải đi kèm theo tỷ khối của vật liệu phủ hoặc tỷ khối được thừa nhận nếu chiều dày của mẫu chuẩn được tính từ một phép đo khối lượng trên đơn vị diện tích. Mẫu chuẩn phải có cùng vật liệu phủ và vật liệu nền như mẫu thử (xem 5.7 và 5.8), mặc dù một số kiểu thiết bị cho phép một ít sai lệch so với mô hình lý tưởng này (xem 3.1).

TCVN 10310:2014

6.4 Đặc trưng phát xạ tia X của mẫu chuẩn

Lớp phủ của mẫu chuẩn hiệu chỉnh phải có cùng tính chất phát xạ (hoặc hấp thụ) tia X như lớp phủ sẽ đo (xem 5.6).

6.5 Đặc trưng phát xạ tia X lớp nền của mẫu chuẩn theo chiều dày

Nếu xác định chiều dày bằng phương pháp hấp thụ tia X hoặc phương pháp tỷ số, lớp nền của mẫu chuẩn theo chiều dày phải có cùng tính chất phát xạ tia X như lớp nền của mẫu thử. Điều này phải được xác nhận bằng cách so sánh cường độ bức xạ đặc trưng chọn lọc của cả hai lớp nền không phủ của mẫu thử và của mẫu chuẩn tham chiếu hiệu chỉnh

6.6 Chiều dày lớp nền

Trong phương pháp hấp thụ tia X và phương pháp tỷ số, chiều dày lớp nền của mẫu thử và của mẫu chuẩn hiệu chỉnh phải giống hệt nhau trừ trường hợp chiều dày bão hoà (xem 2.3) bị vượt quá.

Nếu độ cong của lớp phủ cần đo làm giảm hiệu lực của quá trình chuẩn theo mặt phẳng, cần thiết phải:

- a) Tuân theo những quy định phòng ngừa nêu tại 5.1.1; hoặc
- b) Hiệu chỉnh dùng mẫu chuẩn có cùng độ cong như mẫu thử.

7 Cách tiến hành

7.1 Quy định chung

Vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất và đặc biệt chú ý tới các nhân tố nêu trong Điều 5 và các yêu cầu của độ chính xác tại 6.2 và Điều 8.

7.2 Ống chuẩn trực hoặc độ mờ

Chọn độ mờ hoặc ống chuẩn trực phù hợp với hình dáng và kích thước diện tích thử có trên mẫu thử. Cần đảm bảo khoảng cách giữa lỗ hở của độ mờ ống chuẩn trực và mẫu thử không thay đổi trong thời gian đo. Kiểm tra vị trí và diện tích của chùm tia X tới tại bề mặt mẫu thử theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

7.3 Phép đo bề mặt cong

Có thể tiến hành phép đo trên bề mặt cong, với điều kiện là độ mờ ống chuẩn trực được chọn đủ nhỏ sao cho có thể sử dụng được một đường chuẩn đã hiệu lực cho trường hợp mặt mẫu phẳng. Nếu không, trường hợp này cần phải tính đến những nhận xét nêu trong 5.4 và 5.11

7.4 Kiểm tra việc hiệu chỉnh

Việc hiệu chỉnh thiết bị phải được kiểm tra định kỳ hoặc trước mỗi loạt thử bằng cách đo lại một trong các mẫu chuẩn hoặc một mẫu tham chiếu đã biết khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày. Nếu

kết quả đo có khác biệt lớn đến mức không thỏa mãn các yêu cầu trong Điều 8, cần hiệu chỉnh lại thiết bị.

7.5 Thời gian đo

Vì độ không đảm bảo đo của phép đo cuối cùng phụ thuộc vào thời gian đo, chọn một thời gian đo đủ để tạo ra một độ không đảm bảo đo nhỏ (độ lặp lại) chấp nhận được.

7.6 Số các phép đo

Vì độ không đảm bảo đo của phép đo sẽ được xác định một phần bởi số các phép đo thực hiện, việc tăng số các phép đo sẽ làm giảm độ không đảm bảo đo của nó. Nếu số các phép đo tăng lên n thì độ không đảm bảo đo của phép đo sẽ giảm bằng một hệ số của $1/\sqrt{n}$.

Độ lệch chuẩn sẽ được tính từ ít nhất 10 phép đo được thực hiện bằng cách đặt lại cùng một diện tích mẫu đo, dưới hoặc trên chùm tia, sau mỗi phép đo.

7.7 Sự phòng ngừa

Xem cảnh báo tại Điều 1.

7.8 Biểu thị kết quả

Việc chuyển đổi giá trị cường độ (tốc độ đếm) sang đơn vị khối lượng trên đơn vị diện tích hoặc chiều dày được thực hiện bằng các thiết bị hiện đang bán trên thị trường. Đối với các thiết bị khác, xây dựng các đường cong tương tự như các đường cong trong Hình 1 với các mẫu chuẩn thích hợp. Nếu không có sự thỏa thuận nào khác, biểu thị kết quả các phép đo khối lượng trên đơn vị diện tích ra miligam trên centimét vuông và các kết quả chiều dày ra micromét

8 Độ không đảm bảo đo

Một thiết bị phải được hiệu chỉnh và vận hành sao cho độ không đảm bảo đo tốt hơn so với 10 %.

Độ không đảm bảo đo đồng thời phụ thuộc vào độ chính xác của mẫu chuẩn, độ chính xác của đường cong hiệu chỉnh, độ lặp lại của phép đo và ảnh hưởng hệ thống chưa được chỉnh sửa ở Điều 5. Để giảm nhỏ độ không đảm bảo đo, tăng thời gian phép đo, số các phép đo thực hiện đối với mẫu hiệu chỉnh và mẫu thử. Chọn kích thước ống chuẩn trực/độ mở lớn nhất có thể.

9 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này, nghĩa là TCVN 10310 (ISO 3497);
- b) Sự nhận biết rõ ràng về mẫu thử;
- c) Ngày tháng của phép đo;

TCVN 10310:2014

- d) Vị trí của phép đo trên mẫu thử;
- e) Số lần đo để tính trung bình cho mỗi phép đo ghi trong biên bản;
- f) Kích thước độ mở ống chuẩn trực và kích thước diện tích đo, nếu khác nhau;
- g) Các giá trị đo được;
- h) Tỷ khối được sử dụng để tính chiều dày và sự hợp lý cho giá trị sử dụng;
- i) Một độ lệch tiêu chuẩn mà nó đại diện cho các phép đo ghi trong biên bản;
- j) Bất kỳ một sai lệch nào so với phương pháp thử của tiêu chuẩn này;
- h) Bất kỳ nhân tố nào có thể ảnh hưởng đến việc giải thích các kết quả ghi trong biên bản;
- l) Tên của nhân viên vận hành và tên của phòng thí nghiệm thử nghiệm;
- m) Ngày chứng nhận gần nhất của các mẫu hiệu chuẩn và mẫu chuẩn tham chiếu khác được sử dụng và xuất xứ của chúng.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các phạm vi đo điển hình đối với một số vật liệu phủ thông thường**Bảng A1 - Các phạm vi đo điển hình đối với một số vật liệu phủ thông thường**

Lớp phủ	Lớp nền	Phạm vi chiều dày gần đúng	
		μm	inch
Nhôm	Đồng	0 đến 100,0	0 đến 0,004
Cadmi	Sắt	0 đến 60,0	0 đến 0,0024
Đồng	Nhôm	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Đồng	Sắt	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Đồng	Chất dẻo	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Vàng	Gốm	0 đến 8,0	0 đến 0,00032
Vàng	Đồng hoặc niken	0 đến 8,0	0 đến 0,00032
Chì	Đồng hoặc niken	0 đến 15,0	0 đến 0,0006
Niken	Nhôm	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Niken	Gốm	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Niken	Đồng	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Niken	Sắt	0 đến 30,0	0 đến 0,0012
Paladi	Niken	0 đến 40,0	0 đến 0,0016
Paladi, niken	Niken	0 đến 20,0	0 đến 0,0008
Palatin	Titan	0 đến 7,0	0 đến 0,00028
Rhodi	Đồng hoặc niken	0 đến 50,0	0 đến 0,0020
Bạc	Đồng hoặc niken	0 đến 50,0	0 đến 0,0020
Thiếc	Nhôm	0 đến 60,0	0 đến 0,0024
Thiếc	Đồng hoặc niken	0 đến 60,0	0 đến 0,0024
Thiếc-Chì	Đồng hoặc niken	0 đến 40,0	0 đến 0,0016
Kẽm	Sắt	0 đến 40,0	0 đến 0,0016

CHÚ THÍCH 1: Độ không đảm bảo đo sẽ không thay đổi trên toàn bộ phạm vi và sẽ tăng lên về mỗi phía tận cùng của phạm vi

CHÚ THÍCH 2: Các phạm vi là gần đúng và phụ thuộc nhiều vào độ không đảm bảo đo chấp nhận được.

CHÚ THÍCH 3: Cả hai lớp trên cùng và lớp trung gian được đo đồng thời, phạm vi chiều dày đo được của các vật liệu lớp phủ riêng biệt (đã nêu trên) sẽ thay đổi vì sự tương tác khác nhau giữa các chùm huỳnh quang tia X, nghĩa là lớp phủ trên cùng sẽ hấp phụ huỳnh quang từ lớp phủ trung gian; ví dụ, nếu đo vàng và niken trên đồng, nếu lớp phủ vàng có chiều dày vượt quá 2 μm thì huỳnh quang không đủ để đo niken với độ chính xác cao.

CHÚ THÍCH 4: Các mức đo chỉ ra độ không đảm bảo đo mức riêng trong khi thực hiện phép đo chiều dày lớp phủ với lớp phủ dày hơn 0 μm (ví dụ vàng trên đồng hoặc niken $\pm 0,005 \mu\text{m}$). Phạm vi thấp hơn của phạm vi đo phải được hiểu theo nghĩa này.