

NÂNG CAO ĐỘ CHÍNH XÁC TRONG ĐÁNH GIÁ ỨNG SUẤT DƯ VÀ MẬT ĐỘ VẾT NỨT TẾ VI CỦA LỚP PHỦ

Nguyễn Vĩnh Phối¹

TÓM TẮT

Hiện nay, mạ phủ là một trong những công nghệ tiên tiến được nghiên cứu để áp dụng vào công nghệ xử lý bề mặt. Do đó, các phương pháp để đánh giá các tính chất của lớp phủ được chú trọng nghiên cứu. Trong bài báo này, công thức tính sai số cho phương pháp đo ứng suất dư của lớp phủ dùng nhiễu xạ tia X được xây dựng. Phương pháp đánh giá mật độ vết nứt tế vi của lớp phủ dùng công nghệ xử lý ảnh cũng được phát triển. Kết quả nghiên cứu thực nghiệm cho thấy, sai số ứng suất của lớp phủ được tính toán ứng với phương pháp nội suy đường nhiễu xạ tia X dùng phương trình Gauss. Mật độ vết nứt tế vi được đánh giá chính xác qua công nghệ xử lý ảnh.

Từ khóa: *Phun phủ, mạ crôm, ứng suất, mật độ vết nứt tế vi, tia X.*

1. Đặt vấn đề

Hiện nay, phương pháp mạ phủ đã và đang được nghiên cứu và ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp, đặc biệt là trong ngành: ô tô, hàng không, thực phẩm, hóa dầu,... Mạ phủ là phương pháp để tạo lớp bề mặt với các tính chất cơ học, ma sát, chống mài mòn, ăn mòn hóa học tốt hơn hẳn vật liệu nền ban đầu. Ngoài tăng bền cho bề mặt chi tiết với tính chất chống mài mòn, ăn mòn tốt, độ cứng cao... mạ phủ còn được sử dụng để phục hồi các chi tiết máy bị mài mòn như chi tiết trục, khuôn đúc... Với những tính chất ưu việt đó, công nghệ mạ phủ đã có những bước phát triển mạnh mẽ và nhận được quan tâm nghiên cứu rộng rãi của các nhà khoa học.

Trong ngành cơ khí, phương pháp mạ điện đã và đang được áp dụng rộng rãi do những tính năng và ứng dụng vượt trội của nó. Trong các vật liệu mạ: kẽm, đồng, niken, titan... mạ crôm được sử dụng nhiều nhất. Lớp mạ phủ crôm làm tăng độ cứng bề mặt, giảm ma sát, chống mài mòn cho các chi tiết. Ngoài ra, bề mặt chi tiết được mạ crôm được bao phủ bởi một lớp màng mỏng ôxít crôm Cr_2O_3 , nên có ánh bạc, khả năng chống trầy xước cao và chống ăn mòn tốt. Akhtar và các cộng sự [1] nghiên cứu ảnh hưởng của lớp phủ crôm đến cơ tính của thép SAE 4140. Kết quả nghiên cứu cho thấy chi tiết được phủ crôm có tính chống ăn mòn rất tốt do hình thành lớp ôxít crôm trên bề mặt. Lớp phủ crôm có độ cứng chống mài mòn cao cũng được Detao và các cộng sự [2] đánh giá. Arieta và các DT Gawne [3] nghiên cứu độ bền và khả năng thấm ướt của lớp phủ crôm. Kết quả nghiên cứu cho thấy chi tiết được phủ crôm có độ bền cao và lớp phủ crôm tồn tại vết nứt tế vi nên có thể chứa màng chất lỏng làm tăng khả năng bôi trơn.

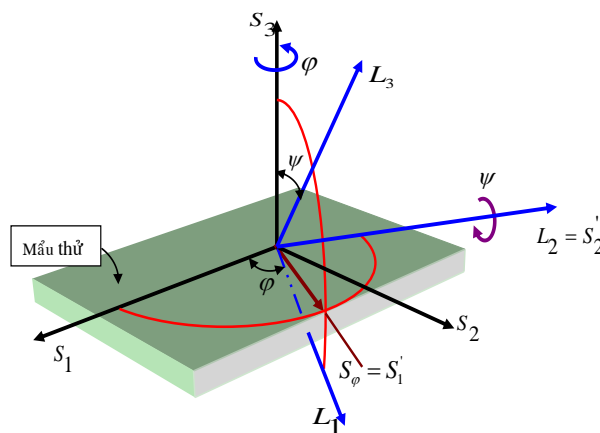
Trong các tính chất của lớp phủ crôm, ứng suất dư và mật độ vết nứt tế vi là hai yếu tố quan trọng. Vì vậy, nhiều công trình nghiên cứu đã được thực hiện để đánh giá hai thông số này. Gawne [4] nghiên cứu phá hủy trong lớp phủ crôm và kết quả nghiên cứu cho thấy trong lớp phủ crôm có xuất hiện phân hủy crôm hydrua trong quá trình kết tủa

crôm gây co rút thể tích, làm phát sinh ứng suất kéo và ảnh hưởng xấu đến tính chất cơ học của chi tiết. Để đánh giá ứng suất trong lớp phủ, các nghiên cứu sử dụng phương pháp nhiễu xạ tia X và đều cho thấy trong lớp phủ crôm luôn tồn tại ứng suất dư kéo [5-7]. Về mặt kỹ thuật đo, đây là phương pháp đo không tiếp xúc và chính xác. Tuy nhiên, hầu hết các nghiên cứu đều không tính sai số của phương pháp đo. Chỉ số ít công trình có đề cập đến độ chính xác của phép đo nhưng không trình bày cụ thể phương pháp xác định sai số này [8].

Ngoài ứng suất dư, mật độ vết nứt tế vi là một thông số của lớp mạ crôm, nguyên nhân là quá trình phân hủy crôm hydrua làm phát sinh ứng suất kéo và gây ra nứt mạng tinh thể. Pina [5] và các cộng sự nghiên cứu cấu trúc tế vi của lớp phủ crôm. Kết quả nghiên cứu cho thấy lớp phủ crôm có nhiều vết nứt và được đánh giá cảm quan qua ảnh kính hiển vi quang học. Vết nứt tế vi cũng được đánh giá cảm quan qua ảnh kính hiển vi điện tử quét SEM (Scanning Electron Microscope) [7, 9]. Nascimento [10] và các cộng sự đã đề xuất một phương pháp đo định lượng mật độ vết nứt lớp phủ crôm. Vết nứt được đánh giá bằng cách kẻ các đường ngang trên ảnh chụp bằng kính hiển vi quang học và đếm các điểm giao nhau giữa các vết nứt với các đường thẳng này. Mật độ vết nứt được xác định với tỷ lệ các điểm giao nhau cho chiều dài đường ngang. Tuy nhiên, phương pháp này cho độ chính xác không cao. Vidal [11] và các cộng sự nghiên cứu phương pháp đánh giá mật độ vết nứt tế vi dựa trên hình ảnh SEM. Nhóm tác giả đã nhị phân hóa và xử lý ảnh SEM với thuật toán đạo hàm bậc hai khi dùng phương pháp LoG (Laplacian of Gaussian). Phần mềm Matlab được sử dụng để xử lý ảnh. Tuy nhiên, thuật toán này khá phức tạp.

Trong nghiên cứu này, công thức đánh giá sai số khi tính sai số ứng suất cho lớp phủ nói chung và phương pháp mạ crôm nói riêng khi dùng nhiễu xạ tia X được xây dựng. Bên cạnh đó, một phương pháp đơn giản hóa việc đánh giá mật độ vết nứt tế vi của lớp phủ sử dụng xử lý ảnh qua phần mềm ImageJ cũng được phát triển.

2. Tổng quan về nhiễu xạ tia x và ứng dụng đo ứng suất



Hình 1. Hệ trục tọa độ dùng trong đo ứng suất

Xét hệ tọa độ như Hình 1, trong đó S_i là hệ tọa độ gắn liền với mẫu, trong đó S_1, S_2 nằm trong mặt mẫu. L_3 là hệ tọa độ đo, vuông góc với họ mặt phẳng nguyên tử $\{hkl\}$. L_2 nằm trong mặt phẳng mẫu tạo với S_1 một góc φ .

Biến dạng xác định từ biến dạng trong hệ tọa độ đo, nó có thể được biểu diễn thông qua biến dạng của hệ tọa độ mẫu bằng hệ thống ma trận chuyển đổi tọa độ. Để xác định biến dạng, định luật Bragg được sử dụng. Định luật này biểu thị mối quan hệ giữa góc tia nhiễu xạ với bước sóng tia X tới và khoảng cách giữa các mặt phẳng nguyên tử [12]:

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin\theta \quad (1)$$

Trong đó, $n = 1, 2, 3 \dots$ được gọi là bậc phản xạ.

λ : bước sóng chùm tia X

$d_{(hkl)}$: khoảng cách giữa các mặt nguyên tử.

θ : góc nhiễu xạ.

Khi xuất hiện ứng suất trên lớp bề mặt thì khoảng cách $d_{(hkl)}$ giữa các mặt nguyên tử sẽ thay đổi (Hình 2). Bằng việc tính toán vị trí đỉnh của đường nhiễu xạ thì biến dạng của vật mẫu được xác định thông qua khoảng cách $d_{(hkl)}$. Khi tính được khoảng cách $d_{(hkl)}$ giữa các mặt phẳng $\{hkl\}$ từ vị trí đỉnh nhiễu xạ, giá trị biến dạng dọc trục L_3 là:

$$(\varepsilon_{33})_{hkl} = \frac{d_{(hkl)} - d_0}{d_0} = a_{3k} a_{3l} \varepsilon_{kl} \quad (2)$$

Trong đó: a_{3k}, a_{3l} : là cosin chỉ phương của L_3, S_k và L_3, S_l

d_0 : là khoảng cách giữa các mặt mạng khi chưa có ứng suất

Với $a_{ik} = \begin{bmatrix} \cos\varphi \cos\psi & \sin\varphi \cos\psi & -\sin\psi \\ -\sin\varphi & \cos\varphi & 0 \\ \cos\varphi \sin\psi & \sin\varphi \sin\psi & \cos\psi \end{bmatrix}$ là ma trận chuyển giữa hệ thống mẫu và hệ

thống đo.

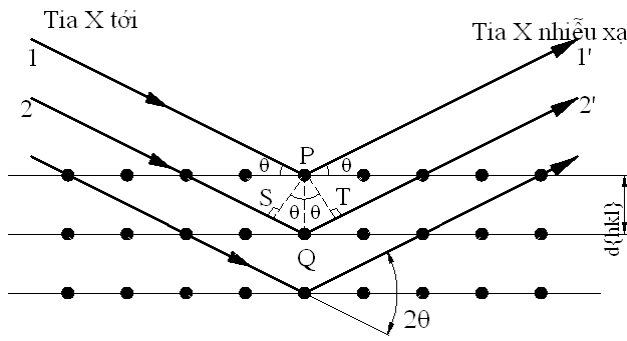
Thay a_{3k}, a_{3l} vào phương trình (1) ta tính được:

$$(\varepsilon_{33})_{hkl} = \varepsilon_{11} \cos^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_{12} \sin \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_{22} \sin^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_{33} \cos^2 \psi + \varepsilon_{13} \cos \varphi \sin 2\psi + \varepsilon_{23} \sin \varphi \sin 2\psi \quad (3)$$

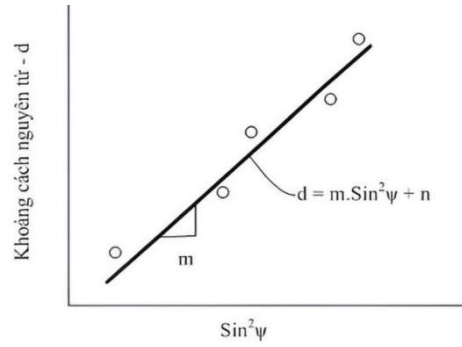
Đây là phương trình cơ bản xác định biến dạng bằng nhiễu xạ. Từ biến dạng ta có thể xác định được ứng suất dễ dàng thông qua mối quan hệ ứng suất biến dạng.

$$\varepsilon_{\phi, \psi} = (\varepsilon_{33})_{hkl} = \frac{d_{\phi, \psi} - d_0}{d_0} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (4)$$

Trong đó $\sigma_{\phi} = \sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi$ là ứng suất thành phần trong hệ mẫu S_i .



Hình 2. Nhiễu xạ tia X trên bề mặt tinh thể.



Hình 3. Đồ thị $d - \sin^2 \psi$

Phương trình (4) có thể viết lại:

$$d_{\phi\psi} = d_0 \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - d_0 \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + d_0 \quad (5)$$

Đây là phương trình thể hiện mối quan hệ $d_{\phi\psi} - \sin^2 \psi$ (Hình 3) có hệ số góc m :

$$m = d_0 \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi}$$

Từ phương trình trên ứng suất dư có thể xác định thông qua hệ số góc m:

$$\sigma_{\phi} = \frac{m}{d_0} \left(\frac{E}{1+\nu} \right) \quad (6)$$

3. Phát triển phương pháp nâng cao độ chính xác trong đo ứng suất và mật độ vết nứt tế vi của lớp phủ

3.1. Xây dựng công thức tính sai số trong đo ứng suất dư dùng nhiễu xạ tia X

Sau khi có dữ liệu nhiễu xạ, có thể dùng nhiều phương pháp để xấp xỉ đường nhiễu xạ để tìm ra đỉnh nhiễu xạ, từ đó tính được khoảng cách d giữa các mặt nguyên tử. Trong đó, xấp xỉ đường nhiễu xạ với hàm Gauss cho độ chính xác cao và sai số thấp nhất vì hàm Gauss mang tính thống kê và có độ tin cậy cao. Do vậy, tác giả sẽ thành lập công thức tính toán sai số khi tính toán ứng suất dư từ giá trị nhiễu xạ khi áp dụng hàm Gauss.

Ứng suất dư của mẫu được tính dựa trên phương trình $d - \sin^2 \psi$. Do vậy, khi đo ứng suất dư sẽ có sai số, vì các cặp số $(\sin^2 \psi_1, d_1), (\sin^2 \psi_2, d_2), \dots, (\sin^2 \psi_n, d_n)$ nhận được từ thực nghiệm chỉ là những giá trị gần đúng của $\sin^2 \psi$, nên chúng không hoàn toàn là nghiệm đúng của phương trình $d = m \cdot \sin^2 \psi + n$. Vì vậy, ta phải xác định sai số trong quá trình tính toán ứng suất, nghĩa là:

$$d_1 - m \sin^2 \psi_1 - n = v_1$$

$$d_2 - m \sin^2 \psi_2 - n = v_2$$

.....

$$d_n - m \sin^2 \psi_n - n = v_n$$

Trong đó các v_i là các sai số.

Ở đây, phương pháp bình phương tối thiểu được sử dụng. Tổng sai phân S được xác định là:

$$S = \sum_{j=1}^n v_j^2 = (m \sin^2 \psi_j + n - d_j) \rightarrow \min \quad (7)$$

Vậy m, n phải thỏa các phương trình:

$$\begin{cases} \frac{\partial S}{\partial m} = \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j (d_j - m \sin^2 \psi_j - n) = 0 \\ \frac{\partial S}{\partial n} = \sum_{j=1}^n (d_j - m \sin^2 \psi_j - n) = 0 \end{cases} \quad (8)$$

Giải phương trình trên ta được:

$$m = \frac{\sum_{j=1}^n (n \sin^2 \psi_j - \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j) d_j}{n \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j - (\sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j)^2}$$

$$n = \frac{\sum_{j=1}^n (1 - A_j \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j) d_j}{n}$$

$$\text{Với } A_j = \frac{n \times \sin^2 \psi_j - \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j}{n \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j - (\sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j)^2} \quad (9)$$

Từ công thức (6) ta có ứng suất có thể viết lại theo tính toán đỉnh nhiều xạ:

$$\sigma_\varphi = K \cdot m = K \cdot \sum_{j=1}^n A_j p_j$$

Với $K = \frac{-E}{2(1+\nu) \tan \theta_0} \cdot \frac{\pi}{180}$ là hệ số ứng suất phụ thuộc vào vật liệu

$$\text{Sai số ứng suất } \sigma_s^2 = \sum_{j=1}^n \left(\frac{\partial \sigma_\varphi}{\partial p_j} \right)^2 \times \sigma_{pi}^2 = K^2 \sum_{j=1}^n A_j^2 \sigma_{pi}^2 \quad (10)$$

Trong đó: σ_{pi} là sai số đỉnh nhiều xạ được xác định qua dữ liệu đo.

Vậy sai số của ứng suất:

$$\sigma_s = K \cdot \sqrt{\sum_{j=1}^n A_j^2 \sigma_{pi}^2} \quad (11)$$

Từ đó 95% tin cậy của giá trị ứng suất được tính toán là:

$$\Delta\sigma_\phi = \pm 1.96\sigma_s \quad (12)$$

3.2. Phát triển phương pháp đánh giá mật độ vết nứt tế vi dùng công nghệ xử lý ảnh

ImageJ là một phần mềm xử lý và phân tích hình ảnh mã nguồn mở, miễn phí, được phát triển bởi Viện Y tế Quốc gia Hoa Kỳ (National Institutes of Health). Phần mềm được viết bằng Java, cho phép chạy trên nhiều hệ điều hành như Linux, macOS, Windows.... ImageJ nổi tiếng trong lĩnh vực xử lý ảnh và phân tích hình ảnh.



Hình 3. Giao diện phần mềm ImageJ

Việc xác định mật độ vết nứt tế vi được tính thông qua công thức [11]:

$$\text{Mật độ vết nứt (\%)} = \frac{\text{Số điểm ảnh màu đen}}{\text{Tổng số điểm ảnh}} \times 100 \quad (13)$$

Tuy nhiên, ảnh thang độ xám 8 bit có 256 mức cường độ màu khác nhau. Do đó, ảnh chụp vết nứt phải được nhị phân hóa, thu gọn 256 mức xuống còn 2 mức, nghĩa là tất cả các điểm ảnh (pixel) của vết nứt có màu đen và tất cả điểm ảnh của diện tích nền còn lại có màu trắng. Quy trình này được hỗ trợ với phần mềm ImageJ. Sau đó phần mềm sẽ đếm số điểm ảnh đen (0) và trắng (255), mật độ vết nứt tế vi tính theo công thức (13).

Các bước xác định mật độ vết nứt tế vi được thực hiện cụ thể như sau:

+Bước 1: Sử dụng kính hiển vi quang học để chụp ảnh có vết nứt cần đánh giá.

+Bước 2: Khởi động phần mềm ImageJ và vào File>Open... để chèn ảnh đã chụp

+Bước 3: Vào Process>Binary>Options. Đánh dấu vào ô Black Background. Điều này nhằm mục đích xác định các điểm ảnh có giá trị 0 sẽ được hiển thị là màu đen và các

điểm ảnh có giá trị 255 sẽ được hiển thị là màu trắng. Bước này không bắt buộc, nhưng để xác nhận quy ước: 255 → trắng, 0 → đen.

+Bước 4: Vào Image> 8-bit

+Bước 5: Vào Image>Adjust>Threshold. Đánh dấu vào ô Dark Background. Các điểm ảnh sáng hơn sẽ được tô sáng màu đỏ. Các điểm ảnh đỏ này sẽ được ánh xạ thành màu trắng (nền) và các điểm ảnh còn lại thành màu đen (vết nứt). Điều chỉnh thanh trượt trong hộp thoại đến giá trị tô sáng tất cả (hoặc hầu hết) các điểm ảnh của nền bằng màu đỏ. Nhấp vào nút Apply để chuyển sang ảnh nhị phân.

+Bước 6: Vào Edit>Selection>Create Selection. Thao tác này chỉ chọn các điểm ảnh màu trắng (nền). Sau đó, vào Analyze>Measure. Thao tác này sẽ đo lường vùng chọn và đưa ra kết quả trong cửa sổ Results. Giá trị tại cột Area là số điểm ảnh màu trắng.

+Bước 7: Vào Edit>Selection>Make Inverse. Thao tác này sẽ đảo ngược vùng chọn, thực tế là chọn các điểm ảnh màu đen. Vào Analyze>Measure và thao tác này sẽ thêm một hàng kết quả trong cửa sổ Results. Giá trị tại cột Area là số điểm ảnh màu đen. Đây là tổng số điểm ảnh vết nứt của ảnh. Từ kết quả trên, mật độ vết nứt tế vi sẽ được xác định.

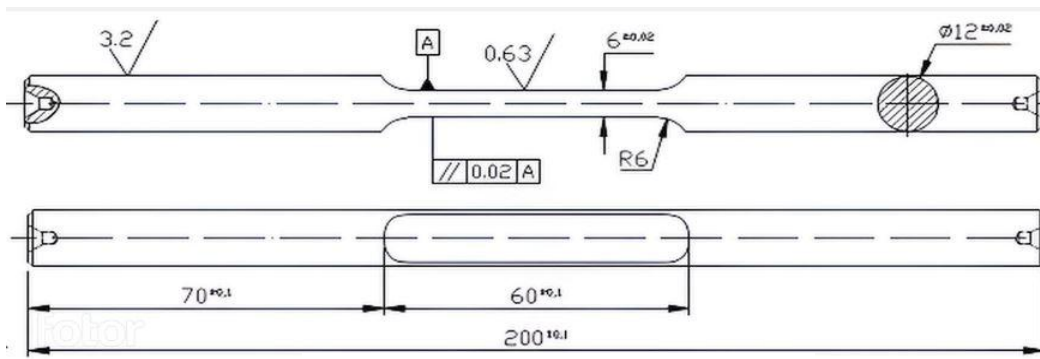
4. Thực nghiệm và thảo luận

4.1. Đề xuất chi tiết mẫu

Thép C45 được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực cơ khí để chế tạo các chi tiết máy chịu mòn, chịu tải trọng tĩnh và va đập tương đối cao như trục, bánh răng, khuôn... Vì vậy, vật liệu thép (vật liệu nền) C45 được lựa chọn cho việc chế tạo chi tiết mẫu để tiến hành các thí nghiệm trong nghiên cứu này. Thành phần của mẫu thép C45 được đo trên máy quang phổ GNR-F20 và thể hiện trên Bảng 1.

Bảng 1. Các thành phần nguyên tố của thép C45

Nguyên tố	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu
Thành phần (%)	0,46	0,21	0,64	0,021	0,007	0,04	0,09	0,16



Hình 4. Kích thước mẫu thí nghiệm

Để phù hợp với thiết bị mạ và thuận lợi trong quá trình đo ứng suất lớp phủ crôm, mẫu thí nghiệm được đề xuất thiết kế, chế tạo như Hình 4.

Chi tiết mẫu được mạ crôm theo quy trình chuẩn và sử dụng dung dịch mạ chỉ ra ở Bảng 2 với các thông số mạ được áp dụng trong công nghiệp hiện nay.

Bảng 2. Dung dịch mạ và chế độ mạ

Thành phần dung dịch và chế độ mạ	Hàm lượng (g/l)
CrO ₃	250
H ₂ SO ₄	2.0
Nồng độ Cr ³⁺	3 ÷ 6
Nhiệt độ, °C	55
i _a (A/dm ²)	30
H (%)	12
Tỉ lệ CrO ₃ /H ₂ SO ₄	100/1
Tỉ lệ diện tích các cực S _a /S _c	1/1 ÷ 2/1
Tốc độ mạ, μm/ph	0.15 ÷ 0.60



Hình 5. Mẫu thí nghiệm sau khi mạ crôm

Để đánh giá phương pháp đề xuất, bốn nhóm chiều dày khác nhau của lớp mạ crôm được thực nghiệm với chiều dày 10/30/60/90 μm. Chiều dày lớp mạ được đo bằng phương pháp dòng điện xoáy ET (Eddy current testing). Sai số của phép đo trên máy PosiTector – Defelsko là 1% của giá trị chiều dày thực. Kết quả đo là giá trị trung bình sau 5 lần đo tại các vị trí khác nhau trên cùng một mặt phẳng của mẫu.

Bảng 3. Chiều dày lớp mạ đo bằng phương pháp ET

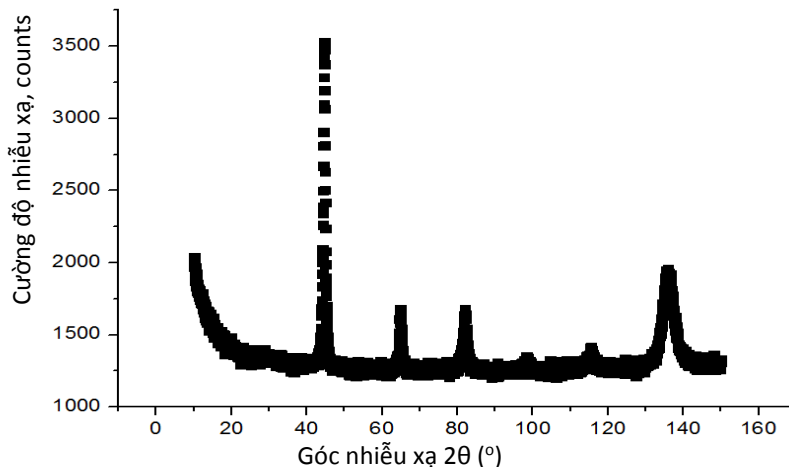
Nhóm mẫu	Chiều dày lớp mạ (μm)
1 (10 μm)	9 ± 2
2 (30 μm)	30 ± 5
3 (60 μm)	61 ± 7
4 (90 μm)	93 ± 10

4.2. Tính ứng suất và sai số

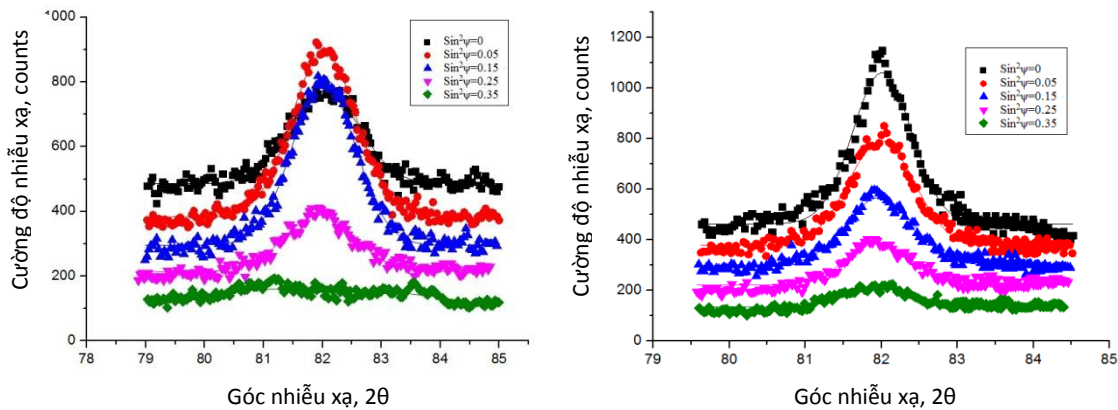
Nhiều xạ tia X áp dụng phương pháp $d\text{-Sin}^2\psi$ được sử dụng để tiến hành phân tích ứng suất dư trên các mẫu sau khi mạ phủ. Vật liệu crôm có mô-đun đàn hồi $E = 271 \text{ GPa}$, hệ số Poisson $\nu = 0,23$ [13] và phương pháp đo Ψ cố định góc η được sử dụng để tính toán ứng suất.

Mẫu đo được đặt ở góc $\psi = 0^\circ$, quét trên máy nhiễu xạ có góc 2θ từ $0,2^\circ$ đến 160° , tốc độ quét được duy trì ở $0,03^\circ/\text{s}$ trong quá trình đo. Kết quả đường nhiễu xạ cho thấy có nhiều đỉnh nhiễu xạ tương ứng với góc 2θ (Hình 6). Để thuận lợi cho công việc tính toán ứng suất thì đỉnh nhiễu xạ được chọn trong khoảng 82° ứng với mặt nhiễu xạ $\{211\}$.

Dùng phương pháp nội suy hàm Gauss để xác định vị trí đỉnh của đường nhiễu xạ đo tại các góc $\text{Sin}^2\psi = 0$; $\text{Sin}^2\psi = 0,05$; $\text{Sin}^2\psi = 0,15$; $\text{Sin}^2\psi = 0,25$; $\text{Sin}^2\psi = 0,35$ ứng với các chiều dày mạ crôm $9 \mu\text{m}$, $30 \mu\text{m}$, $61 \mu\text{m}$ và $93 \mu\text{m}$. Từ kết quả đo trên máy nhiễu xạ tia x và sử dụng phần mềm OriginPro 8.5.1 để nội suy đường nhiễu xạ theo phương trình Gauss cho các chiều dày mạ crôm.

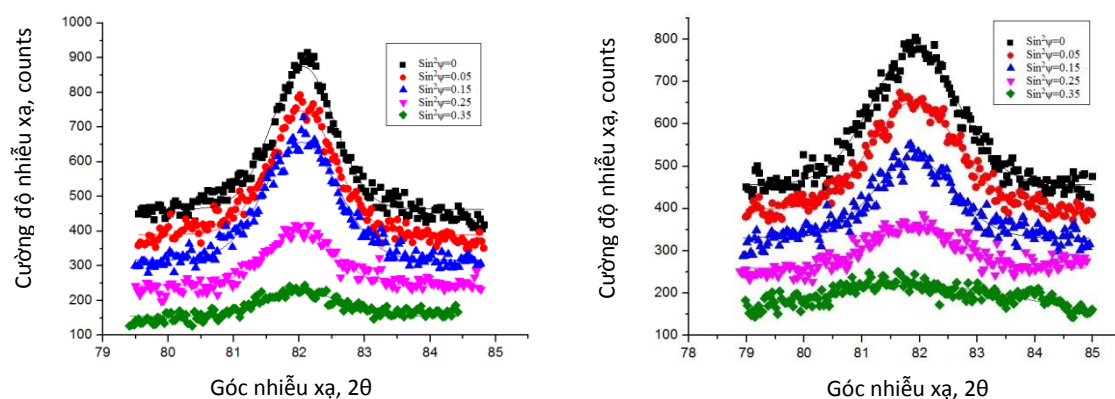


Hình 6. Đường nhiễu xạ của vật liệu crôm



a) Chiều dày $9 \mu\text{m}$

b) Chiều dày $30 \mu\text{m}$



c) Chiều dày 61 μm

d) Chiều dày 93 μm

Hình 7. Nội suy đường cong Gauss cho lớp phủ crôm

Hình 7 thể hiện đường nhiễu xạ cho lớp crôm và vị trí đỉnh nhiễu xạ tương ứng với góc 2θ được nội suy từ đường cong Gauss, khoảng cách mặt tinh thể trong các lớp phủ crôm được tính qua công thức Bragg tại công thức 1 và được trình bày trong Bảng 4.

Bảng 4. Khoảng cách mặt tinh thể d và góc nhiễu xạ $2\theta_{max}$

9 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	$2\theta_{max}$	82,030	82,025	82,023	81,955	81,940
	d	1,1737	1,1738	1,17382	1,1746	1,1747
30 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	$2\theta_{max}$	82,010	81,998	81,972	81,966	81,940
	d	1,1738	1,1741	1,1744	1,1745	1,1748
61 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	$2\theta_{max}$	82,061	82,045	82,035	82,015	82,009
	d	1,1734	1,1736	1,1737	1,1739	1,1740
93 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	$2\theta_{max}$	81,919	81,913	81,907	81,899	81,88
	d	1,1750	1,1751	1,1752	1,1753	1,1756

Từ dữ liệu trên, ứng suất được xác định theo công thức 6 và thể hiện trên Bảng 6

Tính toán sai số ứng suất:

Với dữ liệu đo nhiễu xạ tia x ứng với các giá trị $\text{Sin}^2 \psi$ từ 0 đến 0,35. Phần mềm OriginPro 8.5.1 được sử dụng để nội suy đường nhiễu xạ theo phương trình Gauss để xác định đỉnh và sai số đỉnh cho các chiều dày mạ crôm theo Bảng 5.

Bảng 5. Đỉnh nhiễu xạ và sai số đỉnh nhiễu xạ (σ_p)

9 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	Đỉnh nhiễu xạ (peak)	82,030	82,025	82,023	81,955	81,940
	Sai số đỉnh nhiễu xạ (σ_p)	0,00623	0,00475	0,00917	0,01447	0,01719
30 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	Đỉnh nhiễu xạ (peak)	82,010	81,998	81,972	81,966	81,940
	Sai số đỉnh nhiễu xạ (σ_p)	0,00687	0,00659	0,00845	0,01293	0,02089
61 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	Đỉnh nhiễu xạ (peak)	82,061	82,045	82,035	82,015	82,009
	Sai số đỉnh nhiễu xạ (σ_p)	0,00857	0,00913	0,00884	0,01436	0,0258
93 μm	$\text{Sin}^2 \psi$	0	0,05	0,15	0,25	0,35
	Đỉnh nhiễu xạ (peak)	81,919	81,913	81,907	81,899	81,88
	Sai số đỉnh nhiễu xạ (σ_p)	0,01049	0,01093	0,01739	0,02479	0,03408

-Tính toán sai số ứng suất cho chiều dày mạ 10 μm :

$$\text{Áp dụng công thức } A_j = \frac{n \times \sin^2 \psi_j - \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j}{n \sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j - \left(\sum_{j=1}^n \sin^2 \psi_j\right)^2}$$

Ta tính được $A_1 = - 1,951219512$; $A_2 = - 1,341463415$; $A_3 = - 0,12195122$;

$$A_4 = 1,097560976; A_5 = 2,317073171$$

Vậy sai số của ứng suất:

$$\begin{aligned} \sigma_s &= K \cdot \sqrt{\sum_{j=1}^n A_j^2 \sigma_{pi}^2} \\ &= 280,4113 \sqrt{(-1,951^2 \times 0,00623^2) + (-1,341^2 \times 0,00475^2) + (-0,121^2 \times 0,00917^2) + (1,098^2 \times 0,01447^2) + (2,32^2 \times 0,01719^2)} \\ &= 12,63 \end{aligned}$$

Với $K = \frac{-E}{2(1+\nu) \tan \theta_0} \cdot \frac{\pi}{180} = 280,411$ (MPa) là hệ số ứng suất phụ thuộc vào vật liệu

Trong đó: Môđun đàn hồi: $E=271$ GPa, hệ số poisson: $\nu = 0,23$, góc nhiễu xạ khi không chịu ứng suất: $\theta_0= 81,7^0$

Từ đó 95% tin cậy của giá trị ứng suất được tính toán là:

$$\Delta\sigma_\phi = \pm 1.96\sigma_s = \pm 1.96 \times 12,63 = \pm 25 \text{ (MPa)}$$

Tương tự, ta tính toán sai số ứng suất cho các chiều dày còn lại. Kết quả thể hiện trên ở Bảng 6.

Bảng 6. Bảng tổng hợp giá trị ứng suất dư các mẫu

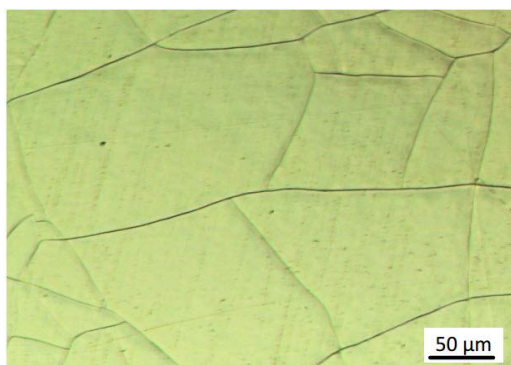
STT	Chiều dày lớp phủ (μm)	Ứng suất bề mặt lớp crôm (MPa)	Sai số ứng suất $\Delta\sigma$ (MPa)
1	9	620	± 25
2	30	431	± 29
3	61	319	± 31
4	93	228	± 26

Nhận xét:

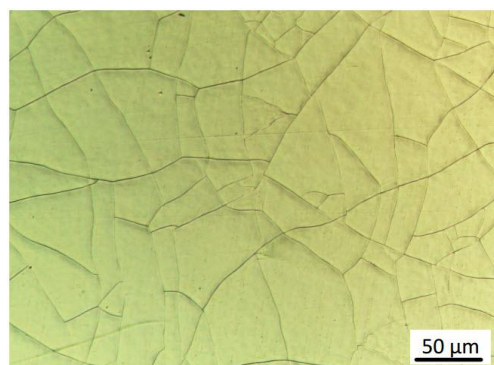
Kết quả đo ứng suất cho thấy, trong mạ crôm luôn tồn tại ứng suất dư kéo và vết nứt tế vi. Điều này được chứng minh là do quá trình phân hủy crôm hydrua trong quá trình kết tủa crôm gây co rút thể tích làm phát sinh ứng suất kéo và các vết nứt tế vi. Kết luận này là hoàn toàn phù hợp với các nghiên cứu [7, 8]. Sai số của ứng suất dư theo công thức được thành lập trên lớp crôm từ ± 25 đến ± 31 MPa. Kết quả này là phù hợp với nghiên cứu của Voorwald và các cộng sự khi đo ứng suất dư của lớp crôm sử dụng tia x với sai số $\Delta\sigma = \pm 20$ MPa [8].

4.3. Xác định mật độ vết nứt tế vi của lớp mạ crôm

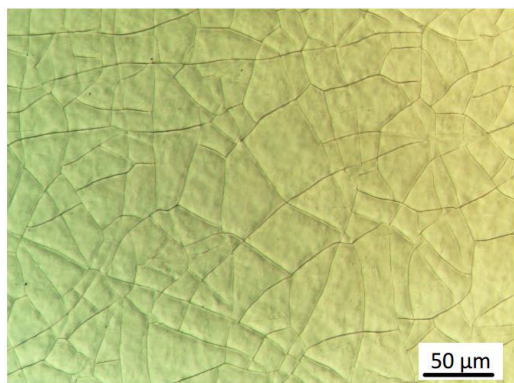
Kính hiển vi quang học IM 300 - Euromex được sử dụng để khảo sát vết nứt của lớp phủ với các chiều dày khác nhau. Hình 8 thể hiện mật độ vết nứt tế vi của lớp mạ crôm ứng với bốn chiều dày 9/30/61/93 μm . Quy trình xác định mật độ vết nứt tế vi của lớp phủ được áp dụng được trình bày mục 3.2. Ảnh trắng đen 8 bit với phần mềm ImageJ được thể hiện trên Hình 9. Số điểm ảnh (pixel) của vết nứt và tổng số điểm ảnh của diện tích khảo sát được tính toán qua phần mềm ImageJ. Từ đó, mật độ vết nứt tế vi tương ứng với các chiều dày.



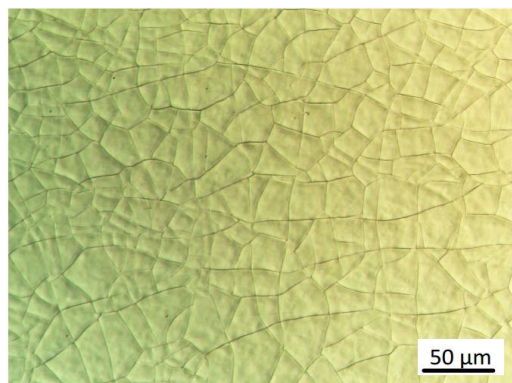
a) Chiều dày 9 μm



b) Chiều dày 30 μm



c) Chiều dày 61 μm



d) Chiều dày 93 μm

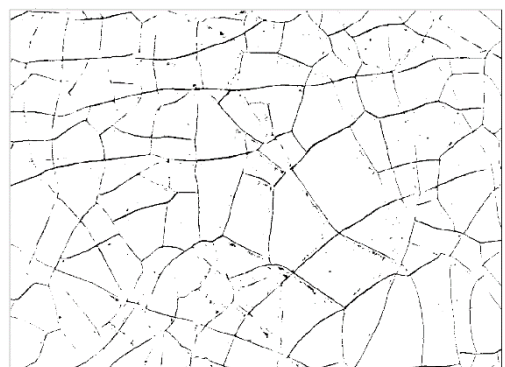
Hình 8. Mật độ vết nứt tế vi ứng với các chiều dày lớp crôm



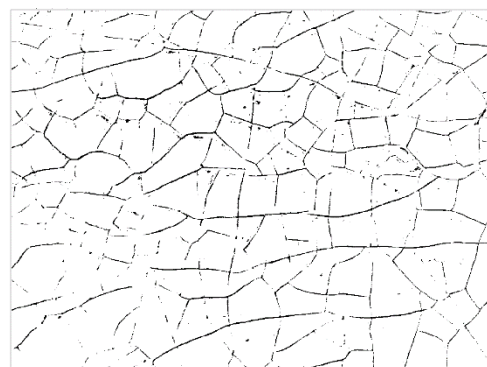
a) Chiều dày 9 μm



b) Chiều dày 30 μm



c) Chiều dày 61 μm



d) Chiều dày 93 μm

Hình 9. Ảnh mật độ vết nứt tế vi chuyển thành ảnh trắng đen 8 bit

Kết quả tính toán mật độ vết nứt tế vi được thể hiện trên Bảng 7.

Bảng 7. Mật độ vết nứt tế vi các mẫu

STT	Chiều dày lớp phủ (μm)	Tổng số điểm ảnh đen-vết nứt (pixel)	Tổng số điểm ảnh diện tích khảo sát (pixel)	Mật độ vết nứt tế vi (%)
1	9	14490	713838	2,03
2	30	18555	715624	2,60
3	61	26286	712460	3,69
4	93	38428	712712	5,40

Nhận xét:

Kết quả cho thấy khi tăng chiều dày lớp mạ crôm, ứng suất kéo có xu hướng giảm và mật độ vết nứt tế vi có xu hướng tăng. Nguyên nhân sự co rút tinh thể crôm càng lớn khi chiều dày mạ tăng dẫn đến xuất hiện nhiều vết nứt tế vi và làm xả ứng suất nên ứng suất dư kéo giảm [5-8]. Cụ thể, đối với chiều dày 9 μm có ứng suất kéo là 620 MPa tương ứng với mật độ vết nứt tế vi là 2,03%; ứng suất kéo giảm đến 431 MPa (mật độ vết nứt tế vi là 2,6%) đối với chiều dày 30 μm ; 319 MPa (mật độ vết nứt tế vi là 3,69%) ứng với 61 μm và là 228 MPa cho chiều dày 93 μm tương ứng với mật độ vết nứt tế vi là 5,4%. Mật độ vết nứt tế vi tăng dần từ 2,03% đến 5,4% ứng với chiều dày 9 μm đến 93 μm . Kết quả về mật độ vết nứt tế vi của lớp crôm được khảo sát theo phương pháp được xây dựng trong bài báo này là phù hợp với nghiên cứu của Vidal và các cộng sự [11]. Nhóm tác giả đánh giá mật độ vết nứt tế vi trung bình của lớp mạ crôm là 3,4% khi được khảo sát trên ảnh SEM.

5. Kết luận

Qua nghiên cứu, tác giả đã thực hiện xây dựng công thức đánh giá sai số khi tính sai số ứng suất cho lớp phủ nói chung và phương pháp mạ crôm nói riêng khi dùng nhiễu xạ tia X. Bên cạnh đó, phương pháp đánh giá mật độ vết nứt tế vi của lớp phủ thông qua phần mềm ImageJ được tác giả phát triển. Các phương pháp đề xuất đã được đánh giá qua thực nghiệm đối với lớp mạ crôm trên nền thép C45. Kết quả thực nghiệm cho thấy độ tương thích với các nghiên cứu đã công bố. Điều này cho thấy độ tin cậy của phương pháp đề xuất.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] M.N. Akhtar, Amal Lohchab, D. Singh, R.R. Kumar, Piyush Gaur, B.K. Yadav. Experimental studies on the effect of chromium plating on the mechanical properties of SAE 4140 steel. *Materials Today: Proceedings*, Vol. 72, Part 4, pp. 2488-2496, 2023.
- [2] L. Detao, Z. Aitao, K.Dejun. Effects of load and speed on high-temperature tribological performance of electrodeposited hard Cr coating in trivalent-Cr bath. *Canadian Metallurgical Quarterly*, Vol.63 (2), pp.488–497, 2023.
- [3] F.G. Arieta, D.T. Gawne. The wettability and durability of chromium plating. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 73, Issues 1–2, pp.105-110, 1995.
- [4] D.T. Gawne. Failure of electrodeposited chromium coatings on cast iron substrates. *Thin Solid Films*, Vol.118, Issue 3, pp.385-395, 1984.
- [5] J. Pina, A. Dias, M. Francois, J. L. Lebrun. Residual stresses and crystallographic texture in hard-chromium electroplated coatings. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 96, pp.148-162, 1997.
- [6] M.Ohtsuka, H.Hatsuok, Y.Hirose, H.Ishii. Young's Modulus Measurement of Chromium Electroplating. *Advances in X-ray Analysis*, Vol. 35 (A), pp.527-535, 1991.
- [7] W. Pfeiffer, Ch. Koplín, E. Reisacher, J. Wenzel. Residual Stresses and Strength of Hard Chromium Coatings. *Materials Science Forum*, Vol. 681, pp.133-138, 2011.
- [8] H.J.C. Voorwald, R. Padilha, M.Y.P. Costa, W.L. Pigatin, M.O.H. Cioffi. Effect of electroless nickel interlayer on the fatigue strength of chromium electroplated AISI 4340 steel. *International Journal of Fatigue*, Volume 29, Issue 4, pp.695-704, 2007.
- [9] A. L. M. Carvalho, H. J. C. Voorwald. Influence of shot peening and hard chromium electroplating on the fatigue strength of 7050-T7451 aluminum alloy. *International Journal of Fatigue*, Vol. 29, pp. 1282–1291, 2007.
- [10] M.P do Nascimento, H.Woorald. The significance and determination by image analysis of microcrack density in hard chromium plating. *Plating and Surface Finishing*, Vol. 3, Issue 2, pp. 26-42, 2008.
- [11] M. Vidal, M. Ostra, N. Imaz, E. García-Lecina. Analysis of SEM digital images to quantify crack network pattern area in chromium electrodeposits. *Surface & Coatings Technology*, Vol. 285, pp. 289–297, 2016.
- [12] L. C. Cuong. *Development of Automated X – Ray Stress Analyzer and Its Applications in Stress Measurement of Textured Materials*. Doctoral Thesis, Nagaoka University of Technology, Japan, 2004.

- [13]B. Eigenmann, B. Scholtes, and E. Macherauch. X-Ray Residual Stress Determination in Thin Chromium Coatings on Steel. *Surface Engineering*, Vol. 7 No.3, pp.221-224, 1991.

**ENHANCING ACCURACY IN THE EVALUATION OF RESIDUAL STRESS
AND MICROCRACK DENSITY IN COATINGS**

Nguyen Vinh Phoi¹

ABSTRACT

Currently, coating is one of the advanced technologies being studied for application in surface treatment technology. Methods for evaluating the properties of coatings are therefore receiving considerable research attention. In this paper, an error formula for measuring the residual stress of coatings using X-ray diffraction is developed. A method for assessing the microcrack density of coatings using image processing technology is also introduced. Experimental results show that the stress error in the coating is determined using a diffraction line interpolation method based on the Gaussian approach. The microcrack density is accurately evaluated through image processing technology.

Keywords: *Coatings, chromium plating, stress, microcrack density, X-ray.*



¹ Khoa Kỹ thuật Công nghệ, Trường Đại học Phạm Văn Đồng;

Email: nvphoi@pdu.edu.vn.