

TCVN 5052 - 2 : 2009

ISO 4499 - 2 : 2008

Xuất bản lần 2

**HỢP KIM CỨNG – XÁC ĐỊNH TỔ CHỨC
TẾ VI BẰNG PHƯƠNG PHÁP KIM TƯƠNG
PHẦN 2: ĐO KÍCH THƯỚC HẠT WC**

*Hardmetals – Metallographic determination of microstructure –
Part 2: Measurement of WC grain size*

Lời nói đầu

TCVN 5052-2 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 4499-2 : 2008;

TCVN 5052-2 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC
Thép biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 5052 : 2009 (ISO 4499 : 2008), *Hợp kim cứng – Xác định tổ chức
tế vi bằng phương pháp kim tương*, bao gồm có 2 phần:

- *Phần 1: Phương pháp chụp ảnh tổ chức tế vi và mô tả.*
- *Phần 2: Đo kích thước hạt WC.*

Hợp kim cứng – Xác định tổ chức tế vi bằng phương pháp kim tương

Phần 2: Đo kích thước hạt WC

Hardmetals – Metallographic determination of microstructure –

Part 2: Measurement of WC grain size

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra những nguyên tắc về đo kích thước hạt trong hợp kim cứng bằng kỹ thuật kim loại học trong điều kiện chỉ sử dụng kính hiển vi quang học hoặc kính hiển vi điện tử. Nội dung dành cho hợp kim cứng thiêu kết hệ WC/C₀ (còn được gọi là cemented carbides hoặc cermets) có chứa pha cứng cơ bản là WC. Nội dung tiêu chuẩn tập trung giới thiệu kỹ thuật đo diện tích để đo kích thước hạt và sự phân bố của hạt.

Tiêu chuẩn này cơ bản bao gồm chủ đề chính:

- Hiệu chuẩn thước chia độ trên kính hiển vi để tạo cơ sở độ chính xác của phép đo;
- Kỹ thuật phân tích đường để thu được số liệu thống kê vừa đủ có ý nghĩa;
- Các phương pháp phân tích để tính giá trị trung bình có tính đại diện;
- Báo cáo tường trình nhằm đáp ứng các yêu cầu chất lượng hiện đại.

Tiêu chuẩn này được hỗ trợ bằng sự nghiên cứu tình trạng hệ thống thiết bị đo lường để làm rõ các kỹ thuật được khuyến nghị (xem Phụ lục A).

Tiêu chuẩn này không dành cho các nội dung sau:

- Hệ thống thiết bị đo phân bố kích thước hạt;
- Giới thiệu hình dạng bề ngoài các thiết bị đo. Thời gian tới cần nghiên cứu bổ sung thêm phần này.

Mặc dù kỹ thuật đo hệ số từ kháng đôi khi đòi hỏi sử dụng thiết bị chuyên dùng đo kích thước hạt, song tiêu chuẩn này chỉ hướng dẫn phương pháp đo kim tương. Tiêu chuẩn cũng chỉ áp dụng cho hợp kim cứng ở dạng thiêu kết và không dùng cho dạng bột. Tuy vậy, phương pháp này trên nguyên tắc có thể dùng để đo kích thước hạt trung bình của nhiều hạt bột sau khi được gắn kết và cắt mảnh thích hợp.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 5051 (ISO 3326), *Hợp kim cứng – Xác định lực kháng*.

TCVN 5052-1 (ISO 4499-1), *Hợp kim cứng – Xác định tổ chức tế vi bằng phương pháp kim tương - Phần 1: Phương pháp chụp ảnh tổ chức tế vi và mô tả*.

ISO 3369, *Impermeable sintered metal materials and hardmetals – Determination of density* (Vật liệu kim loại thiêu kết không thấm nước và hợp kim cứng – Xác định tỷ trọng).

ISO 3738-1, *Hardmetals - Rockwell hardness test (Scale A) – Part 1: Test method* (Hợp kim cứng - Thử độ cứng Rockwell (thang A) - Phần 1: Phương pháp kiểm tra).

ISO 3738-2, *Hardmetals - Rockwell hardness test (Scale A) – Part 2: Preparation and calibration of standard test blocks* (Hợp kim cứng - Thử độ cứng Rockwell (thang A) - Phần 2: Chuẩn bị và hiệu chuẩn bằng mẫu).

ISO 3878, *Hardmetals – Vickers hardness test* (Hợp kim cứng - Thử độ cứng Vickers).

ISO 4489 : 1978, *Sintered hardmetals – Sampling and testing* (Hợp kim cứng thiêu kết - Lấy mẫu và thử nghiệm).

ISO 4505, *Hardmetals – determination of porosity and uncombined carbon* (Hợp kim cứng – Xác định độ xốp và cacbon không liên kết).

3 Thuật ngữ, định nghĩa, viết tắt, ký hiệu và đơn vị

3.1 Quy định chung

Thuật ngữ dùng để miêu tả kích thước khác nhau của hạt bột hoặc hợp kim cứng trạng thái thiêu kết có phạm vi rất rộng. Ví dụ, các thuật ngữ dưới đây thường dùng trong các ấn phẩm và báo cáo.

Rất thô (Extra coarse)	Cận micrông (Submicron)
Thô (Coarse)	Bột mịn micrô (Microfine)
Thô vừa (Coarse/medium)	Hạt tinh thể micrô (Micrograin)
Trung bình (Medium)	Pha nano (Nanophase)
Trung bình mịn (Medium/Fine)	Hạt tinh thể nano (Nanograin)
Nhỏ mịn (Fine)	Siêu tế vi (Super fine)

Rất nhỏ mịn (Very fine)

Siêu mịn (Vetrafine)

Cực mịn (Extrafine)

Rất ít những thuật ngữ này được sự chấp thuận rộng rãi hoặc có được định nghĩa rõ ràng về khoảng kích thước giữa những người sử dụng và những người sản xuất bột hoặc sản phẩm thiêu kết.

Chính vì vậy theo thỏa thuận giữa cộng đồng người sản xuất và sử dụng hợp kim cứng những thuật ngữ định nghĩa kích thước hạt trong 3.2 được khuyến nghị sử dụng.

Độ không chắc chắn trong phương pháp đo kích thước hạt bằng đường chặn khoảng 10 %, ví dụ đếm được số hạt từ 200 hạt đến 300 hạt. Cho nên khi số đo nằm ở giới hạn hoặc thấp hơn giới hạn cấp hạt cần phải xử lý cẩn thận. Khuyến nghị xử lý như sau, nếu các kết quả đo rơi vào 10 % trong giới hạn cấp hạt nào đó thì hãy xếp cấp hạt theo cấp hạt đó.

Ví dụ:

0,19 μm là cấp nano/ siêu mịn

0,21 μm là cấp siêu mịn/nano

0,75 μm là cấp cận micrô/ nhỏ mịn

0,85 μm là cấp nhỏ mịn/cận micrô

1,29 μm là cấp nhỏ mịn/trung bình

1,31 μm là cấp trung bình/nhỏ mịn

2,4 μm là cấp trung bình/thô

2,6 μm là cấp thô/trung bình

3.2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.2.1

Nano (nano)

Với hạt WC kích thước < 0,2 μm

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.2.2

Siêu mịn (ultrafine)

Với hạt WC có kích thước từ 0,2 μm đến 0,5 μm .

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.2.3

Cận micrông (submicron)

Với hạt WC có kích thước từ 0,5 μm đến 0,8 μm .

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.2.4

Nhỏ mịn (fine)

Với hạt WC có kích thước từ 0,8 μm đến 1,3 μm .

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong Tiêu chuẩn này.

3.2.5

Trung bình (medium)

Với hạt WC có kích thước từ 1,3 μm đến 2,5 μm .

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.2.6

Thô (coarse)

Với hạt WC có kích thước từ 2,5 μm đến 6,0 μm .

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.2.7

Rất thô (extra coarse)

Với hạt WC có kích thước $> 6,0 \mu\text{m}$.

CHÚ THÍCH: Được đo bằng phương pháp đoạn chặn thẳng trung bình được mô tả trong tiêu chuẩn này.

3.3 Ký hiệu, viết tắt và đơn vị

Tiêu chuẩn này áp dụng các ký hiệu, viết tắt và đơn vị sau:

A là diện tích, đo bằng đơn vị milimét vuông (mm^2);

d_{wc} là giá trị trung bình số học đoạn chặn thẳng của hạt WC, đo bằng đơn vị micromét (μm);

ECD là đường kính cong tròn tương đương, đo bằng milimét (mm);

L là độ dài đường kẻ, đo bằng milimét (mm);

L_I là giá trị trung bình số học của khoảng cách đoạn chặn, đo bằng đơn vị micromét (μm);

l_i là chiều dài đo được của từng đoạn chặn riêng lẻ, đo bằng micromét (μm);

$\sum l_i$ là tổng chiều dài đo được của các đoạn chặn riêng lẻ;

N là số biên giới hạt bị cắt ngang qua;

n là số hạt WC bị chặn;

m là độ phóng đại;

$m_{\max}$ là độ phóng đại lớn nhất;

$m_{\min}$ là độ phóng đại thấp nhất;

s_m là kích thước đo được, đo bằng đơn vị milimét (mm);

s_a là kích thước thực, đo bằng đơn vị milimét (mm).

4 Thông tin tổng quan

Tiêu chuẩn này nhằm phát hành ấn phẩm có tính thực hành tốt về đo giá trị trung bình của kích thước hạt WC. Tiêu chuẩn khuyến nghị sử dụng kỹ thuật đo đoạn chặn thẳng để đo. Những kỹ thuật đo giàu tính thực tiễn dùng tiện lợi cho sự kiểm tra tổ chức tế vi được trình bày trong TCVN 5052-1 (ISO 4499-1).

Đặc điểm và tính chất của hợp kim cứng phụ thuộc trực tiếp vào tổ chức tế vi tiến triển trong quá trình chế tạo, sau đó là sự phụ thuộc vào tính chất đặc trưng của mẻ bột ban đầu. Sự hiểu biết về tổ chức tế vi là chìa khoá để khống chế và cải thiện các đặc tính của hợp kim cứng, do đó việc đo nét đặc trưng của tổ chức tế vi, kích thước từng hạt và phân bố kích thước hạt là cực kỳ quan trọng.

Các phương pháp chuẩn bị mẫu kim cương và kỹ thuật tẩm thực cũng quan trọng như phương pháp đo kích thước hạt (xem [1] đến [4] trong thư mục tham khảo) và có trong TCVN 5052-1 (ISO 4499-1). Loại hợp kim cứng tiêu kết chủ yếu là WC với chất liên kết Co. Tuy nhiên nói chung có thể sử dụng các hợp kim cứng chứa cacbit lập phương hoặc hợp kim cứng trên cơ sở TiC hoặc Ti (CN).

Cách trực tiếp nhất để đo kích thước hạt WC là đánh bóng và tẩm thực mặt cắt ngang tổ chức tế vi sau đó dùng kỹ thuật kim tương định lượng để đo giá trị trung bình kích thước hạt hoặc bằng cách đếm hạt trên diện tích hoặc bằng kỹ thuật đo đoạn chặn đường.

Có ba cách để xác định kích thước hạt trung bình từ số hạt WC:

- bằng chiều dài (của đoạn thẳng 2D cắt ngang hạt);
- bằng diện tích (của các hạt có đoạn cắt 2D);
- bằng thể tích (của các hạt riêng lẻ).

Số trung bình thu được bằng cách thống kê từng giá trị đo của thông số quan tâm (chiều dài, diện tích hoặc thể tích) và chia tổng giá trị của các thông số (chiều dài, diện tích hoặc thể tích) cho số lần các thông số này đếm được.

Giá trị được sử dụng nhiều nhất khi đo là thông số chiều dài. Các giá trị này có thể thu được bằng vài ba cách, thí dụ, bằng các đường thẳng song song hoặc các vòng tròn như được miêu tả trong ASTM E112^[12].

- bằng đoạn chặn dạng đường, được gọi là phương pháp Heyn. Các đoạn chặn có được từ đường thẳng vẽ ngang qua tổ chức;

- bằng đường kính vòng tròn tương đương¹⁾; đường kính này thu được bằng cách đo các diện tích hạt sau đó tìm đường kính của vòng tròn có diện tích tương đương.

Một phương pháp bổ sung do Jeffries thiết lập có thể tính được số hạt trên một đơn vị diện tích. Nếu có yêu cầu, việc này có thể được biến đổi thành đường kính vòng tròn tương đương.

5 Thiết bị, dụng cụ

Kích thước hạt được đo từ ảnh tổ chức tế vi. TCVN 5052-1 (ISO 4499-1), ASTM 657^[10] và ASTM 665^[11] cần được xem xét đối với tính thực hành tốt nhất trong sự chuẩn bị bề mặt soi tổ chức tế vi.

Ảnh tổ chức hợp kim cứng thông thường được tạo ra trên hiển vi quang học hoặc trên kính hiển vi điện tử quét (SEM). Để việc đo chính xác, tốt nhất là sử dụng kính hiển vi điện tử quét để tạo ảnh. Thậm chí ngay trong vật liệu có hạt lớn, bề mặt mẫu soi cắt ngang qua nhiều hạt ở những góc độ khác nhau, cho các phần đoạn chặn nhỏ đến mức chỉ có thể sử dụng kính hiển vi điện tử quét mới đo được chính xác.

Việc đo các chiều dài đoạn chặn từ ảnh tổ chức tế vi có thể thực hiện bằng thao tác tay hoặc sử dụng máy phân tích ảnh bán tự động. Phân tích ảnh tự động có thể được sử dụng trong một số trường hợp khi ảnh rất nét, hạt to và độ đậm nhạt phân biệt tốt, song đối với nhiều vật liệu, đặc biệt là những vật liệu hạt rất nhỏ mịn, rất khó tạo được ảnh đẹp và nói chung không thể phân tích ảnh tự động.

Đối với cấp hạt siêu mịn và nano trên thực tế khó có thể thu được ảnh tổ chức tốt khi sử dụng kính hiển vi điện tử quét thông thường với đèn nguồn điện tử là sợi vonfram. Đối với những vật liệu này khuyến nghị sử dụng kính hiển vi điện tử quét trường phun xạ (FESEM). Những hệ thống này cho ảnh với độ phân giải được nâng cao đáng kể, đủ để đo các vật liệu với các đoạn chặn có kích thước trung bình khoảng từ 0,1 μm đến 0,2 μm . Đối với các vật liệu có kích thước hạt nhỏ hơn cần phải sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM).

Tuy nhiên, vấn đề chọn mẫu và chuẩn bị mẫu khảo sát có yêu cầu cao đặc biệt (xem [7] trong thư mục tài liệu tham khảo). Việc chuẩn bị mẫu cẩn thận để có được ảnh tốt là khâu quyết định đối với các vật liệu này, đương nhiên phải kết hợp với phương pháp tẩm thực tốt [xem TCVN 5052-1 (ISO 4499-1)].

6 Hiệu chuẩn

Để phép đo có chất lượng đáng tin cậy, ảnh tổ chức tốt phải được hiệu chuẩn lại độ phóng đại bằng cách đối chứng với thước micromet hoặc thang chia vạch được liên kết với chuẩn so sánh quốc gia. Thước micromet được sử dụng thông dụng nhất cho kính hiển vi điện tử quét SEM, là bộ thước chia

¹⁾ Đối với các hạt đẳng trục, có thể biến đổi đường kính vòng tròn tương đương (ECD) kích thước hạt hành đoạn chặn đường (LI) tính theo công thức [1]:

$$LI = \sqrt{A} = \sqrt{\pi/4} ECD \quad (1)$$

Do đó $ECD = 1,13 LI$

Cách biểu diễn này đã được thảo luận trong tài liệu viện dẫn [1] và [5] trong thư mục tham khảo.

vạch SIRA. Đó là những thước thẳng có kẻ vạch, số vạch có thể là 19,7 vạch trên mm và 2160 vạch trên mm. Tuy nhiên, bộ thước chia vạch này cũng phải được hiệu chuẩn và chứng nhận là liên kết với chuẩn so sánh quốc gia.

Đối với các ảnh thu được từ kính hiển vi quang học, ảnh hiệu chuẩn trên lưới cũng có thể thu được khi sử dụng cùng một kính vật (và cùng độ phóng đại vốn có hoặc cùng vị trí tiêu cực) và cùng kỹ thuật chiếu sáng. Kính hiển vi được lắp nguồn chiếu sáng Kohler để thu được độ phân giải lớn nhất (max) (xem [8] trong thư mục sách tham khảo).

Đối với ảnh thu được từ kính hiển vi điện tử quét, các ảnh hiệu chuẩn sẽ thu được trong điều kiện như nhau (điện áp tăng tốc kV, khoảng cách công tác, khẩu kính ánh sáng) khi sử dụng nó để khảo sát hợp kim cứng.

7 Đo kích thước hạt bằng phương pháp đoạn chặn đường

7.1 Quy định chung

Phương pháp này được khuyến nghị sử dụng giá trị trung bình số học của đoạn chặn trung bình làm thông số để xác định kích thước hạt WC. Phương pháp này là đơn giản nhất trong sử dụng và có thêm thuận lợi là số liệu được cung cấp có thể sử dụng để xác định khoảng rộng của phân bố hạt.

Phương pháp này yêu cầu vẽ đường thẳng ngang qua ảnh cần xác định cỡ hạt. Trong trường hợp vật liệu một pha, đường có chiều dài (L) bắt đầu ở vị trí bất kỳ, cắt ngang qua số biên giới hạt (N) và kết thúc ở một vị trí bất kỳ khác. Giá trị trung bình của khoảng cách đoạn chặn LI do đó bằng:

$$LI = L / N \quad (2)$$

Có thể thấy từ công thức trên chỉ có thể tính được khoảng cách trung bình của khoảng cách đoạn chặn, ở đó không cho thông tin phân bố của kích thước hạt.

Đối với vật liệu hai pha thông thường, ví dụ như hợp kim cứng (pha α và β) kỹ thuật đoạn chặn đường ít tin cậy bởi vì mỗi một pha phải được đo độc lập, song phương pháp đó có thể cung cấp thông tin và sự phân bố của kích thước hạt. Đường được vẽ qua ảnh của tổ chức tế vi hợp kim cứng cần xác định cỡ hạt. Ở vùng đường này chặn một hạt WC có chiều dài đoạn chặn (l_i) được đo bằng thước đã hiệu chuẩn (chỉ số $i = 1, 2, 3, \dots, n$ ứng với các hạt thứ 1, 2, 3, ..., n). Cần phải đếm ít nhất 100 hạt, ưu tiên chọn ít nhất 200 hạt để độ không đảm bảo đo giảm xuống 10 %.

Giá trị trung bình đoạn chặn kích thước hạt được xác định bằng:

$$d_{wc} = \sum l_i / n \quad (3)$$

Các kích thước hạt của hợp kim cứng đại thể nằm trong khoảng 0,1 μm đến 10 μm . Do độ không đảm bảo của phép đo, cho nên việc thực hành tốt dành cho báo cáo về giá trị trung bình đoạn chặn kích thước hạt được lấy tới một giá trị thập phân đối với các giá trị > 10 μm và tới hai giá trị thập phân đối

TCVN 5052-2 : 2009

với các giá trị $< 1,0 \mu\text{m}$, tức là các kết quả được báo cáo tới hai con số có ý nghĩa, ví dụ $3,4 \mu\text{m}$ hoặc $0,18 \mu\text{m}$.

Ví dụ thực hành được cho trong Phụ lục A.

7.2 Lấy mẫu

7.2.1 Lấy mẫu sản phẩm

Chọn mẫu là một nguyên công chọn một mẫu hợp kim cứng hoặc một vùng trong mẫu đó để dùng cho kiểm tra.

Việc chọn mẫu ngẫu nhiên được định nghĩa như sau, đó là sự chọn một cá thể từ trong một đám đông, mỗi cá thể trong đám đông đó đều có cơ hội được chọn như sau (xem [9] trong thư mục tham khảo). ISO 4489 : 1978, Điều 4 quy định: “Để xác nhận cấp hợp kim cứng, thông thường phải lấy đầy đủ số lượng mẫu thử cho một đơn vị thử” dùng cho các thử nghiệm sau:

- xác định lực kháng từ TCVN 5051 (ISO 3326);
- xác định tỷ trọng ISO 3369;
- xác định độ cứng Rockwell HRA ISO 3738-1 và ISO 3738-2;
- xác định độ cứng Vickers HV ISO 3878;

Và các thử nghiệm có thể thực hiện trong những trường hợp đặc biệt:

- xác định tổ chức tế vi TCVN 5052 (ISO 4499);
- xác định độ xốp và cacbon không liên kết ISO 4505.

7.2.2 Lấy mẫu cho kiểm tra tổ chức tế vi

Lấy mẫu cho kiểm tra tổ chức tế vi cần phải suy xét cẩn thận trên cơ sở lý thuyết tiến hành đo:

a) Tổng kiểm tra phép đo trên phương diện chia vùng khảo sát

- các ảnh được chọn cho phân tích cần đại diện cho toàn bộ tiết diện mẫu và vị trí đo phải là ngẫu nhiên. Số lượng ảnh cần chuẩn bị được khuyến nghị ít nhất là bốn, để có thể phân tích tăng tốc phải bảo đảm tổng số các hạt được đo ít nhất 200 hạt.

b) xác định kích thước hạt trong vật liệu tổ chức đồng nhất

- trong trường hợp này các ảnh phải được quét một cách hệ thống tuần tự theo vị trí nhất định trên mặt cắt và để có được sự phân tích tăng tốc thì số hạt được đo ở mỗi một trường quan sát ít nhất là 200 hạt. Phương pháp này ví dụ trong trường hợp hạt tương đối lớn có thể xác định được sai số phép đo mỗi vị trí (sai số trung bình tỷ lệ với $1/\sqrt{N}$, trong đó N là số hạt ở mỗi vị trí).

c) Vật liệu không đồng nhất

- trong trường hợp này tổ chức tế vi sẽ không đồng nhất khi chuyển từ trường quan sát này sang trường quan sát tiếp theo, để dễ khảo sát cần tăng số lượng ảnh được đánh giá, song sự đo độ hạt vẫn chậm mặc dù tổng số hạt sẽ đếm vẫn đạt > 200 .

Độ phóng đại ảnh cần bảo đảm trên trường quan sát thấy được số hạt WC từ 10 đến 20, cho phép từng đoạn chặn được đo đạt độ chính xác tốt hơn 10 %. Trường hợp này chấp nhận 3 hoặc 4 đường thẳng vẽ cắt ngang qua ảnh, không tính đường thẳng hoàn toàn không cắt hạt WC nào. Hầu hết hợp kim cứng có tổ chức ít hoặc không dị hướng, thì tốt nhất chọn phương đặt thước thẳng là ngẫu nhiên và cho phép giao cắt nhau (xem [11] trong thư mục tham khảo). Bằng cách này có thể thu được khoảng 50 đoạn chặn kích thước hạt từ mỗi ảnh.

7.3 Sai số của phép đo

7.3.1 Sai số hệ thống và sai số ngẫu nhiên

Sai số của phép đo có thể có mấy nguồn:

- Có tính hệ thống, ví dụ sinh ra trong quá trình hiệu chuẩn kính hiển vi;
- Có tính thực nghiệm hoặc có tính ngẫu nhiên, ví dụ sinh trong quá trình truyền số liệu hoặc trong tính toán độ dài thực của đoạn chặn;
- Có tính thống kê, ví dụ do trạng thái ngẫu nhiên của kính hiển vi.

Nguyên nhân sai số hệ thống có thể đến từ các thiết bị đo được sử dụng để hiệu chuẩn ảnh. Thông thường, đối với độ phóng đại của kính hiển vi quang học sai số là con số duy nhất. Song nếu hiệu chuẩn trên những độ dài khác nhau hoặc hiệu chuẩn bởi các thí nghiệm viên khác nhau, thì kết quả sẽ thay đổi, biểu hiện ở quá trình trung bình của độ phóng đại và độ lệch tiêu chuẩn liên quan. Sai số phải chấp thuận lớn hơn khi sử dụng kính hiển vi điện tử quét do độ phóng đại không phải là số ổn định.

Sai số ngẫu nhiên hoặc do con người sẽ xảy ra khi đo các đoạn chặn riêng lẻ của các hạt WC. Những người thao tác khác nhau khi đo cùng đoạn chặn sẽ không chọn chính xác các vị trí của cùng đoạn chặn hoặc có thể không nhận ra hết đường biên giới hạt, và điều này sẽ dẫn tới độ không đảm bảo đo. Sai số ngẫu nhiên hoặc do con người khó xác định hơn sai số hệ thống.

Sai số thống kê có thể xảy ra nếu tổ chức tế vi được chọn một cách không thỏa đáng, ví dụ, số ảnh tổ chức tế vi được khảo sát quá ít hoặc số hạt được đo quá ít. Các thống kê đầy đủ của thử nghiệm là có ích cho việc tìm đến giá trị trung bình. Khi các phép đo được thực hiện, giá trị trung bình của kích thước đoạn chặn hoặc các thông số khác được tính toán bằng máy tính cho các giá trị trung bình động và các giá trị này sẽ được vẽ thành đồ thị biến đổi theo tổng số lần đo được thực hiện. Các giá trị trung bình này tuy dao động nhưng theo một xu thế tiến tới dần tới giá trị trung bình thực. Khi tăng số lần đo. Các phép đo sẽ được dừng lại khi sự dao động của giá trị trung bình đã đủ nhỏ.

7.3.2 Các kích thước hạt WC lớn

Trước khi quyết định độ phóng đại sẽ sử dụng để đo kích thước hạt, cho quét qua bề mặt mẫu đã tẩm thực để kiểm tra xem có hạt WC lớn tồn tại hay không. Nếu độ phóng đại được dùng quá lớn, những hạt này có thể không tương xứng trong trường quan sát và điều này sẽ ảnh hưởng tới sự thống kê kết quả đo. Một cách lý tưởng, độ phóng đại được sử dụng sao cho các hạt WC lớn nhất được hiện trên ảnh nhiều nhất (từ 10 đến 20 hạt trên tiết diện quan sát), 1/3 trường quan sát có ảnh như dạng chung. Trong thực tế luôn thường xảy ra có những hạt lớn bị chặn bởi đường ranh giới của trường quan sát và những hạt này không đo được. Tuy nhiên nếu số trường quan sát để đo đầy đủ và kỹ thuật trung bình động (xem Hình A.4) được sử dụng thì ảnh hưởng của các hạt lớn sẽ được hạn chế thấp nhất.

7.3.3 Đoạn chặn nhỏ nhất có thể đo

Hiện nay chưa có tiêu chuẩn liên quan đến kích thước đoạn chặn nhỏ nhất có thể đo được hoặc bằng kính hiển vi quang học hoặc bằng kính điện tử quét. Theo hướng độ phân giải của thiết bị đo được sử dụng có thể dùng để xác định đoạn chặn nhỏ nhất mà thiết bị có thể đo được. Đối với độ phân giải đặc biệt, những giới hạn dưới của đoạn chặn có thể đo được theo Bảng 1. Những số này đại diện cho độ phân giải cao nhất thu được trong điều kiện tối ưu. Trong thực tế, có thể thu được độ phân giải kém hơn, đặc biệt do sự chuẩn bị bề mặt mẫu không tốt sẽ khó có thể thu được ảnh có độ phân giải cao. Như vậy, chiều dài của đoạn chặn nhỏ nhất có thể đo được sẽ lớn hơn. Trong thực tế đoạn chặn nhỏ nhất có thể đo được bằng hai lần độ phân giải của dụng cụ đo và độ không đảm bảo đo bằng hai lần độ phân giải.

Bảng 1- Hướng dẫn các phép đo có thể thực hiện được

Dụng cụ đo	Độ phân giải lớn nhất	Chiều dài đoạn chặn nhỏ nhất có thể thấy rõ ^a
Kính hiển vi quang học	230 nm ^b	500 nm ^b
	350 nm ^c	700 nm ^c
Kính hiển vi điện tử quét (SEM)	20 nm ^b	40 nm ^b
	200 nm ^c	200 nm ^c
Kính hiển vi điện tử quét phát ra trường (FESEM)	1,5 nm ^b	3 nm ^b
	10 nm ^c	20 nm ^c
^a Ở độ phân giải lớn nhất (max) của kính hiển vi. Giá trị này sẽ tăng ở độ phóng đại nhỏ hơn. ^b Độ phân giải lý thuyết trên mẫu hiệu chuẩn. ^c Độ phân giải thực tế ảnh hợp kim cứng điển hình.		

Những chiều dài đoạn chặn nhỏ hơn so với giá trị khuyến nghị có thể vẫn đo được, nhưng sai số trong những phép đo này sẽ tăng nhanh. Giống như hướng dẫn, sai số phép đo ở đoạn đầu và đoạn cuối của thước chặn là hai lần độ phân giải, như vậy để thu được sai số thấp hơn 10 %, thước chặn phải có độ dài ít nhất hai mươi lần độ phân giải lý thuyết. Cho nên, đối với kính hiển vi quang học làm việc ở khẩu số lớn nhất, chỉ có thể đo được những khoảng cách đoạn chặn lớn hơn khoảng 5 μm với sai số thấp hơn 10 %. Nếu tổ chức tế vi có tỷ phần hạt WC lớn hơn, các đoạn chặn của nó nhỏ hơn 5 μm , sai số khi đo những hạt cacbit này sẽ ảnh hưởng tới giá trị trung bình đoạn chặn đo được và làm sai sự phân bố kích thước hạt. Trong trường hợp này, cần phải sử dụng kính hiển vi điện tử quét.

Việc lựa chọn độ phóng đại thích hợp với sự hiện diện các hạt WC lớn nhất có ảnh hưởng tới chiều dài đoạn chặn nhỏ nhất có thể đo. Các kính vật có độ phóng đại thấp hơn (LOM) nói chung có giá trị khẩu số thấp hơn và do đó độ phân giải thấp hơn. Đối với kính hiển vi SEM, độ phóng đại thấp hơn có nghĩa là chùm điện tử có tiết diện lớn hơn. Các giá trị trong Bảng 1 đại diện cho độ phân giải lớn nhất có thể thu được. Đối với kính vật LOM, đây là kính vật X100 nhỏ đầu với khẩu số 1,3.

8 Báo cáo

Khi báo cáo các kết quả đo kích thước hạt, tất cả các thông tin liên quan cần phải báo cáo để có thể bảo đảm kiểm tra được các phép đo này. Bảng liệt kê phép thử điển hình bao gồm các thông tin sau:

- sự nhận dạng mẫu;
- chất tẩy thực và thời gian tẩy thực;
- tính lặp lại của phép kiểm, số lượng tiêu bản hiệu chuẩn và giấy chứng nhận hiệu chuẩn;
- kỹ thuật tạo ảnh tổ chức tế vi: kính hiển vi quang học, kính điện tử quét SEM hoặc kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường FESEM;
- số độ phóng đại được sử dụng: một hay nhiều;
- số lượng trường quan sát được sử dụng;
- tổng số các đoạn chặn;
- giá trị trung bình số học các đoạn chặn;
- phân bố kích thước hạt; phương pháp như khuyến nghị trong bản hướng dẫn này; nếu dùng phương pháp khác thì mô tả phương pháp này;
- những chú giải thêm;

Cũng cần phải thông tin thêm bổ sung vào hệ thống chất lượng. Những điều này có thể gây vướng mắc trong nhận dạng hình ảnh hoặc ảnh tổ chức tế vi, nếu cần tư liệu, cần thông tin về nguồn gốc của vật liệu và yêu cầu của bên đặt hàng về phương pháp đo.

TCVN 5052-2 : 2009

Cũng là có ích khi cân nhắc bổ sung các điểm sau:

- đoạn chặn lớn nhất đo được;
- đoạn chặn nhỏ nhất đo được;
- hạt lớn nhất;
- khẩu số của kính vật dùng cho kính hiển vi quang học;
- điện áp tăng tốc, khoảng cách công tác, khẩu kính chiếu sáng của kính hiển vi điện tử quét SEMs.

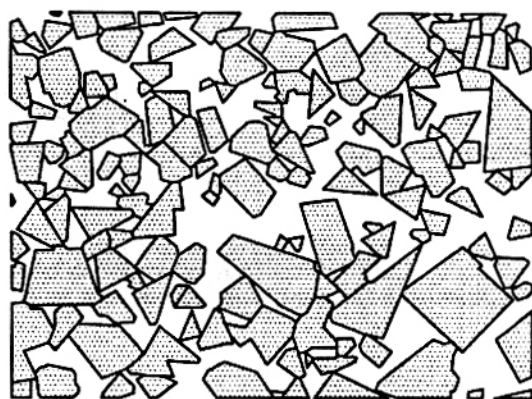
Cuối cùng, khuyến nghị chú giải thêm về độ không đảm bảo đo. Thông thường độ không đảm bảo đo vào khoảng $\pm 10 \%$ trong điều kiện số hạt WC được đo là 200 để thu được giá trị chiều dài đoạn chặn trung bình.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Nghiên cứu trạng thái đo

Phụ lục này mô tả phương pháp đo kích thước hạt WC bằng sử dụng kỹ thuật giá trị số học trung bình của đoạn chặn. Ảnh trên Hình A.1 được chọn để dễ mô tả phương pháp đo kích thước hạt bằng sử dụng kỹ thuật đoạn chặn đường. Những hạt nhỏ hơn phải được bỏ đi khỏi ảnh để không gây sự lộn xộn trong kỹ thuật đo. Trong thực tế, tất cả các đoạn chặn của hạt đều phải đo.



Hình A.1 - Tổ chức hợp kim cứng WC/Co (sơ đồ)

Bước 1

Tạo hình ảnh tổ chức tế vi; tổ chức phải là đại diện của vật liệu và không bị ảnh hưởng bởi sự đánh bóng mẫu. Ảnh tổ chức có thể thu được bằng kính hiển vi điện tử quét SEM hoặc bằng kính hiển vi quang học.

Sự lựa chọn độ phóng đại sẽ dựa theo kích thước hạt, tuy nhiên trạng thái tiêu biểu sẽ bảo đảm nhìn thấy khoảng 10 hạt đến 20 hạt trên trường quan sát, như trình bày trên Hình A.1.

Bước 2

Thu được ảnh của thang đo hoặc lưới vạch micromét liên kết với chuẩn quốc gia. Việc này phải tiến hành ở cùng độ phóng đại và điều kiện như đã sử dụng để thu được ảnh tổ chức tế vi của hợp kim cứng như trong Bước 1.

Bước 3

Từ ảnh hiệu chuẩn thu được trong Bước 2, xác định độ phóng đại của ảnh tổ chức tế vi bằng thước chuẩn bằng thép (liên kết với chuẩn quốc gia). Đo (bằng mắt thường) khoảng cách giữa hai vạch dấu trên ảnh của lưới vạch micromet, đọc tới số đọc 0,5 mm gần nhất. Tính toán khoảng cách giữa hai vạch dấu này trên thước lưới vạch micromet. Trong trường hợp này các đường vạch được trình bày trên Hình A.2, khoảng cách giữa các vạch là 10 μm , như vậy, khoảng cách giữa đường tâm của 1 và 81 được đo có kích thước thực là 800 μm . Độ phóng đại thu được sẽ phụ thuộc vào kỹ thuật tiếp theo được sử dụng để tạo ảnh. Công thức (A.1) sẽ được dùng để xác định độ phóng đại:

$$m = \frac{s_m}{s_a} \quad (\text{A.1})$$

Sự đánh giá sai số của độ phóng đại có thể được thực hiện bằng đo nhiều lần chiều dài khác nhau của lưới vạch và thu được giá trị trung bình của độ phóng đại và sai lệch trung bình của nó. Bằng sự luân phiên sai số tối đa và tối thiểu của độ phóng đại có thể bằng ước đoán được sai số nhìn bằng mắt của phép đo là $\pm 0,5 \text{ mm}$.

Phải sử dụng công thức (A.2) để xác định độ phóng đại lớn nhất:

$$m_{\max} = \frac{s_m + 0,5}{s_a} \quad (\text{A.2})$$

Phải sử dụng công thức (A.3) để xác định độ phóng đại nhỏ nhất:

$$m_{\min} = \frac{s_m - 0,5}{s_a} \quad (\text{A.3})$$

Ví dụ thực hành, Hình A.2 được sao lại Hình A.1 và được phóng đại. Ảnh của lưới vạch hiệu chuẩn cũng được phóng đại cùng số lần và giá trị phóng đại trung bình cuối cùng được tính toán bằng $\times 570$.

Bước 4

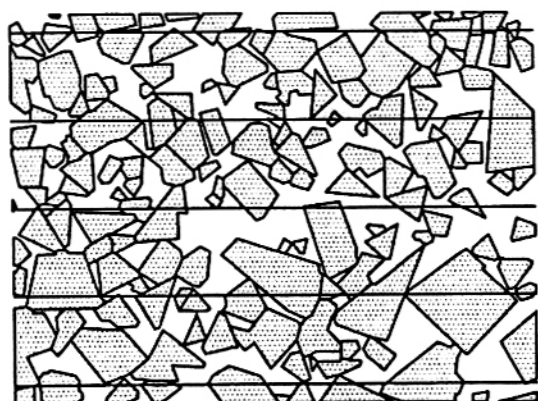
Một loạt các đường song song được vẽ qua ảnh của tổ chức tế vi hợp kim cứng như trình bày trên Hình A.2.

Những đường này được sắp xếp ở những khoảng cách vừa đủ để chúng được phân cách rõ ràng tới mức một hạt bất kỳ chỉ bị cắt bởi một đường. Do đó số lượng đường được kẻ qua một ảnh phụ thuộc vào kích thước hạt.

Bước 5

Đo chiều dài của các đoạn thẳng trên mỗi hạt cacbit. Những giá trị đo này là những chiều dài đoạn chặn. Những chiều dài đoạn chặn được trình bày trong hình ảnh trên Hình A.3 (hình đã ẩn đi nền tổ chức tế vi). Những hạt tiếp xúc với đường chặn sẽ không được đo như là chiều dài đoạn chặn hoàn chỉnh. Các

chiều dài đoạn chặn được đo là những hạt nằm trong Bảng A.1. Bảng giải trình như thế này được khuyến nghị sử dụng.

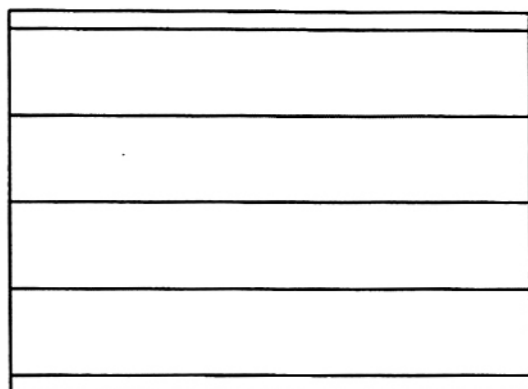


Hình A.2 – Các đường thẳng chặn được vẽ cắt ngang qua Hình A.1

Bước 6

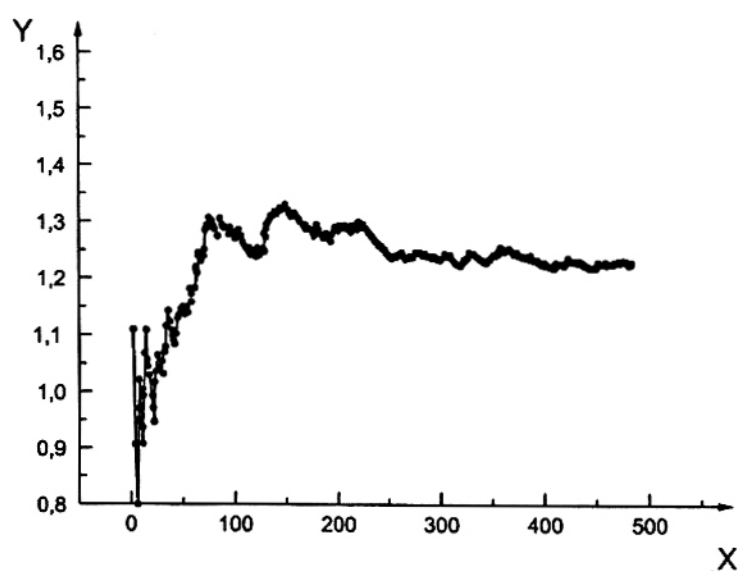
Đối với từng chiều dài đoạn chặn đo được, chiều dài đoạn chặn thực thu được bằng độ phân giải ở độ phóng đại trung bình. Từ chiều dài đoạn chặn trung bình và độ sai lệch tiêu chuẩn có thể tính được các số liệu như trình bày trong Bảng A.1. Ít nhất 200 đoạn chặn phải được đo, xem 7.1.

Những đường trên Hình A.2 cần vẽ cách nhau đủ xa để sao cho không xảy ra hiện tượng một cacbít bị hai đường hay nhiều hơn cắt ngang. Số đường có thể vẽ trên ảnh nhiều hay ít tùy thuộc vào kích thước hạt.



Hình A.3 – Các đường chặn để đo kích thước hạt từ Hình A.2

Các đoạn chặn tiếp xúc với cạnh của ảnh sẽ không được đếm



CHÚ DẪN:

X Số lượng đoạn chặn

Y Chiều dài đoạn chặn trung bình, μm

Hình A.4 – Sự tiệm cận giá trị trung bình của đoạn chặn

Việc vẽ biểu đồ đường cong phân bố giá trị trung bình của đoạn chặn theo số lượng của đoạn chặn đo được sẽ có ích cho việc xác định cần phải đo bao nhiêu đoạn chặn. Trong ví dụ nêu trong Hình A.4, giá trị trung bình được tiệm cận sau khoảng 250 lần đo.

Bảng A.1 – Các kết quả đo thực hiện trên ảnh trong Hình A.1
(chỉ ví dụ với 50 hạt)

	Chiều dài đoạn chặn đo được mm	Chiều dài đoạn chặn tính được μm
Đường 1	10	1,74
	12	2,09
	13	2,26
	6,5	1,13
	18	3,13
	30	5,22
	23,5	4,09
	18	3,13
	8,5	1,48
	5	0,87
Đường 2	11,5	2
	5	0,87
	24,5	4,26
	11	1,91
	4	0,7
	9,5	1,65
	5	0,87
	2	0,35
	4	0,7
	18,5	3,22
	7	1,22
	6	1,04

Bảng A.1 – (tiếp theo và kết thúc)

	Chiều dài đoạn chặn đo được mm	Chiều dài đoạn chặn tính được μm
Đường 3	2	0,35
	8	1,39
	14,5	2,52
	13,5	2,35
	1	0,17
	12	2,9
	17,5	3,04
	12,5	2,17
	10	1,74
Đường 4	34	5,91
	4	0,7
	15,5	2,7
	5,5	0,96
	7	1,22
	17,5	3,04
	23	4
	7	1,22
	2,5	0,43
	24	4,17
	49	8,52
	7	1,22
Đường 5	17,5	3,04
	10	1,74
	14,5	2,52
	27,5	4,78
	6,5	1,13
	18	3,13
	37	6,43
Chiều dài trung bình của đoạn chặn: 2,33 μm Số đoạn chặn: 50		

Phụ lục B

(Tham khảo)

Mẫu báo cáo

Báo cáo đo kích thước hạt			
Báo cáo số		Ngày báo cáo	/ /
Khách hàng			
Địa chỉ			
Sự nhận biết vật liệu			
Sự chuẩn bị mẫu			
Chất tẩm thực và thời gian tẩm thực			
Sự nhận biết về ảnh		Số ảnh được ảnh hưởng	
Có hoạt hoá không	Có/không		
Độ phóng đại		Số N.A của kính vật	
Giấy chứng nhận kiểm định			
Kết quả			
Số đoạn chặn		Giá trị trung bình của đoạn chặn	
Người thực hiện		Chữ ký	

Bảng sau đây là báo cáo phù hợp thể thức bao gồm các kết quả đo được chi tiết hoá trong Bảng A.1.

Báo cáo đo kích thước hạt			
Báo cáo số	CMMT/000/000	10/04/2009	
Khách hàng	Viện khoa học vật liệu		
Địa chỉ	Số 8, Hoàng Quốc Việt Cầu Giấy, Hà Nội		
Sự nhận biết vật liệu	CW C25C, Hệ thống ký hiệu vật liệu WCX/04/01		
Sự chuẩn bị mẫu	Máy đánh bóng Prepamatic, quy trình QPCMMT/B/136 Các chạng bột mài kim cương 120,65 và 20 μm . Mài bóng 6 μm Máy đánh bóng Petrodise M, bột đánh bóng kim cương 6,3 và 1 μm trên tấm lót DP		
Chất tẩm thực và thời gian tẩm thực	Chất tẩm thực Murakami, 10 g KOH đổ vào dung dịch 10 g $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ trong 200 ml nước Tẩm thực 6 phút ở nhiệt độ thường		
Sự nhận biết về ảnh	CWC25C.jpg	1	
Có hoạt hoá không	Có		
Độ phóng đại	X1600	1,4	
Giấy chứng nhận kiểm định			
Kết quả			
Số đoạn chặn	50	2,33 μm	
Người thực hiện	E.G Benentt	E.G Bennett	

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 4499 : 1978, *Hardmetals – Metallographic determination of microstructure* (Hợp kim cứng – Xác định tổ chức tế vi).
- [2] GEROG, F. VANDER VOORT, *Metallography, principles and practices*. McGraw-Hill, pp.229, 706, 1984 (Kim tương học, nguyên lý và thực hành).
- [3] SAMUALS, L.E. *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, 3rd edition. American Society for Metals, pp. 320 (Đánh bóng kim tương bằng phương pháp cơ học, in lần thứ 3).
- [4] DE HOFF, R.T. and RHIRE, F.N. *Quantitative Microscopy*, McGraw-Hill, USA, 1968, pp. 239–241 (Cách dùng kính hiển vi định lượng).
- [5] ROEBUCK, B. PHATAK, C. and BIRKS– AGNEW, I. NPL Report MATC (a) 149, April 2004, *A Comparison of the Linear Intercept and Equivalent Circle Methods for Grain Size Measurement in WC/Co Hardmetals* (Cách đo kích thước hạt trong hợp kim cứng WC/Co theo phương pháp so sánh đoạn chặn và vòng tròn tương đương).
- [6] ROEBUCK, B. and BENNETT, E.G. NPL MATC(MN)03, March 2001. *Ultrafine Grained Hardmetals Grain Size and Distribution* (Kích thước hạt và phân bố kích thước hạt trong hợp kim cứng hạt siêu mịn).
- [7] BRADBURY, S. *An Introduction to the Optical Microscope*, Royal Microscopical Society, Oxford Science Publications, p. 29 (Giới thiệu về kính hiển vi quang học).
- [8] TOPPING, J. *Errors of Observation and Their Treatment*, Science Paperbacks, Chapman and Hall, pp. 62. 1979 (Sự theo dõi và xử lý sai số, sách bìa giấy mỏng nhà xuất bản Sapman và Höl).
- [9] BS DD ENV 623–3 1993, *Advanced technical ceramics – General textural properties, Part 3. Determination of grain size* (Gốm kỹ thuật cao cấp – Tổng quan về đặc điểm cấu trúc, Phần 3 – Xác định kích thước hạt).
- [10] ASTM B657, *Guide for Metallographic Identification of Microstructure in Cemented Carbides* (Hướng dẫn nhận diện tổ chức tế vi trong hợp kim cứng cacbit thiêu kết).
- [11] ASTM B665, *Standard Guide for Metallographic Sample Preparation of Cemented Tungsten Carbides* (Tiêu chuẩn hướng dẫn cách chuẩn bị mẫu kim tương cho hợp kim cứng thiêu kết hệ cacbit vonfram).
- [12] ASTM E112, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size* (Tiêu chuẩn thử nghiệm để xác định kích thước hạt trung bình).