

# Đề tài 5 MÀNG CỨNG

*Trần Minh Hải*



# Giới thiệu màng cứng:

Màng cứng là lớp màng mỏng có độ dày nhỏ hơn kích cỡ  $\mu\text{m}$ .

- Các màng này có nhiều tính chất nổi bật như độ cứng, độ bền nén, độ bền nhiệt, độ trơ hóa học cao...
- Các hợp chất nitride, carbide... Thuộc nhóm vật liệu cứng này.
- Các màng cứng điển hình là: TiN, CrN, TiCN

# Các đặc trưng của màng cứng.

- Màng cứng khử chất kết tủa bám dính trên dụng cụ. Màng cứng có đặc điểm là ít phản ứng hóa học, nên sau nhiều lần sử dụng chất kết tủa của bám dính trên bề mặt dụng cụ rất ít.
- Màng cứng có khả năng chống ăn mòn. Với độ cứng cao, màng dễ dàng bảo vệ dụng cụ chống ăn mòn của chất độn, sợi tăng cường và chất màu.
- Đặc biệt, màng CrN rất hiệu dụng trong việc chống ăn mòn khi đúc các chất nóng chảy có chứa Cl và F.

# Ứng dụng màng cứng:

- Do các tính chất trên mà màng cứng được phủ lên các dụng cụ cắt gọt, các dụng cụ có sự ma sát cao...làm tăng tuổi thọ của dụng cụ lên nhiều lần, giúp tiết kiệm thời gian thay đổi dụng cụ, chất lượng bề mặt gia công cao, kích thước và vị trí gia công chính xác hơn, do đó làm giảm giá thành sản phẩm.

# Bảo vệ các chi tiết hoạt động trong môi trường chịu sự mài mòn.



# Phim dán kính

- Ngăn được phần lớn sức nóng của ánh sáng mặt trời.
- Loại bỏ được phần lớn tia cực tím.
- Giảm đáng kể mức độ phai màu của các thiết bị trang trí nội thất.
- Tiết kiệm năng lượng.
- Chống lóa.



# Trong ngành giao thông vận tải, quân sự.

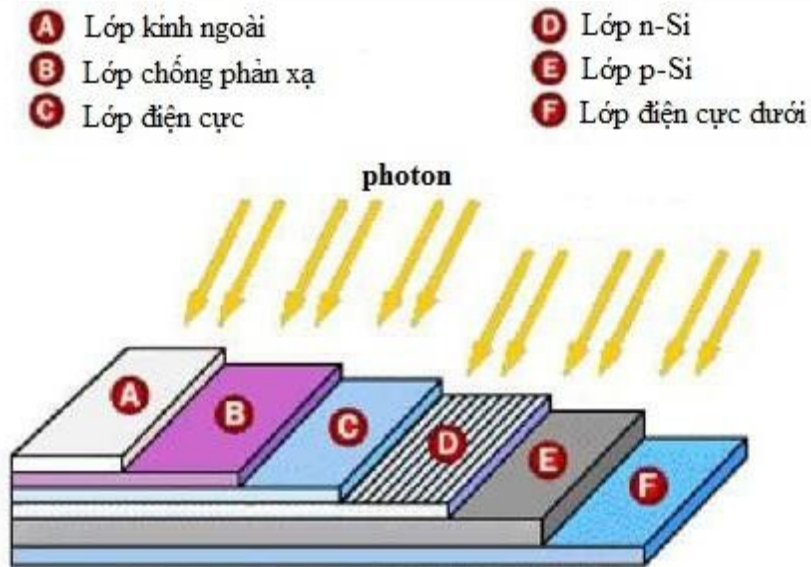
Màng hấp thụ sóng rada cho máy bay tàng hình

Màng bảo vệ chống lại sự ăn mòn, bám vảy.

Màng cách nhiệt cho các bồn chứa nhiên liệu.



# Chống tác nhân tiêu cực từ môi trường lên pin mặt trời như : va đập, ăn mòn, trầy xước...





# Phương pháp tạo màng:

- CVD

- Convention CVD coating
- Diamond CVD coating
- PACVD

- PVD

- TD
- Sputtering

# CVD-chemical vapor decomposition

- CVD có khả năng sản xuất màng dày, khít, dễ uốn, và có khả năng bám dính tốt trên kim loại và phi kim loại như thủy tinh và nhựa.
- CVD còn có khả năng phủ tất cả bề mặt của đế.

*Trần Minh Hải*  
*0719121*

# Quá trình CVD thông thường ( Conventional CVD Coating)

- Cần một hợp chất kim loại sẽ bay hơi ở nhiệt độ tương đối thấp và có thể phản ứng với kim loại một khi nó tiếp xúc với các chất ở nhiệt độ cao hơn.

# Quá trình CVD kim cương (Diamond CVD Coating)

Quá trình này được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn 700 °C (1300 °F) sẽ làm mềm công cụ bằng thép.

Vì vậy, việc áp dụng quá trình CVD kim cương được giới hạn các vật

# **Quá trình CVD tăng cường plasma (PACVD- Plasma-Assisted CVD Coating)**

- Có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn so với quá trình CVD kim cương. Quá trình CVD được sử dụng để áp dụng các lớp phủ kim cương hoặc hàng rào lớp phủ silicon carbide trên các phim nhựa và chất bán dẫn, bao gồm cả các lớp phủ bán dẫn 0,25  $\mu\text{m}$ .

# **PVD (Physical Vapor Deposition – lắng đọng hơi vật lý )**

- Là phương pháp phủ từng lớp nguyên tử, phân tử hoặc sự lắng đọng ion của nhiều vật liệu khác nhau trên đế cứng trong hệ thống chân không.

# TD (Thermal evaporation- khuếch tán nhiệt)

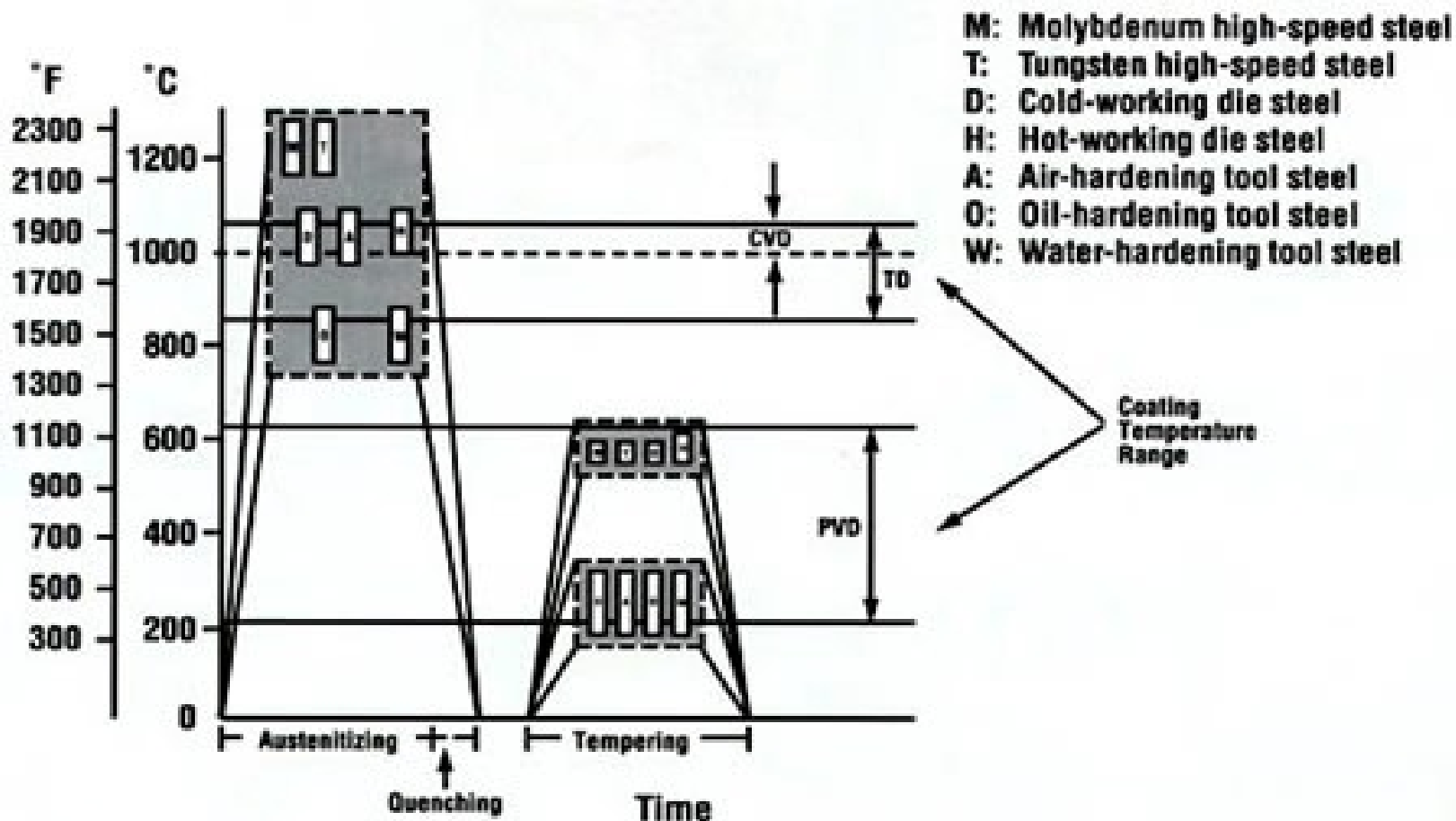
- Sử dụng hơi nguyên tử bằng sự khuếch tán của lớp kim loại phủ trong môi trường chân không.
- Nó thường được tạo ra màng mỏng khoảng 5  $\mu\text{m}$  (20 in), lớp phủ sáng trên một bộ phận đã được tạo hình.
- Có thể tạo ra màng rất dày ,1mm(.040 in)

# Phún xạ (Sputtering)

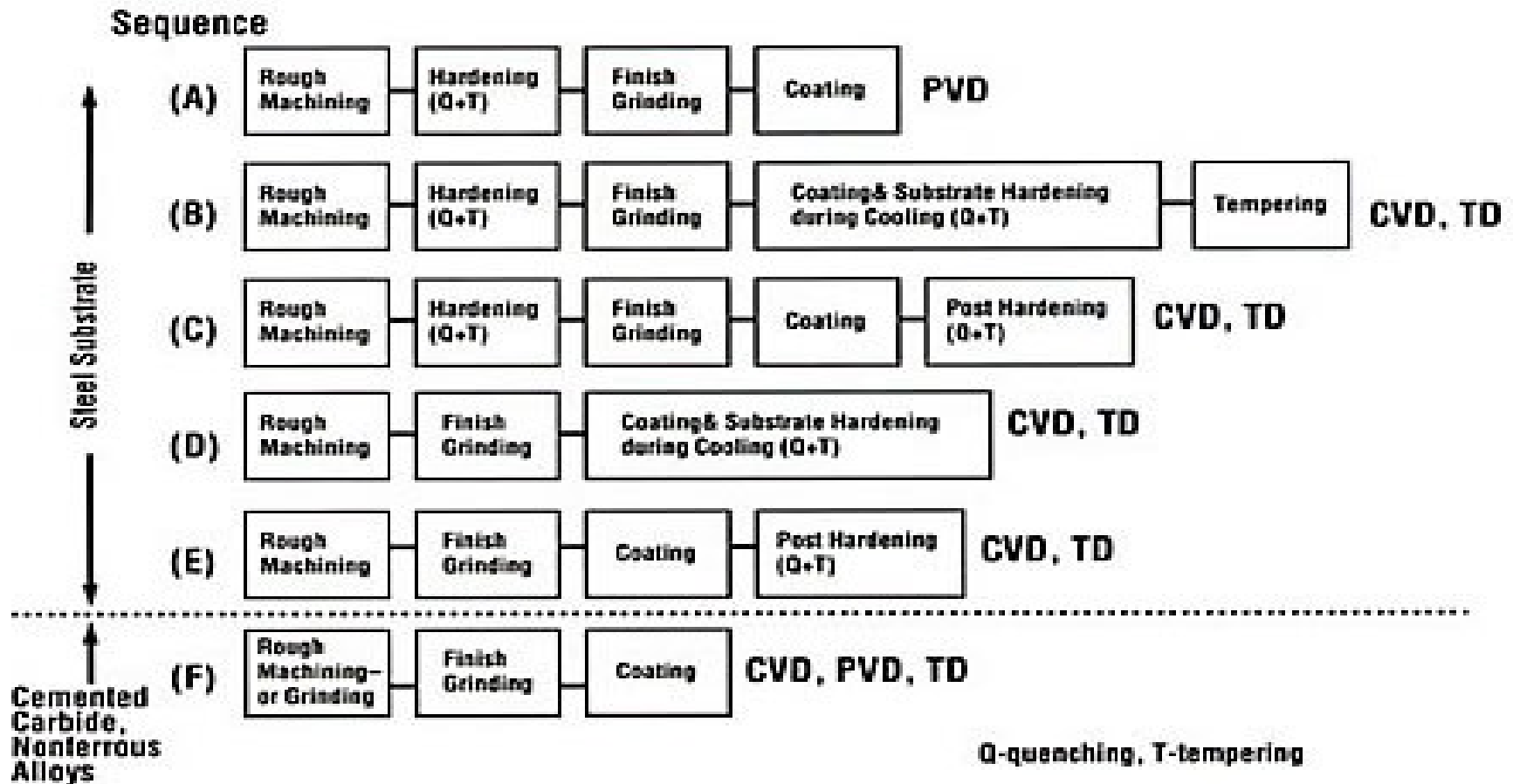
- Thực hiện quá trình trong điện thế cao (DC) trong hệ thống chân không với phân tử Argon (02/10 - 03/10 mmHg). Plasma được hình thành giữa các bề mặt bia và đế. các nguyên tử trên bia sẽ phân tán vào bề mặt đế. Khi bề mặt là không dẫn điện, ví dụ, nhựa, một tần số vô tuyến .



Hình 1.1: Mối quan hệ giữa nhiệt độ phủ màng và vật liệu màng, để thông thường suốt quá trình chế tạo (Q+T)



Hình 1.2: Quá trình tổng quát cho các quá trình phủ màng cứng



# Tổng quát chung về phương pháp phủ màng

- Phương pháp CVD, đặc biệt sử dụng phủ màng cho các thiết bị lớn, thông thường theo qui trình (C) và (E), cần nhiệt độ cho quá trình làm nguội của đa số các đế thép đủ cao và không thể đạt được trong quá trình tạo màng.
- Quá trình (D) và (E) thường áp dụng cho các thiết bị rời rạc có thể điều khiển kích cỡ chuyển động và có thể khó khăn hơn do việc chuyển đổi cấu trúc tinh thể của đế thép.

- Nhiệt độ của quá trình PVD(không phải nhiệt độ của lúc khởi đầu tạo màng mà là nhiệt độ lưu giữ trong màng sau quá trình tạo) phải chọn sao cho có quan hệ nhiệt độ phối trộn tối ưu của mỗi đế (thép) sử dụng. nếu không, độ cứng đế sau quá trình phủ có thể thấp hơn độ cứng thông thường của nó.

- CVD có thể sử dụng nhiều nhiệt độ phủ màng khác nhau và ứng dụng trên nhiều đế khác nhau. Tuy nhiên, sự thay đổi nhiệt độ phủ màng và cấu tử pha hơi phải gắn liền với vật liệu để được sử dụng thì không dễ trong quá trình sản xuất cho mục đích kinh doanh.
- Vì vậy ,phương pháp CVD cho mục đích kinh doanh thường trong giới hạn thép (D-series die steels,high-speed steels và cemented carbides)

# Vật liệu đế

- Tính chất của công cụ thép có thể thay đổi đáng kể trong lớp phủ và sau xử lý nhiệt. Do đó, tính chất của đế cần thiết khi sử dụng lớp phủ có thể sẽ khác với vật liệu không phủ màng – cả về mặt tính chất và độ bền sử dụng.  
Chính trong việc lựa chọn đế và vật liệu phủ được sử dụng sẽ quyết định độ cứng bề mặt sau khi phủ. Vật liệu đế phải đủ khả năng chịu áp lực đặt vào vật liệu phủ vì vậy cần tạo trong một áp lực rất lớn..

# Một số vật liệu để dùng phủ màng trong công nghiệp

Table 1—Typical tooling materials commercially available

Classification	Typical Standard or Brand	Elements	Capability of Coating			Hardenable by Heat Treatment	Hardness in Use	Major Application
			TD	CVD	PVD			
Tool Steels (Wrought Steels and P/M Steels)	W Series O " " S " " P " " L " " F " " A " " O " " M " " T " " H " "	Fe-C-X (X=Cr, W, Mo, V, Co, Ni)	P	P	P	YES	Cold Application HRC 55-70  Hot HRC 45-55	Sheet metal forming Forging Casting Molding Powder compacting
Maraging Steel		Fe-Ni-Mo-Co	P*	P	P	YES	HRC 50-54	Forging, Casting
Cast Iron		Fe-C-X (X=Ni, Cr, Mo, Co)	P	P	P	YES	HRC 100-200 HRC 45-60	Sheet metal forming Powder compacting
Cemented Carbide		WC-Co WC-TiC-Co	P	P	P	NO	HRA 85-93 (HRC 60-65)	Sheet metal forming Forging
TiC/Fe	Ferro-TiC	TiC-Tool Steel TiC-Stainless Steel	P	P	P	YES	HRC 46-70	Sheet metal forming Forging Powder compacting
Coilbalt	Stellite	Co-C-Cr-W-Fe	P	P	P	NO	HRC 45-60	Forging
Copper alloy	Ameco	Cu-Ni-Si-Cr Cu-Al-(Fe, Be) Cu-Be-(Co, Ni)	I	P	P	YES/NO	HRC 100 HRC 30-40	Sheet metal formings Casting

Remark: P-possible, I-impossible, \*P-possible with preliminary carburizing

# Vật liệu màng

- Đối với vật liệu sắt chì. Các lớp oxit mỏng hoạt động như một chất bôi trơn trong một số ứng dụng. Hơi Oxide là hữu ích cho việc bảo vệ chống ăn mòn và có thể cải thiện độ cứng trong các vật liệu cắt gọt. Hơi oxit hỗ trợ trong việc hình thành từ tính trên các góc cạnh, nó là nguyên nhân chủ yếu của bề mặt gồ ghề và sự lệch kích thước khi cắt các vật liệu “dính”.



# Một số vật liệu phủ màng



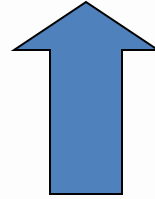
Materials	Hardness (HV)	Color
Titanium carbonitride	4000	silver
Titanium aluminum nitride	2600	brown
Titanium nitride	2900	gold
Chromium nitride	2500	silver
Zirconium nitride	2800	gold
Amorphous DLC	1000 - 5000	black

Một số phương pháp  
phủ màng ở điều kiện  
trường

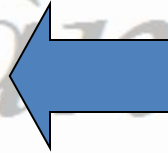
*Trần Minh Hải*  
*0719121*

Phương pháp tổng hợp màng TiN  
*Trần Minh Hải*  
*0719121*

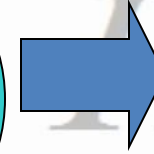
Chịu nhiệt tốt  
(nhiệt nóng chảy  $2950^{\circ}$ )



Điện trở suất  
khá nhỏ

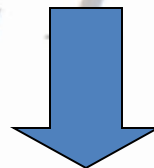


Màng TiN

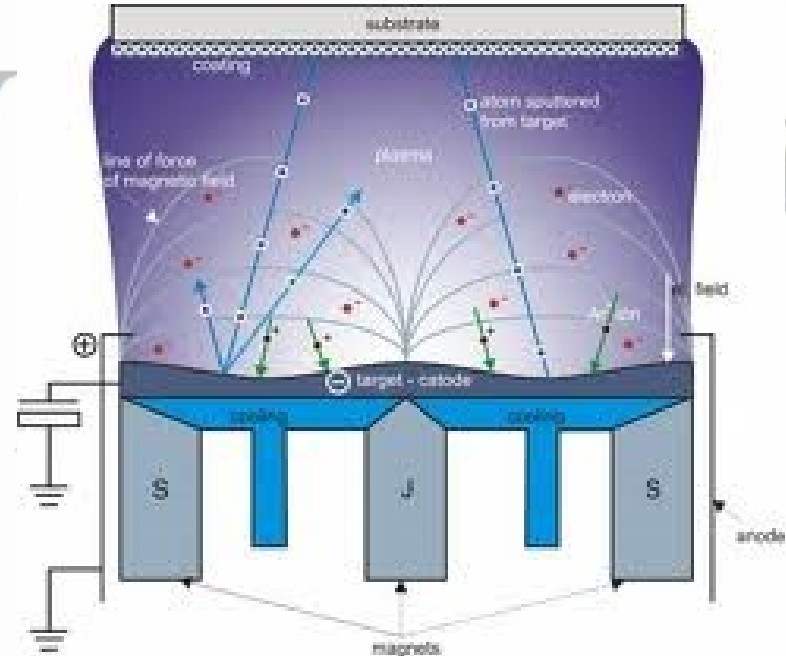


Có độ cứng cao  
(21-24 GPa)

Chống ăn mòn tốt



# Màng TiN được tạo bằng phương pháp phún xạ Magnetron DC



H1: Cấu tạo hệ phún xạ Magnetron

Hệ phún xạ Magnetron có thể xem như một hệ Diod phẳng, có các bẫy điện tử được hình thành bằng cách kết hợp từ trường với bề mặt Kathod. Các bẫy điện tử phải có dạng thích hợp để dòng cuốn điện tử tự khép kín.

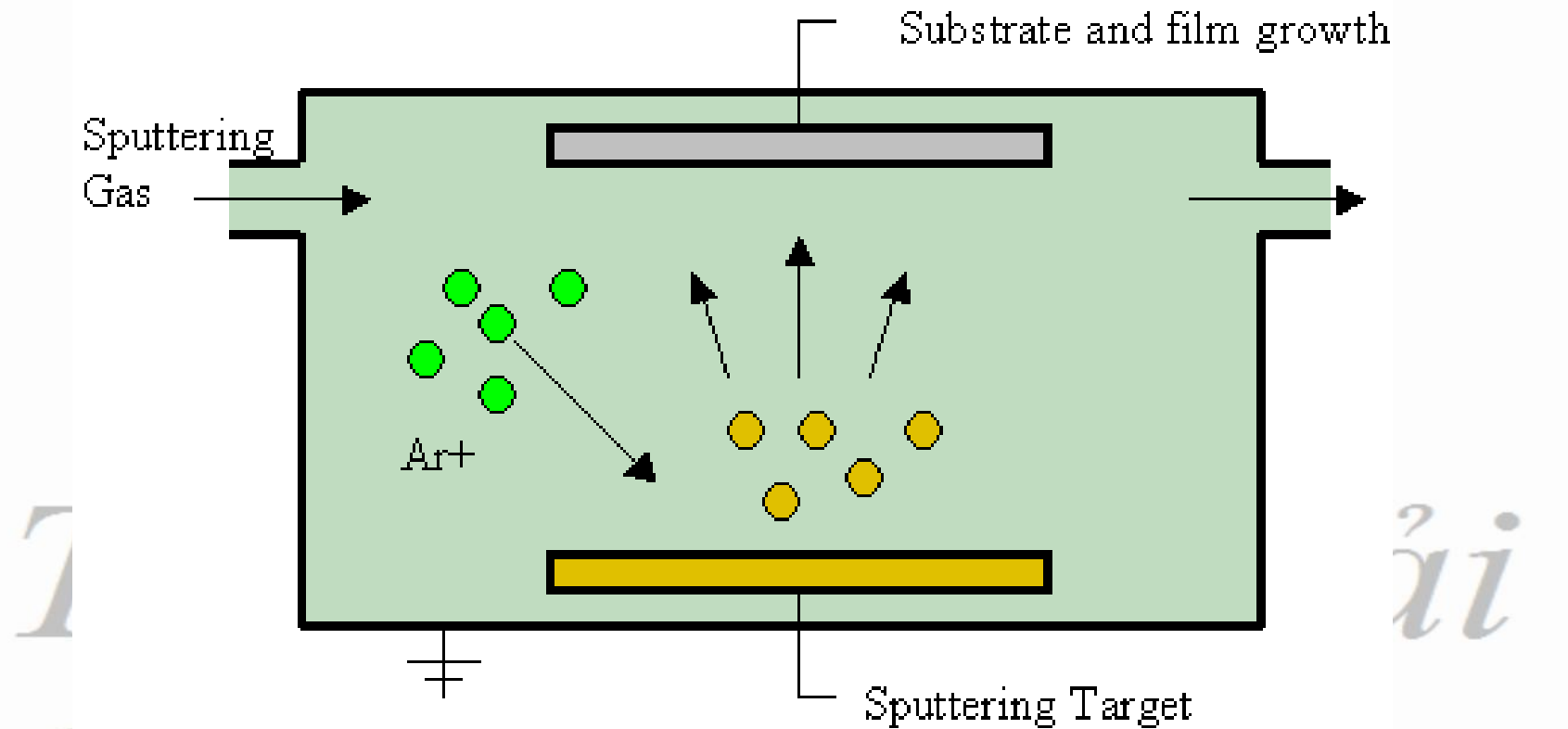
Kathod (bia): là tấm kim loại được cấp thế âm khoảng 200-800V. Trong quá trình phóng điện các ion bắn phá làm nóng chảy bia nên Kathod được gắn chặt với bản giải nhiệt và cách điện với đất.

- Dưới Kathod bố trí các nam châm được nối với nhau bằng tấm sắt nối từ. Cách bố trí vị trí giữa các nam châm cho ta các giá trị cường độ điện trường khác nhau trên mặt bia.
- Anode (để cần phủ màng): là tấm thủy tinh được làm sạch, được nối đất và đặt đối diện, song song với Kathod trong vùng chiếu sáng.

## Màng TiN

- Phủ trên đế thủy tinh đã làm sạch.
- Kathode trong hệ phún xạ ( bia) được làm bằng vật liệu Titanium với độ tinh khiết 99.6%.
- Hỗn hợp khí đưa vào buồng chân không là Argon và Nitơ. Tỷ lệ hỗn hợp khí thay đổi từ 5-15%

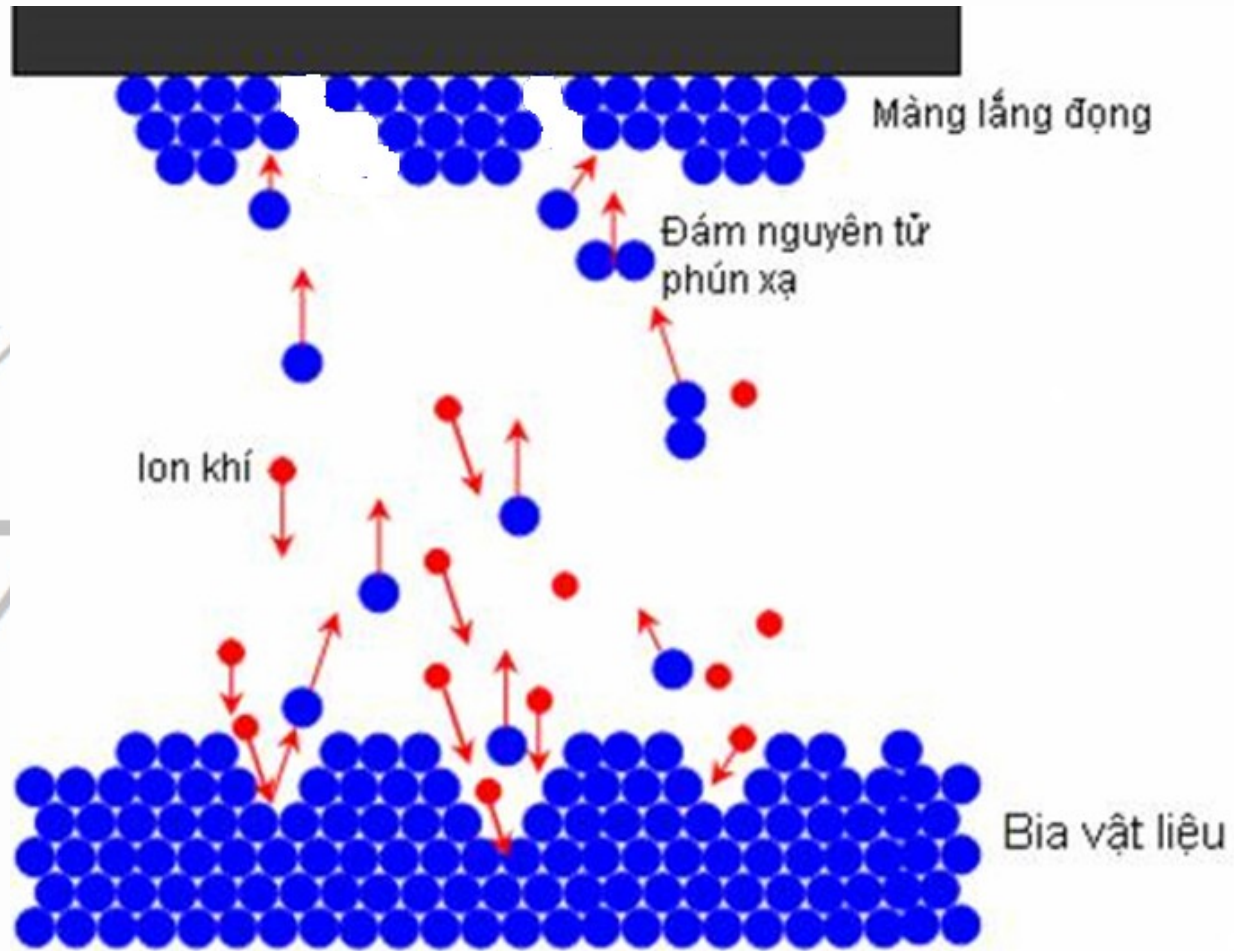




Nguyên lí hoạt động

- Quá trình tạo màng được tiến hành với áp suất  $3 \cdot 10^{-3} - 6 \cdot 10^{-3}$  Torr.
- Khoảng cách giữa đế và bia có thể thay đổi
- Thế phún xạ 350-650V

# Quá trình hình thành màng



*Tr*  
*07*

*ải*

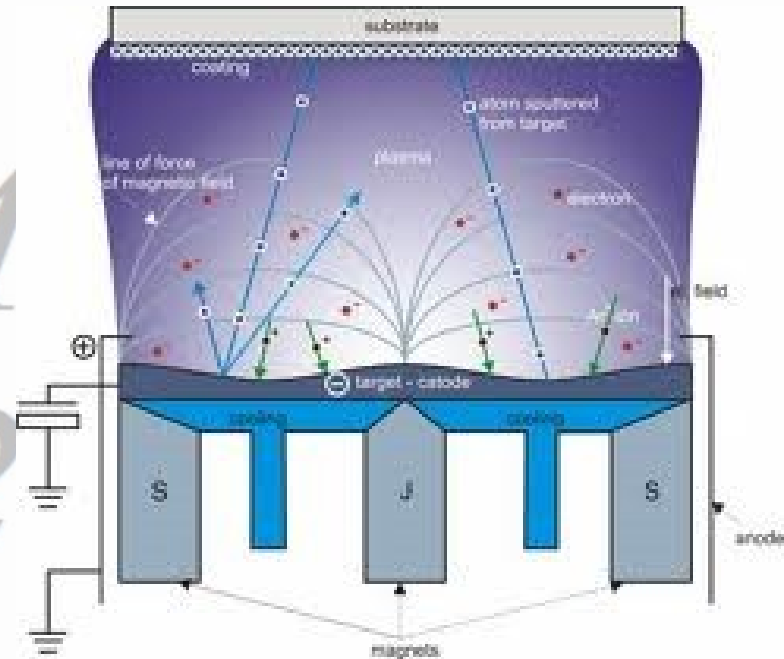
- các nguyên tử tập hợp thành từng cụm trên bề mặt đến khi đủ lớn các cụm này sẽ kết hợp lại với nhau tạo thành màng (gồm một số lớp nguyên tử). Từ các lớp ban đầu này màng sẽ tiếp tục phát triển, nhưng không phải phát triển đồng đều cho cả bề mặt, mà phát triển theo các hướng có năng lượng tự do thấp nhất. Có thể hình thành các cột hay các cụm và cứ thế phát triển, hình thái và tính chất của màng sẽ khác nhau.

# Phương pháp tổng hợp màng CrN

*Trần Minh Hải*

*0719121*

# Màng CrN được tạo bằng phương pháp phún xạ Magnetron DC



H1: Cấu tạo hệ phún xạ Magnetron

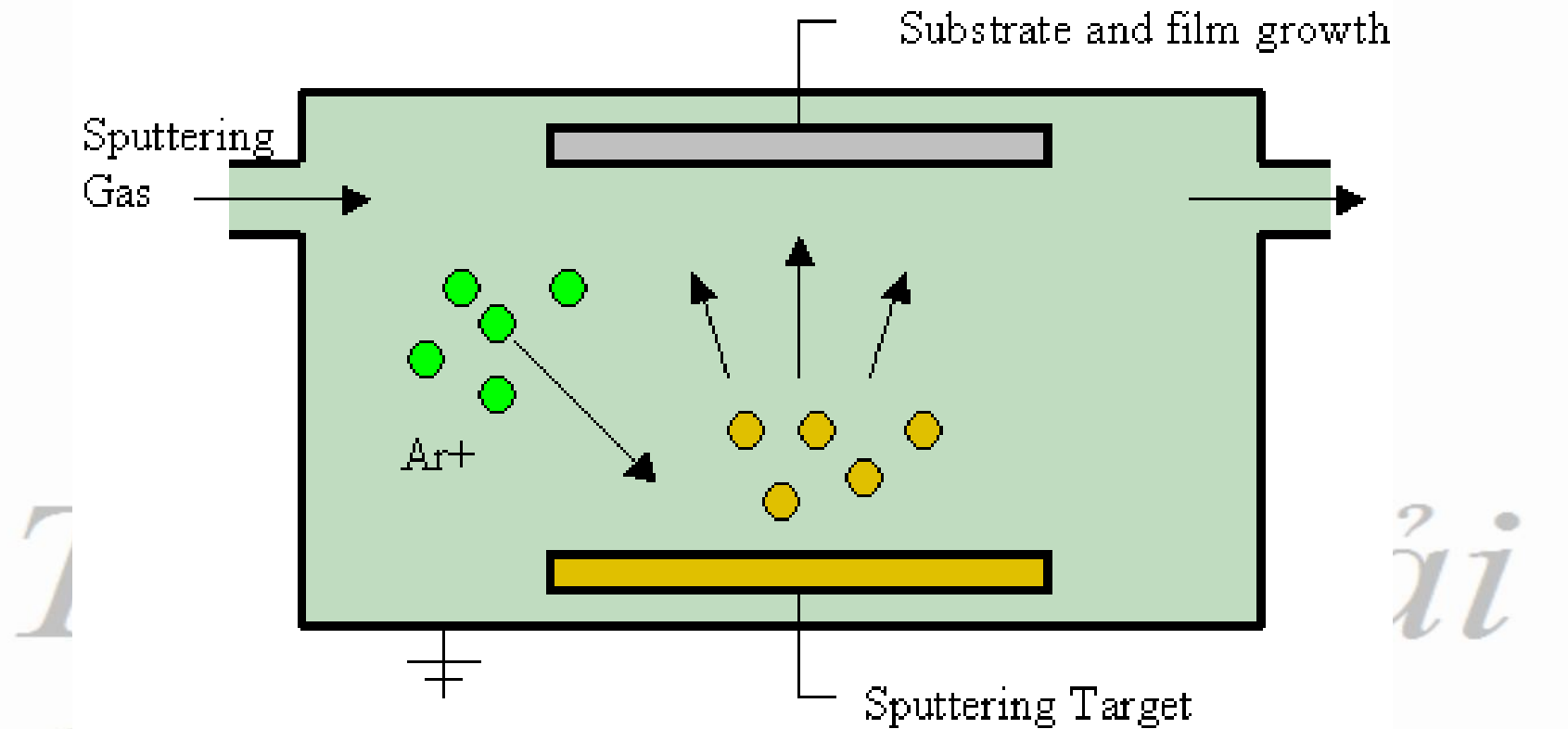
- Hệ phún xạ Magnetron có thể xem như một hệ Diod phẳng, có các bẫy điện tử được hình thành bằng cách kết hợp từ trường với bề mặt Kathod. Các bẫy điện tử phải có dạng thích hợp để dòng cuốn điện tử tự khép kín.
- Kathod (bia): là tấm kim loại được cấp thế âm khoảng 200-800V. Trong quá trình phóng điện các ion bắn phá làm nóng chảy bia nên Kathod được gắn chặt với bản giải nhiệt và cách điện với đất.

- Dưới Kathod bố trí các nam châm được nối với nhau bằng tấm sắt nối từ. Cách bố trí vị trí giữa các nam châm cho ta các giá trị cường độ điện trường khác nhau trên mặt bia.
- Anode (để cần phủ màng): là tấm thủy tinh được làm sạch, được nối đất và đặt đối diện, song song với Kathod trong vùng chiếu sáng.



## Màng CrN

- Phủ trên đế thủy tinh đã làm sạch.
- Kathode trong hệ phún xạ (bia) được làm bằng vật liệu Cr với độ tinh khiết 99.6%.
- Hỗn hợp khí đưa vào buồng chân không là Argon và Nitơ. Tỷ lệ hỗn hợp khí thay đổi từ 5-15%



1

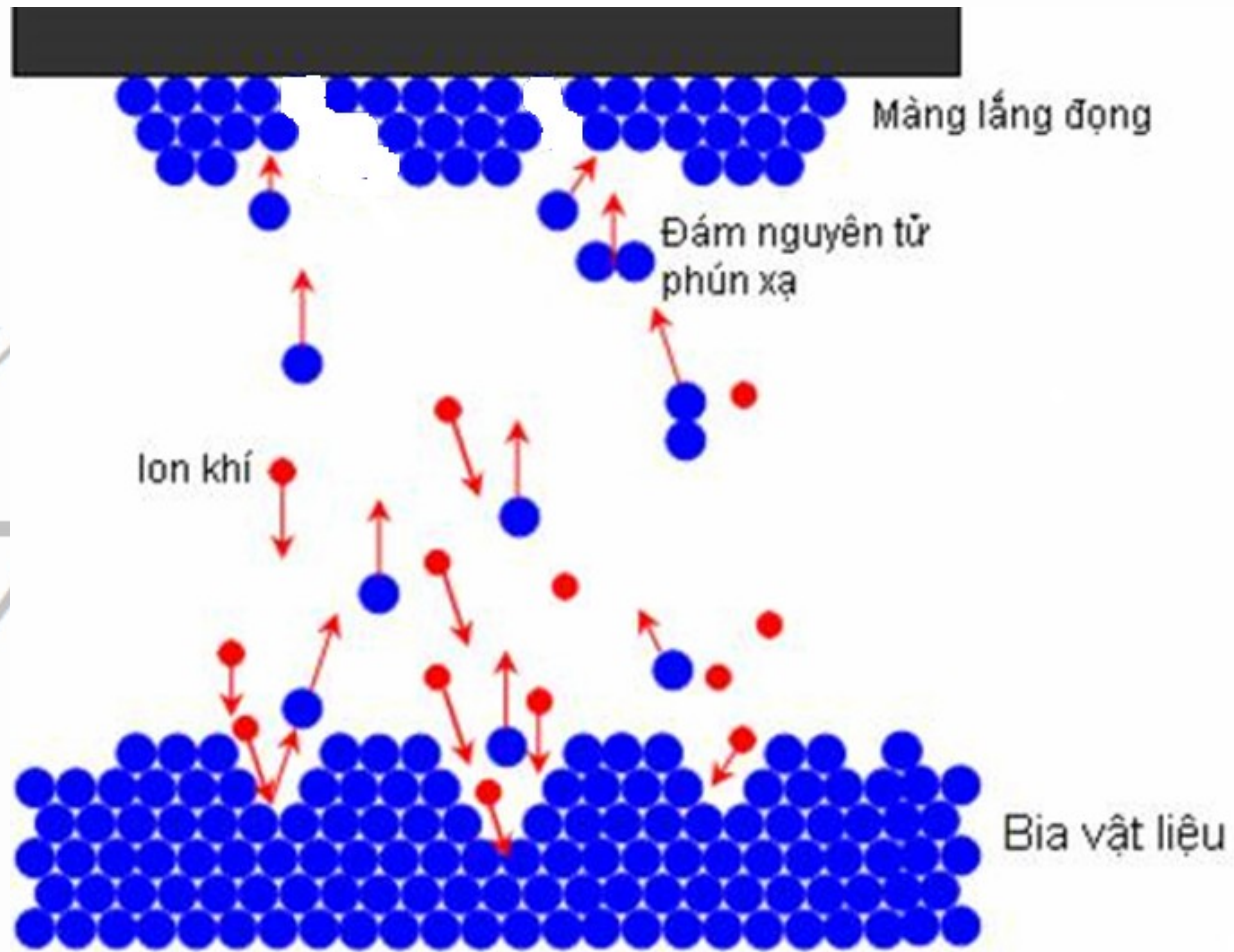
ii

0719121

Nguyên lí hoạt động

- Quá trình tạo màng được tiến hành với áp suất  $3 \cdot 10^{-3} - 6 \cdot 10^{-3}$  Torr.
- Khoảng cách giữa đế và bia có thể thay đổi
- Thế phún xạ 350-650V

# Quá trình hình thành màng



*Tr*  
*07*

*ải*

- các nguyên tử tập hợp thành từng cụm trên bề mặt đến khi đủ lớn các cụm này sẽ kết hợp lại với nhau tạo thành màng (gồm một số lớp nguyên tử). Từ các lớp ban đầu này màng sẽ tiếp tục phát triển, nhưng không phải phát triển đồng đều cho cả bề mặt, mà phát triển theo các hướng có năng lượng tự do thấp nhất. Có thể hình thành các cột hay các cụm và cứ thế phát triển, hình thái và tính chất của màng sẽ khác nhau.

# CÁC YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG CHẤT LƯỢNG MÀNG CỨNG

- Biến dạng dẻo của chất nền (Khoảng một phần trăm và là như nhau cho cả hai loại thép phủ bằng phương pháp TD và PVD)
- Khả năng biến dạng dẻo lớn của bề mặt bằng cách áp tải cao áp dụng trong để kim loại có thể gây ra rạn nứt trong lớp phủ có tính dẻo thấp. Điều này dẫn đến khả năng bong tróc của lớp phủ cũng như tính xơ cứng của lớp màng.

- Chất lượng của lớp màng phủ thấp là do vật liệu đế.  
Độ bền dụng cụ phủ màng cứng thấp có thể do lớp màng bị bong tróc, nứt vỡ mà điều này có thể xảy ra ở các sản phẩm phủ màng nhưng không xảy ra ở vật liệu không phủ.
- Vấn đề nứt vỡ thường xuyên xuất hiện với PVD. Nứt bề sẽ xảy ra vào gần cuối cuộc đời một số công cụ được sản xuất với CVD và TD.

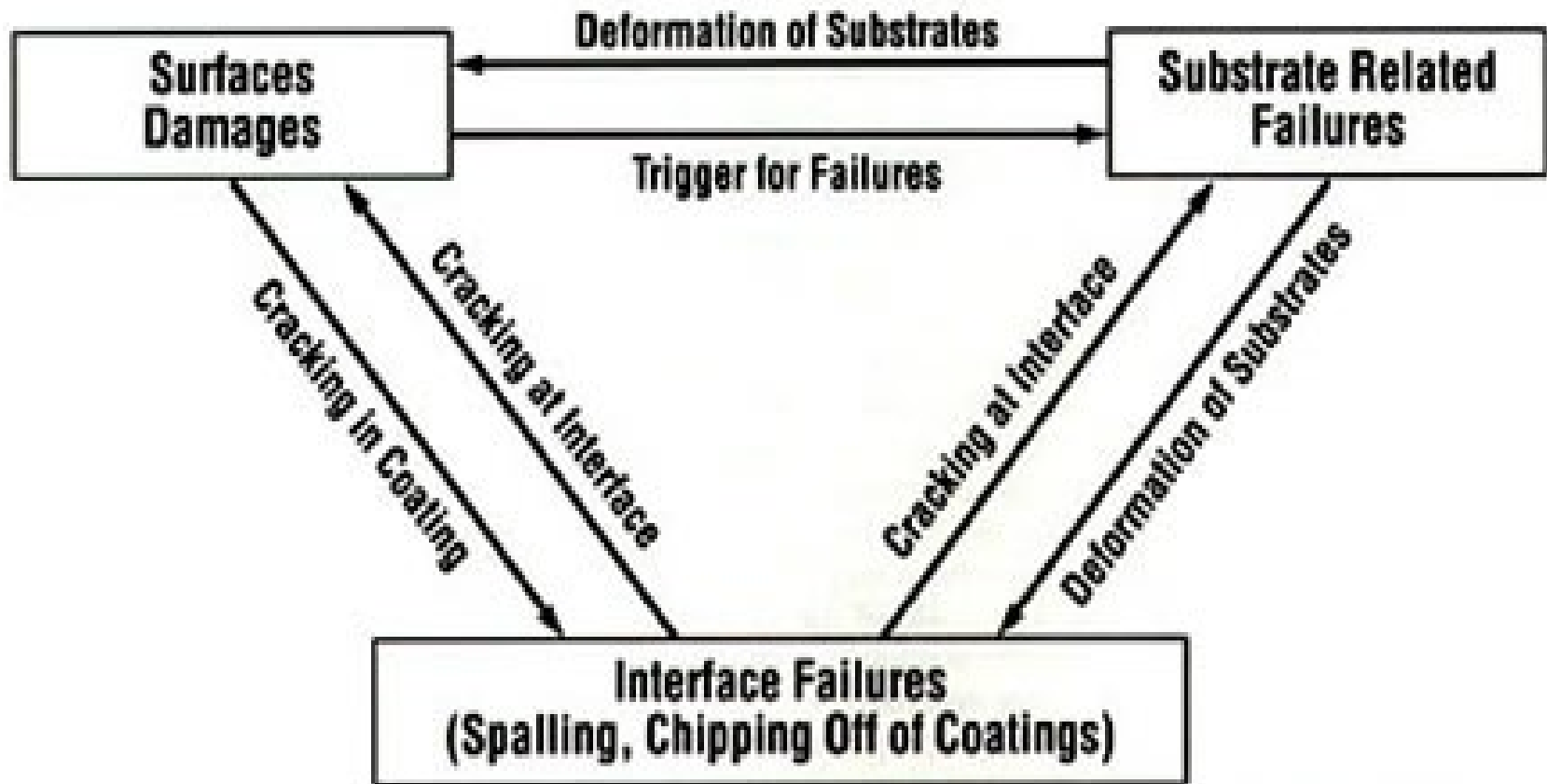
-

- Không có một sự khác biệt lớn của sức căng tối đa giữa màng tạo bằng phương pháp TD hình thành trên đế thép khác nhau, từ loại thép carbon đến thép công cụ tạo ra trong nhiệt độ cao.



- Độ bền của các dụng cụ phủ màng cứng ngắn hơn so với các dụng cụ không phủ là do độ bám dính không tốt của lớp phủ (đặc biệt là trong lớp phủ PVD) mà nguyên nhân là do chế tạo không đúng cách hoặc chất phủ gây ra bởi biến dạng dẻo của chất nền.
- Cần lưu ý hai điều cơ bản trên trong quá trình chế tạo màng cứng.

# Mối quan hệ giữa màng và đế



một số mạng: cứng tiêu  
biểu:

*0719121*

# 1.6.1 Màng TiCN

Được phủ lên thép dụng làm vật liệu cắt gọt, các dụng cụ cắt gọt, ma sát cao như mũi khoan, máy khoan, máy nghiền..

- Màng được tạo bằng phương pháp PVD
- *Một số đặc tính của màng TiCN:*
- Màng có màu xám xanh
- Độ cứng 4000HV
- Nhiệt độ làm việc tối đa 800°C

## 1.6.2 Màng TiAlN

- Màng TiAlN dùng để phủ lên dụng cụ khoan, cắt gọt..bằng thép làm cho dụng cụ có độ cứng và độ bền nhiệt cao.
- Màng TiAlN được tạo bằng phương pháp PVD.
- *Một số đặc điểm của màng:*
- Màng có màu xám
- Độ cứng 2600HV
- Nhiệt độ làm việc tối đa 465°C

## 1.6.3 Màng CrN

- Người ta phủ màng CrN lên dụng cụ cắt gọt để làm giảm ma sát và tăng độ cứng dụng cụ.
- Màng được tổng hợp bằng phương pháp PVD
- *Một số đặc điểm của màng:*
- Màng có màu xám bạc
- Độ cứng cao 2500HV(21-24GPa)
- Tính chất chịu nhiệt tốt (nhiệt nóng chảy 2950°C)
- Nhiệt độ làm việc tối đa 700°C.
- Ngoài ra nó còn có tính chất tốt như điện trở suất nhỏ và chống ăn mòn tốt

- Màng CrN ngày càng phổ biến và trở thành vật liệu công nghệ quan trọng do có độ cứng khá cao chịu được sự gia công nhiệt trên  $700^{\circ}\text{C}$ , chống mài mòn, ăn mòn cao đặc biệt đối với Cl, F và có độ bám dính tốt trên đế inox đồng thời màng CrN ít giòn hơn các loại màng cứng khác nên nó phù hợp hơn trong việc bảo vệ bề mặt các vật liệu mềm (hợp kim Al, inox)

*Trần Minh Hải*  
*0719121*

# Phương pháp xác định tính chất màng



# ĐỘ CỨNG

- Độ cứng là thước đo sức bền của vật liệu khi bị va chạm hay bị trầy xước và được đo bằng các kỹ thuật thực nghiệm khác nhau. Thực tế, các kết quả thực nghiệm đo độ cứng có thể dao động trong khoảng 10% đối với cùng 1 loại vật liệu.

- Độ cứng ảnh hưởng đến các tính chất như độ chống mài mòn, tính bôi trơn và độ biến dạng trong liên kết..
- Giá trị độ cứng thu được thực chất là độ bền dẻo của vật liệu thông qua việc đo độ biến dạng dẻo với lực nén biết trước
- Ở nước ta chuẩn đo lường quốc gia thể hiện đơn vị đo độ cứng theo các tiêu chuẩn độ cứng như: “Rockwell C” (HRC), thang Brinell - HB (phương pháp Brinell); thang Vickers – HV (phương pháp Vickers).

# Ứng dụng của một số thang đo

+HRA; dùng cho kiểm tra vật liệu cacbua như là volfram cacbua

+HRC: dùng để kiểm tra thép, nhưng độ cứng thấp hơn cacbua, HRC đôi khi cũng sử dụng để kiểm tra sản phẩm nhiệt luyện tùy thuộc độ dày của vật liệu, cần xem bảng qui đổi convert chart để biết mình nên dùng lực nào cho phù hợp.

+HRB: Dùng để kiểm tra thép mềm, như đồng đỏ .... Những vật liệu với kích thước vừa và nhỏ. Bởi vậy HRA, HRB, HRC (regular rockwell) là chiếm 90% trong công nghiệp

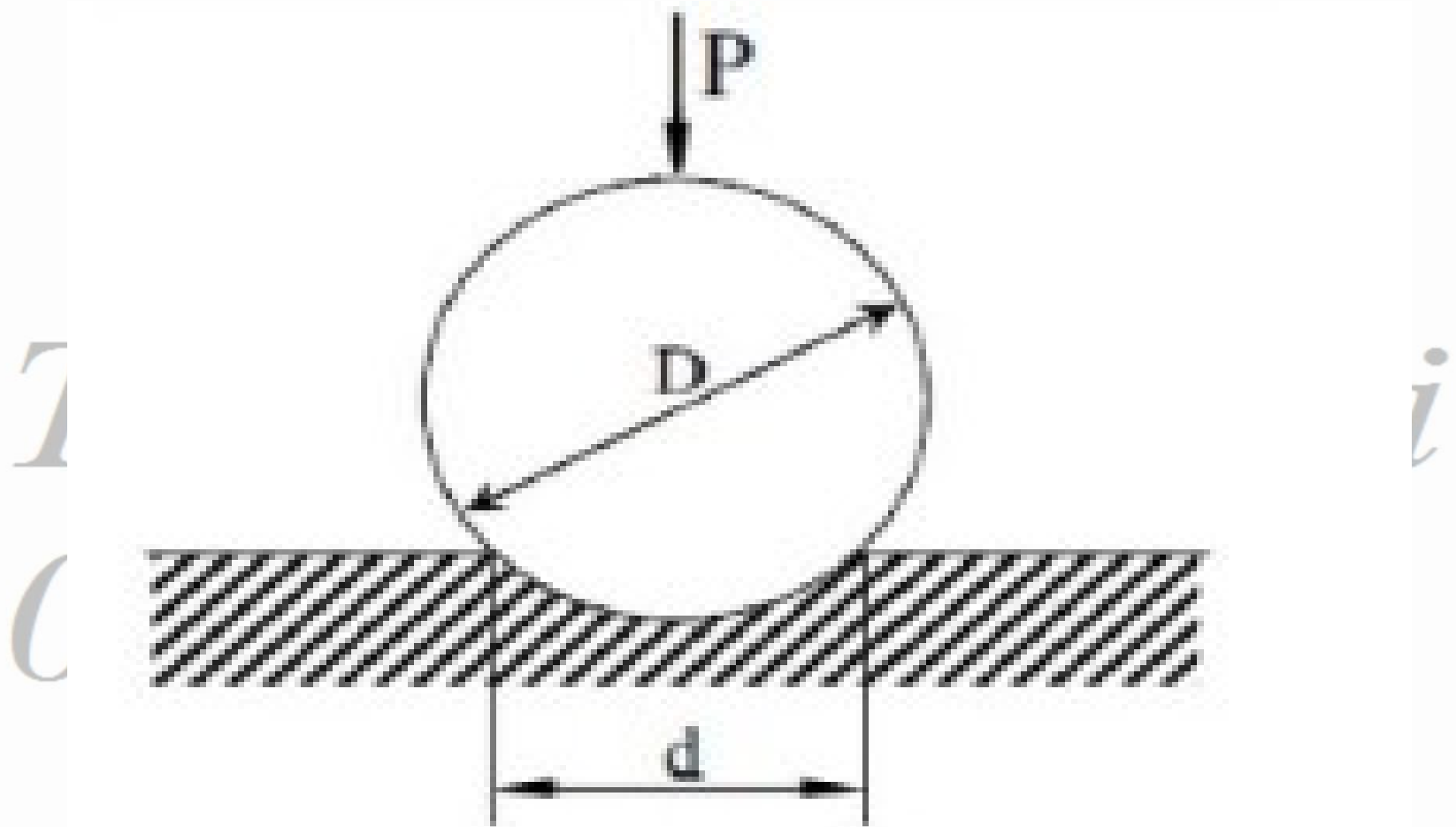
- +Brinell:- Thông thường 3000kgs với ball 10mm là chuẩn để sử dụng cho test độ cứng Brinell. Thông thường để kiểm tra vật liệu có kích thước lớn bề mặt nhám như sắt, đồng, khuôn đúc, kim loại ép.

+Microvickers:- Dùng để test vật liệu rất mỏng và cứng như là độ cứng lá kim loại mỏng, bo mạch IC, sơn .....- Thường sử dụng lực tải 1kg, 500g, 100g, 10g.

+Vickers:- Tương tự như microvickers tuy nhiên ứng dụng cho vật liệu dày hơn, thông thường nếu sử dụng tải microvickers mà vết lõm quá mảnh thì sử dụng Vickers load 5kg, 10kg, 30kg....

# phương pháp Brinen:

- Độ cứng Brinen (HB):
- Phương pháp đo: ấn một tải trọng  $P$  xác định lên bề mặt kim loại qua viên bi có đường kính  $D$ . Sau khi cắt tải trọng, viên bi sẽ để lại trên bề mặt mẫu thử một vết lõm hình chỏm cầu có đường kính  $d$  và với chiều sâu  $h$  (hình III.14)

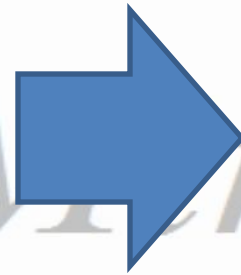


Hình III.14- Đo độ cứng Brinen

# Độ cứng Brinen được xác định

$$HB = \frac{P \text{ (kG)}}{S \text{ (mm}^2\text{)}}$$

$$S = \frac{\pi D}{2} \cdot D - \frac{\pi d^2}{4} \cdot D - d$$



$$HB = \frac{2P}{\pi \cdot D \cdot D - \sqrt{D^3 - d^3}}$$

S: là diện tích  
chỏm cầu vết lõm

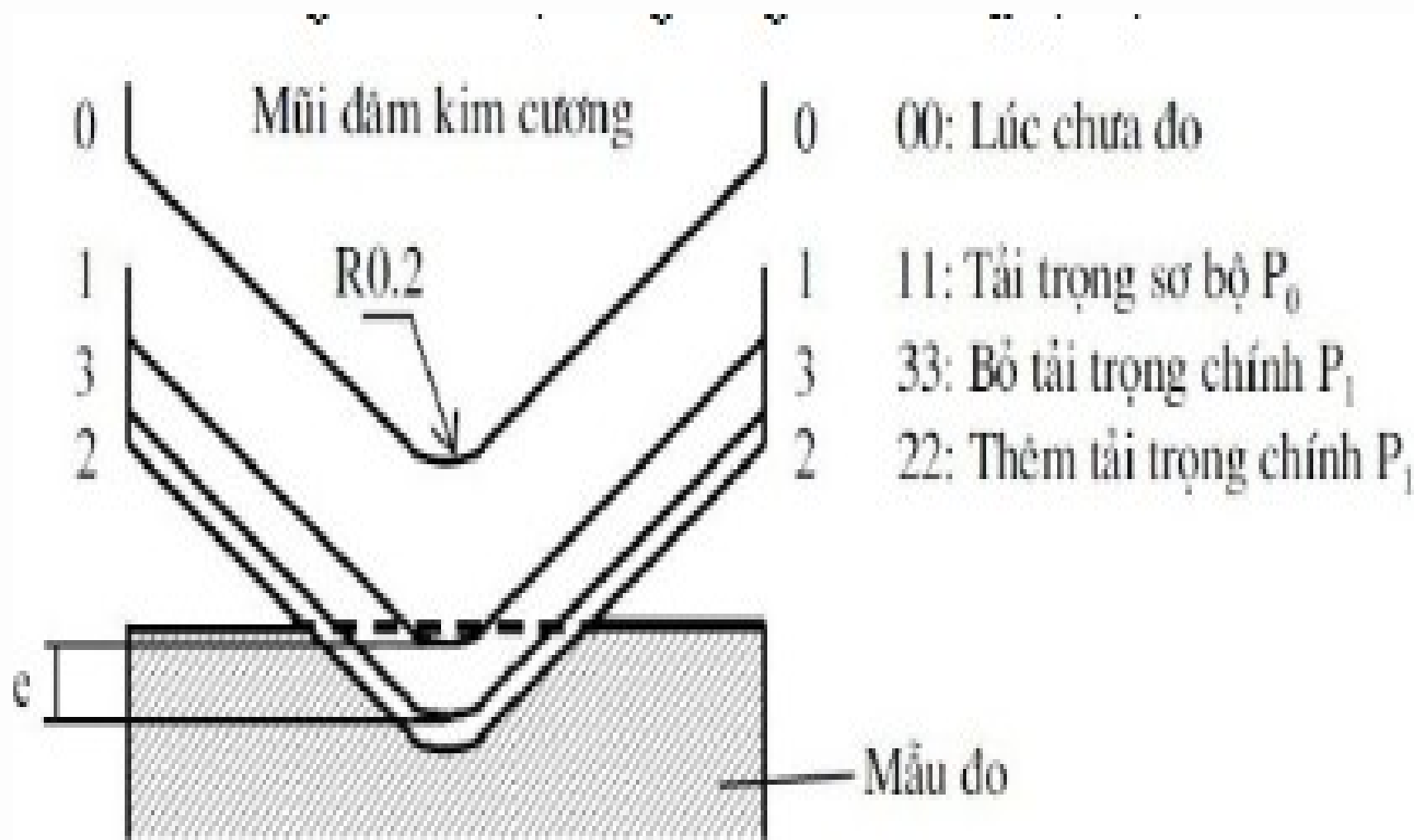
Giới hạn bền và độ cứng Brinen có mối quan hệ với nhau:  $\sigma_b = a \cdot HB$

Trong đó a là hệ số phụ thuộc vào vật liệu.

## Độ cứng Rockwell HR (HRC, HRA, HRB):

- Ấn vào bề mặt cần đo một tải trọng xác định qua mũi đâm tạo nên vết lõm. Sau đó tiến hành đo chiều sâu vết lõm. Chiều sâu càng lớn thì độ cứng càng nhỏ và ngược lại
- Phương pháp đo độ cứng Rockwell sử dụng hai loại tải trọng:
- Tải trọng sơ bộ  $P_0 = 10 \text{ kG}$ . Chiều sâu do tải trọng này gây ra không dùng để tính độ cứng.  $P_0$  chỉ có tác dụng san bằng sự nhấp nhô trên bề mặt mẫu để đảm bảo kết quả đo được chính xác hơn tải trọng chính  $P_1$ . Tải trọng này được tác dụng sau tải trọng sơ bộ.





Hình III.15- Đo độ cứng Rockwell

- Độ cứng Rockwell là một đại lượng quy ước, không có thứ nguyên phụ thuộc vào chiều sâu của vết lõm, được xác định theo công thức:

$$HR = K - \frac{e}{0,002}$$

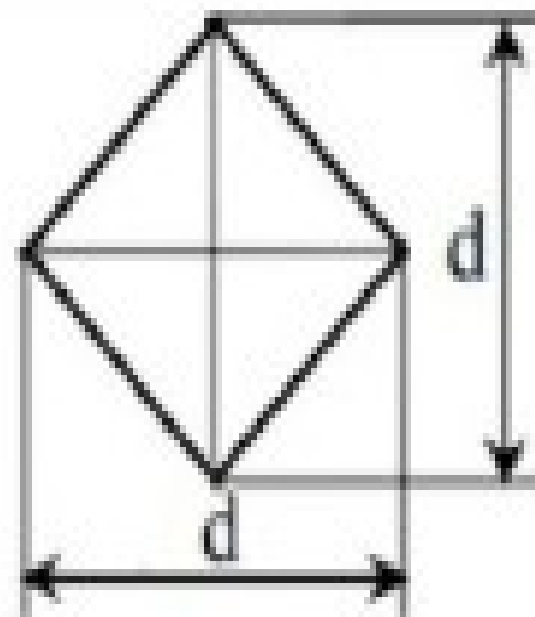
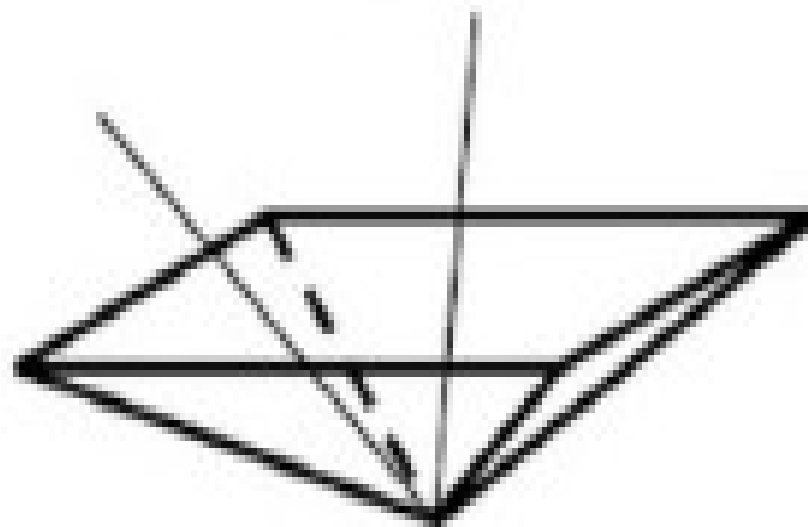
- + K là hằng số, tùy thuộc vào thang đo.
- + e là chiều sâu vết lõm

## Thang đo độ cứng Rockwell

Thang đo	Mũi đâm	K	P (kG)	Ứng dụng
HRA	Kim cương, hình nón, $\alpha = 120^\circ$	100	60	Đo vật liệu rất cứng
HRC	Kim cương, hình nón, $\alpha = 120^\circ$	100	150	Đo độ cứng của thép sau khi tôi: bánh răng, ô lăn, ...
HRB	Bi thép	130	100	Đo vật liệu mềm, mỏng giống như HB

# Độ cứng Vicker:

- Ấn mũi kim cương hình tháp bốn mặt (có góc giữa hai mặt đối diện là  $136^\circ$ ) với tải trọng  $P$  không lớn lắm. Sau khi cắt tải trọng, tiến hành đo đường chéo  $d$  của vết lõm và tra bảng sẽ có giá trị độ cứng Vicker (hoặc giá trị cho trên màn hình nếu dùng máy hiển thị số).



(a) Mũi đâm hình tháp

(b) vết lõm

Hình III.16- Đo độ cứng  
bằng phương pháp Vickers

# Độ cứng vicker tính theo ct:

$$T_{HV} = \frac{P}{F} = \frac{2P \cdot \sin(\alpha/2)}{d} = 1,854 \cdot \frac{P}{d} \text{ (kG/mm)} \quad \text{Hải}$$

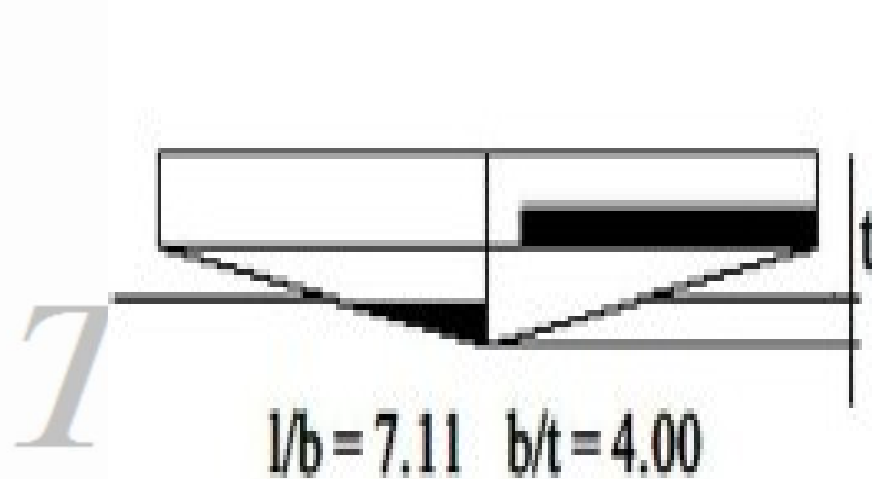
0/19121

- + P là tải trọng tác dụng, có giá trị từ 200G ÷ 100kG.
- + d giá trị trung bình của hai đường chéo vết lõm, mm.
- + F diện tích vết lõm, mm

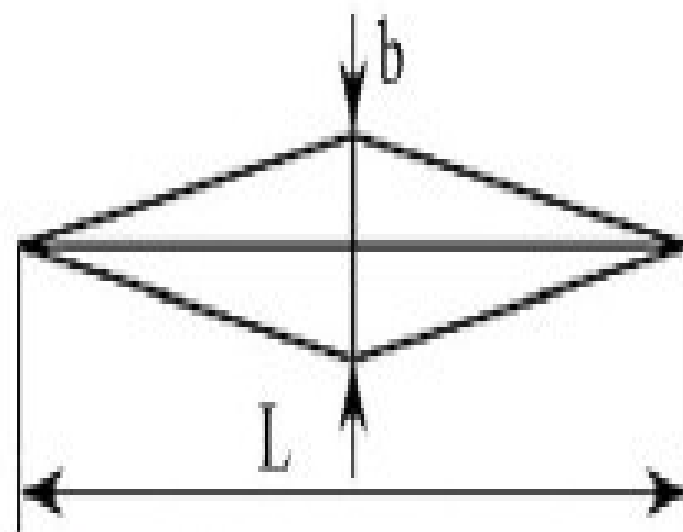
# Phương pháp đo độ cứng

## Knoop (KN) :

- Tương tự Vicker
- Nhưng với mũi đâm kim cương hình tháp nhưng cấu tạo sao cho vết đâm có dạng hình thoi.
- Phương pháp này dùng đo các vật liệu giòn như gốm



(a) Mũi đâm hình tháp



(b) hình dạng vết lõm

Hình III.17- Phương pháp đo độ cứng Knoop



# Độ cứng Knoop tính theo công thức

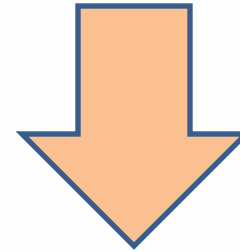
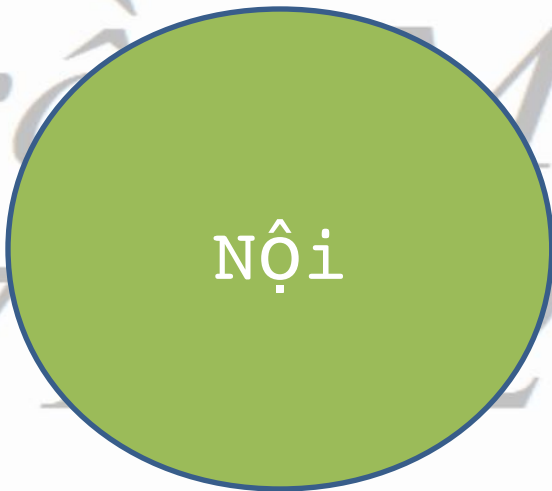
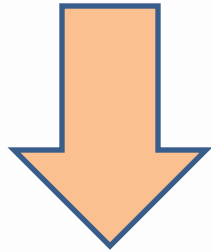
$$T_{HK} = \frac{P}{F} = 1,42 \cdot \frac{P}{L} \text{ h Hải}$$

Trong đó:

+ F là diện tích vết lõm, mm

+ L là giá trị độ dài lớn nhất của vết lõm, mm

# ỨNG SUẤT MÀNG



# kĩ thuật đo ứng suất màng biểu thức Stoney

- Để đánh giá thành phần ứng suất nội phải đo ứng suất tổng cộng rồi trừ đi ứng suất ngoại. Ứng suất tổng cộng có thể tính dễ dàng đo bằng độ cong sinh ra ở để có thể xác định từ cân bằng lực khi khảo sát thành phần đồng nhất của ứng suất để .

- Ứng suất uốn biến đổi từ căng mặt trước đến nén trên mặt đối diện và liên quan đến bán kính cong  $r$  của đế.
- Tích phân dọc độ dày của đế ta tính được momen uốn của đế.
- Ta tính được ứng suất tổng cộng của màng với độ cong của đế  $k=1/2r$
- (biểu thức Stoney  $\delta f = \left(\frac{Y}{1-\nu}\right) \frac{h^2}{6rh} = -\left(\frac{Y}{1-\nu}\right) \frac{kh^2}{6h}$
- Trong đó  $k$  là độ cong có giá trị dương với màng lồi, âm với màng lõm.

# Phương pháp nhiễu xạ tia X

- nguyên tắc: nhiễu xạ tia X  $\Rightarrow$  tách sự biến đổi nhỏ của thông số mặt mạng tinh thể.
- Vd: một màng đa tinh thể chứa các ứng suất căng lưỡng trục đẳng hướng phân bố trên mặt phẳng xy (song song bề mặt màng). Sự biến dạng theo phương x được xác định
- $$\left[ \varepsilon(z) = -\frac{\nu}{Y} (\delta(x) + \delta(y)) = -\nu(\varepsilon(x) + \varepsilon(y)) \right]$$

- Đo khoảng cách mặt mạng  $a$  trong màng chứa ứng suất cũng như  $a_0$  trong mạng khối không chịu ứng suất theo phương pháp nhiễu xạ trực tiếp  $\varepsilon(z) = \frac{a - a_0}{a_0}$  có thể tính bằng thức

$$\delta(x) = \delta(y) = \delta(z)$$

- Do màn  $\alpha$  dẫn  $\alpha$  hướng  $\alpha$  nên:

$$\delta(f) = \frac{Y}{2v} \left( \frac{a - a_0}{a_0} \right)$$

- suy ra

**Bảng 1.** Ứng suất của các mẫu tổng hợp với các thông số tạo màng khác nhau.

$P(\text{Ar}+\text{N}_2)$ (torr)	$\text{N}_2$ (%)	Thế hiệu dịch (V)	$d(\text{Å})$	$\sigma_f$ (GPa)
$9 \cdot 10^{-3}$	50	0	2,393	0,298
		-50	2,405	-3,282
$9 \cdot 10^{-3}$	60	0	2,427	-9,846
		-50	2,433	-11,636

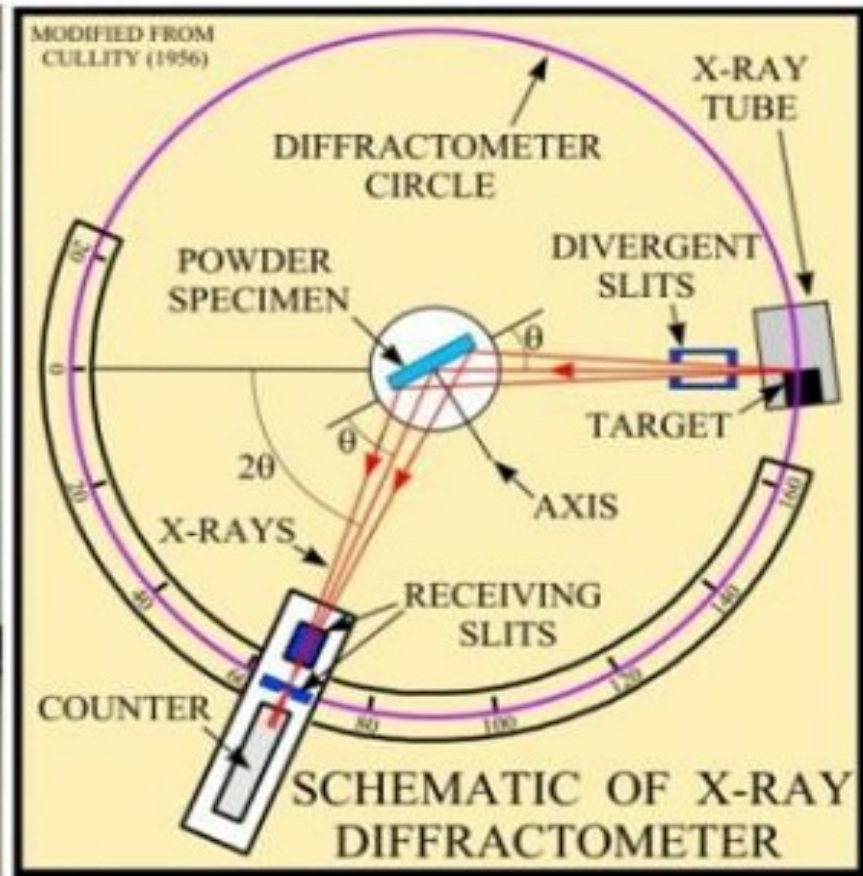
# CẤU TRÚC TINH THỂ

- Nhiễu xạ tia X trên tinh thể khi bước sóng của nó tương ứng với tính tuần hoàn mạng tinh thể. Sự nhiễu xạ tia X cho thông tin về mạng tinh thể 3 chiều khi (góc tới) lớn hơn hoặc bằng (góc giới hạn), có thể xác định được tinh thể, phân biệt các dạng kết tinh khác nhau của cùng một chất, các biến thể.
- Với phương pháp này mẫu không bị phân huỷ, chỉ cần một lượng nhỏ có thể phân tích được, nên phương pháp này có thể dùng khảo sát cấu trúc của màng mỏng.



- Phương pháp nhiễu xạ tia X dùng để khảo sát màng mỏng là phương pháp Bragg-Brentano. Theo công thức nhiễu xạ Bragg, khi chiếu chùm tia X có bước sóng  $\lambda$  lên một tinh thể, mỗi nút của mạng trở thành một tâm nhiễu xạ. Sự nhiễu xạ xảy ra theo mọi phương nhưng mạnh hơn cả là theo phương phản xạ gương. Ta xét một họ mặt nguyên tử song song cách đều nhau một khoảng  $d_{hkl}$ .

- . Khi chùm tia tới nằm trong mặt phẳng của hình, hiệu quang lộ giữa các tia phản xạ từ các mặt lân cận bằng  $2d_{hkl} \sin \theta$
- $2d_{hkl} \sin \theta = m (\lambda)$
- Công thức này gọi là công thức nhiễu xạ Bragg.



*Hình 2 : Máy đo phổ nhiễu xạ X-ray*

# Xác định khoảng cách mặt mạng

- Cơ sở phương pháp này dựa trên định Bragg :
- $2d_{hkl} \sin(\theta) = m \lambda$
- Với :  $d_{hkl}$  Khoảng cách giữa các mặt mạng (hkl) của mạng tinh thể.
- $(\theta)$  : góc nhiễu xạ.
- $(\lambda)$  : bước sóng nhiễu xạ.

- Trên thực tế, phổ tia X được chụp theo phương pháp nhiễu xạ kế Bragg-Brentano.
- Màng có cấu trúc tinh thể thì phổ nhiễu xạ tia X chắc chắn sẽ có các peak ứng với các góc  $\theta$  khác nhau thỏa công thức Bragg. Với bước sóng tia X đã biết, đọc các giá trị góc  $2\theta$ , ta suy ra được khoảng cách giữa các mặt (hkl) tương ứng.

# Xác định kích thước hạt

- Kích thước hạt vi tinh thể có thể được xác định bởi biểu thức Sherr

$$b = \frac{0.9\lambda}{\Delta(2\theta)\cos\theta}$$

Với  $b$  : kích thước hạt.

$\lambda$  : bước sóng tia X.  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$

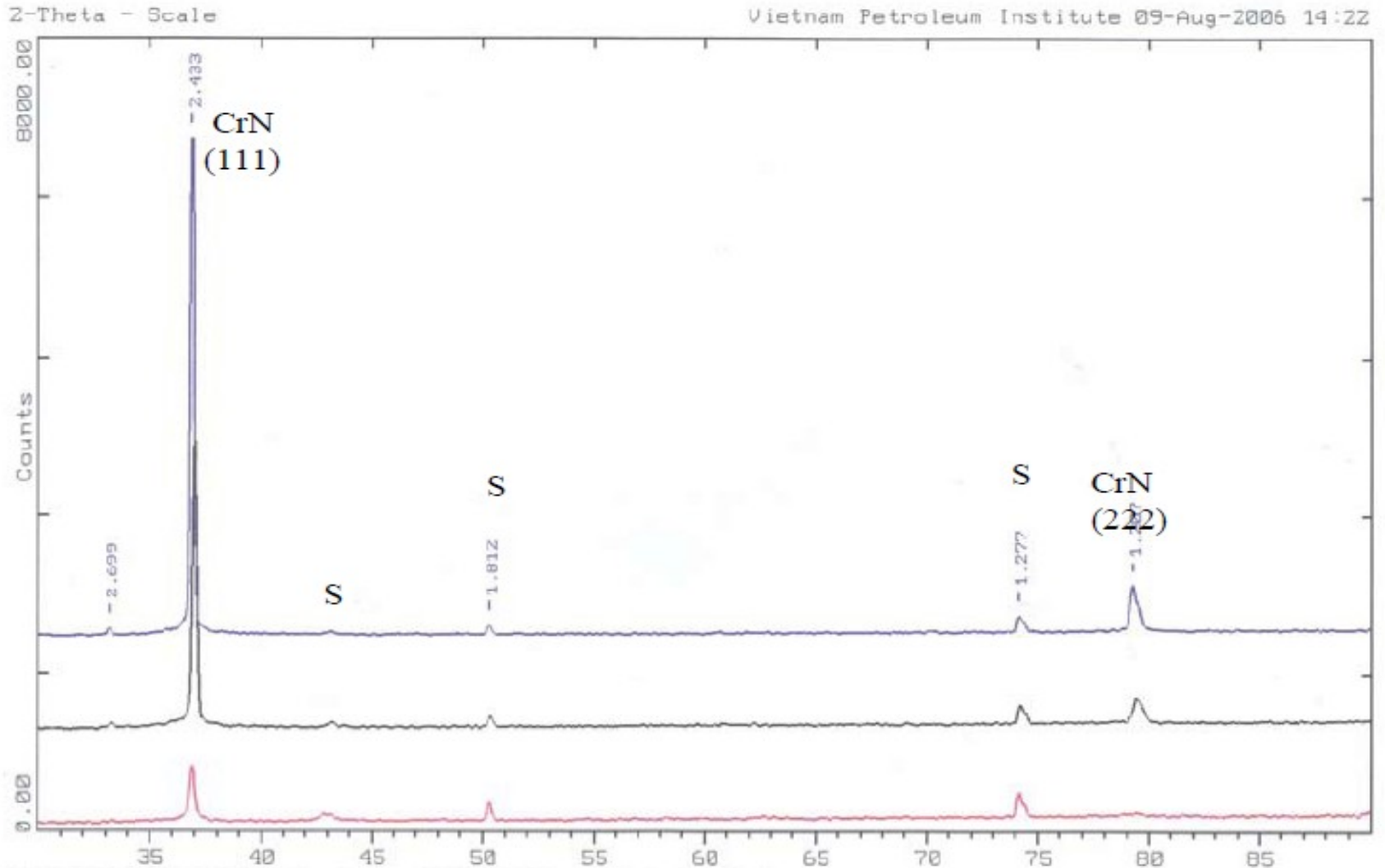
$\theta$  : góc nhiễu xạ Bragg

$\Delta(2\theta)$  : độ rộng của vạch phổ tại nửa cường độ cực đại của nó.

**Bảng 2** Kích thước hạt của các màng CrN có nồng độ N<sub>2</sub> khác nhau

$V_{hd}$ (V)	N <sub>2</sub> (%)	B	$\theta$	b(nm)
0	50	0,4947	37,565 <sup>0</sup>	35,359
	60	0,2502	37,023 <sup>0</sup>	69,411
-50	50	0,8336	37,619 <sup>0</sup>	21
	60	0,2306	36,917 <sup>0</sup>	75,206

# Khảo sát cấu trúc tinh thể



Phổ nhiễu xạ tia X của các mẫu được tổng hợp với  $V_{hd}$  khác nhau, nồng độ  $N_2 = 60\%$ . (S – đỉnh nhiễu xạ của đế).z

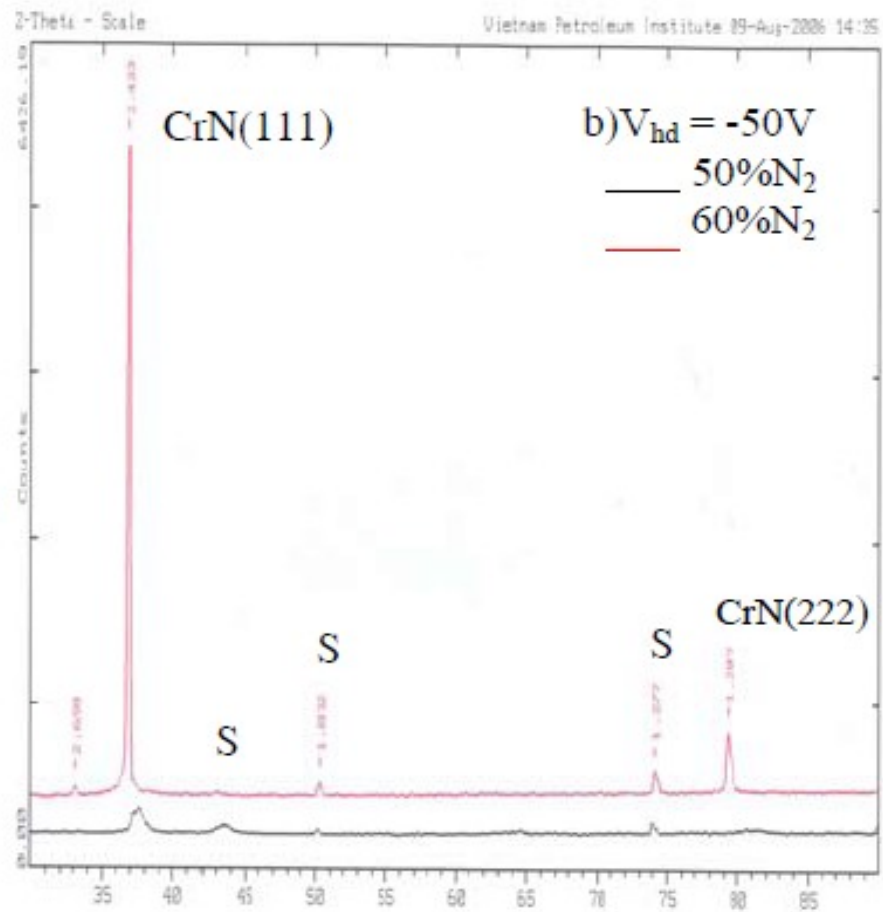
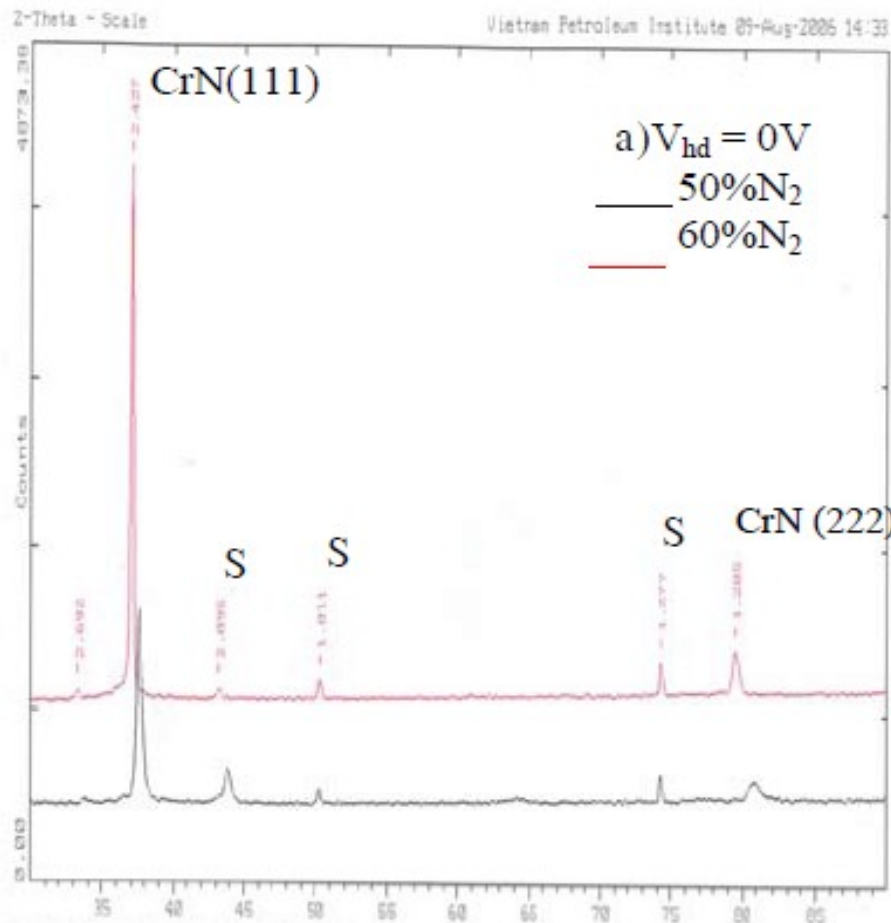


Quan sát phổ nhiễu xạ tia X ta nhận thấy:

- Màng có cấu trúc tinh thể tốt.
- Tinh thể của màng định hướng chủ yếu theo các mặt thuộc pha CrN có cấu trúc lập phương tâm mặt.
- Đỉnh phổ có cường độ mạnh nhất tương ứng với sự định hướng theo mặt (111) song song với bề mặt đế.
- Tuy nhiên, cường độ, vị trí của các đỉnh phổ thay đổi khi thay đổi các điều kiện tạo màng.

Tại nồng độ  $N_2 = 60\%$ :

- Khi tăng thế hiệu dịch từ 0V đến -50V cường độ của đỉnh đặc trưng(111) tăng mạnh.
- Tăng thế hiệu dịch trên -50V ( $V_{hd} = -60V$ ) thì cường độ đỉnh phổ (111) bắt đầu giảm nhanh mặc dù tinh thể vẫn định hướng chủ yếu theo mặt (111).



Phổ nhiễu xạ tia X với nồng độ N<sub>2</sub> khác nhau, a)  $V_{hd}$  b)  $V_{hd} = -50V$   
 (S – đỉnh nhiễu xạ của đế)

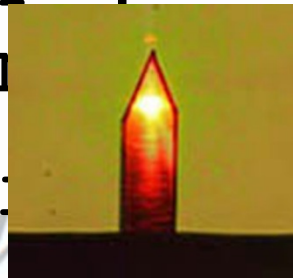
Quan sát phổ nhiễu xạ của các mẫu được tổng hợp với nồng độ  $N_2$  khác nhau 50% và 60% trong cả hai trường hợp:  $V_{hd} = 0V$  (Hình a),  $V_{hd} = -50V$  (Hình b), cho thấy: khi tăng nồng độ  $N_2$  cường độ đỉnh phổ (111) tăng mạnh; độ rộng phổ hẹp lại chứng tỏ kích thước hạt tăng, bậc tinh thể tăng; đồng thời có sự dịch chuyển của đỉnh (111) về vị trí góc  $2\theta$  thấp hơn nghĩa là ứng suất nén của màng tăng.

# ĐỘ DÀY MÀNG

- Phương pháp Stylus là một phương pháp đo độ dày màng bằng những dụng cụ đầu dò quét ngang màng phủ.
- Dùng để đo những đặc trưng về độ dày cỡ cấp độ micromet hay nanomet.
- Phương pháp này luôn luôn đòi hỏi mẫu phải được phủ để so sánh độ dày chênh lệch với vùng không phủ. Thêm vào đó bề mặt của mẫu phải có chất lượng quang học hoàn thiện.

# Phương pháp đo độ dày màng

- Các bộ phận chính trong hệ Profilo



- 1. Camera
- 2. Đầu dò.
- 3. Bộ phận gi
- 4. Cảm biến.
- 5. Bộ phận đế

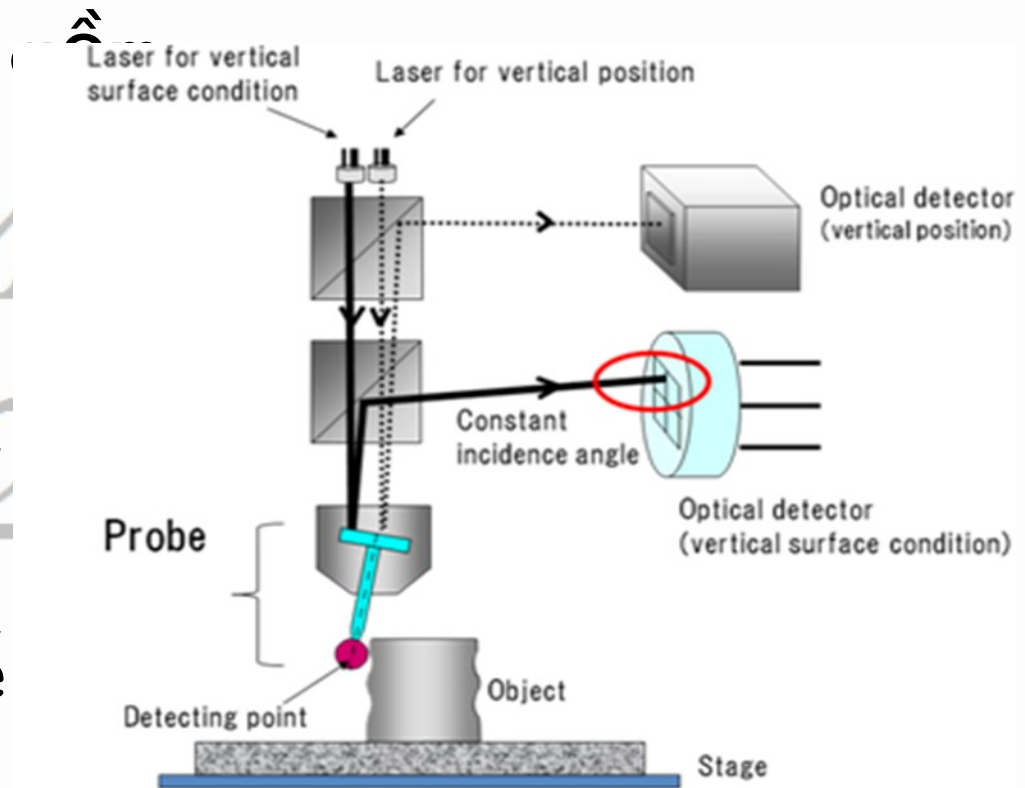


Fig.1 Optical System in Ultrahigh Accurate 3D Profilometer

### 3 Nguyên lý hoạt động:

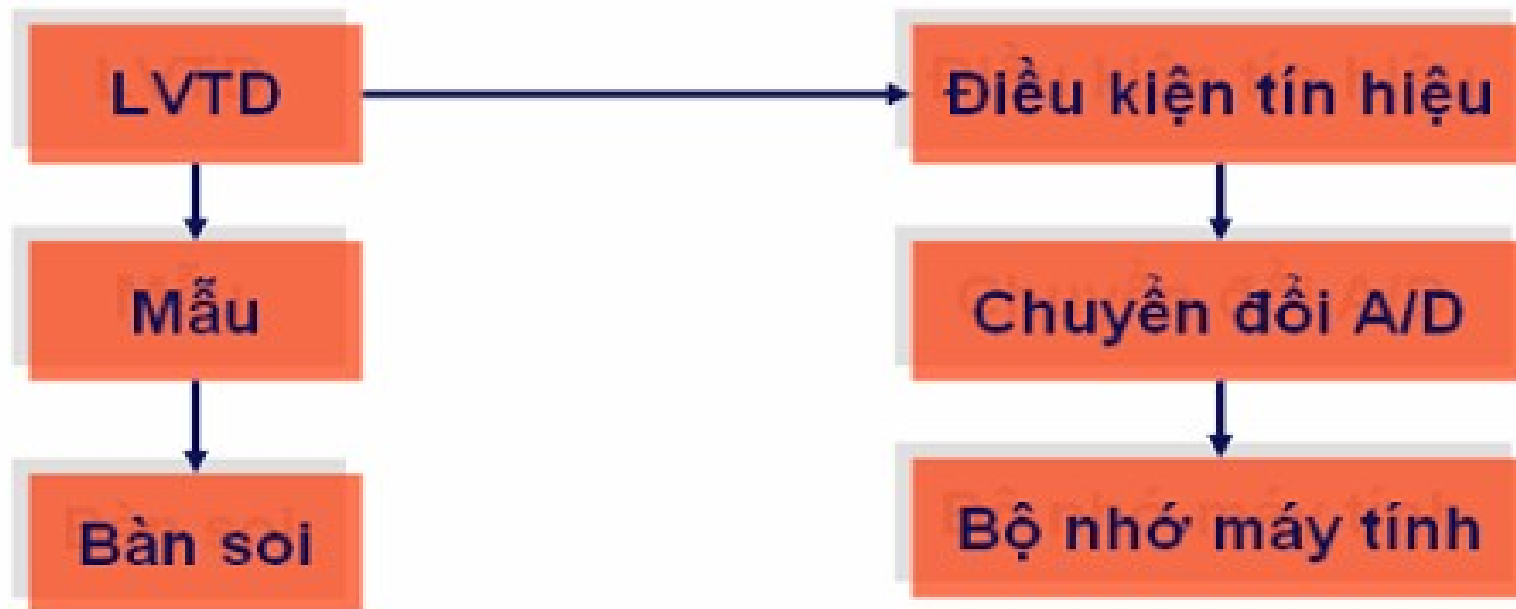
- vật mẫu được đặt trên một cái đế di chuyển một cách đều đặn với độ chính xác cao, người ta đặt một đầu dò với mũi làm bằng kim cương đầu dò ghi sát vào vật mẫu.
- Hệ thống hoạt động theo một chương trình đã được lập trình sẵn về chiều dài quét, tốc độ và lực đầu dò.

- Đầu dò được nối cơ với lõi của biến áp biến thiên tuyến tính thẳng (LVTD- Linear Variable Differential Transformer ) nhằm nhận biết sự thay đổi của bề mặt vật mẫu.
- Khi hệ thống để di chuyển thì đầu dò di chuyển trên vật mẫu tịnh tiến theo một đường thẳng. Và như vậy mũi dò sẽ quét ngang từ biên này sang biên kia của mẫu ở khoảng cách và lực tiếp xúc cụ thể.



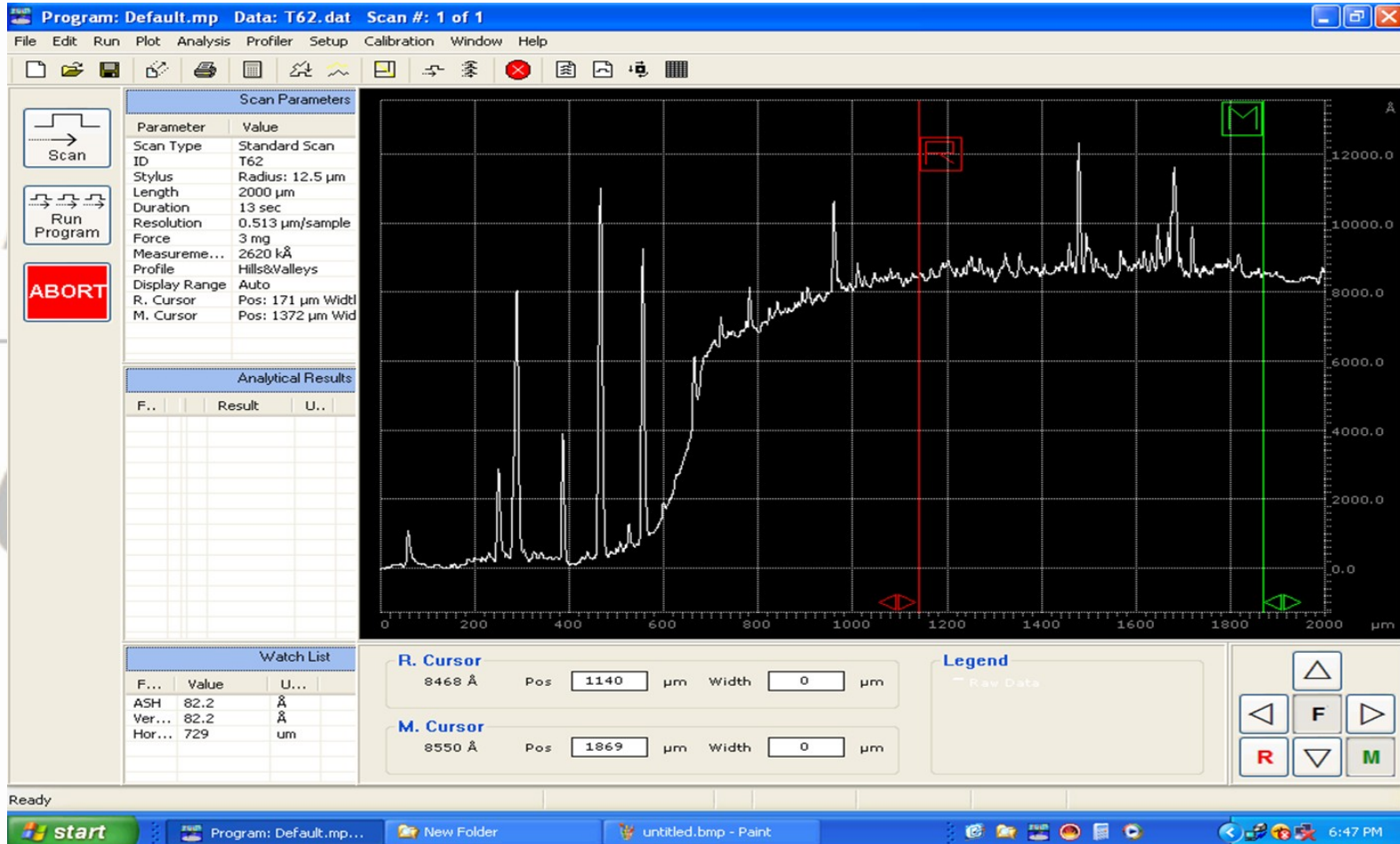
- Phương pháp này có thể đo được sự biến đổi nhỏ của bề mặt khi sự dịch chuyển thẳng đứng của mũi dò là một hàm của thể.
- Tại những điểm có độ dày khác nhau thì tạo ra sự thay đổi vị trí của lõi của biến áp biến thiên tuyến tính thẳng, khi đó sẽ chuyển những thay đổi đó thành tín hiệu tương đương.

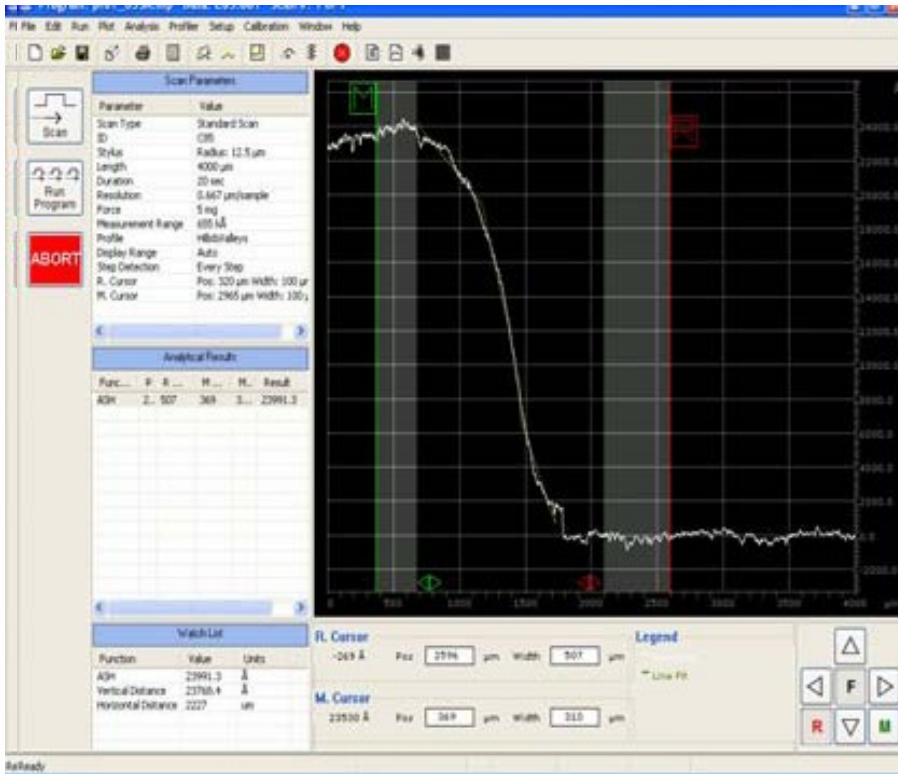
- Bộ phận này sẽ vẽ lên thành một tín hiệu xoay chiều với tỉ lệ tương thích với sự thay đổi đó, tín hiệu này được chuyển đổi thành khoảng vùng kỹ thuật số với độ chính xác cao, từ tín hiệu tích hợp analog rồi chuyển thành tín hiệu kỹ thuật số.
- Tín hiệu kỹ thuật số này được lưu trữ trong bộ nhớ của máy vi tính để hiển thị, thao tác, đo lường và in ra.



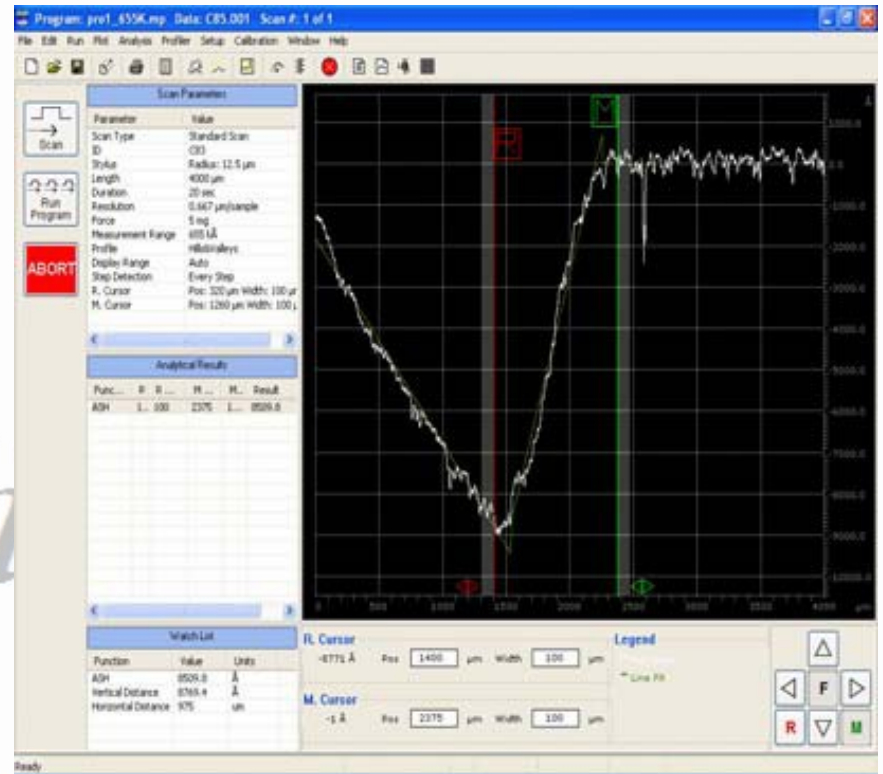
Hình 3 : Sơ đồ khối của máy đo Stylus

# Phương pháp đo độ dày màng





a)  $V_{hd} = 0V$



b)  $V_{hd} = -60V$

**Màn hình kết quả đo độ dày màng**

# Độ bám dính

- Theo tiêu chuẩn kiểm tra vật liệu của Mĩ(ASTM) thì : độ bám dính được định nghĩa như “ trạng thái mà trong đó hai bề mặt giữ lẫn nhau bằng lực hóa trị của chúng, hoặc bằng sự cầm chặt cơ học hoặc bằng cả hai”.

- Giá trị độ bám dính được đo bằng thực nghiệm.
- Hệ thức giữa độ bám dính đo được bằng thực nghiệm EA với độ bám dính cơ bản BA có dạng:

$$EA=BA-RS \pm MSE$$

- Trong đó:  
 RS: ứng suất dư cơ học  
 MSE: sai số của phương pháp đo
- Độ bám dính cơ bản không thể xác định chính xác vì độ lớn của sai số chỉ có thể ước lượng. Số đo thực nghiệm độ bám dính được lấy theo đơn vị lực hay năng lượng trên một đơn vị diện tích bề mặt.

Độ bám dính của màng được khảo sát bằng phương pháp rạch, trong trường hợp màng được tạo khi không áp thế hiệu dịch và khi áp thế hiệu dịch  $-50V$ . Sau đó quan sát vết rạch qua kính hiển vi SM (Stereo microscope olympus) với độ phóng đại 200 lần.





a)




b)

Ảnh vết rạch của các màng CrN với  $N_2 = 60\%$ ; a)  $V_{hd} = 0V$ , b)  $V_{hd} = -50V$

Từ ảnh vết rạch trên màng cho thấy:

- Khi không áp thế hiệu dịch vết rạch trên màng có hình răng cưa, không đều, hai bên bờ vết rạch có hiện tượng bong tróc.
- Khi thế hiệu dịch  $-50V$  vết rạch rất sắc nét, đều, hai bên bờ vết rạch thẳng và đều.

 Kết quả đó chứng tỏ độ bám dính giữa màng và đế khi có thế hiệu dịch áp trên đế trong suốt quá trình phủ tốt hơn khi không áp thế hiệu dịch. hai bên bờ vết rạch thẳng và đều.

# Độ bền hóa học

Áp dụng tiêu chuẩn về độ bền chống ăn mòn, công trình này đã tiến hành thử nghiệm tính chất bảo vệ của màng CrN bằng cách ngâm mẫu trong hai môi trường ăn mòn (môi trường giả): môi trường acetat và môi trường mồ hôi (Bảng 3).

**Bảng 3.** Thành phần và điều kiện thử nghiệm của 2 môi trường giả

Môi trường	Thành phần	Điều kiện thử nghiệm	
		Thời gian (h)	Nhiệt độ (°C)
Acetat	Acid acetic (CH <sub>3</sub> COOH) :25% Tinh thể Natri acetat (CH <sub>3</sub> COONa) :50% Nước :25%	24	20 ± 2
Mồ hôi	NaCl :20g/l Amoniclorua :17,5g/l Ure (CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> ) :5g/l Acid acetic (CH <sub>3</sub> COOH) :2,5g/l Acid lactic (CH <sub>3</sub> .CHOH.COOH) :15g/l NaOH. pH = 4,7	24	40 ± 2



a)



b)

Ảnh bề mặt màng được tạo với  $N_2 = 60\%$ ,  $V_{hd} = 0V$ , a) trước khi ngâm, b) sau khi ngâm.



a)



b)

Ảnh bề mặt màng được tạo với  $N_2 = 60\%$ ,  $V_{hd} = -50V$ , a) trước khi ngâm, b) sau khi ngâm.

# Ta nhận thấy:

Quan sát bề mặt màng của các mẫu trước khi ngâm và sau khi ngâm trong hai môi trường giả nhận thấy bề mặt mẫu sau khi ngâm không thay đổi, không có điểm ăn mòn, lóc (tróc), bong thành lớp và xây xác. Như vậy, màng CrN trơ trong hai môi trường ăn mòn. Căn cứ theo tiêu chuẩn đánh giá về tính chất bảo vệ của lớp phủ thì tất cả các màng CrN tạo được trong công trình này có độ bền chống ăn mòn rất tốt hay màng có độ bền hoá học cao.

welcome to my minihome!!  
thanks you..!

Thank you^^



HAPPY DAY!!

cyworld/byerkena

LOVE