

NGHIÊN CỨU ẢNH HƯỞNG CỦA ÁP SUẤT PHÚN XẠ TỚI TỐC ĐỘ LẮNG ĐỘNG CỦA LỚP PHỦ CrN TRÊN NỀN THÉP SKD6

RESEARCHING THE EFFECT OF SPRING PRESSURE ON THE LUXURY SPEED OF CrN COATING ON SKD6 STEEL BACKGROUND

TS. Đặng Văn Trường¹, TS. Phạm Văn Liệu²

¹Khoa Kỹ thuật Công nghệ, Trường Đại học Hùng Vương

²Khoa Cơ khí, Trường Đại học Kinh tế Kỹ thuật Công nghiệp

TÓM TẮT

Trong kỹ thuật phun xạ, áp suất khí là một trong những thông số quan trọng. Nó ảnh hưởng tới tốc độ bóc tách vật liệu đế cũng như tốc độ lắng đọng lớp phủ. Nội dung bài báo khảo sát sự ảnh hưởng của áp suất đến tốc độ lắng đọng của lớp phủ CrN trên nền thép SKD6 bằng phương pháp phun xạ xung một chiều có từ trường (Pulsed DC magnetron), có sử dụng phần mềm EZ v4.12 tích hợp trên kính hiển vi quang học Leica DM750M để xác định chiều dày lớp phủ. Kết quả nghiên cứu cho thấy khi áp suất tăng, tốc độ lắng đọng của lớp phủ cũng có xu hướng tăng và đạt giá trị lớn nhất là 0,042 ($\mu\text{m/phút}$) trong miền áp suất khoảng $9 \cdot 10^{-3}$ mBar. Tuy nhiên, khi áp suất tiếp tục tăng, tốc độ lắng đọng lại có xu hướng giảm.

Từ khóa: Phun xạ xung một chiều; Lớp phủ CrN; Thép SKD6; Áp suất phun xạ; Tỷ lệ lắng đọng.

ABSTRACT

In sputtering engineering, gas pressure is one of the important parameters. It affects the rate of substrate material removal as well as coating deposition rate. The content of the article investigates the influence of pressure on the deposition rate of CrN coating on SKD6 steel base by pulsed sputtering method with magnetic field (Pulsed DC magnetron), using EZ software v4.12 integrated on the Leica DM750M optical microscope for coating thickness determination. Research results show that when the pressure increases, the deposition rate of the coating also tends to increase and reaches the maximum value of 0.042 ($\mu\text{m/min}$) in the pressure domain of about $9 \cdot 10^{-3}$ mBar. However, as the pressure continues to increase, the deposition rate tends to decrease.

Keywords: Pulse DC sputtering; CrN coating; Sputtering pressure; Deposition rate.

1. GIỚI THIỆU

Trong những năm gần đây, lớp phủ cứng gốc crôm (Cr) đã được nhiều nhà khoa học trên thế giới quan tâm nghiên cứu. Có nhiều phương pháp để tạo lớp phủ gốc (Cr) như phương pháp phun xạ [1, 2], phương pháp hồ quang chân không [3]... Trong đó, phương pháp phun xạ được áp dụng phổ biến trong các ngành công nghiệp, do lớp phủ có nhiều tính ưu việt hơn so với các phương pháp tạo lớp phủ khác.

Đã có nhiều nghiên cứu về lớp phủ CrN như khả năng chịu ăn mòn và mài mòn rất cao, hệ số ma sát thấp của lớp phủ CrN [1, 4]. Lớp phủ CrN cứng, ít giòn hơn TiN, và duy trì độ ổn định cơ tính tới 700°C nên nó phù hợp bảo vệ ăn mòn và mài mòn đối với các chi tiết máy làm việc ở nhiệt độ cao [5]. Với những ưu điểm như vậy, lớp phủ CrN được ứng dụng để làm lớp bảo vệ bề mặt cho các bộ phận của động cơ ô tô, ô trục, khuôn đúc áp lực, khuôn dập kim loại, dụng cụ cắt gọt... [6].

Các kết quả nghiên cứu cho thấy lớp phủ cứng CrN được chế tạo bằng phương pháp phun xạ cho độ cứng cao, khả năng chịu mài mòn tốt, độ bám dính tốt, hệ số ma sát thấp và đặc biệt là khả năng chống dính cao. Đồng thời, các nghiên cứu cũng cho thấy quá trình hình thành lớp phủ phụ thuộc vào các thông số công nghệ như ảnh hưởng của lưu lượng khí [7]; ảnh hưởng của tần số xung và nhiệt độ mẫu phủ [2]. Tuy nhiên, chưa có nghiên cứu nào làm rõ ảnh hưởng của áp suất tới quá trình hình thành lớp phủ CrN. Trong bài báo này, nhóm tác giả nghiên cứu, chế tạo lớp phủ CrN trên nền thép SKD6, bằng phương pháp phun xạ xung một chiều có từ trường (Pulsed DC magnetron), sau đó tiến hành khảo sát ảnh hưởng của áp suất phun xạ đến tỷ lệ lắng đọng và chiều dày của lớp phủ CrN.

2. VẬT LIỆU, THIẾT BỊ VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu thí nghiệm

Vật liệu là nền thép SKD6 có kích thước Ø50 mm x 10 mm phù hợp với thiết bị thí nghiệm.

Vật liệu phủ là bia Crôm dạng trụ (99,995%) có kích thước Ø50 mm x 8 mm, được cung cấp bởi hãng Kurt J. Lesker - Mỹ.

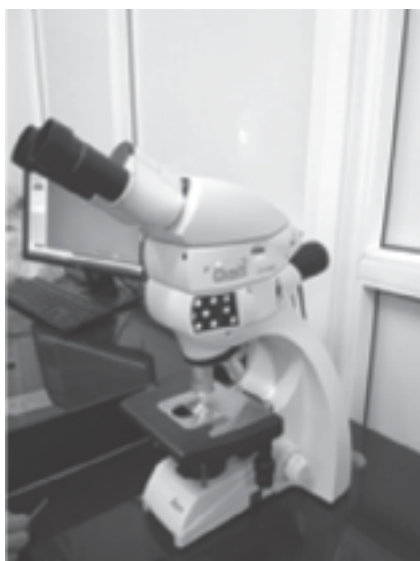
2.2. Thiết bị thí nghiệm

Quá trình tạo lớp phủ CrN được thực hiện trên hệ thống phun xạ Univex 400 của hãng LEYBOLD - Đức, như hình 1.

Trước khi phủ, mẫu được mài phẳng, đánh bóng bề mặt và làm bằng phương pháp hoá học như rửa trong dung dịch acetone với bể rửa siêu âm trong thời gian 10 phút để tẩy dầu mỡ vết bẩn trên bề mặt mẫu, sau đó sấy khô nhẹ trước khi đưa vào buồng chân không. Các thông số công nghệ của quá trình tạo lớp phủ CrN được lựa chọn như trong bảng 1.



Hình 1. Thiết bị phun xạ UNIVEX 400.



Hình 2. Kính hiển vi LEICA DM750M.

Bảng 1. Thông số công nghệ tạo lớp phủ CrN.

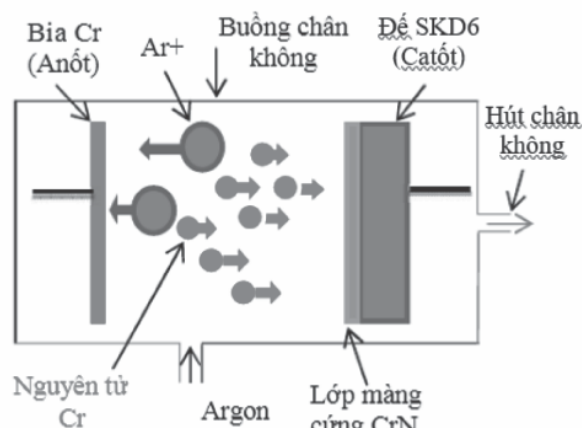
Lưu lượng khí Ar	12 sccm
Lưu lượng khí N ₂	6.2 sccm
Áp suất cơ sở	$5 \cdot 10^{-6}$ mbar
Áp suất phun xạ	$2 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 10^{-2}$ mbar
Công suất nguồn	150 w
Tần số xung	100 KHz
Thời gian phun xạ	90 phút
Khoảng cách bia đế	10 cm

Chiều dày của lớp phủ CrN trên mẫu nền thép SKD6 được đo bằng kính hiển vi quang học LEICA DM750M như hình 2.

Mặt cắt ngang của đế SKD6 có lớp phủ CrN được quan sát trên kính hiển vi quang học với độ phóng đại 200 lần. Chiều dày lớp phủ được xác định thông qua phần mềm EZ v4.12 tích hợp trên kính hiển vi quang học Leica DM750M.

2.3. Cơ chế hình thành lớp phủ CrN

Đặt điện áp xung DC có tần số lặp đủ cao ($0 \div 350$ kHz giữa Catốt và Anốt, hình 3), các ion năng lượng cao Ar⁺ trong trường plasma bắn phá bề mặt bia Cr “lấy” ra các phần tử vật liệu của bia. Các nguyên tử Cr sau khi tách khỏi bia va chạm với các ion khác trong môi trường plasma trở thành những ion Cr chuyển động về phía đế SKD6, trong quá trình chuyển động kết hợp với các ion của khí nitơ lắng đọng lên đế SKD6 tạo thành lớp phủ CrN.



Hình 3. Cơ chế phun xạ xung DC

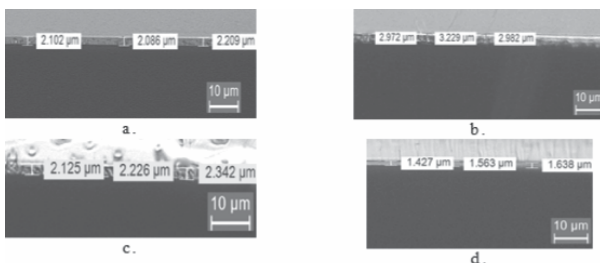
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Quá trình thí nghiệm được chia thành hai giai đoạn nhằm xác định giá trị áp suất tối ưu cho tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ, lắng đọng của lớp phủ có thể được xác định bằng tỷ số của chiều dày chia cho thời gian thực hiện lớp phủ. Giai đoạn 1: Quá trình thí nghiệm được tiến hành với áp suất phun xạ thay đổi từ $2 \cdot 10^{-3}$ mBar đến $2 \cdot 10^{-2}$ mBar với bước thay đổi áp suất lớn ($6 \cdot 10^{-3}$ mBar). Chiều dày lớp phủ CrN trên nền thép SKD6 được đo bằng kính hiển vi quang học LEICA DM750M tiến hành đo tại 3 vị trí khác nhau trên mặt cắt ngang của mẫu thí nghiệm. Kết quả đo chiều dày trung bình của lớp phủ cho trong bảng 2.

Bảng 2. Chiều dày và tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ CrN tương ứng với các áp suất phun xạ khác nhau.

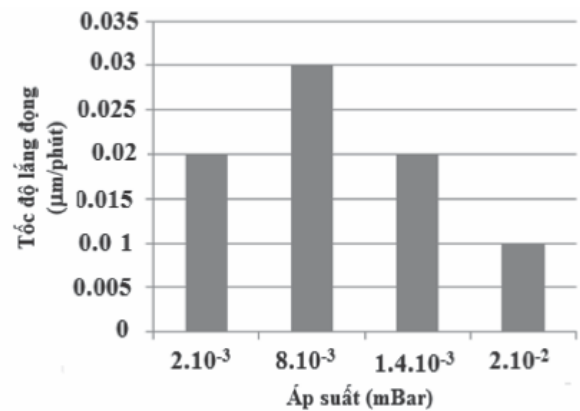
Áp suất (mBar)	Chiều dày (μm)	Tỷ lệ lắng đọng (μm/phút)
2.10^{-3}	2.132	0.023
8.10^{-3}	3.061	0.034
$1,4.10^{-2}$	2.230	0.024
2.10^{-2}	1.540	0.017

Từ hình 4 và hình 5 cho thấy, lớp phủ được phân bố tương đối đều trên toàn bộ diện tích bề mặt của mẫu. Lớp phủ CrN trên các mẫu thí nghiệm có chiều dày trung bình và tỷ lệ lắng đọng khác nhau phụ thuộc vào sự thay đổi của áp suất tương ứng. Trong đó, chiều dày trung bình của lớp phủ trên hình 3b đạt giá trị lớn nhất là 3,061 (μm) tương ứng với tỷ lệ lắng đọng 0,030 (μm/phút) tại miền áp suất 8.10^{-3} (mBar), còn chiều dày trung bình trên hình 3d đạt giá trị nhỏ nhất là 1,540 (μm) tương ứng với tỷ lệ lắng đọng 0,010 (μm/phút) tại miền áp suất 2.10^{-2} (mBar).



Hình 4. Chiều dày lớp phủ với áp suất phun xạ thay đổi:

- a) 2.10^{-3} mBar; b) 8.10^{-3} mBar;
c) $1,4.10^{-2}$ mBar; d) 2.10^{-2} mBar.



Hình 5. Tốc độ lắng đọng với các áp suất khác nhau.

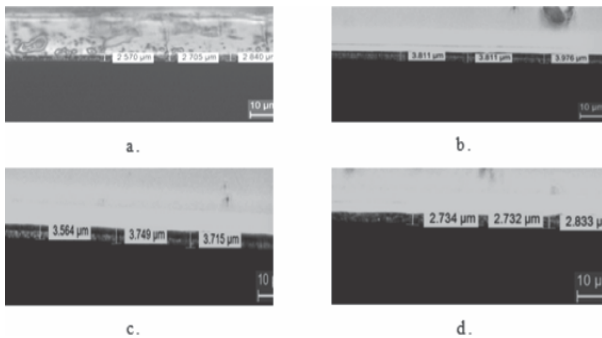
Giai đoạn 2: Thí nghiệm tiếp tục được tiến hành với bước thay đổi áp suất nhỏ (1.10^{-2} mBar) lân cận giá trị áp suất tương ứng với tỷ lệ lắng đọng lớn nhất được xác định từ giai đoạn 1. Quá trình đo chiều dày lớp phủ CrN cũng được tiến hành tại 3 vị trí khác nhau, trên mặt cắt ngang của mẫu thí nghiệm. Kết quả đo chiều dày trung bình của lớp phủ cho trong bảng 3.

Bảng 3. Chiều dày và tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ CrN tương ứng với các áp suất phun xạ khác nhau.

Áp suất (mBar)	Chiều dày (μm)	Tỷ lệ lắng đọng (μm/phút)
7.10^{-3}	2.705	0.030
8.10^{-3}	3.061	0.034
9.10^{-3}	3.866	0.042
1.10^{-2}	3.676	0.040
$1,1.10^{-2}$	2.766	0.030



Từ hình 6 cho thấy, lớp phủ cũng được phân bố tương đối đều trên toàn bộ diện tích bề mặt của mẫu. Lớp phủ CrN trên các mẫu thí nghiệm có chiều dày trung bình và tỷ lệ lắng đọng khác nhau phụ thuộc vào sự thay đổi của áp suất tương ứng. Trong đó, chiều dày trung bình của lớp phủ trên hình 5b đạt giá trị lớn nhất là 3,866 (μm) tương ứng với tỷ lệ lắng đọng 0,042 ($\mu\text{m}/\text{phút}$) tại miền áp suất 9.10^{-3} (mBar), còn chiều dày trung bình trên hình 3a đạt giá trị nhỏ nhất là 2,705 (μm) tương ứng với tỷ lệ lắng đọng 0,030 ($\mu\text{m}/\text{phút}$) tại miền áp suất 7.10^{-3} (mBar).

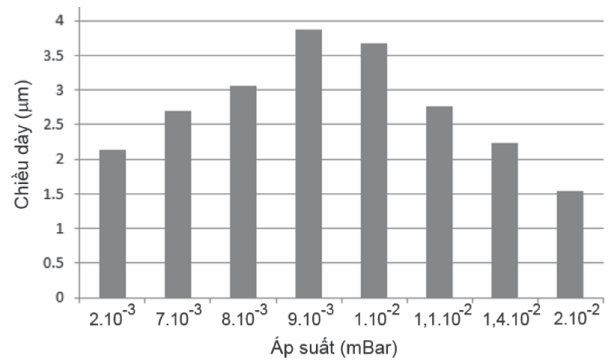


Hình 6. Chiều dày lớp phủ với áp suất phun xạ thay đổi:

- a) 7.10^{-3} mBar; b) 9.10^{-3} mBar;
c) 1.10^{-2} mBar; d) $1,1.10^{-2}$ mBar.

Hình 7 là đồ thị 2D biểu diễn ảnh hưởng của áp suất tới sự hình thành lớp phủ CrN bằng phương pháp phun xạ của cả hai giai đoạn thí nghiệm.

Từ đồ thị cho thấy, khi tăng áp suất phun xạ trong khoảng từ 2.10^{-3} (mBar) đến 9.10^{-3} (mBar) tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ có xu hướng tăng dần từ 0,020 ($\mu\text{m}/\text{phút}$) đến 0,042 ($\mu\text{m}/\text{phút}$). Điều này có thể giải thích như sau, do mật độ khí trong buồng phun xạ tăng sẽ làm tăng lượng ion Ar va chạm với bia để bứt ra nhiều nguyên tử Cr hơn.



Hình 7. Chiều dày lớp phủ với các áp suất phun xạ thay đổi.

Khi tiếp tục tăng áp suất trong khoảng từ 1.10^{-2} (mBar) đến 2.10^{-2} (mBar), tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ có xu hướng giảm dần từ 0,040 ($\mu\text{m}/\text{phút}$) xuống 0,010 ($\mu\text{m}/\text{phút}$). Hiện tượng này có thể được giải thích do mật độ khí trong buồng tăng cao làm cho sự va chạm của các phân tử trong buồng phun xạ tăng lên, quãng dịch chuyển tự do trung bình của các hạt giảm từ đó làm giảm tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ.

Kết quả nghiên cứu trên cho thấy có sự tương đồng với kết quả nghiên cứu của H. N. Shah và các cộng sự [8].

4. KẾT LUẬN

Trong nghiên cứu này, các thí nghiệm tạo lớp phủ CrN trên nền thép SKD6 được tiến hành với thiết bị phun xạ UNIVEX 400 nhằm đánh giá ảnh hưởng của áp suất tới tỷ lệ lắng đọng hình thành lớp phủ. Chiều dày lớp phủ được xác định bằng kính hiển vi quang học LEICA DM750M được tích hợp với phần mềm EZ v4.12. Kết quả cho thấy, khi tăng áp suất phun xạ trong khoảng từ 2.10^{-3} (mBar) đến 9.10^{-3} (mBar), tỷ lệ lắng đọng của lớp phủ có xu hướng tăng dần từ 0,020 ($\mu\text{m}/\text{phút}$) đến 0,042 ($\mu\text{m}/\text{phút}$). Khi tiếp tục tăng áp suất trong khoảng từ 1.10^{-2} (mBar) đến 2.10^{-2} (mBar), tỷ lệ

lắng đọng của lớp phủ có xu hướng giảm dần từ 0,040 ($\mu\text{m/phút}$) xuống 0,010 ($\mu\text{m/phút}$).

Kết quả nghiên cứu là tài liệu tham khảo cho các nhà sản xuất lựa chọn các thông số áp suất hợp lý khi thực hiện gia công mới hoặc phục hồi khuôn đúc áp lực trên nền thép SKD6. Mọi thông tin xin liên hệ với tác giả qua email: pvlieu@uneti.edu.vn. ❖

Ngày nhận bài: 25/7/2022

Ngày phản biện: 12/8/2022

Tài liệu tham khảo:

- [1]. Trần Văn Đua, Phạm Đức Cường, Đào Duy Trung, 2015; *Nghiên cứu đặc tính ma sát và mài mòn của màng CrN tạo trên nền thép SKD11 bằng phương pháp phun xạ*. Tạp chí Cơ khí Việt Nam, số 5.2015.
- [2]. Trần Văn Đua, 2017; *Nghiên cứu công nghệ tạo lớp phủ cứng crom nitrit (CrN) để nâng cao tuổi thọ khuôn dập nguội*. Luận án tiến sĩ, Viện Nghiên cứu Cơ khí.
- [3]. M. Oden, C. Ericsson, G. Hakansson, and H.Ljungcrantz, 1999; *Microstructure and mechanical behaviour of arc – evaporated Cr-N coatings*. Journal of Surface and Coatings Technology, vol. 114, 39 – 51.
- [4]. L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow, Z. Wang, 1999; *Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques*. Thin Solid Films, 465-471.
- [5]. B. N. avinsek, P. Panjan, and I. Milosev, 1997; *Industrial application of CrN (PVD) coatings*. Journal of Surface and Coatings technology, vol. 97, 182 – 191.
- [6]. Gabriela Strnad, 2010; *Latest developments in PVD coatings for tooling*. Scientific Bulletin of the Petru Maior University of Targu Mures, Vol. 7, 32-37.
- [7]. Jyh-Wei Lee, Shih-Kang Tien, Yu-Chu Kuo, Chih-Ming Chen, 2006; *The mechanical properties evaluation of the CrN coatings deposited by the pulsed DC reactive magnetron sputtering*. Journal of Surface & Coatings Technology, Vol. 200, Issue 10, 3330-3335.
- [8]. H. N. Shah, R. Jayaganthan & D. Kaur, 2010; *Effect of sputtering pressure and temperature on DC magnetron sputtered CrN films*. Journal Surface Engineering, Volume 26, Issue 8, 629-637.

