



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0033538

(51)^{2020.01} F16J 9/26; F02F 5/00; C23C 14/06;
C23C 16/27

(13) B

(21) 1-2020-07400

(22) 13/06/2019

(86) PCT/JP2019/023500 13/06/2019

(87) WO 2020/004061 02/01/2020

(30) 2018-123839 29/06/2018 JP; 2019-109157 12/06/2019 JP

(45) 25/10/2022 415

(43) 26/04/2021 397

(73) TPR CO., LTD. (JP)

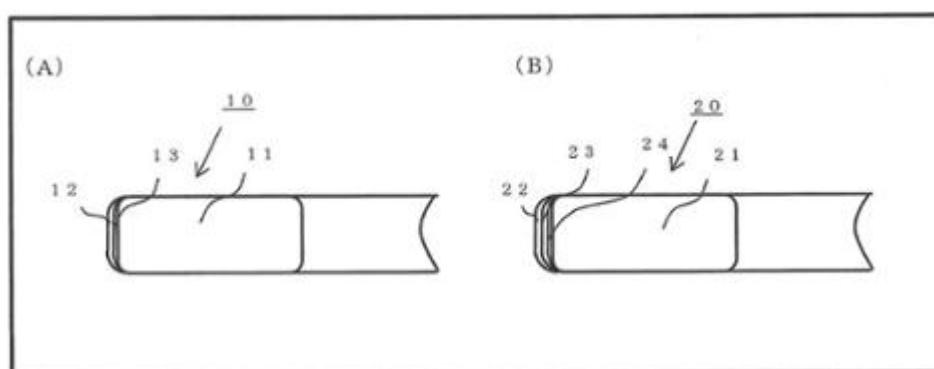
6-2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-0005 Japan

(72) SATO, Tomoyuki (JP); KITAZUME, Yutaka (JP); IWASHITA, Takatsugu (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) VÒNG PITTÔNG

(57) Sáng chế đề cập đến việc giải quyết vấn đề về việc tạo ra vòng pittông được bao bọc bởi lớp phủ cacbon dạng kim cương (diamond-like carbon, DLC) mà có khả năng chống mòn ưu việt và thể hiện tính chất công kích trên bề mặt là thấp trượt của lỗ xi lanh. Vấn đề được giải quyết nhờ vòng pittông mà được sử dụng với sự có mặt của dầu bôi trơn động cơ và gồm lớp phủ DLC trên bề mặt trượt ngoại vi bên ngoài. Lớp phủ DLC có tỷ lệ thành phần sp^2 nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,85 như được xác định từ quang phổ TEM-EELS (transmission electron microscope-electron energy loss spectroscopy) thu được nhờ sự kết hợp kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM-transmission electron microscope) và phổ tổn hao năng lượng điện tử (EELS-electron energy loss spectroscopy), cũng như độ cứng của lớp phủ nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 26 GPa và suất Young là 250 GPa hoặc nhỏ hơn khi được đo bằng phương pháp dấp lồi nano.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vòng pittông được sử dụng trên pittông dùng cho động cơ đốt trong.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bề mặt trượt ngoại vi bên ngoài của vòng pittông được sử dụng trên pittông dùng cho động cơ đốt trong có thể được phủ bởi lớp phủ cacbon dạng kim cương (diamond-like carbon, DLC), và nhiều nghiên cứu phát triển được thực hiện. Nhìn chung, lớp phủ DLC là lớp phủ có cấu trúc vô định hình (cấu trúc phi tinh thể) trong đó các liên kết sp^2 của các nguyên tử cacbon tương ứng với cấu trúc graphit và các liên kết sp^3 của các nguyên tử cacbon tương ứng với cấu trúc kim cương cùng tồn tại với nhau. Lớp phủ DLC có các tính chất vật lý giống graphit (tính bôi trơn rắn có hệ số ma sát thấp) khi tỷ lệ thành phần sp^2 ($sp^2/(sp^2 + sp^3)$) cao, hoặc có các tính chất vật lý giống kim cương (có độ cứng, khả năng chống mòn, và độ bền hóa học ưu việt) khi tỷ lệ thành phần sp^3 ($sp^3/(sp^2 + sp^3)$) cao; do đó, lớp phủ DLC có nhiều tính chất có thể được tạo ra bằng cách điều chỉnh các tỷ lệ thành phần này.

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ chi tiết trượt có hợp phần được phân cấp trong đó tỷ lệ sp^2 tăng từ phía bề mặt trong của màng cacbon cứng dạng vô định hình, mà là phía vật liệu nền, hướng về phía bề mặt ngoài, và trị số của $(B - A)$ là 20 hoặc lớn hơn khi tỷ lệ sp^2 của màng cacbon cứng vô định hình trên phía bề mặt ở trong được quy định là A% và tỷ lệ này trên phía bề mặt ở ngoài được quy định là B%. Tài liệu này đề cập đến tỷ lệ sp^2 A và tỷ lệ sp^2 B tốt hơn là lần lượt thấp hơn 40% và cao hơn 65%, và màng cacbon cứng vô định hình có độ bám dính ưu việt với vật liệu nền chỉ cần mật độ của các giọt cỡ $300\mu m^2$ hoặc lớn hơn có trên bề mặt của màng cacbon cứng vô định hình là 600

giọt/mm² hoặc ít hơn, do đó có thể được ngăn chặn được việc nứt lớp phủ và bong tróc lớp bề mặt và có thể đạt được khả năng chống mòn ưu việt.

Theo tài liệu sáng chế 1, "tỷ lệ sp²", mà thể hiện tỷ lệ các liên kết sp² đối với các liên kết sp² và sp³ được chứa trong màng cacbon cứng vô định hình ($sp^2/(sp^2 + sp^3)$), nghĩa là trị số mà được tính dựa trên quang phổ thu được bởi phổ tổn hao năng lượng điện tử (electron energy loss spectroscopy - EELS). Hơn nữa, thuật ngữ "các giọt" nghĩa là các phần lõm hoặc các phần lồi mà được tạo ra trên bề mặt của màng cacbon cứng vô định hình do sự hợp nhất hoặc sự gián đoạn của các hạt dạng giọt, và người ta cho rằng mật độ của các giọt có thể được xác định bằng cách đếm trực quan, dưới kính hiển vi, số lượng các phần lõm hoặc các phần lồi cỡ 300μm² hoặc lớn hơn có trong diện tích xác định trước của bề mặt mà được tạo bởi sự hợp nhất hoặc sự gián đoạn của các hạt giọt; và tất nhiên, việc đếm có thể được thực hiện bằng cách xử lý hình ảnh hoặc cả các cách tương tự.

Tỷ lệ sp² tương đối thấp trên phía vật liệu nền có nghĩa là màng cacbon cứng vô định hình có độ bền tương đối cao trong vùng lân cận vật liệu nền. Nhờ đó, có thể ngăn chặn sự bong tróc lớp phủ, bị gây ra bởi sự phá hủy lớp phủ mà xảy ra do tải trọng tác động lên lớp phủ trong vùng lân cận mặt phân cách của nó với vật liệu nền trong khi trượt với tải trọng lớn. Ngoài ra, ngay cả khi vật liệu nền mềm được sử dụng, sự biến dạng của vật liệu nền được giảm đi, vì vậy có thể ngăn chặn sự bong tróc lớp phủ bị gây ra bởi sự biến dạng. Nói cách khác, sự bám dính vừa đủ có thể được đảm bảo giữa màng cacbon cứng vô định hình và vật liệu nền. Mặt khác, tỷ lệ sp² tương đối cao trên phía bề mặt ngoài có nghĩa là các nguyên tử cacbon có độ bền liên kết tương đối yếu, nghĩa là, lớp phủ là linh hoạt. Ví dụ, khi các ngoại vật được sinh ra do sự trượt, như mảnh vụn mài và bụi, đi xuyên qua bề mặt trượt, bề mặt lớp phủ có tác dụng như lớp đệm lót, sao cho việc nứt và việc bong tróc của lớp phủ có thể được ngăn chặn.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ chi tiết trượt được bố trí có màng cacbon cứng vô định hình được tạo ra trên ít nhất một bề mặt trượt, trong đó màng cacbon cứng vô định hình là lớp cacbon mà có suất Young của nó giảm liên tục và/hoặc giảm theo mức độ từ vật liệu nền của chi tiết trượt về phía bề mặt, và lớp cacbon có nồng độ hydro thấp hơn 5% xét theo số nguyên tử. Hơn nữa, tài liệu sáng chế 2 thể hiện rằng lớp cacbon tốt hơn là có ứng suất Young cao hơn 400 GPa trong phần có độ dày ít nhất là 0,5 μ m từ phía vật liệu nền và ứng suất Young là 350 GPa hoặc thấp hơn trong phần có độ dày ít nhất là 1,5 μ m từ bề mặt về phía bên trong, và tài liệu này đã đề cập đến việc độ chống mòn và độ chống bong tróc ưu việt đạt được nhờ các trị số suất Young này.

Danh sách tài liệu viện dẫn

Các tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Tài liệu sáng chế Nhật Bản số 6357606

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2018-003880

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết nhờ sáng chế

Nhiều cải tiến được thực hiện đối với các lớp phủ DLC và, cần phải có lớp phủ DLC không gây ra sự mòn trên bề mặt trượt của lỗ xi lanh, nghĩa là, có tính chất công kích thấp đối với bề mặt trượt của lỗ xi lanh (tính chất công kích thấp đối với các chi tiết tương ứng), ngoài việc cải thiện khả năng chống mòn và duy trì độ ma sát thấp.

Liên quan tới việc đi lại bằng ô tô, các loại cặn được gọi là các chất lắng đọng được sinh ra bên trong động cơ của ô tô. Các chất lắng đọng thường là các loại cặn của, ví dụ như, các sản phẩm chưa cháy hoàn toàn của nhiên liệu và dầu bôi trơn động cơ. Để cải thiện việc tiết kiệm nhiên liệu trong những năm gần đây, các hệ thống tái tuần hoàn khí xả (exhaust gas recirculation - EGR) mà tái tuần hoàn khí xả vào trong các buồng đốt được đưa vào và các hệ thống phun nhiên liệu trực tiếp được áp dụng cho cả

các động cơ chạy bằng xăng và, kết quả là, lượng các chất lắng đọng hòa tan vào trong dầu bôi trơn động cơ có xu hướng tăng lên.

Hơn nữa, trong khí cháy, ví dụ như, các oxit và các cacbua tồn tại đồng thời ngoài các hydrocacbon bắt đầu từ nhiên liệu chưa được đốt cháy, và các chất lắng đọng cũng được sinh ra từ các chất này và lưu lại trong dầu bôi trơn động cơ.

Các chất lắng đọng chứa trong dầu bôi trơn động cơ tồn tại ở trong vùng trượt giữa vòng pittông và lỗ xi lanh và tạo ra môi trường trượt mà gây ra sự mài mòn. Nói cách khác, khi được so sánh với môi trường trượt trong đó dầu bôi trơn động cơ sạch và sự sinh ra chất lắng đọng được hạn chế, sự mài mòn giữa vòng pittông và lỗ xi lanh dễ dàng xảy ra trong môi trường mà dầu bôi trơn động cơ đã bị giảm chất lượng.

Mục đích của sáng chế là đề xuất vòng pittông được phủ lớp phủ DLC mà có khả năng chống mòn ưu việt với hiệu quả vừa đủ để chống lại sự mài mòn đã mô tả ở trên và thể hiện tính chất công kích thấp ở trên bề mặt trượt của lỗ xi lanh.

Biện pháp giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã thực hiện nghiên cứu chuyên sâu để đạt được mục đích được mô tả ở trên và kết quả là đã phát hiện ra rằng lớp phủ DLC, mà có khả năng chống mòn ưu việt và thể hiện tính chất công kích thấp lên các chi tiết đối, có thể thu được bằng cách kiểm soát tỷ lệ thành phần sp^2 , cũng như độ cứng của lớp phủ và suất Young mà được đo bằng phương pháp dấp lõm nano, đều nằm trong phạm vi cụ thể, nhờ đó hoàn thiện sáng chế.

Sáng chế đề xuất vòng pittông mà được sử dụng với sự có mặt của dầu bôi trơn động cơ và có lớp phủ DLC trên bề mặt trượt ngoại vi bên ngoài, trong đó lớp phủ DLC có tỷ lệ thành phần sp^2 nằm trong khoảng 0,5 đến 0,85 khi được đo bởi TEM-EELS (transmission electron microscope-electron energy loss spectroscopy) bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM- transmission electron microscope) kết hợp

với phổ tổn hao năng lượng điện tử (EELS- electron energy loss spectroscopy), cũng như độ cứng của lớp phủ nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 26 GPa và suất Young là 250 GPa hoặc nhỏ hơn khi được đo bằng phương pháp đập lõm nano.

Lớp phủ DLC tốt hơn là có suất Young là 200 GPa hoặc nhỏ hơn, và số lượng hạt lớn trong lớp phủ DLC, mà được quan sát trong ảnh phóng đại $\times 10000$ lần của mặt cắt ngang của lớp phủ DLC mà được chụp theo hướng chiều dày dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM), tốt hơn là 2 hoặc nhỏ hơn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$.

Hơn nữa, tốt hơn là lớp phủ DLC có chiết suất nằm trong khoảng từ 2,3 đến 2,6 tại bước sóng là 550 nm khi được đo bởi phổ kế phân cực elip, độ cứng của lớp phủ là 20 GPa hoặc nhỏ hơn, lớp dưới chứa Ti, Cr, hoặc Si, và độ dày màng là $1\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, vòng pittông được bao bọc bởi lớp phủ DLC mà có khả năng chống mòn ưu việt với hiệu quả vừa đủ chống lại sự mài mòn và thể hiện tính chất công kích thấp trên bề mặt trượt của lỗ xi lanh có thể được tạo ra.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1(A) thể hiện hình vẽ mặt cắt ngang dạng giản đồ của vòng pittông trong đó lớp phủ DLC có lớp dưới được tạo ra trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông; và Fig.1(B) thể hiện hình vẽ mặt cắt ngang dạng giản đồ của vòng pittông trong đó lớp phủ DLC có lớp dưới được tạo ra trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông mà có lớp nền.

Fig.2(A) thể hiện ảnh SEM của mặt cắt ngang của lớp phủ DLC được chụp theo ví dụ 3 (thay thế cho hình vẽ), và Fig.2(B) là hình vẽ dạng giản đồ để mô tả phần hạt lớn được thể hiện trên Fig.2(A).

Fig.3 thể hiện một ảnh SEM chụp mặt cắt ngang khác của lớp phủ DLC được đề cập trong ví dụ 3 (thay thế cho hình vẽ).

Fig.4 thể hiện ảnh SEM chụp mặt cắt ngang của lớp phủ DLC được đề cập trong ví dụ so sánh 1 (thay thế cho hình vẽ).

Fig.5 thể hiện ảnh SEM của mặt cắt ngang của lớp phủ DLC được đề cập trong ví dụ so sánh 2 (thay thế cho hình vẽ).

Fig.6(A) thể hiện ảnh SEM của bề mặt lớp phủ DLC được đề cập trong ví dụ 3 (thay thế cho hình vẽ), và Fig.6(B) thể hiện ảnh SEM của bề mặt lớp phủ DLC được đề cập trong ví dụ so sánh 1 (thay thế cho hình vẽ).

Fig.7 thể hiện các đường cong độ nhám bề mặt lớp phủ DLC được tạo ra trong ví dụ 3 (thay thế cho hình vẽ), với Fig.7(A) biểu diễn trạng thái ngay sau khi hình thành lớp phủ và Fig.7(B) biểu diễn trạng thái hoàn thiện cuối cùng (làm nhẵn bề mặt).

Fig.8 thể hiện đường cong độ nhám bề mặt của lớp phủ DLC được tạo ra trong ví dụ so sánh 1 (các bản thay thế cho hình vẽ), với Fig.8(A) biểu diễn trạng thái ngay sau khi hình thành lớp phủ và Fig.8(B) biểu diễn trạng thái hoàn thiện cuối cùng (làm nhẵn bề mặt).

Fig.9 là hình vẽ dạng giản đồ minh họa hình vẽ bên ngoài của thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại được thực hiện theo các ví dụ.

Fig.10 là các ảnh hiển vi laze thể hiện sự bong tróc lớp phủ DLC trong thử nghiệm bám dính như ví dụ tham khảo (thay thế cho hình vẽ).

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sau đây sẽ được mô tả có tham chiếu tới các phương án cụ thể; tuy nhiên, các phương án được mô tả ở dưới được đề cập đến như các ví dụ của sáng chế và không nhất thiết phải xác định cụ thể sáng chế được mô tả trong yêu cầu bảo hộ, và không phải tất cả các đặc điểm được mô tả trong các phương án là cần thiết phải có đối với biện pháp giải quyết các vấn đề của sáng chế.

Vòng pittông 10 của phương án này được minh họa trên Fig.1(A) được lắp vào

trong rãnh của vòng pittông (không được minh họa) được tạo ra trên pittông, và chuyển động qua lại theo sự chuyển động qua lại của pittông trong khi trượt trên bề mặt ngoại vi bên trong của lỗ xi lanh (không được minh họa).

Vòng pittông 10 của phương án sáng chế có thể được sử dụng làm bất kỳ vòng nào trong số các vòng trên cùng, vòng thứ hai, và vòng đầu. Khi vòng pittông 10 được sử dụng làm vòng đầu, vòng pittông 10 có thể được áp dụng cho thân chính vòng đầu bất kỳ của vòng đầu có kết cấu hai mảnh bao gồm thân chính vòng đầu và bộ phận mở rộng cuộn, và đoạn của vòng đầu có cấu trúc ba mảnh bao gồm hai đoạn (cũng được gọi là "đường ray bên") và bộ đệm giãn nở.

Vòng pittông 10 của phương án này tốt hơn là được khớp vào pittông được làm bằng hợp kim nhôm và được sử dụng làm vòng pittông đối với lỗ xi lanh được làm bằng gang.

Vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11 không bị giới hạn cụ thể miễn là vật liệu mà thông thường được sử dụng làm vật liệu nền dùng làm vòng pittông. Ví dụ, vật liệu thép không gỉ hoặc vật liệu thép có thể được sử dụng một cách thích hợp và, cụ thể là, tốt hơn là thép không gỉ mactensit, thép silic-crom hoặc tương tự được ưu tiên sử dụng.

Vòng pittông 10 được minh họa trên Fig.1(A) gồm: lớp dưới 13, mà chứa Cr, Ti hoặc Si, trên bề mặt ngoại vi bên ngoài được làm nhẵn của vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11; và lớp phủ DLC 12 trên lớp dưới 13. Bằng cách hợp nhất với lớp dưới 13, độ bám dính giữa lớp phủ DLC 12 và vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11 có thể được cải thiện.

Lớp dưới 13 có độ dày màng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 μ m đến 1,0 μ m. Bằng cách kiểm soát độ dày màng trong phạm vi này, độ bám dính giữa lớp phủ DLC 12 và vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11 có thể được cải thiện hơn nữa. Lưu ý rằng lớp phủ DLC 12 có thể được tạo ra trực tiếp trên bề mặt ngoại vi bên ngoài được làm

nhấn của vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11, mà không có lớp dưới 13 ở giữa chúng.

Phương pháp làm nhẵn bề mặt ngoại vi bên ngoài của vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11 trước khi tạo ra lớp phủ DLC 12 không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, ưu tiên điều chỉnh độ nhám bề mặt bằng cách đánh bóng hoặc làm nhẵn. Độ nhám bề mặt của vật liệu nền dùng làm vòng pittông 11 tốt hơn là được điều chỉnh thành $0,5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn xét theo chiều cao tối đa Rz được xác định trước theo tiêu chuẩn JIS B0601(2001).

Theo phương thức khác, vòng pittông 20 được minh họa trên Fig.1(B) gồm lớp nền 24 ở giữa lớp dưới 23 và vật liệu nền dùng làm vòng pittông 21. Lớp nền 24 có thể được lựa chọn từ lớp phủ PVD, lớp phủ được mạ Cr, và lớp được nitrua hóa. Bằng cách bố trí lớp nền 24, độ bám dính giữa vật liệu nền dùng làm vòng pittông 21 và lớp phủ DLC 24 có thể được cải thiện hơn nữa. Độ dày của lớp nền 24 không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $0,2\mu\text{m}$ đến $1,0\mu\text{m}$.

Trong lớp phủ DLC 12 được sử dụng theo phương án này, tỷ lệ thành phần $\text{sp}^2/(\text{sp}^2 + \text{sp}^3)$ (sau đây, cũng được gọi đơn giản là "tỷ lệ thành phần sp^2 "), mà được xác định bởi TEM-EELS bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) kết hợp với phổ tổn hao năng lượng điện tử (EELS), có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,85, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,8. Với tỷ lệ thành phần sp^2 thấp hơn 0,5 (50%), vì độ cứng của lớp phủ cao, độ chống mòn của lớp phủ DLC bị giảm đi bởi sự mài mòn khi các chất lỏng động và các ngoại vật được sinh ra do việc trượt, như mảnh vụn và bụi, đi xuyên qua bề mặt trượt. Ngoài ra, nội ứng suất tăng lên có khả năng gây ra sự bong tróc bên trong lớp phủ DLC. Khi tỷ lệ thành phần sp^2 cao hơn 0,85 (85%), vì độ bền liên kết của các nguyên tử cacbon là yếu và do đó độ cứng của lớp phủ là thấp, khả năng chống mòn cho hoạt động trượt của lớp phủ DLC là không đủ. Tỷ lệ thành phần sp^2 có thể là 0,55 hoặc cao hơn, 0,60 hoặc cao hơn, 0,65 hoặc cao hơn, hoặc 0,70 hoặc cao hơn.

Nói chung, lớp phủ DLC có các tính chất vật lý giống graphit khi tỷ lệ thành phần sp^2 ($sp^2/(sp^2 + sp^3)$) cao, hoặc các tính chất vật lý giống kim cương khi tỷ lệ thành phần sp^3 ($sp^3/(sp^2 + sp^3)$) cao; do đó, có thể được điều chế ra lớp phủ DLC có nhiều tính chất bằng cách điều chỉnh các tỷ lệ thành phần này.

Đo tỷ lệ thành phần sp^2

Tỷ lệ thành phần sp^2 được đo bằng cách sử dụng TEM (kính hiển vi điện tử truyền qua loại phát xạ trường JEM-2100F, được sản xuất bởi Công ty TNHH JEOL) và EELS (Mẫu 863GIF Tridiem, được sản xuất bởi Tập đoàn Gatan).

Quy trình đo tỷ lệ thành phần sp^2 bằng TEM-EELS như sau.

(1) Quang phổ EELS được đo bằng cách sử dụng máy phân tích EELS. Để nhờ đó thu được quang phổ EELS, cường độ đỉnh được chuẩn hóa bằng cách khớp vùng tiền đỉnh với hàm tuyến tính và vùng hậu đỉnh với hàm bậc ba.

(2) Sau đó, so sánh dữ liệu của kim cương và dữ liệu của graphit, vị trí bắt đầu đỉnh được căn chỉnh để hiệu chỉnh trị số năng lượng.

(3) Đối với dữ liệu được hiệu chỉnh này, tổng diện tích nằm trong khoảng từ 280 eV đến 310 eV được xác định.

(4) Để phân lập thành phần đỉnh sp^2 , sự phân tách đỉnh được thực hiện với giả định rằng có hai đỉnh ở trong khoảng từ 280 eV đến 295 eV (đỉnh π^* của sp^2 và đỉnh σ^* chứa CH và các đỉnh vô định hình), và diện tích của đỉnh xung quanh 285 eV được xác định (diện tích đỉnh sp^2).

(5) Tỷ lệ của diện tích được xác định theo mục (4) ở trên đối với diện tích được xác định theo mục (3) ở trên (tỷ lệ diện tích đỉnh sp^2) được tính. Đối với tỷ lệ diện tích này, tỷ lệ của sp^2 được xác định từ các trị số tương đối, lấy các trị số của graphit và kim cương lần lượt là 100 và 0. Trị số thu được này được quy định là tỷ lệ thành phần sp^2 .

Trị số đo được định nghĩa là trung bình của ba trị số được đo được trích xuất từ

mặt cắt ngang của lớp phủ tại mỗi điểm trong ba điểm dọc theo hướng chu vi của pittông đơn, mà tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng.

Lớp phủ DLC 12 được sử dụng theo phương án này tốt hơn là có độ cứng nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 26 GPa khi được đo bằng phương pháp đập lõm nano. Độ cứng của lớp phủ thấp hơn so với 12 GPa không được ưu tiên vì nó khiến cho lớp phủ DLC không đủ khả năng chống mòn. Độ cứng của lớp phủ cao hơn so với 26 GPa cũng không được ưu tiên vì, khi vòng pittông được sử dụng với dầu bôi trơn động cơ mà được sử dụng để di chuyển trong khoảng cách dài, môi trường trượt gây ra sự mài mòn tạo điều kiện thuận lợi cho việc mòn lớp phủ DLC. Trong môi trường mà sự mài mòn có thể xảy ra, việc lớp phủ DLC tự mòn và việc mòn đó của chi tiết đối được tăng lên theo tỷ lệ với độ cứng của lớp phủ DLC.

Hơn nữa, lớp phủ DLC 12 tốt hơn là có độ cứng Vickers nằm trong khoảng từ 1000 HV đến 2000 HV, và độ cứng Vickers có thể là 1700 hoặc nhỏ hơn, hoặc 1500 HV hoặc nhỏ hơn. Thông thường, khi xem xét khả năng chống mòn, độ cứng lớp phủ cao hơn được ưa thích hơn; tuy nhiên, theo phương án này, tốt hơn là độ cứng Vickers được điều chỉnh không quá cao ở trong khoảng được mô tả ở trên vì không chỉ độ cứng vượt quá cao của lớp phủ có xu thế làm tăng sự công kích đối với bề mặt trượt của lỗ xi lanh, mà lớp phủ DLC còn được tạo ra trên bề mặt ngoại vi bên ngoài của vòng pittông và do đó bị nứt vỡ ở thời điểm vận hành bao mà có liên quan đến sự biến dạng, ví dụ như khi lắp lên pittông.

Đo độ cứng Vickers

Đối với việc đo độ cứng Vickers, độ cứng đập lõm được đo bằng cách sử dụng máy phân tích đập lõm nano (mẫu: HM-2000, được sản xuất bởi Fischer Instruments K.K.) cùng với đầu đập lõm Vickers với tải trọng đập lõm là 500 mN với thời gian trước khi

đạt tới tải trọng dập lõm tối đa được thiết lập là 30s (giây).

Trị số đo được định nghĩa là trung bình của ba trị số được đo trích xuất từ bề mặt lớp phủ tại mỗi điểm trong ba điểm dọc theo hướng chu vi của pittông đơn, mà tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng.

Đo độ cứng dập lõm nano

Đối với việc đo độ cứng bằng phương pháp dập lõm nano, độ cứng dập lõm được đo bằng cách sử dụng máy phân tích dập lõm nano (mẫu: HM-2000, được sản xuất bởi Fischer Instruments K.K.) cùng với đầu dập lõm Vickers ở tải trọng dập lõm là 500 mN với thời gian trước khi đạt tới tải trọng dập lõm tối đa được thiết lập là 30s (giây).

Trị số đo được định nghĩa là trung bình của ba trị số được đo trích xuất từ bề mặt lớp phủ tại mỗi điểm trong ba điểm dọc theo hướng chu vi của pittông đơn, mà tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng.

Trong môi trường trượt mà các chất lỏng động tồn tại ở giữa lớp phủ DLC trên bề mặt ngoại vi bên ngoài của vòng pittông và lỗ xi lanh, nghĩa là, khi vòng pittông được sử dụng với dầu bôi trơn động cơ mà được sử dụng để di chuyển trong khoảng cách dài, độ cứng bề mặt cao hơn của lớp phủ DLC dẫn đến độ mòn của lớp phủ DLC được tăng lên. Khi xét đến điều này, độ cứng của bề mặt lớp phủ tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 22 GPa, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 20 GPa, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 18 GPa.

Lớp phủ DLC 12 được sử dụng theo phương án này có suất Young tốt hơn là 250 GPa hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 200 GPa hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 180 GPa hoặc nhỏ hơn, khi được đo bằng phương pháp dập lõm nano. Với suất Young cao hơn 250 GPa, hiện tượng gãy giòn xuất hiện trên lớp ngoài cùng của lớp phủ DLC và sự mòn

được tăng lên khi các chất lắng đọng và các ngoại vật được sinh ra do sự trượt, như mảnh vụn hỏng và bụi, đi xuyên qua bề mặt lớp phủ DLC. Trong khi đó, giới hạn dưới không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, suất Young là 120 GPa hoặc cao hơn khiến sự bong tróc bên trong lớp phủ không có khả năng xảy ra.

Đo suất Young

Việc đo suất Young bằng phương pháp đập lõm nano được thực hiện bằng cách sử dụng máy phân tích đập lõm nano (mẫu: HM-2000, được sản xuất bởi Fischer Instruments K.K.) cùng với đầu đập lõm Vickers ở tải trọng đập lõm là 500 mN với thời gian trước khi đạt tới tải trọng đập lõm tối đa được thiết lập là 30s (giây). Suất Young được xác định từ đường cong sâu đập lõm theo tải trọng. Cần lưu ý rằng trị số đo được quy định là trung bình của bốn trị số được đo thu được theo cùng một cách như trong phép đo độ cứng đập lõm nano.

Trong lớp phủ DLC 12 được sử dụng theo phương án này, số lượng hạt lớn, mà được quan sát trong ảnh (ảnh SEM của mặt cắt ngang) của mặt cắt ngang theo chiều dày của lớp phủ (mặt cắt ngang vuông góc với hướng chu vi của vòng pittông) mà được chụp ở độ phóng đại là $\times 10000$ dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM), tốt hơn là 2 hoặc nhỏ hơn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$, tốt hơn nữa là 1,5 hoặc nhỏ hơn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$. Bằng cách kiểm soát số lượng hạt lớn là 2 hoặc nhỏ hơn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$, sự sinh ra các khuyết tật bề mặt và tạo ra các phần không đồng đều trên bề mặt có thể được hạn chế, vì vậy có thể giảm sự công kích đối với bộ phận tương ứng.

Các hạt lớn được quan sát tại mặt cắt ngang của lớp phủ DLC sẽ được mô tả sau đây có tham chiếu các ảnh SEM của mặt cắt ngang $\times 10000$ được thể hiện trên các Fig. từ Fig.2 đến Fig.5.

Fig.2(A) thể hiện một ví dụ về ảnh SEM của mặt cắt ngang được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC theo một phương án của sáng chế (ví dụ 3 được mô tả ở

dưới), và Fig.2(B) là hình vẽ mà minh họa kiểu sơ đồ cho ảnh của Fig.2(A) để mô tả phần hạt lớn.

Trên Fig.2(A), bắt đầu từ hạt lớn (mũi tên a), một mặt phân cách hình chữ V (được chỉ ra bởi mũi tên b trên Fig.2(B)) mở rộng về phía bề mặt lớp phủ (mũi tên d) được tạo ra ở bên trong diện tích được khoanh tròn trong phần trung tâm ảnh, và phần lõi (mũi tên c) nhô ra bên ngoài được tạo ra trên bề mặt lớp phủ (mũi tên d). Điều này thể hiện rằng hạt lớn này được tạo ra ở giai đoạn sớm sau khi bắt đầu sự hình thành lớp phủ, và mặt phân cách hình chữ V bắt đầu từ hạt lớn tiếp tục phát triển thêm cho đến khi hoàn thiện sự hình thành lớp phủ. Bên ngoài mặt phân cách hình chữ V trong lớp phủ (cũng được gọi là "bên ngoài phần hạt lớn") là phần bình thường của lớp phủ và có bề mặt mượt và đồng đều mà trên đó không quan sát thấy có kiểu hình lặp lại.

Fig.3 là một ví dụ khác về ảnh SEM của mặt cắt ngang được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC của phương án (ví dụ 3 được mô tả ở dưới). Fig.3 thể hiện trường hợp mà, ngược lại với Fig.2, phần hạt lớn nhỏ được tạo ra trong giai đoạn sau của sự hình thành lớp phủ. Bắt đầu từ hạt lớn (mũi tên a), một mặt phân cách hình chữ V mở rộng về phía bề mặt lớp phủ được tạo ra bên trong diện tích được khoanh tròn trong phần trung tâm ảnh, và phần lõi nhô ra bên ngoài được tạo ra trên bề mặt lớp phủ. Bên ngoài mặt phân cách hình chữ V trong lớp phủ (cũng được gọi là "bên ngoài phần hạt lớn") là phần bình thường của lớp phủ và có bề mặt mượt và đồng đều trên đó không quan sát thấy có kiểu hình lặp lại.

Fig.4 thể hiện một ví dụ về ảnh SEM của mặt cắt ngang được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC theo phương thức thông thường (ví dụ so sánh 1 được mô tả dưới đây). Bắt đầu từ hạt lớn, hai mặt phân cách hình chữ V mở rộng về phía bề mặt lớp phủ được tạo ra theo kiểu phủ chồng lên nhau bên trong diện tích được khoanh tròn ở trung tâm của ảnh, và số lượng lớn các phần lõi nhô ra bên ngoài được tạo ra trên bề mặt

lớp phủ. Fig.4 khác so với các Fig.2 và Fig.3 trong đó các mặt phân cách hình chữ V bắt đầu từ hạt lớn được tạo ra theo cả hướng chiều dày và hướng vuông góc với hướng chiều dày của lớp phủ (hướng trượt của vòng pittông) theo kiểu phủ chồng lên nhau. Nói cách khác, số lượng hạt lớn mà có thể được đếm trong ảnh SEM của mặt cắt ngang của lớp phủ là lớn. Hơn nữa, bề mặt lớp phủ được thể hiện trên ảnh SEM của Fig.4 có các phần không đồng đều lớn nhất trong số các bề mặt lớp phủ được thể hiện trên các ảnh SEM theo các Fig.2, Fig.3 và Fig.5.

Fig.5 thể hiện một ví dụ khác về ảnh SEM của mặt cắt ngang được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC thông thường (Ví dụ so sánh 2 được mô tả dưới đây). Tại mặt cắt ngang của lớp phủ, kiểu hình dạng dài song song với hướng chiều dày của lớp phủ được tạo ra ở phía của vật liệu nền dùng làm vòng pittông, và hai lớp phủ khác nhau được dát mỏng. Trong vòng tròn được chỉ ra bởi e trên Fig.5, bắt đầu từ hạt lớn, mặt phân cách hình chữ V nhỏ đơn hơi kéo dài về phía bề mặt lớp phủ được tạo ra; tuy nhiên, mặt phân cách này không có ảnh hưởng lên bề mặt lớp phủ.

Trong vòng tròn được chỉ ra bởi f trên Fig.5, hạt lớn tạo ra vết rỗ đơn tương đối lớn trên ảnh SEM. Khi hạt lớn tương tự với dạng vết rỗ này được để lộ ra trên bề mặt ngoài cùng của lớp phủ, điều được tin là hạt lớn sẽ xuất hiện dưới dạng vết rỗ ngay cả nếu nó được quan sát từ phía bề mặt lớp phủ và tạo ra sự không đồng đều ở bề mặt.

Trong vòng tròn được chỉ ra bởi g trên Fig.5, hạt lớn tạo ra nhiều vết rỗ tương đối lớn trên ảnh SEM. Khi hạt lớn tương tự với dạng vết rỗ này được để lộ ra trên bề mặt ngoài cùng của lớp phủ, hạt lớn được xem như là sẽ xuất hiện dưới dạng nhiều vết rỗ ngay cả nếu nó được quan sát từ phía bề mặt lớp phủ và ảnh hưởng nhiều đến tính chất công kích trên lỗ xi lanh.

Fig.6 thể hiện các ảnh SEM của bề mặt được chụp ở độ phóng đại là $\times 1000$ ngay sau khi hình thành lớp phủ, mà tương ứng với các ảnh SEM của mặt cắt ngang theo các

Fig.2 và Fig.4 được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC. Fig.6(A) là ảnh SEM của bề mặt mà được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC theo phương án được thể hiện trên Fig.2 (ví dụ 3 được mô tả ở dưới). Fig.6(B) là ảnh SEM của bề mặt mà được chụp ngay sau khi hình thành lớp phủ DLC thông thường được thể hiện trên Fig.4 (ví dụ so sánh 1 được mô tả dưới đây).

Bên trong diện tích được khoanh tròn của ảnh SEM của bề mặt được thể hiện trên Fig.6(A), ba phần lồi tương đối lớn (các chấm trắng có hình vòm trên ảnh) có đường kính từ $2\mu\text{m}$ đến $3\mu\text{m}$, mà được tạo ra bởi các hạt lớn và nhô lên trên bề mặt, có thể được quan sát thấy. Theo sự quan sát này, có thể nói rằng các mặt phân cách hình chữ V tại mặt cắt ngang của lớp phủ đều được tạo ra theo hình nón bên trong tầng lớp phủ. Theo tài liệu sáng chế 1, mật độ của các giọt có kích cỡ $300\mu\text{m}^2$ hoặc lớn hơn (các hạt lớn có đường kính là $20\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn) trên bề mặt lớp phủ được xác định trước là 600 giọt/ mm^2 hoặc ít hơn; tuy nhiên, theo phương án này, ngay cả khi các hạt lớn có mặt, đường kính của chúng ở mức độ là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

Fig.7(A) là đường cong độ nhám của bề mặt lớp phủ DLC được thể hiện trên Fig.6(A), trong đó độ phóng đại của phép đo là $\times 5000$ theo hướng dài và $\times 100$ theo hướng ngang. Các đỉnh tương ứng với các phần lồi có chiều cao ở các mức độ là $1,8\mu\text{m}$ và $2,7\mu\text{m}$.

Trên ảnh SEM của bề mặt theo Fig.6(B), nó có thể quan sát được rằng các phần lồi được tạo ra bởi các hạt lớn trên toàn bộ diện tích là liên tục. Fig.7(B) là đường cong độ nhám của bề mặt lớp phủ DLC được thể hiện trên Fig.6(B), trong đó độ phóng đại để đo là $\times 5000$ theo hướng dài và $\times 100$ theo hướng ngang. Các đỉnh tương ứng với các phần lồi tạo ra các phần không đồng đều liên tục trên đường cong độ nhám, và chiều cao tối đa Rz ở mức độ là $3,8\mu\text{m}$.

Như được thể hiện trên Fig.7(B), các bề mặt của các lớp phủ DLC được thể hiện

trên các Fig.2, Fig.3 và Fig.5 mỗi lớp được điều chỉnh bằng cách làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng sao cho chiều cao tối đa Rz của độ nhám bề mặt là $1,6\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn và đường cong độ nhám có hình dạng bằng phẳng.

Như được thể hiện trên Fig.8(B), bề mặt lớp phủ DLC được thể hiện trên Fig.4 được điều chỉnh bằng cách làm nhẵn bề mặt như quá trình hoàn thiện cuối cùng sao cho độ nhám bề mặt là $2,0\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn xét theo chiều cao tối đa Rz và đường cong độ nhám là không bằng phẳng.

Ở bước làm nhẵn bề mặt, khi lớp phủ DLC có sự không đồng đều bề mặt lớn ngay sau khi hình thành lớp phủ do sự có mặt của số lượng lớn các hạt lớn như trong trường hợp lớp phủ DLC thông thường (Ví dụ so sánh 1) được thể hiện trên Fig.8(A), sự không đều được tạo ra trên bề mặt như được thể hiện trên Fig.8 (B) ngay cả nếu bước làm nhẵn bề mặt được thực hiện như quá trình hoàn thiện cuối cùng; do đó, các tác giả của sáng chế xét thấy rằng khó có thể làm mượt bề mặt hơn nữa như được thể hiện trên Fig.7(B), và lượng mòn lỗ xi lanh và tính chất công kích đối với các chi tiết tương ứng kết quả là được tăng lên.

Trong lớp phủ DLC theo phương án này, số lượng hạt lớn tồn tại ở mặt cắt ngang được giảm đi; do đó, có thể tạo thành bề mặt trượt mượt hơn như được thể hiện trên Fig.7(B), sao cho tính chất công kích đối với vật liệu lỗ xi lanh có thể giảm đi.

Đo số lượng hạt lớn

Phương pháp đo số lượng hạt lớn sẽ được mô tả sau đây. Số lượng hạt lớn được đo bằng cách sử dụng SEM (JSM-7001F, được sản xuất bởi Công ty TNHH JEOL). Theo hướng chu vi của vòng pittông đơn, vòng pittông được cắt tại ba chấm mà ở tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng. Trên các ảnh SEM $\times 10000$ của các mặt cắt ngang vuông góc với hướng chu vi của vòng pittông đơn, mà các ảnh được trích xuất tại các vị trí cắt tương

ứng, số lượng (n) hạt lớn có trong vùng khép kín có độ rộng là $10\mu\text{m}$ theo hướng vuông góc với hướng chiều dày của lớp phủ và độ sâu là D từ bề mặt lớp phủ theo hướng chiều dày của lớp phủ được đếm. Kết quả là, tại một chấm của mỗi mặt cắt ngang của lớp phủ, số lượng (N) hạt lớn trên mỗi đơn vị diện tích ($\text{hạt lớn}/\mu\text{m}^2$) được xác định là $N = n/(10D)$. Số lượng hạt lớn P được định nghĩa là số lượng hạt lớn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$, và trung bình của các trị số được đo tại ba chấm của vòng pittông đơn được tính. Ý nghĩa của định nghĩa này đó là số lượng hạt lớn P có thể được so sánh mà không cần quan tâm đến độ dày của lớp phủ. Cần lưu ý rằng $P = n/D$ ($\text{hạt lớn}/10\mu\text{m}^2$).

Mặt cắt ngang của lớp phủ trên mỗi ảnh SEM của mặt cắt ngang $\times 10000$ có thể quan sát được đối với phần có độ dài tối đa là $8,5\mu\text{m}$ theo hướng chiều dài và độ dài tối đa là $12\mu\text{m}$ theo hướng chiều ngang, lấy hướng chiều dày của lớp phủ làm hướng chiều dài.

Theo phương án này, trên các ảnh SEM của mặt cắt ngang $\times 10000$, trị số của P tốt hơn là 2 ($\text{hạt lớn}/10\mu\text{m}^2$) hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1,5 ($\text{hạt lớn}/10\mu\text{m}^2$) hoặc nhỏ hơn.

Sự suy giảm số lượng hạt lớn trong quan sát theo mặt cắt ngang của lớp phủ DLC biểu thị sự giảm thiểu số lượng hạt lớn có trên bề mặt lớp phủ, và tính chất công kích đối với bề mặt trượt của lỗ xi lanh được giảm đi bởi, ví dụ, sự suy giảm về diện tích trên mỗi vết rỗ trên bề mặt lớp phủ và sự giảm về số lượng các vết rỗ.

Lớp phủ DLC của phương án này tốt hơn là có chiết suất nằm trong khoảng từ 2,3 đến 2,6 tại bước sóng là 550 nm khi được đo bởi phổ kế phân cực elip. Bằng cách kiểm soát chiết suất nằm trong phạm vi này, lớp phủ DLC được tạo ra đồng đều, và số lượng hạt lớn trong đó được giảm đi. Chiết suất có thể là 2,35 hoặc cao hơn, hoặc 2,4 hoặc cao hơn.

Đo chiết suất

Đối với phổ kế phân cực elip dùng để đo chiết suất, phổ kế phân cực elip UVISEL (được sản xuất bởi Công ty TNHH HORIBA) có thể được sử dụng.

Đối với các điều kiện đo, góc chiếu tới là 70° , và chấm là hình elip tròn xoay có trục nhỏ là 1 mm và trục lớn là 3 mm.

Trị số đo được định nghĩa là trung bình của ba trị số được đo trích xuất từ mặt cắt ngang của lớp phủ tại mỗi điểm trong ba điểm dọc theo hướng chu vi của pittông đơn, mà ở tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng.

Lớp phủ DLC tốt hơn là có độ dày màng là $1\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn, ngoại trừ lớp dưới.

Theo phương án này, lớp phủ DLC có thể được áp dụng ở độ dày màng ít nhất là $1\mu\text{m}$ vì chính lớp phủ DLC có khả năng chống mòn được cải thiện, và độ dày màng tốt hơn là $30\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $20\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

Lớp phủ DLC chủ yếu bao gồm cacbon vô định hình; tuy nhiên, lớp phủ DLC cũng có thể chứa hydro và các tạp chất không thể tránh được khác. Lượng hydro được chứa trong lớp phủ DLC thường là 5% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn, và có thể là 3% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn, 2% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn, 1% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn, hoặc 0,5% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn.

Phương pháp sản xuất lớp phủ DLC của phương án này không bị giới hạn cụ thể. Phương pháp tạo lớp phủ bởi quá trình hồ quang chân không cực âm được lọc (filtered cathodic vacuum arc - FCVA) có thể được áp dụng như một ví dụ. Trong quá trình FCVA, lớp phủ DLC có thể được tạo ra dưới dạng cấu trúc đơn, hoặc có thể được tạo ra dưới dạng nhiều màng có hoặc không có áp dụng thay đổi điện thế phân cực xung nhịp. Trong trường hợp sản xuất lớp phủ DLC bằng quá trình FCVA, điện thế phân cực xung nhịp được áp dụng tốt hơn là lớn hơn so với bình thường nằm trong khoảng, ví dụ, từ -1500V đến -3000V, tốt hơn là từ -2000V đến -3000V.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả sau đây chi tiết hơn bằng cách đưa ra các ví dụ và các ví dụ so sánh. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng sáng chế không bị hạn chế trong các ví dụ dưới đây.

Ví dụ 1

Với vật liệu nền dùng làm vòng pittông được thiết lập trong thiết bị, thiết bị này được hút chân không để giảm áp suất trong đó, và vật liệu nền sau đó được làm nóng. Sau đó, sự bắn phá bằng ion với các ion agon được thực hiện trong trạng thái mà điện thế phân cực xung nhịp nằm trong khoảng từ -500 đến -1500V được áp cho vật liệu nền.

Tiếp theo, trong khí quyển khí agon, điện thế phân cực được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông được thiết lập nằm trong khoảng từ -50V đến -300V, và lớp phủ Ti sau đó được tạo ra với vai trò là lớp dưới (lớp chất dính) trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông bằng phương pháp phún xạ.

Sau đó, trên lớp phủ Ti được tạo ra đó, lớp cacbon vô định hình thứ nhất và lớp cacbon vô định hình thứ hai được tạo ra và được dát mỏng xen kẽ. Trong quá trình này, lớp cacbon vô định hình thứ nhất được tạo ra bằng phương pháp phún xạ bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon dưới khí quyển khí agon trong trạng thái mà điện thế phân cực nằm trong khoảng từ -50V đến -300V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông. Hơn nữa, lớp cacbon vô định hình thứ hai được tạo ra bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon với sự phóng điện hồ quang với dòng điện trong khoảng từ 50 đến 200A trong trạng thái mà điện thế phân cực xung nhịp nằm trong khoảng từ -500V đến -1500V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông.

Sự hình thành các lớp cacbon vô định hình thứ nhất và thứ hai được thực hiện mà không cần sử dụng khí xử lý chứa hydro. Hơn nữa, độ dày của lớp cacbon vô định hình thứ nhất được thiết lập là 2 nm, và độ dày của lớp cacbon vô định hình thứ hai được

thiết lập là 398 nm. Tập hợp gồm một lớp cacbon vô định hình thứ nhất và một lớp cacbon vô định hình thứ hai được dát mỏng lặp lại thành các lớp gồm 38 tập hợp, và phần tổng hợp sau đó được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt như quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó thu được lớp phủ DLC dày 15 μ m.

Ví dụ 2

Lớp phủ DLC dày 10 μ m đã thu được theo cùng một cách như ví dụ 1, ngoại trừ việc lớp cacbon vô định hình thứ nhất và lớp cacbon vô định hình thứ hai được dát mỏng lặp lại thành các lớp gồm 25 tập hợp và phần tổng hợp sau đó được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng.

Ví dụ 3

Lớp phủ Ti được tạo ra như lớp dưới trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông theo cùng một cách như theo ví dụ 1.

Sau đó, lớp cacbon vô định hình được tạo ra trên lớp phủ Ti. Lớp cacbon vô định hình này được tạo ra bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50 đến 200A trong trạng thái mà điện thế phân cực xung nhịp nằm trong khoảng từ -2000V đến -3000V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông. Sự hình thành lớp cacbon vô định hình được thực hiện mà không cần sử dụng khí xử lý chứa hydro. Hơn nữa, độ dày của một lớp cacbon vô định hình được thiết lập là 400 nm và lớp cacbon vô định hình này được dát mỏng lặp lại thành 13 lớp, sau đó phần tổng hợp được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó thu được lớp phủ DLC dày 5 μ m.

Ví dụ 4

Lớp phủ DLC dày 10 μ m thu được theo cùng một cách như theo ví dụ 3, ngoại trừ việc độ dày của một lớp cacbon vô định hình được thiết lập là 400 nm và lớp cacbon vô định hình này được dát mỏng lặp lại thành 25 lớp, sau đó phần tổng hợp được đưa

vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng.

Ví dụ so sánh 1

Với vật liệu nền dùng làm vòng pittông được thiết lập trong thiết bị mạ ion hồ quang, thiết bị này được hút chân không để giảm áp suất trong đó, và vật liệu nền sau đó được làm nóng. Sau đó, trong trạng thái mà điện thế phân cực nằm trong khoảng từ -500V đến -1000V được áp cho vật liệu nền, sự bắn phá bằng ion Cr được thực hiện bằng cách sử dụng bia Cr với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50A đến 100A.

Tiếp theo, trong trạng thái mà điện thế phân cực nằm trong khoảng từ -10 đến -100V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông, lớp phủ Cr được tạo ra như lớp dưới trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông bởi mạ ion hồ quang bằng cách sử dụng bia Cr với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50 đến 100A .

Sau đó, lớp cacbon vô định hình được tạo ra trên lớp phủ Cr. Sự tạo ra lớp cacbon vô định hình này được thực hiện bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50A đến 100A trong trạng thái mà điện thế phân cực nằm trong khoảng từ 0V đến -100V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông, và phần tổng hợp sau đó được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó đã thu được lớp phủ DLC có độ dày của lớp cacbon vô định hình là 5 μ m.

Ví dụ so sánh 2

Với vật liệu nền dùng làm vòng pittông được thiết lập trong thiết bị mạ ion hồ quang, thiết bị này được hút chân không để giảm áp suất trong đó, và vật liệu nền dùng làm vòng pittông sau đó được phủ bởi lớp CrN dày 10 μ m. Sau đó, lớp Cr trung gian dày 0,2 μ m được phủ trên đó. Phần tổng hợp, trong khi đang được làm nóng tới 245°C bởi bộ phận làm nóng, được đưa vào phóng điện hồ quang trong 10 giây ở điện thế phân

cực là -700V và dòng điện hồ quang là 40A và sau đó phóng điện hồ quang ở điện thế phân cực là -170V và dòng điện hồ quang là 40A , nhờ đó lớp cacbon vô định hình cứng màu đen (mật độ màng cao) và lớp cacbon vô định hình cứng màu trắng (mật độ màng thấp) được tạo ra với tổng độ dày là 0,5 μ m, sau đó phần tổng hợp được làm nguội một lần xuống 125°C.

Sau đó, lớp chất dính được làm bằng cacbon cứng màu trắng được tạo ra tiếp bằng cách thực hiện phóng điện hồ quang 90 giây ở điện thế phân cực là -1000V và dòng điện hồ quang là 40A . Sau đó, chu trình làm nóng-làm mát, mà chỉ gồm việc thực hiện lại sự phóng điện hồ quang ở điện thế phân cực là -170V và dòng điện hồ quang là 40A , làm nóng phần tổng hợp đến 245°C bằng cách sử dụng bộ phận làm nóng và sau đó tạo ra lớp cứng màu đen và lớp cứng màu trắng có tổng độ dày là 0,5 μ m, được làm lặp lại tám lần, sau đó phần tổng hợp được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó lớp phủ DLC có tổng độ dày màng là 5 μ m được tạo ra.

Ví dụ so sánh 3

Lớp phủ Ti được tạo ra như lớp dưới trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông theo cùng một cách như theo ví dụ 1.

Sau đó, lớp cacbon vô định hình được tạo ra trên lớp phủ Ti. Lớp cacbon vô định hình này được tạo ra bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50 đến 200A trong trạng thái mà điện thế phân cực xung nhịp nằm trong khoảng từ -3000V đến -3500V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông. Sự hình thành lớp cacbon vô định hình được thực hiện mà không cần sử dụng khí xử lý chứa hydro. Hơn nữa, độ dày của một lớp cacbon vô định hình được thiết lập là 400 nm và lớp cacbon vô định hình này được dát mỏng lặp lại thành 38 lớp, phần tổng hợp sau đó được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó thu được lớp phủ DLC dày 15 μ m.

Ví dụ so sánh 4

Lớp phủ Ti được tạo ra như lớp dưới trên vật liệu nền dùng làm vòng pittông theo cùng một cách như theo ví dụ 1.

Sau đó, trên lớp phủ Ti này, lớp cacbon vô định hình thứ nhất và lớp cacbon vô định hình thứ hai được tạo ra và được dát mỏng xen kẽ. Trong quá trình này, lớp cacbon vô định hình thứ nhất được tạo ra bằng phương pháp phún xạ bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon dưới khí quyển khí argon trong trạng thái mà điện thế phân cực nằm trong khoảng từ -50V đến -300V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông. Hơn nữa, lớp cacbon vô định hình thứ hai được tạo ra bằng cách sử dụng mục tiêu cacbon với sự phóng điện hồ quang với dòng điện nằm trong khoảng từ 50 đến 200A trong trạng thái mà điện thế phân cực xung nhịp nằm trong khoảng từ -100V đến -500V được áp cho vật liệu nền dùng làm vòng pittông.

Sự hình thành các lớp cacbon vô định hình thứ nhất và thứ hai được thực hiện mà không cần sử dụng khí xử lý chứa hydro. Hơn nữa, độ dày của lớp cacbon vô định hình thứ nhất được thiết lập là 2 nm, và độ dày của lớp cacbon vô định hình thứ hai được thiết lập là 398 nm. Tập hợp gồm một lớp cacbon vô định hình thứ nhất và một lớp cacbon vô định hình thứ hai được dát mỏng lặp lại thành các lớp gồm 13 tập hợp, và phần tổng hợp sau đó được đưa vào bước làm nhẵn bề mặt là quá trình hoàn thiện cuối cùng, nhờ đó đã thu được lớp phủ DLC dày 5 μ m.

Tiếp theo, các lớp phủ DLC thu được ở trên được đánh giá. Để bắt đầu, thử nghiệm đo lượng mòn bằng cách sử dụng máy thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại được thực hiện như sau.

Fig.9 thể hiện hình vẽ bên ngoài của thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại loại chốt-trên-tám. Đầu tiên, bằng cách sử dụng thép không gỉ mactensit làm vật liệu nền dùng làm vòng pittông có đường kính quy ước là 86 mm và độ rộng theo hướng

trượt là 1,2 mm, mỗi lớp phủ DLC của các ví dụ được mô tả ở trên và các ví dụ so sánh được tạo ra trên bề mặt ngoại vi bên ngoài của vật liệu nền để chuẩn bị vòng pittông có bề mặt trượt ngoại vi bên ngoài được xử lý. Chi tiết vòng pittông có độ dài chu vi là 20 mm được cắt ra khỏi mỗi điểm trong ba điểm, mà ở tại vị trí ở phía đối diện với khoảng hở của vòng pittông và tại vị trí 90° so với khoảng hở ở các phía tương ứng, và sau đó được thử nghiệm. Các chi tiết vòng pittông được cắt ra đó được đưa vào bước hoàn thiện cuối cùng sao cho các chi tiết vòng pittông được hoàn thiện đã có độ nhám bề mặt là 1,0µm xét theo chiều cao tối đa Rz với đường cong độ nhám bề mặt dạng bằng phẳng, và mỗi chi tiết vòng pittông này được sử dụng làm mẫu thử phía trên 100.

Mẫu thử phía dưới 110 là vật liệu tương ứng với tiêu chuẩn JIS FC250, tấm phẳng mô phỏng lỗ xi lanh làm từ gang graphit vảy có độ cứng là HRB100 với kết tủa cacbua là 3% được chuẩn bị với độ rộng là 17 mm, độ dài là 70 mm và độ dày là 14 mm, và sau đó được đưa vào bước hoàn thiện bề mặt cuối cùng với giấy nhám #600 sao cho tấm phẳng được hoàn thiện có độ nhám bề mặt là 1,2µm xét theo chiều cao tối đa Rz.

Các điều kiện của thử nghiệm đo lường mòn được thể hiện dưới đây. Đối với các bề mặt trượt của mẫu thử phía trên 100 và mẫu thử phía dưới 110, 150 µl dầu bôi trơn động cơ 0W-20, mà được sử dụng trong 400 giờ vận hành động cơ trên thực tế, được cung cấp trong khoảng thời gian thử nghiệm là 1 giờ.

Các điều kiện thử nghiệm

- Hành trình: 50 mm
- Tải trọng: 50N
- Tốc độ: 300 vòng/phút
- Nhiệt độ của mẫu thử phía dưới: 80°C (bằng cách sử dụng thiết bị làm nóng làm nóng mẫu thử phía dưới 122)
- Thời gian thử nghiệm: 60 phút

Đối với mỗi lớp phủ DLC thu được theo các ví dụ từ 1 đến 4 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 4, tỷ lệ thành phần sp^2 (%), độ cứng đập lõm nano, độ cứng Vickers, suất Young, số lượng hạt lớn P ($/10\mu m^2$), và chiết suất được đo. Các trị số đo được thể hiện trên bảng 1. Hơn nữa, như các kết quả của thử nghiệm mài mòn ma sát chuyển động qua lại, hệ số ma sát, tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC, tỷ lệ mòn của chi tiết đối, tổng tỷ lệ mòn, và sự đánh giá lượng mòn cũng được thể hiện trên bảng 1. Cần lưu ý rằng các trị số của các kết quả này của thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại đều là trị số trung bình của ba lần thử nghiệm. Trong thử nghiệm mài mòn ma sát chuyển động qua lại, hệ số ma sát được đo một phút sau khi bắt đầu thử nghiệm. Hơn nữa, các tỷ lệ mòn theo các ví dụ và các ví dụ so sánh được tính bằng cách lấy lượng mòn của lớp phủ DLC của ví dụ so sánh 1 là 50, lượng mòn của chi tiết tương ứng là 50, và tổng lượng mòn là 100.

Đánh giá lượng mòn

Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC là 40 hoặc thấp hơn, và tỷ lệ mòn của chi tiết đối là 40 hoặc thấp hơn: S

Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC là 50 hoặc thấp hơn, và tỷ lệ mòn của chi tiết đối là 40 hoặc thấp hơn: A

Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC là 50 hoặc thấp hơn, và tỷ lệ mòn của chi tiết đối là cao hơn so với 40: B

Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC là cao hơn so với 50, và tỷ lệ mòn của chi tiết đối là 40 hoặc thấp hơn: C

Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC là cao hơn so với 50, và tỷ lệ mòn của chi tiết đối là cao hơn so với 40: D

Bảng 1

Bảng 1											
	Tính chất của lớp phủ						Kết quả				
	Tỷ lệ thành phần sp ² (%)	Độ cứng được đo bằng phương pháp dấp lõm nano [GPa]	Độ cứng Vickers [HV]	Suất Young [GPa]	Số lượng hạt lớn P [10µm ²]	Chiết suất	Hệ số ma sát	Tỷ lệ mòn của lớp phủ DLC	Tỷ lệ mòn của chi tiết đối	Tổng tỷ lệ mòn	
Ví dụ 1	53	25,5	2000	248	2,00	2,326	0,087	46	33	79	A
Ví dụ 2	62	21,2	1700	211	1,50	2,392	0,086	41	28	69	A
Ví dụ 3	72	17,9	1450	177	0,40	2,573	0,085	20	22	42	S
Ví dụ 4	78	12,1	1000	120	1,90	2,367	0,092	36	32	68	S
Ví dụ so sánh 1	30	36,5	2500	302	8,00	2,238	0,103	50	50	100	B
Ví dụ so sánh 2	70	15,7	1300	202	5,40	2,281	0,100	43	53	96	B

Ví dụ so sánh 3	85	11,4	950	111	1,80	2,384	0,105	51	35	86	C
Ví dụ so sánh 4	42	31,2	2250	275	0,80	2,446	0,091	64	41	105	D
Lưu ý: Các kết quả của thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại là trị số trung bình của ba lần thử nghiệm											

Như được thể hiện trên bảng 1, hệ số ma sát nằm trong khoảng từ 0,085 đến 0,092 trong các ví dụ và từ 0,091 đến 0,105 trong các ví dụ so sánh. Trong khi đó, khi thử nghiệm mài mòn ma sát do chuyển động qua lại được thực hiện tách biệt dưới môi trường trượt sạch sẽ bằng cách sử dụng dầu bôi trơn động cơ mới, hệ số ma sát được tìm ra ở mức độ khoảng 0,06 trong tất cả các ví dụ và các ví dụ so sánh. Nghĩa là, thử nghiệm mài mòn ma sát được mô tả ở trên được thực hiện với giả định rằng môi trường của sau khi vận hành được kéo dài, và người ta tin rằng hệ số ma sát là cao do xảy ra sự mài mòn gây ra bởi các chất lắng đọng mà đã sinh ra bên trong động cơ và được chứa trong dầu bôi trơn động cơ đã qua sử dụng.

Hơn nữa, thử nghiệm bám dính được thực hiện để đánh giá sự bong tróc của mỗi lớp phủ DLC.

Đối với phương pháp thử nghiệm, đầu đập bằng kim cương hình nón được sử dụng trong thử nghiệm độ cứng bằng chia độ-C Rockwell theo tiêu chuẩn JIS B2245:2016 được đẩy vào bề mặt của mỗi lớp phủ DLC với trọng tải là 150 kgf (1471N) và, sau đó loại bỏ tải trọng, sự xuất hiện hoặc không xuất hiện hiện tượng bóc tách của lớp phủ xung quanh vết hằn được tạo ra đó được kiểm tra. Thử nghiệm được thực hiện ba lần cho mỗi lớp phủ DLC.

Fig.10 là các ảnh hiển vi laze mà được chụp trong thử nghiệm bám dính được mô tả ở trên và thể hiện sự xuất hiện hoặc không xuất hiện sự bong tróc lớp phủ DLC (các bản thay thế cho hình vẽ). Fig.10(A) thể hiện ảnh hiển vi laze của bề mặt lớp phủ mà được chụp ở độ phóng đại là $\times 200$, và phần màu đen hình tròn chỉ ra vết hằn tạo ra bởi đầu đập. Fig.10(B) thể hiện ảnh hiển vi laze của bề mặt lớp phủ mà được chụp ở độ phóng đại là $\times 1000$ và là sự phóng đại của phần được bao quanh bởi hình vuông trên Fig.10(A), và phần màu xám ở bên phải của vi ảnh chỉ ra vết hằn tạo ra bởi đầu đập. Đối

với kính hiển vi laze, VK-X150 được sản xuất bởi Tập đoàn KEYENCE được sử dụng. Như kết quả của thử nghiệm bám dính, không tìm thấy sự bong tróc trong tất cả các ví dụ và các ví dụ so sánh.

Các kết quả được mô tả ở trên của thử nghiệm mài mòn chỉ ra các xu thế giống như các kết quả của sự mòn trượt của các vòng pittông và các lỗ xi lanh mà được sử dụng trong các động cơ thực tế trên thị trường. Các kết quả thể hiện rằng các chất lắng đọng được sinh ra bên trong động cơ đã gây ra sự mài mòn; và các trị số lớn hơn của độ cứng bề mặt và suất Young đã dẫn đến độ mòn lớn hơn của chính các lớp phủ DLC và độ mòn lớn hơn của chi tiết đối.

Hơn nữa, trong các lớp phủ DLC đó mà chứa số lượng lớn các hạt lớn trong kiểu hình dạng dải tại các mặt cắt ngang của chúng, nhiều phần lồi được tạo ra trên bề mặt lớp phủ ngay sau khi tạo ra mỗi lớp phủ DLC, và các phần lồi này cao hơn $3\mu\text{m}$. Do đó, sau quá trình làm nhẵn bề mặt, có xu hướng khó thu được đường cong độ nhám được làm mượt bằng phẳng mà không có các đỉnh có thể nhìn thấy được như được thể hiện trên Fig.7(B).

Trong các lớp phủ DLC đó mà chứa số lượng lớn các hạt lớn, vì nhiều vết rỗ (tương ứng với các phần trũng xuống của đường cong độ nhám được thể hiện trên Fig.8(B)) được tạo ra trên bề mặt lớp phủ sau quá trình làm nhẵn bề mặt, lượng mòn của chi tiết tương ứng được tăng lên và, cùng lúc này, sự mòn các lớp phủ DLC này cũng tốt lên.

Danh sách số chỉ dẫn

- 10, 20: vòng pittông
- 11, 21: vật liệu nền dùng làm vòng pittông
- 12, 22: lớp phủ DLC
- 13, 23: lớp dưới

24: lớp nền

100: mẫu thử phía trên

110: mẫu thử phía dưới

120: khối di chuyển được

122: bộ phận làm nóng làm nóng mẫu thử phía dưới

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vòng pittông được sử dụng có sự xuất hiện của dầu bôi trơn động cơ, vòng pittông bao gồm lớp phủ cacbon dạng kim cương (diamond-like carbon, DLC) trên bề mặt trượt ngoài vi bên ngoài,

trong đó lượng hydro được chứa trong lớp phủ DLC là 5% theo nguyên tử hoặc nhỏ hơn, và trong đó lớp phủ DLC có tỷ lệ thành phần sp^2 nằm trong khoảng từ 0,5 đến 0,85 khi được đo bởi TEM-EELS (transmission electron microscope-electron energy loss spectroscopy) bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM-transmission electron microscope) kết hợp với phổ tổn hao năng lượng điện tử (EELS-electron energy loss spectroscopy), cũng như độ cứng của lớp phủ nằm trong khoảng từ 12 GPa đến 26 GPa, suất Young là 250 GPa hoặc nhỏ hơn khi được đo bằng phương pháp dấp lõm nano, chiết suất nằm trong khoảng từ 2,3 đến 2,6 tại bước sóng là 550 nm khi được đo bởi phổ kế phân cực elip.

2. Vòng pittông theo điểm 1, trong đó lớp phủ DLC có suất Young là 200 GPa hoặc nhỏ hơn.

3. Vòng pittông theo điểm 1, trong đó số lượng hạt lớn trong lớp phủ DLC, mà được quan sát trên ảnh $\times 10000$ của mặt cắt ngang của lớp phủ DLC mà được chụp theo hướng chiều dày dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM), là 2 hoặc ít hơn trên mỗi $10\mu m^2$.

4. Vòng pittông theo điểm 1, trong đó lớp phủ DLC có độ cứng của lớp phủ là 20 GPa hoặc nhỏ hơn.

5. Vòng pittông theo điểm 1, trong đó lớp phủ DLC bao gồm lớp dưới chứa Ti, Cr, hoặc Si.

6. Vòng pittông theo điểm 1, trong đó lớp phủ DLC có độ dày màng là $1\mu m$ hoặc lớn hơn.

7. Vòng pittông được sử dụng có sự có mặt của dầu bôi trơn động cơ, vòng pittông bao gồm lớp phủ DLC trên bề mặt trượt ngoài vi bên ngoài,

trong đó số lượng hạt lớn trong lớp phủ DLC, mà được quan sát trên ảnh $\times 10000$ của mặt cắt ngang của lớp phủ DLC mà được chụp theo hướng chiều dày dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM), là 2 hoặc ít hơn trên mỗi $10\mu\text{m}^2$ và lớp phủ DLC có độ cứng Vickers nằm trong khoảng từ 1000HV đến 1500HV.

8. Vòng pittông theo điểm 7, trong đó lớp phủ DLC có chiết suất là 2,3 hoặc cao hơn tại bước sóng là 550nm khi được đo bởi phổ kế phân cực elip.

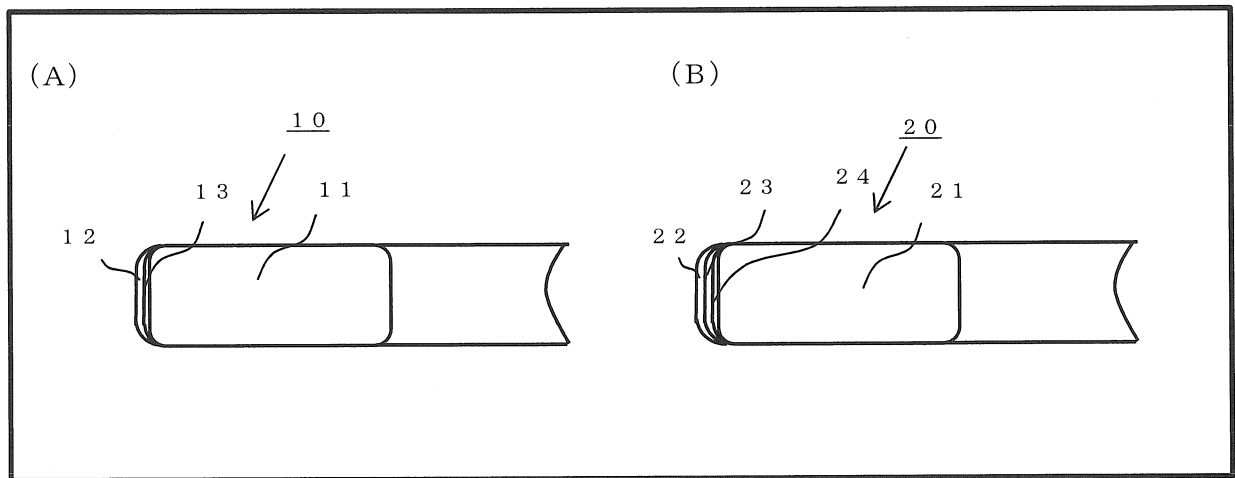


Fig.1

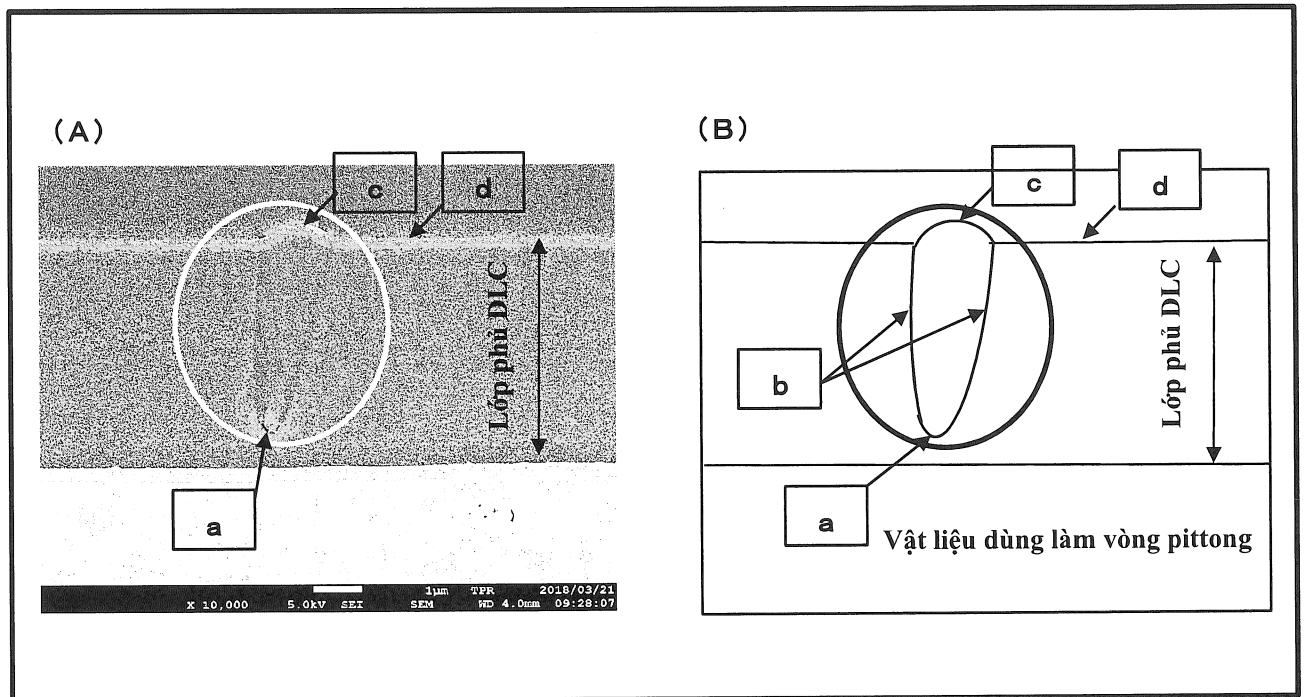


Fig.2

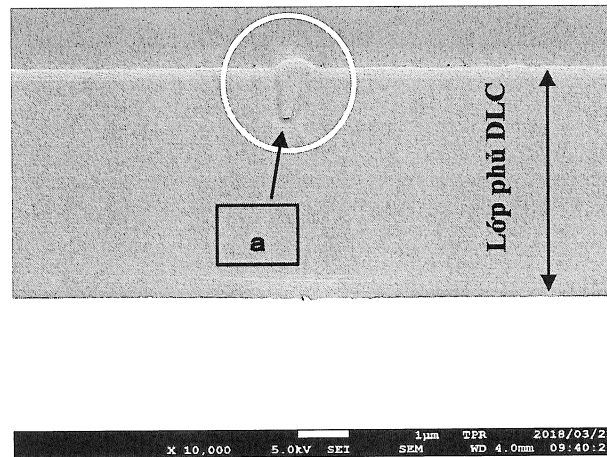


Fig.3

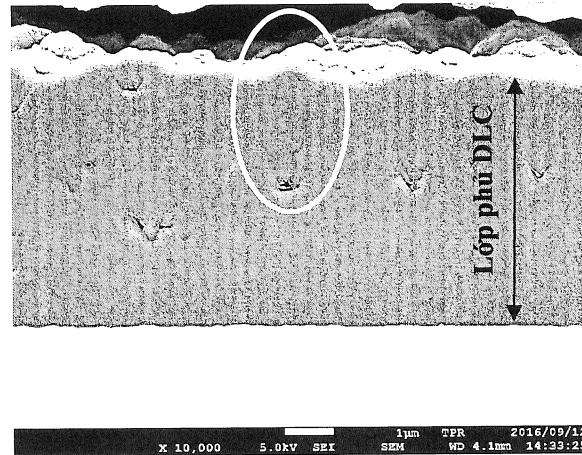


Fig.4

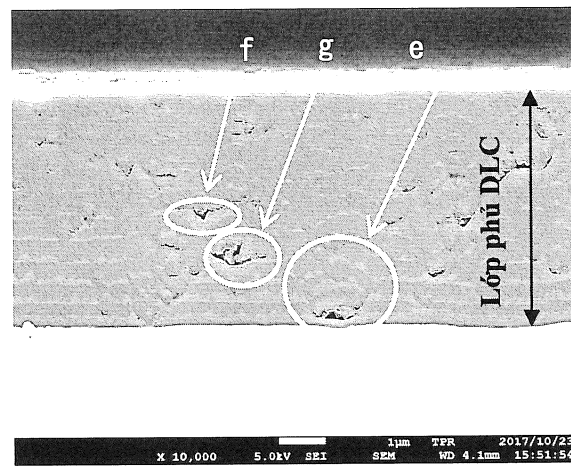


Fig.5

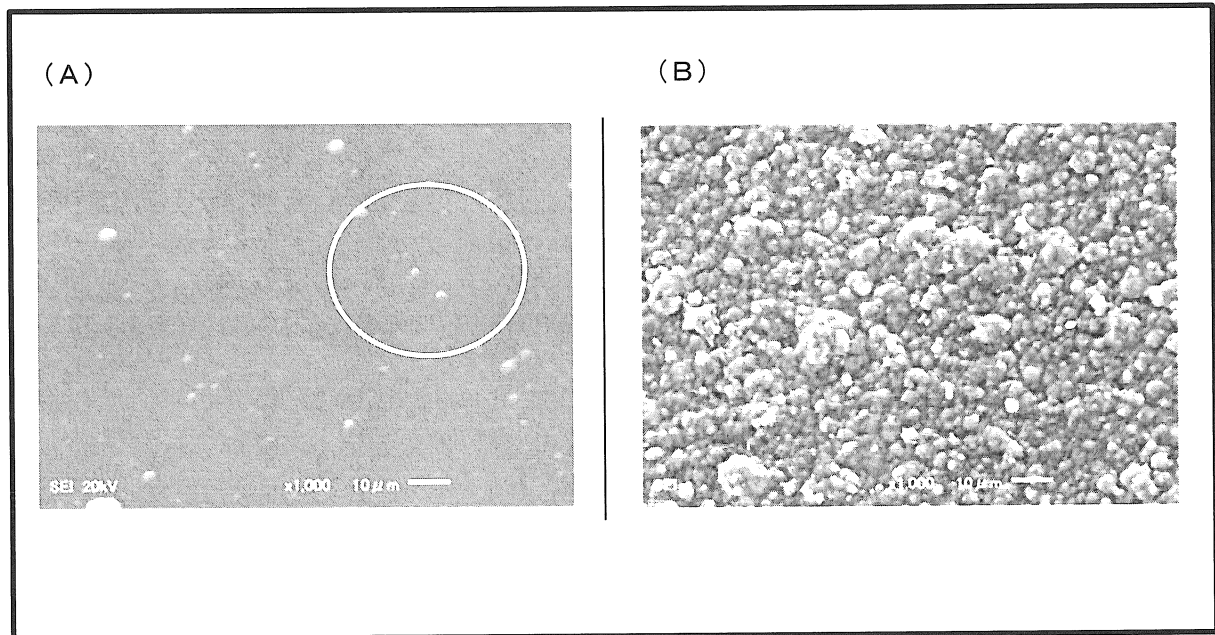


Fig.6

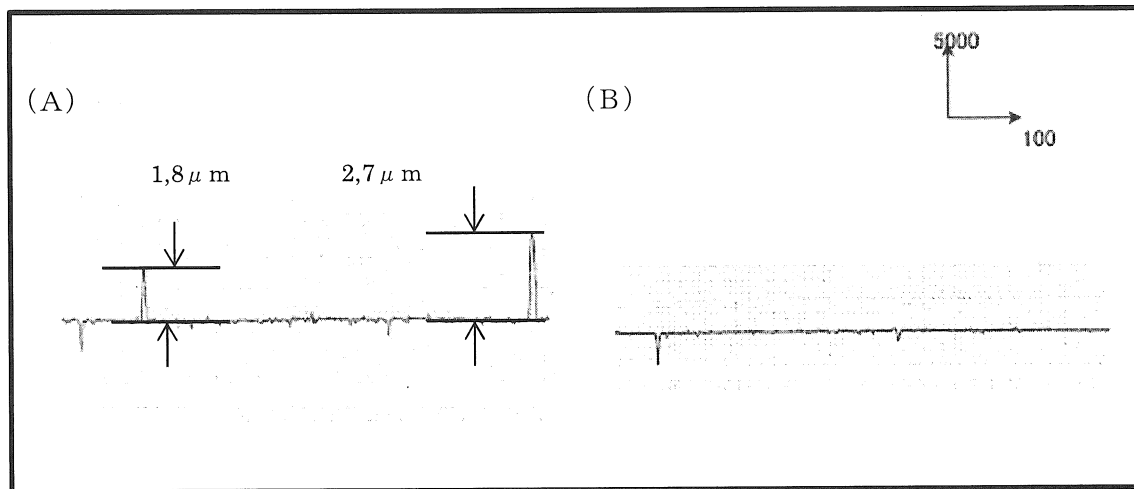


Fig.7

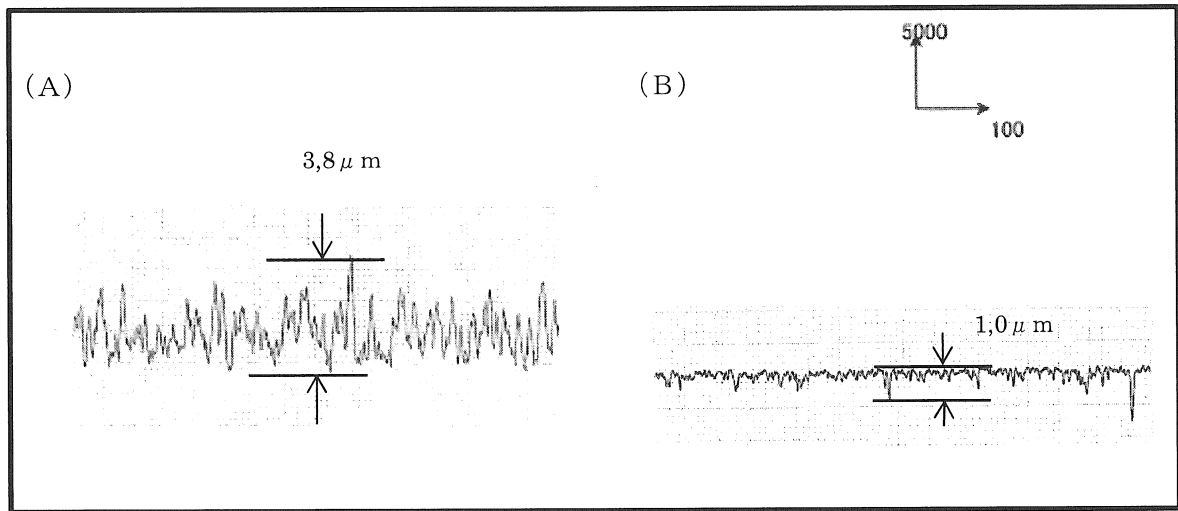


Fig.8

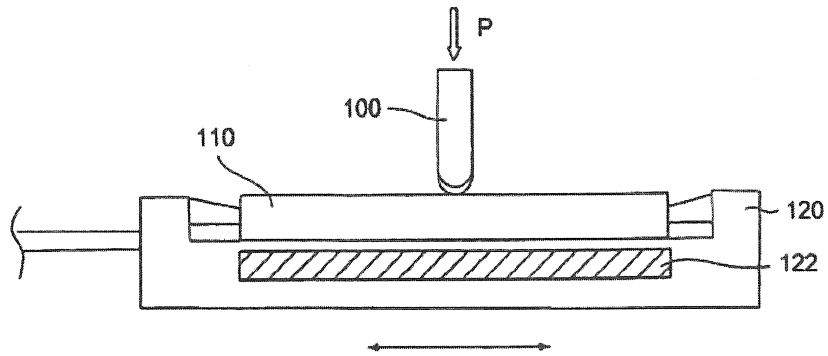


Fig.9

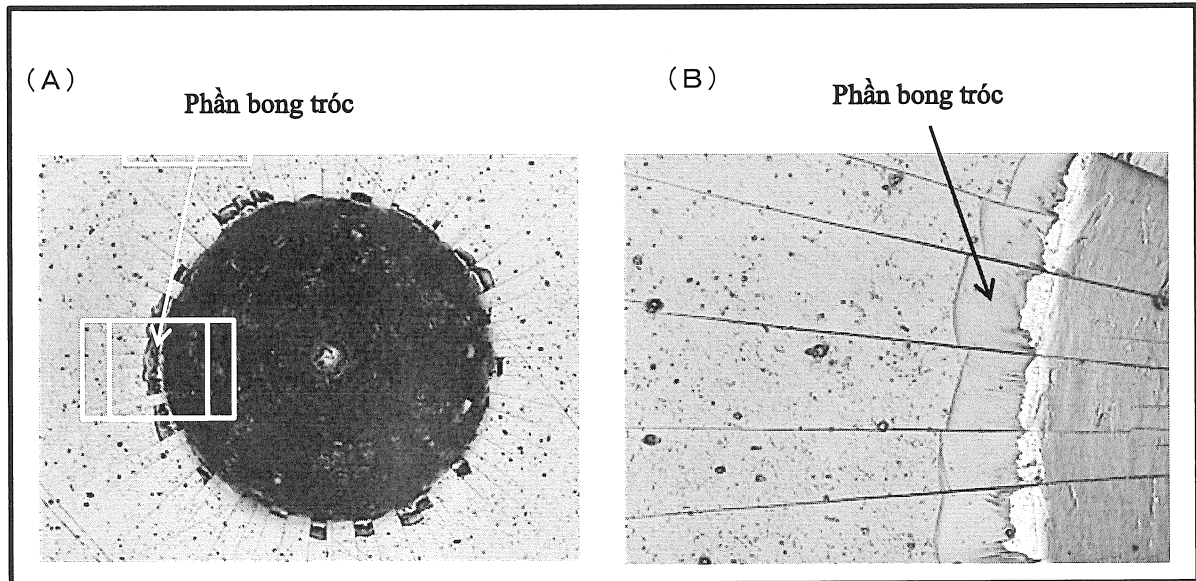


Fig.10