

MỞ ĐẦU

1. Lý do chọn đề tài

Trên thế giới, các lớp phủ cứng được sử dụng để bảo vệ bề mặt cho dụng cụ của quá trình gia công cơ khí như dụng cụ cắt gọt, dụng cụ tạo hình, các loại khuôn gia công áp lực ... nhằm giảm mài mòn và cào xước, tăng độ bền và tuổi thọ dụng cụ. Các nước hàng đầu về khoa học công nghệ như Mỹ, Nhật, Đức, hay Hàn Quốc đã, đang và tiếp tục đầu tư nghiên cứu chế tạo các lớp phủ cứng và vật liệu với tính năng siêu việt dùng trong các ứng dụng đặc biệt trong công nghiệp vũ trụ, quốc phòng. Bên cạnh đó các nước trong khu vực như Đài loan, Trung quốc hay Thái lan cũng đầu tư mạnh mẽ vào công nghệ bề mặt trong đó có chế tạo các lớp phủ cứng bảo vệ bề mặt và đạt được những thành tựu đáng khích lệ.

Những năm gần đây, các lớp phủ cứng bắt đầu nhận được nhiều sự quan tâm của các nhà khoa học và kỹ sư trong nước. Các đề tài cấp nhà nước đã đưa công nghệ tạo các lớp phủ cứng vào chương trình nghiên cứu thử nghiệm trên dụng cụ cắt kim loại và khuôn nhựa. Các nghiên cứu đã tiến hành chủ yếu tập trung vào tạo lớp phủ cứng trên cơ sở vật liệu Ti. Các kết quả đạt được từ các đề tài trên ở cấp độ phòng thí nghiệm, chưa thấy ứng dụng cho các sản phẩm thương mại. Với các lớp phủ cứng gốc Cr cũng đã được nghiên cứu, tuy nhiên khả năng bám dính của lớp phủ với lớp nền, đặc tính ma sát của lớp phủ là những tính chất cơ học quan trọng nhất quyết định chất lượng và khả năng ứng dụng của lớp phủ chưa được nghiên cứu đánh giá đầy đủ. Trên cơ sở đó đề tài nghiên cứu của luận án được chọn là:

“Nghiên cứu công nghệ tạo lớp phủ cứng crom nitrit (CrN) để nâng cao tuổi thọ khuôn dập nguội” có ý nghĩa khoa học công nghệ, kinh tế tốt.

2. Mục tiêu nghiên cứu

- Lựa chọn các thông số công nghệ của quá trình phủ có ảnh hưởng lớn nhất đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11;
- Xác định mối quan hệ giữa lực bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 và một số thông số công nghệ của quá trình phủ. Trên cơ sở đó, xác định bộ thông số công nghệ hợp lý để phủ CrN trên nền thép SKD11;
- Đánh giá đặc tính ma sát của lớp phủ CrN;
- Ứng dụng vào thực tế sản xuất.

3. Đối tượng và giới hạn nghiên cứu

3.1. Đối tượng nghiên cứu

Đối tượng nghiên cứu của đề tài là quá trình tạo phủ CrN trên mẫu thép SKD11 bằng phương pháp phun xạ xung DC. Các thông số công nghệ là các đối tượng nghiên cứu cụ thể của đề tài. Độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11; hệ số ma sát, tốc độ mòn của lớp phủ CrN và tuổi thọ của khuôn dập nguội phủ CrN là các thông số chính để đánh giá kết quả của đề tài.

3.2. Giới hạn nghiên cứu

- Chỉ nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) của phương pháp phun xạ xung DC đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 trong điều kiện phòng thí nghiệm;
- Thực nghiệm xác định hệ số ma sát và tốc độ mòn của lớp phủ CrN trong điều kiện phòng thí nghiệm;

- Lắng đọng lớp phủ CrN trên bề mặt làm việc của cối dập nguội với vật liệu làm khuôn là thép SKD11, khảo sát tuổi thọ của cối dập nguội trong điều kiện sản xuất.

4. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài

4.1. Ý nghĩa khoa học

Kết quả nghiên cứu có những ý nghĩa khoa học là:

- Dùng phương pháp phún xạ xung DC để nâng cao chất lượng bề mặt của dụng cụ;
- Xác định được ảnh hưởng của thông số công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) của phương pháp phún xạ xung DC đến độ bám dính của lớp phủ với lớp nền;
- Đánh giá được đặc tính ma sát và mài mòn của lớp phủ.

4.2. Ý nghĩa thực tiễn của đề tài luận án

Kết quả nghiên cứu có những ý nghĩa thực tiễn là:

- Xác lập bộ 3 thông số công nghệ: tần số xung, lưu lượng khí nitơ, nhiệt độ mẫu phủ để ứng dụng cho khuôn dập nguội;
- Có thể tiếp tục nghiên cứu ứng dụng tạo lớp phủ bằng phương pháp phún xạ xung DC vào thực tế cho bề mặt một số chi tiết và dụng cụ.

5. Phương pháp nghiên cứu: Nghiên cứu lý thuyết kết hợp với thực nghiệm.

5.1. Nghiên cứu lý thuyết

- Nghiên cứu công nghệ tạo lớp phủ cứng trên bề mặt dụng cụ và chi tiết. Các đặc tính của lớp phủ cứng được chế tạo bằng công nghệ CVD và PVD. Giải pháp để nâng cao tuổi thọ của khuôn dập nguội;
- Nghiên cứu cơ sở lý thuyết của quá trình phún xạ, phương pháp phún xạ xung DC và các phương pháp đánh giá đặc tính của lớp phủ. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của một số thông số công nghệ của quá trình phún xạ xung DC đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11.

5.2. Thực nghiệm:

Phủ CrN trên mẫu thép SKD11 bằng phương pháp phún xạ xung DC, sau đó tiến hành đo độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 trong điều kiện phòng thí nghiệm, xử lý số liệu đo được bằng phương pháp qui hoạch thực nghiệm để xác định bộ thông số công nghệ phù hợp lý, xác định đặc tính ma sát của lớp phủ. Sau đó phủ lên khuôn dập nguội (vật liệu làm khuôn là thép SKD11) và khảo nghiệm tuổi thọ của khuôn trong điều kiện sản xuất.

6. Cấu trúc luận án

Luận án được trình bày gồm 4 chương ngoài phần mở đầu và phần kết luận

Chương 1: Tổng quan các vấn đề nghiên cứu

Chương 2: Phương pháp phún xạ xung DC

Chương 3: Vật liệu, thiết bị và phương pháp nghiên cứu

Chương 4: Xác định ảnh hưởng của một số thông số công nghệ đến độ bám dính của lớp phủ với nền thép SKD11, đánh giá đặc tính ma sát của lớp phủ và ứng dụng trên khuôn dập nguội

CHƯƠNG 1: TỔNG QUAN CÁC VẤN ĐỀ NGHIÊN CỨU

1.1. Công nghệ tạo lớp phủ cứng trên bề mặt chi tiết và dụng cụ

1.1.1. Công nghệ thấm nitơ

Thấm Nitơ là phương pháp khuếch tán nitơ vào bề mặt chi tiết với mục đích tăng độ cứng và tăng tính chịu mài mòn. Thấm nitơ thường thực hiện ở nhiệt độ thấp ($480\div 650^{\circ}\text{C}$) để không làm hỏng tổ chức sau khi tôi. Quá trình thấm nitơ gồm các giai đoạn sau: Giai đoạn phân tích là quá trình tách nguyên tử nitơ; giai đoạn hấp thụ là quá trình nguyên tử nitơ hoạt tính hấp thụ vào bề mặt chi tiết nhờ lực hấp dẫn; giai đoạn khuếch tán là quá trình các nguyên tử nitơ hoạt tính hấp thụ trên bề mặt chi tiết sẽ khuếch tán vào sâu từ bề mặt ở điều kiện nhiệt độ tương đối cao ($500\div 650^{\circ}\text{C}$).

1.1.1.1. Thấm nitơ thể khí

Để thấm nitơ thể khí phải có chất khí cung cấp nitơ nguyên tử, một trong các chất khí có thể cung cấp nitơ nguyên tử là NH_3 . Như vậy nitơ nguyên tử được tách ra từ NH_3 , sẽ khuếch tán vào trong bề mặt chi tiết tạo nên lớp thấm nitơ.

1.1.1.2. Thấm nitơ trong muối nóng chảy

Phương pháp thấm nitơ trong muối nóng chảy là khuếch tán đồng thời nitơ, lưu huỳnh và các bon trong bể hỗn hợp gồm xianat, cacbonat và sunphua; thành phần chủ yếu của muối là CNO (32-38%) và CO (17-21%). Khi thấm, muối nóng chảy nhờ phản ứng hóa học sẽ cung cấp (N, S, C, V) đồng thời hạn chế không cho hàm lượng xyanua tăng.

1.1.1.3. Thấm Các bon nitơ (C-N) thể khí ở nhiệt độ cao

Thấm C-N thể khí là đưa vào lò hỗn hợp khí thấm là dầu hỏa $(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_3\text{N}$ và NH_3 ở nhiệt độ thấm $800\div 900^{\circ}\text{C}$, quá trình phản ứng sinh ra cacbon và nitơ nguyên tử.

1.1.1.4. Thấm nitơ bằng ion hóa

Đặt chế độ điện áp 300 đến 800 V, áp suất 133,3 đến 1333 Pa, công suất riêng 0,7 đến 1 W/cm^2 . Bề mặt chi tiết bị bắn phá bởi các ion dương khí thấm và bị nung nóng đến khoảng nhiệt độ ($450\div 550^{\circ}\text{C}$). Ion nitơ bị hút vào bề mặt chi tiết và khuếch tán sâu vào bên trong chi tiết.

1.1.2. Công nghệ phun phủ nhiệt khí

Công nghệ phun phủ nhiệt khí thực chất là đưa các hạt rắn vào dòng vật chất có năng lượng cao như dòng khí cháy hoặc dòng plasma nhằm tăng tốc độ hạt rắn, nung hạt nóng chảy, đẩy hạt nóng chảy đến bề mặt chi tiết cần phủ.

1.1.2.1. Phương pháp phun phủ bằng ngọn lửa ôxy – axetylen

Vật liệu phủ (có thể dạng dây hoặc dạng bột) được nung nóng chảy bằng ngọn lửa ga. Kim loại lỏng bị dòng khí nén phân tán thành bụi và đẩy đi với vận tốc cao hướng vào bề mặt kim loại cơ sở đã được chuẩn bị. Tại bề mặt chi tiết diễn ra quá trình liên kết giữa các phần tử của hai pha kim loại để tạo thành lớp phủ.

1.1.2.2. Phương pháp phun phủ bằng kích nổ khí

Phương pháp này dùng nguồn nhiệt tạo ra do kích nổ khí với công suất đạt hàng triệu oát, vận tốc phần tử phủ đạt tới $800\div 1500\text{ m/s}$, nhiệt độ đạt $3000\div 4000^{\circ}\text{K}$ làm nóng chảy vật liệu phủ, khí thoát ra khỏi buồng nổ cuốn theo bột, được dẫn qua nòng phun tới bề mặt chi tiết.

1.1.2.3. Phương pháp phun phủ bằng hồ quang điện

Bản chất của phương pháp hồ quang điện là lợi dụng ngọn lửa hồ quang để nung

nóng chảy vật liệu phủ, rồi dùng dòng khí có áp suất thổi những giọt kim loại lỏng thành dòng bụi với vận tốc cao hướng vào bề mặt kim loại cơ sở.

1.1.2.4. Phương pháp phun phủ plasma

Đầu phun plasma bao gồm catốt và anốt đều dưới dạng hình ống. Hồ quang được hình thành khi đóng mạch điện giữa catốt và anốt. Dòng khí nitơ hoặc argon được đồng thời cấp vào đầu phun. Ngọn lửa plasma được hình thành khi dòng khí gặp hồ quang. Vật liệu được cấp vào vùng nhiệt độ cao và được nung nóng chảy, sau đó được thổi thành bụi và bay với vận tốc cao hướng vào bề mặt cơ sở.

1.1.3. Công nghệ CVD

Công nghệ CVD là tạo lớp phủ bằng lắng đọng hóa học từ pha hơi. Quá trình CVD được thực hiện bằng cách đưa các đơn chất (hoặc hợp chất) hóa học ở pha hơi vào trong buồng phản ứng có chứa các chi tiết cần phủ. Trong buồng phủ, các phản ứng hóa học xảy ra ngay trên hoặc lân cận bề mặt chi tiết cần phủ và sản phẩm phản ứng sẽ lắng đọng (lớp vật liệu phủ cứng) lên bề mặt chi tiết. Phản ứng hóa học sẽ xảy ra ở nhiệt độ cần thiết để xảy ra phản ứng (thông thường $700\div 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$). Các phương pháp CVD thường hay sử dụng TACVD, PECVD, PACVD...

1.1.4. Công nghệ PVD

Công nghệ PVD là tạo lớp phủ bằng lắng đọng vật lý từ pha hơi. Quá trình này được thực hiện theo các giai đoạn sau:

- Chuyển đổi vật liệu cần lắng đọng từ pha rắn sang pha hơi;
- Vận chuyển vật liệu từ nguồn bay hơi qua môi trường áp suất khí thấp trong buồng phủ đến bề mặt cần phủ;
- Lắng đọng hơi vật liệu cần phủ để tạo thành lớp phủ.

1.1.4.1. Phương pháp bốc bay trong chân không

Nguồn cung cấp nhiệt để bốc bay là điện trở, dòng điện cảm ứng hoặc chùm điện tử.

1.1.4.2. Phương pháp phun xạ

Khi bề mặt vật rắn bị các ion có năng lượng cao bắn phá, các nguyên tử có thể rời khỏi bề mặt. Trong quá trình này vật rắn đóng vai trò bia phun xạ, chùm hạt mang năng lượng (ion hoặc phân tử) hoặc các ion dương sinh ra trong plasma, được gia tốc đến bia đặt thiên áp âm.

1.1.4.3. Phương pháp hồ quang chân không

Dựa trên nguyên tắc tạo plasma với nhiệt độ cao, thế phân cực catốt $> 1\text{ kV}$, mật độ plasma lớn, được sử dụng để tạo các lớp phủ kim loại, hợp kim, hợp chất nhờ phản ứng hóa học với plasma và với vật liệu chi tiết. Thường phối hợp cùng với súng điện tử để tạo lớp phủ trên chi tiết có kích thước lớn. Lớp phủ có chiều dày lớn độ xếp chặt cao, độ bám dính của lớp phủ với lớp nền tốt.

1.1.4.4. Phương pháp cấy ion

Phương pháp cấy ion sử dụng điện áp rất cao ($> 100\text{ kV}$) hoặc xung điện áp cực cao. Phương pháp cấy ion tạo lớp phủ cứng một cách hoàn hảo cả về cấu trúc lẫn chất lượng cũng như tốc độ tạo phủ. Tuy nhiên do giá thành cao hiện nay công nghệ này chủ yếu dùng cho các ngành máy bay và công nghệ vũ trụ.

1.2. Đặc tính của lớp phủ cứng

1.2.1. Độ cứng của lớp phủ

Độ cứng của lớp phủ là một đặc tính quan trọng quyết định khả năng chịu mài mòn của lớp phủ. Độ cứng của lớp phủ phụ thuộc vào cấu trúc tế vi của lớp phủ như là pha, kích thước hạt...

1.2.2. Khả năng bám dính của lớp phủ với lớp nền

Khả năng bám dính của lớp phủ với lớp nền là đặc tính quan trọng nhất quyết định tuổi thọ và hiệu suất của các chi tiết phủ. Độ bám dính của lớp phủ với lớp nền phụ thuộc chủ yếu vào phương pháp tạo phủ và trạng thái bề mặt trước khi tạo phủ.

1.2.3. Đặc tính ma sát của lớp phủ

Hệ số ma sát của lớp phủ là một trong những đặc tính quan trọng góp phần quyết định khả năng chịu mài mòn, khả năng chống dính của lớp phủ. Hệ số ma sát của lớp phủ phụ thuộc vào phương pháp tạo phủ và vật liệu lớp phủ.

1.2.4. Đặc tính mòn của lớp phủ

Khả năng chịu mòn của lớp phủ là một trong những đặc tính quan trọng quyết định khả năng ứng dụng của lớp phủ. Độ mòn của lớp phủ phụ thuộc vào hệ số ma sát của lớp phủ, khả năng bám dính của lớp màng với lớp nền, cấu trúc tế vi của lớp phủ.

1.3. Ứng dụng lớp phủ cứng CrN trên khuôn dập nguội

1.3.1. Lớp phủ cứng CrN

Lớp phủ cứng CrN có khả năng chịu ăn mòn và mài mòn rất cao, hệ số ma sát tương đối nhỏ và độ cứng, độ bám dính của lớp phủ với lớp nền cao. Phương pháp sử dụng để tạo lớp phủ cứng CrN là phương pháp phun xạ và hồ quang chân không.

1.3.2. Ứng dụng lớp phủ cứng CrN trên khuôn dập nguội

Trong quá trình tạo hình bằng dập nguội phôi chuyển động trượt tương đối trên bề mặt của khuôn dập nguội dưới áp suất tiếp xúc cao, do vậy trên khuôn dập nguội xuất hiện các hiện tượng sau: Mòn dính, mài mòn, mòn mỏi, nứt vỡ và hiện tượng biến dạng dẻo. Với vật liệu làm khuôn là thép SKD11 chủ yếu cải thiện được hiện tượng mỏi, nứt vỡ và biến dạng dẻo trong quá trình làm việc của khuôn. Để giảm mòn dính, mài mòn trên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội thì phải giảm ma sát, tăng độ cứng bề mặt làm việc của khuôn dập nguội. Do đó một trong những giải pháp để giải quyết được vấn đề đó là tạo lớp phủ cứng lên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội. Trong các lớp phủ giảm ma sát, tăng khả năng chịu mài mòn thì CrN là một trong các vật liệu dự đoán là có tính chất bền hóa học và khả năng chống mòn cao xước tốt, hệ số ma sát thấp phù hợp để phủ lên bề mặt của khuôn dập nguội. Trong các phương pháp phun xạ thì phương pháp phun xạ xung DC thuộc phương pháp tạo lớp phủ hợp chất bằng phủ vật lý trong môi trường plasma (PVD) không đòi hỏi quá cao về độ chân không, có thể điều khiển được quá trình làm việc, không xuất hiện hiện tượng phóng điện hồ quang, khắc phục được hiện tượng nhiễm độc bia, nhiệt độ trong quá trình phủ thấp, năng lượng ion trong plasma cao, hiệu suất lắng đọng cao phù hợp để tạo lớp phủ cứng CrN trên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội với vật liệu nền là thép SKD11.

Kết luận chương 1

- Các lớp phủ cứng với chiều dày từ vài nm tới vài chục μm được chế tạo bằng công nghệ PVD không làm thay đổi cấu trúc của vật liệu nền cũng như hình dạng hình học của bề mặt được phủ, nhưng có khả năng chống mài mòn và ăn mòn hóa học cao, có hệ số ma sát thấp và độ cứng cao, vì thế rất thích hợp sử dụng để bảo vệ bề mặt mềm hơn mà không

cần phải chế tạo cả khối vật liệu, cho hiệu quả kinh tế cao, đặc biệt là với các vật liệu hiếm và đắt tiền.

- Để giảm ma sát, mài mòn, đặc biệt là mòn dính trên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội với mục đích nâng cao tuổi thọ của khuôn dập nguội thì phải tạo lớp phủ cứng lên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội. Lớp phủ cứng CrN được dự đoán là vật liệu có tính chất phù hợp để phủ lên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội.

- Phương pháp phun xạ xung DC thuộc công nghệ phủ PVD là phương pháp phun xạ sử dụng nguồn điện áp xung DC có thể điều khiển được quá trình làm việc, không xuất hiện hiện tượng phóng điện hồ quang, nhiệt độ trong quá trình phủ thấp, năng lượng ion trong plasma cao và hiệu suất phun xạ cao là phương pháp hiệu quả để tạo lớp phủ cứng CrN trên bề mặt làm việc của khuôn dập nguội (vật liệu làm khuôn là thép SKD11) để tăng tuổi thọ của khuôn dập nguội.

CHƯƠNG 2: PHƯƠNG PHÁP PHUN XẠ XUNG DC

2.1. Cơ sở lý thuyết tạo lớp phủ bằng phương pháp phun xạ

2.1.1. Cơ chế phun xạ

Bia làm từ vật liệu kim loại M bị các ion có năng lượng cao bắn phá, bị phun xạ và kết tụ lên chi tiết. Trong quá trình tương tác ion – chất rắn, năng lượng truyền cho các nguyên tử M và các nguyên tử này phun xạ khỏi bề mặt bia.

2.1.2. Hiệu suất phun xạ

Hiệu suất phun xạ Y là tỷ số giữa số của nguyên tử vật liệu bia bắn ra khỏi bia và số ion tới bề mặt bia.

2.1.3. Các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất phun xạ

Hiệu suất phun xạ Y phụ thuộc vào khối lượng ion, năng lượng ion. Các yếu tố này chủ yếu được quyết định bởi quan hệ giữa điện áp giữa các điện cực và áp suất phun xạ.

2.2. Cơ sở lý thuyết của phun xạ từ trường

2.2.1. Chuyển động của điện tử trong điện trường và từ trường song song

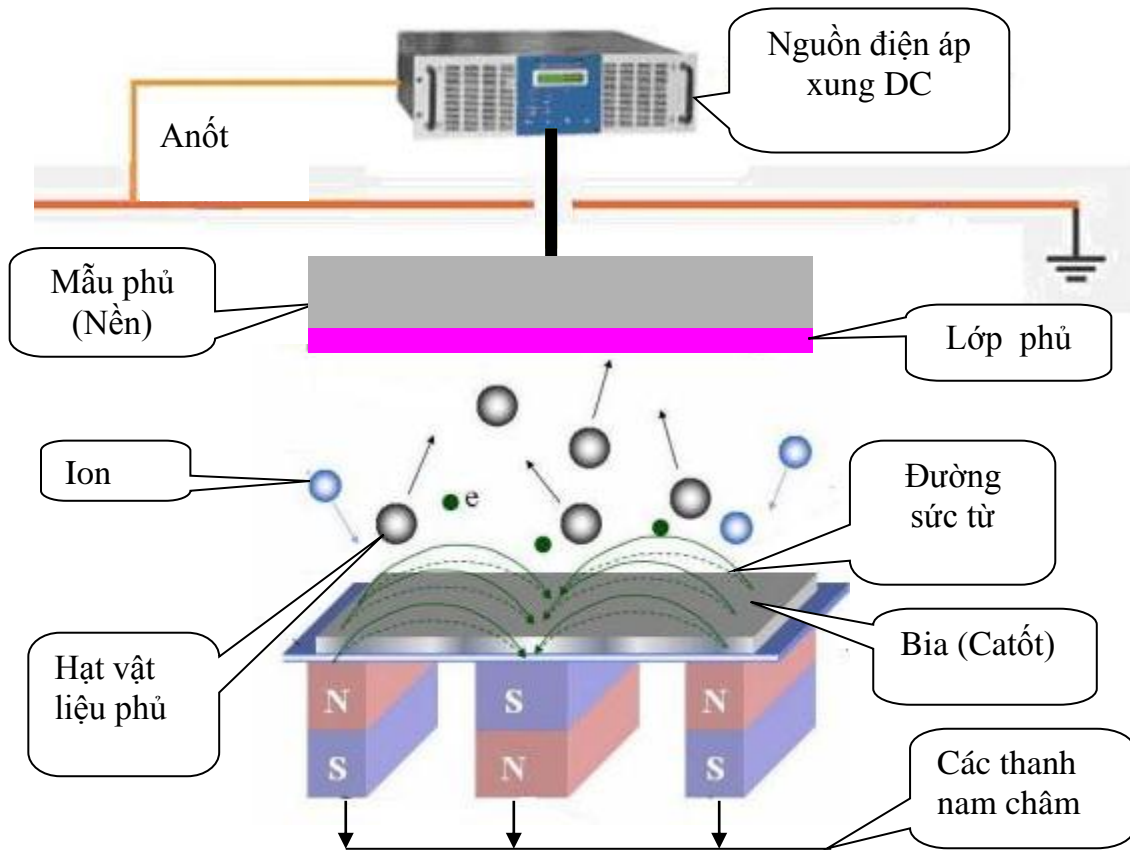
Khi có từ trường, thời gian điện tử có mặt trong plasma sẽ kéo dài hơn và như vậy sẽ tăng khả năng va chạm của các ion, dòng phóng điện sẽ lớn lên và tăng tốc độ phun xạ. So với cấu hình phun xạ dòng 1 chiều đơn giản, cấu hình này hoạt động được ở dòng và áp suất khí lớn hơn. Do đó, khi có từ trường khả năng điện tử bắn phá bề mặt chi tiết tăng và khả năng làm việc ở cùng độ chân không cũng tăng.

2.2.2. Chuyển động của điện tử trong điện trường và từ trường vuông góc

Khi sử dụng một từ trường có hướng song song với mặt bia và vuông góc với điện trường. Ban đầu các điện tử phát xạ từ catốt được kéo về phía anốt thực hiện một chuyển động xoắn ốc trong quá trình di chuyển nhưng khi các điện tử gặp vùng từ trường song song, quỹ đạo của chúng bị uốn cong trở về bia. Bằng cách định hướng nam châm và bia một cách thích hợp, “đường chạy” có thể định rõ nơi các điện tử nhảy vòng tròn với tốc độ cao gây ra hiện tượng bia bị mòn, do khi làm việc ion hóa xảy ra mạnh nhất bên trong đường này.

2.3. Phương pháp phun xạ xung DC

2.3.1. Nguyên lý hoạt động của hệ phun xạ xung DC



Hình 2.1. Nguyên lý hoạt động của hệ phun xạ xung DC

Theo sơ đồ hình 2.1, đầu phun xạ bao gồm hệ thống nam châm để tạo thành cụm từ trường sao cho véc tơ cảm từ B song song với bề mặt catốt. Nguồn điện áp xung DC được nối vào catốt và anốt tạo ra điện trường có véc tơ cường độ điện trường E vuông góc với bề mặt catốt. Như vậy véc tơ E và B vuông góc với nhau. Khi chuyển động trong điện từ trường các hạt điện tích sẽ chịu tác động của lực Lorentz, khi có điện trường cường độ lớn tạo ra giữa hai điện cực cùng với áp suất thích hợp thì trong khoảng không gian giữa hai điện cực xuất hiện plasma hay còn gọi là hiện tượng phóng điện trong khí kém. Các ion dương tạo ra trong quá trình phóng điện sẽ được gia tốc bởi điện trường và bắn phá vào catốt. Nếu năng lượng của các ion đủ lớn và động năng nó truyền cho các nguyên tử vật liệu bia lớn hơn một giới hạn hay còn gọi là công thoát (đặc trưng cho mỗi vật liệu) thì sẽ có nguyên tử hay phân tử vật liệu bia thoát ra khỏi bề mặt catốt và các nguyên tử bia này sẽ lắng đọng trên bề mặt mẫu.

2.3.2. Ảnh hưởng của một số thông số công nghệ của quá trình phủ bằng phương pháp phun xạ xung DC

2.3.2.1. Ảnh hưởng của hàm lượng (lưu lượng) khí nitơ

Khi thay đổi hàm lượng (lưu lượng) khí nitơ sẽ là thay đổi cấu trúc, thành phần hóa học, tổ chức và tốc độ lắng đọng lớp phủ.

2.3.2.2. Ảnh hưởng của tần số xung

Khi thay đổi tần số xung sẽ là thay đổi độ nhám, độ cứng, lực bám dính của lớp phủ với lớp nền và tốc độ lắng đọng lớp phủ.

2.3.2.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ mẫu phủ

Khi thay đổi nhiệt độ mẫu trong quá trình phủ sẽ làm thay đổi độ nhám, độ cứng, lực bám dính của lớp phủ với lớp nền, tốc độ lắng đọng lớp phủ và đặc biệt là quá trình khuếch tán của lớp phủ.

2.4. Nghiên cứu làm sạch bề mặt bề mặt mẫu trước khi phủ

Xử lý bề mặt trước khí phủ là một khâu quan trọng trong quy trình phủ, nó quyết định nhiều đến chất lượng lớp phủ và đặc biệt là độ bám dính của lớp phủ với lớp nền. Vì vậy xử lý bề mặt là khâu then chốt.

2.4.1. Làm sạch bề mặt bằng phương pháp hóa học

Làm sạch bằng phương pháp hóa học mục đích loại bỏ dầu mỡ và các chất bẩn dạng rắn được thực hiện chủ yếu trên bề mặt chi tiết, bao gồm cả vùng ký nước và không ký nước.

2.4.2. Làm sạch trong buồng phủ

Làm sạch trong buồng phủ nhằm mục đích làm sạch những lớp bẩn bám trên bề mặt chi tiết phủ mà phương pháp làm sạch hóa học không tẩy rửa được.

Kết luận chương 2

- Lớp phủ được hình thành nhờ dòng ion năng lượng cao bắn phá vào bề mặt của bia làm bật các nguyên tử trên bề mặt của bia, các nguyên tử này chuyển động trong môi trường plasma và lắng đọng trên bề mặt chi tiết tạo thành lớp phủ.
- Hiệu suất phun xạ phụ thuộc vào dòng ion bắn phá bề mặt bia. Năng lượng của dòng ion này phụ thuộc vào quan hệ giữa điện áp (dòng điện) giữa các điện cực và áp suất trong buồng phun xạ.
- Trong phun xạ từ trường khi bố trí điện trường (E) và từ trường vuông góc với nhau trên bề mặt của bia, hiệu ứng này làm tăng hiệu suất phun xạ.
- Trong quá trình tạo phủ bằng phương pháp phun xạ xung DC các thông số công nghệ: lưu lượng (hàm lượng) khí nitơ, tần số xung, nhiệt độ mẫu phủ là các thông số công nghệ ảnh hưởng có tính quyết định tới chất lượng lớp phủ.
- Quy trình làm sạch cho bề mặt nền trước khi phủ bao gồm 2 bước: bước 1 làm sạch bề mặt bằng phương pháp hóa học, bước 2 làm sạch bề mặt bằng ion năng lượng cao.

CHƯƠNG 3: VẬT LIỆU, THIẾT BỊ VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

3.1. Vật liệu và thiết bị sử dụng trong quá trình nghiên cứu

3.1.1. Vật liệu phủ, mẫu phủ và thiết bị phủ

- Vật liệu phủ gồm bia là Crôm (99,99%) và khí N₂ (99,99%).
- Mẫu phủ là thép SKD11 có thành phần hóa học: C 1.4%; Si 0.275%; Mn 0.39%; Cr 11,24%; Mo 0,83%; V < 0,205%; P < 0,017%, S < 0,0005%; với kích thước: $\phi 15 \times L 5 \text{mm}$, được nhiệt luyện đạt độ cứng trong khoảng (58÷60) HRC, được mài và đánh bóng đạt độ nhám của bề mặt $R_a < 0.02 \mu\text{m}$.
- Thiết bị DC B30 là thiết dùng cho quá trình phun xạ xung, với các đặc tính kỹ thuật như sau:
 - + Buồng chân không đường kính 300mm x chiều cao 500mm và hệ thống bơm chân không hút đến áp suất 10^{-3}Pa ;
 - + Đầu phun xạ từ trường không cân bằng, đường kính 100mm, công suất 1000 W;

- + Nguồn điện áp xung DC với điện áp điều chỉnh trong khoảng (0÷625 V), tần số xung có thể điều chỉnh trong khoảng (0÷ 360 kHz);
- + Bộ gá quay mẫu tốc độ có thể điều chỉnh trong khoảng (5÷20 v/ph);
- + Bộ điều khiển nhiệt độ mẫu phủ có thể điều chỉnh trong khoảng (0÷400⁰C);
- + Thiết bị điều khiển lưu lượng khí MFC MKS 2179A, lưu lượng có thể điều chỉnh trong khoảng (0 ÷100 sccm).

3.1.2. Thiết bị đánh giá các đặc tính của lớp phủ

3.1.2.1. Thiết bị đo độ bám dính (lực bám dính giới hạn) của lớp phủ với lớp nền và đặc tính ma sát của lớp phủ

Đo độ bám dính (lực bám dính giới hạn) của lớp phủ với lớp nền và đặc tính ma sát của lớp phủ sử dụng thiết bị thiết bị UMT – 2, thiết bị này do hãng CETR của Mỹ chế tạo (hình 3.1). Với các đặc tính kỹ thuật của thiết bị như bảng 3.1.



Hình 3.1. Thiết bị thí nghiệm UMT-2

Bảng 3.1. Các thông số của máy UTM – 2

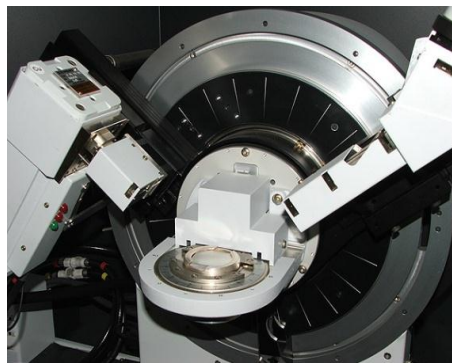
STT	Thông số		Đặc tính
1	Hệ thống định vị dọc	Hành trình lớn nhất, mm	150
		Tốc độ, mm/s	0.01÷10
2	Hệ thống định vị ngang	Hành trình lớn nhất, mm	150
		Tốc độ, mm/s	0.01÷10
3	Tải trọng (F _Z) lớn nhất đặt lên mẫu, N		200
4	Chiều dài chuyển động lớn nhất của bàn máy mang mẫu đo, mm		10
5	Tần số lớn nhất của bàn máy mang của mẫu, Hz		20
6	Nhiệt độ đo lớn nhất, ⁰ C		150

3.1.2.2. Các thiết bị khác

- Thiết bị dùng để xác định thành phần hóa học của lớp phủ là hệ kính hiển vi điện tử quét (SEM/EDX) Jeol JMS 6490/ Jeol/ Nhật Bản (hình 3.2)
- Thiết bị dùng để xác định cấu trúc của lớp phủ là hệ đo XDR (hình 3.3)



Hình 3.2. Kính hiển vi điện tử quét (SEM/EDX) Jeol JMS 6490



Hình 3.3. Hệ đo nhiễu xạ tia X (XRD)

- Thiết bị xác định hình thái học của bề mặt lớp phủ là kính hiển vi lực nguyên tử (AFM) loại DI 3100 (hình 3.4)



Hình 3.4. Kính hiển vi lực nguyên tử DI 300

- Đo chiều dày lớp phủ sử dụng thiết bị Dektak 150 (hình 3.5), độ phân giải theo phương thẳng đứng là $6A^0$, chiều dày đo được từ $200A^0$ đến $65 \mu m$.



Hình 3.5. Thiết bị đo Dektak 150



Hình 3.6. Thiết bị đo IndentaMet 1106

- Xác định độ cứng của lớp phủ sử dụng thiết bị đo độ cứng IndentaMet 1106 do hãng Buehler của Mỹ chế tạo có thang đo độ cứng Vickers với tải từ 0,01 N đến 0,1 N, đầu đo được làm từ kim cương với dạng hình cầu, ở chóp là hình tháp (hình 3.6).

3.2. Phương pháp đánh giá đặc tính của lớp phủ

3.2.1. Phương pháp xác định thành phần hóa học

Để xác định thành phần hóa học của lớp phủ sử dụng phương pháp phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX).

3.2.2. Phương pháp xác định cấu trúc của lớp phủ

Để xác định cấu trúc của lớp phủ sử dụng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD).

3.2.3. Phương pháp xác định hình thái học của lớp phủ

Để xác định hình thái học của lớp phủ sử dụng phương pháp lực nguyên tử (AFM).

3.2.4. Phương pháp xác định chiều dày lớp phủ

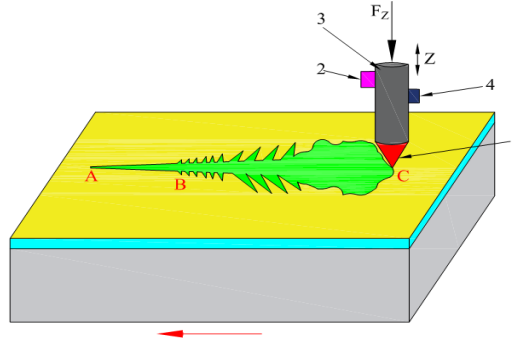
Để xác định chiều dày của lớp phủ sử dụng phương pháp đo biên dạng bằng đầu dò hình kim.

3.2.5. Phương pháp xác định độ cứng của lớp phủ

Để xác định độ cứng của lớp phủ sử dụng phương pháp đo độ cứng Vickers.

3.2.6. Phương pháp xác định độ bám dính (lực bám dính giới hạn) của lớp phủ

Để xác định độ bám dính của lớp phủ với lớp nền sử dụng phương pháp rạch. Nguyên lý đo của phương pháp này được trình bày như sau:



Hình 3.7. Nguyên lý đo độ bám dính của lớp phủ với lớp nền
1 - Mũi rạch; 2 - Cảm biến âm thanh; 3 - Cơ cấu gá mũi;
4 - Cảm biến vị trí

Trong phương pháp đo này (hình 3.7), mẫu phẳng được đặt ở dưới và mũi rạch (1) có bán kính r_0 đặt phía trên. Trên cơ cấu gá mũi rạch (3) có gắn cảm biến vị trí (4) (điều khiển chuyển động mũi rạch theo phương đứng), cảm biến âm thanh (2) (ghi âm thanh phát ra trong quá trình mũi rạch cắt vào mẫu phủ). Tải trọng F_z đặt lên mũi rạch được điều khiển bởi cảm biến lực theo phương thẳng đứng.

Quá trình đo như sau: đầu tiên mũi rạch tiếp xúc với mẫu tại điểm A, tải trọng F_z đặt lên mũi rạch là P_1 (N), sau đó đầu rạch chuyển động thẳng theo phương ngang tương đối với mẫu phủ đến điểm C, đoạn đường mà đầu rạch chuyển động được trong quá trình rạch trên bề mặt mẫu phủ là $L = AC$ (mm). Khi mũi rạch chuyển động trên đoạn AC có 2 sự kiện đồng thời xảy ra:

- Tải trọng đặt lên mũi rạch tăng tuyến tính, khi đến điểm C tải trọng F_z đặt lên mũi rạch đạt được P_2 (N). Như vậy tốc độ gia tải là: $P_1 - P_2 / L$ (N/mm);
- Mũi rạch chuyển động tương đối với mẫu theo phương thẳng đứng với hướng đi sâu vào trong mẫu, vậy khi đầu rạch di chuyển đến điểm C trên bề mặt mẫu thì đồng thời tiến sâu vào trong mẫu được một đoạn là L_1 (mm). Như vậy quan sát vết rạch trên mẫu ta thấy vết rạch có chiều rộng và chiều sâu tăng dần theo hướng từ A đến C.

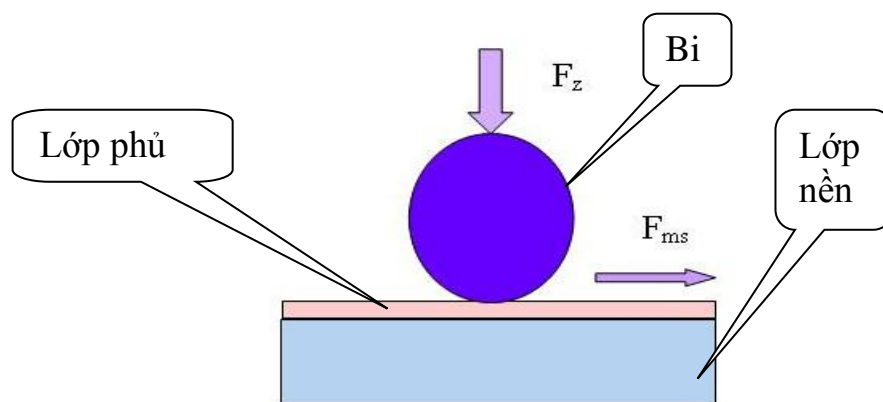
Vậy khi mũi rạch chuyển động tương đối trên mẫu đoạn AC tạo ra một đường cắt vào mẫu lấy đi cả vật liệu phủ lẫn vật liệu nền. Độ bám dính của lớp phủ với lớp nền được đánh giá bằng lực bám dính giới hạn L_C (N). Giá trị của L_C được xác định tại vị trí điểm B trên đường rạch, tại đó bắt đầu xuất hiện sự bong tróc lớp phủ hay nói một cách khác mép vết rạch bắt đầu có dạng hình răng cưa thì tại thời điểm này giá trị lực F_z đặt trên đầu rạch đạt được L_C (N). Để xác định chính xác vị trí điểm B trên vết rạch căn cứ vào tín hiệu âm thanh thu được trong quá trình mũi rạch chuyển động cắt vào mẫu phủ, được ghi lại bởi cảm biến âm thanh gắn trên mũi rạch, tại điểm B cường độ âm thanh đột ngột thay đổi

lớn lên và bắt đầu không ổn định. Như vậy, căn cứ vào tín hiệu âm thanh theo thời gian (trên quãng đường rạch) thu được từ cảm biến âm thanh gắn vào đầu rạch sẽ xác định được chính xác được giá trị lực bám dính giới hạn L_C của lớp phủ với lớp nền.

3.2.7. Phương pháp đánh giá đặc tính ma sát của lớp phủ

Để đánh giá đặc tính ma sát và mài mòn của lớp phủ sử dụng mô hình chuyển động tịnh tiến bi trên mẫu phẳng. Nguyên lý đo của phương pháp này được trình bày như sau:

Mẫu phẳng đặt ở dưới và bi đặt ở trên (hình 3.8). Trong quá trình đo bàn gá mang mẫu chuyển động trượt tương đối theo đường thẳng đi lại theo phương ngang đối với bi, tải trọng không đổi (F_z) được đặt lên bi theo phương thẳng đứng, cảm biến lực 2D gắn trên đầu đo mang bi sẽ xác định lực ma sát (F_x) sinh ra trong quá trình bi trượt trên mẫu phẳng, hệ số ma sát được xác định là tỷ số của phân thức $\frac{F_z}{F_x}$. Đồng thời trong quá trình đo cảm biến vị trí gắn trên đầu đo mang bi sẽ xác định chiều sâu vết mòn trên mẫu phẳng trong quá trình bi trượt trên mẫu.



Hình 3.8. Nguyên lý đo ma sát và mài mòn kiểu tịnh tiến qua lại, bi trên mẫu phẳng

3.3. Phương pháp nghiên cứu ảnh hưởng của một số thông số công nghệ đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

3.3.1. Chọn các thông số nghiên cứu

Các thông số và khoảng giá trị của các thông số để nghiên cứu như trong bảng 3.2.

Bảng 3.2. Các thông số và khoảng giá trị của các thông số nghiên cứu

STT	Các thông số	Khoảng giá trị của các thông số nghiên cứu
1	Tần số xung, kHz	50 ÷ 150
2	Lưu lượng khí nitơ, sccm	4 ÷ 8
3	Nhiệt độ đế, °C	100 ÷ 300

3.3.2. Phương pháp nghiên cứu

3.3.2.1. Mã hóa và lập ma trận thực nghiệm

1. Mã hóa các thông số nghiên cứu

2. Lập ma trận thí nghiệm, chọn phương án qui hoạch thực nghiệm

Với số mức là 3, số biến là 3 ($n = 3$) được thiết kế theo qui hoạch Box-Behken, thì tổng số thí nghiệm là 15.

3.3.2.2. Phương pháp xử lý số liệu

1. Xác định dạng mô hình hồi quy

Để mô tả quan hệ giữa lực bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 chọn mô hình bậc hai. Mô hình này có thể biểu diễn dưới dạng:

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i x_i + \sum_{i,k=1}^n b_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^n b_{ii} x_i^2$$

2. Kiểm nghiệm mức độ phù hợp của mô hình

- Kiểm tra mức ý nghĩa của các hệ số hồi quy theo tiêu chuẩn Student;
- Kiểm tra tính thích ứng của mô hình toán theo tiêu chuẩn Fisher;
- Kiểm tra đánh giá thuần nhất phương sai theo tiêu chuẩn Kohren.

3. Giải bài toán tối ưu

Quan hệ giữa các thông số công nghệ và hàm mục tiêu có thể được biểu diễn dưới dạng:

$$L_C = f(x_1, x_2, x_3)$$

Bài toán tối ưu mục tiêu cần giải quyết đảm bảo mong muốn: Xác định được các giá trị x_1 , x_2 và x_3 để :

$$L_C \Rightarrow \max$$

Kết luận chương 3

- Xác định được các đặc tính của mẫu trước khi phủ, vật liệu phủ, thiết bị phủ và các thiết bị để đánh giá các đặc tính của lớp phủ.
- Để xác định thành phần hóa học và cấu trúc của lớp phủ CrN sử dụng phương pháp phổ tán xạ năng lượng tia X (EXD) và phương pháp phổ nhiễu xạ tia X (XRD); xác định hình thái học của lớp phủ sử dụng phương pháp lực nguyên tử (AFM); xác định chiều dày lớp phủ sử dụng phương pháp đo biên dạng bằng đầu dò hình kim và xác định độ cứng của lớp phủ CrN sử dụng phương pháp Vickers.
- Để xác định độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 sử dụng phương pháp rạch. Độ bám dính của lớp phủ với nền thép được xác định bằng giá trị lực bám dính giới hạn $L_C(N)$, tại đó lớp phủ bắt đầu bị tách ra khỏi nền.
- Để xác định đặc tính ma sát của lớp phủ, sử dụng phương pháp chuyển động tịnh tiến bi trên mẫu phẳng. Kết quả của quá trình đo là hệ số ma sát và chiều sâu vết mòn trên mẫu đo.
- Đã xác định được các phạm vi thông công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) để nghiên cứu ảnh hưởng đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11. Ứng dụng phương pháp qui hoạch thực nghiệm Box-Benhen để nghiên cứu ảnh hưởng đồng thời của 3 thông số công nghệ đến độ bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền SKD11.

CHƯƠNG 4: XÁC ĐỊNH ẢNH HƯỞNG CỦA MỘT SỐ THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ ĐẾN ĐỘ BẮM DÍNH CỦA LỚP PHỦ VỚI LỚP NỀN, ĐÁNH GIÁ ĐẶC TÍNH MA SÁT CỦA LỚP PHỦ VÀ ỨNG DỤNG TRÊN KHUÔN DẬP NGƯỜI

4.1. Thực nghiệm xác định ảnh hưởng của một số thông số công nghệ đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

4.1.1. Mô tả quá trình tạo lớp phủ CrN trên mẫu thép SKD11

Trước khi phủ, mẫu được làm sạch bằng phương pháp hóa học, sau đó mẫu được

đưa vào buồng phủ để tiếp tục làm sạch bề mặt trong khoảng thời gian 30 phút. Sau đó mới tiến hành phủ CrN, các tham số của quá trình tạo phủ được lấy theo bảng 4.1.

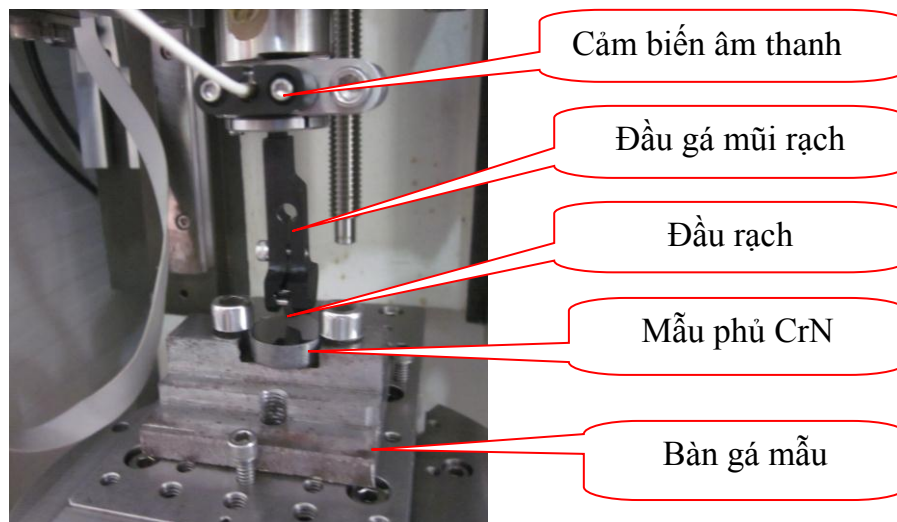
Bảng 4.1. Các thông số và điều kiện của quá trình tạo lớp phủ CrN

STT	Các thông số	Giá trị
1	Áp suất cơ bản, Pa	8×10^{-2}
2	Khoảng cách đế - bia, mm	100
3	Lưu lượng khí Ar, sccm	12
4	Dòng phún xạ, A	1
5	Tần số xung, kHz	50÷150
6	Lưu lượng khí nitơ, sccm	4÷8
7	Nhiệt độ mẫu phủ, °C	100 ÷ 300
8	Thời gian mạ, phút	90

4.1.2. Đo độ bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền thép SKD11

4.1.2.1. Điều kiện đo độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

Đo độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 được tiến hành trên thiết bị UMT-2 sử dụng đầu rạch bán kính 200 μ m (hình 4.1). Với điều kiện đo theo bảng 4.2.



Hình 4.1. Đo độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 trên thiết bị UMT-2

Bảng 4.2. Các thông số kỹ thuật đo độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

STT	Thông số kỹ thuật	Đặc tính
1	Tải trọng lớn nhất đặt lên đầu rạch F_z , N	18
2	Thời gian đo, giây	30
3	Chiều dài vết rạch, mm	5
4	Tốc độ gia tải, N/s	$a = \frac{18}{30} = 0,6$

4.1.2.2. Kết quả thực nghiệm

1. Kết quả đo giá trị lực bám dính giới hạn của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

Sau khi thực hiện các thí nghiệm theo qui hoạch Box-Behken kết quả đo lực bám dính giới hạn được thống kê theo bảng 4.3.

Bảng 4.3. Bảng kết quả đo lực bám dính giới hạn của lớp phủ CrN với nền thép SKD11

STT	Mã hóa			Số thực			L _c [N]
	x ₁ (f)	x ₂ (N ₂)	x ₃ (T)	A (kHz)	B (sccm)	C (°C)	
1	+1	-1	0	150	4	200	9.0
2	0	+1	+1	100	8	300	12.0
3	0	-1	+1	100	4	300	11.7
4	+1	+1	0	150	8	200	10.5
5	+1	0	+1	150	6	300	12.2
6	0	0	0	100	6	200	13.1
7	-1	-1	0	50	4	200	9.0
8	-1	0	-1	50	6	100	9.9
9	+1	0	-1	150	6	100	11.5
10	0	-1	-1	100	4	100	9.6
11	0	0	0	100	6	200	12.9
12	0	+1	-1	100	8	100	10.5
13	-1	0	+1	50	6	300	12.2
14	0	0	0	100	6	200	13.3
15	-1	+1	0	50	8	200	9.2
16	+1	-1	0	150	4	200	9.3
17	0	+1	+1	100	8	300	12.3
18	0	-1	+1	100	4	300	11.6
19	+1	+1	0	150	8	200	10.3
20	+1	0	+1	150	6	300	12.4
21	0	0	0	100	6	200	13.1
22	-1	-1	0	50	4	200	8.8
23	-1	0	-1	50	6	100	9.8
24	+1	0	-1	150	6	100	11.2

STT	Mã hóa			Số thực			L _c [N]
	x ₁ (f)	x ₂ (N ₂)	x ₃ (T)	A (kHz)	B (sccm)	C (°C)	
25	0	-1	-1	100	4	100	9.5
26	0	0	0	100	6	200	13.2
27	0	+1	-1	100	8	100	10.3
28	-1	0	+1	50	6	300	12.5
29	0	0	0	100	6	200	13.2
30	-1	+1	0	50	8	200	9.3
31	+1	-1	0	150	4	200	9.2
32	0	+1	+1	100	8	300	12.2
33	0	-1	+1	100	4	300	11.4
34	+1	+1	0	150	8	200	10.6
35	+1	0	+1	150	6	300	12.1
36	0	0	0	100	6	200	13.3
37	-1	-1	0	50	4	200	8.7
38	-1	0	-1	50	6	100	10.0
39	+1	0	-1	150	6	100	11.4
40	0	-1	-1	100	4	100	9.5
41	0	0	0	100	6	200	13.0
42	0	+1	-1	100	8	100	10.4
43	-1	0	+1	50	6	300	12.5
44	0	0	0	100	6	200	13.2
45	-1	+1	0	50	8	200	9.4

2. Xây dựng mô hình hồi qui của hàm mục tiêu

Chạy chương trình phân tích dữ liệu trong phần mềm Minitab, thu được kết quả như trong ảnh chụp (bảng 4.4):

Bảng 4.4. Kết quả phân tích số liệu thực nghiệm

Response Surface Regression: Lực bám dính giới hạn Lc (N) versus x1, x2, x3

The analysis was done using coded units.

Estimated Regression Coefficients for Lực bám dính giới hạn Lc (N)

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	13.1444	0.04763	275.949	0.000
x1	0.3500	0.02917	11.999	0.000
x2	0.4042	0.02917	13.856	0.000
x3	0.8958	0.02917	30.711	0.000
x1*x1	-1.5722	0.04294	-36.618	0.000
x2*x2	-2.1306	0.04294	-49.621	0.000
x3*x3	-0.0972	0.04294	-2.264	0.030
x1*x2	0.2083	0.04125	5.050	0.000
x1*x3	-0.4083	0.04125	-9.899	0.000
x2*x3	-0.0667	0.04125	-1.616	0.115

Analysis of Variance for Lực bám dính giới hạn Lc (N)

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	9	101.391	101.391	11.2657	551.68	0.000
Linear	3	26.121	26.121	8.7069	426.38	0.000
x1	1	2.940	2.940	2.9400	143.97	0.000
x2	1	3.920	3.920	3.9204	191.98	0.000
x3	1	19.260	19.260	19.2604	943.18	0.000
Square	3	72.695	72.695	24.2317	1186.63	0.000
x1*x1	1	22.365	27.381	27.3809	1340.84	0.000
x2*x2	1	50.226	50.281	50.2811	2462.27	0.000
x3*x3	1	0.105	0.105	0.1047	5.13	0.030
Interaction	3	2.575	2.575	0.8583	42.03	0.000
x1*x2	1	0.521	0.521	0.5208	25.51	0.000
x1*x3	1	2.001	2.001	2.0008	97.98	0.000
x2*x3	1	0.053	0.053	0.0533	2.61	0.115
Residual Error	35	0.715	0.715	0.0204		
Lack-of-Fit	3	0.119	0.119	0.0397	2.13	0.115
Pure Error	32	0.596	0.596	0.0186		
Total	44	102.106				

Hệ số giá trị P lớn hơn mức ý nghĩa α thì cần loại bỏ khỏi mô hình. Chẳng hạn, thành phần $x_2 \cdot x_3$ trong phương trình hồi quy nên được loại bỏ do giá trị P tương ứng bằng 0.115, lớn hơn 0.05. Căn cứ các giá trị trong cột “ Coef”, kết hợp với giá trị tham chiếu trong cột P, cho ta kết quả phương trình hồi quy của hàm Lc theo các biến x_1, x_2, x_3 như sau:

$$L_c = 13.14 + 0.35x_1 + 0.40x_2 + 0.89x_3 - 1.57x_1^2 - 2.13x_2^2 - 0.09x_3^2 + 0.20x_1x_2 - 0.4x_1x_3$$

Chuyển về biến thực ta được hàm hồi quy mô tả ảnh hưởng của 3 thông số công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) đến lực bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền thép SKD11 như sau:

$$L_C = -16,795 + 0,136A + 6,385B + 0,021C - 6,288.10^{-4}A^2 +$$

$$-0,532B^2 - 9,722.10^{-6} C^2 + 0,002A*B - 8,1.10^{-5}A*C$$

Từ hàm hồi qui thực nghiệm cho thấy: Ảnh hưởng mạnh nhất đến lực bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 được phủ bằng phương pháp phun xạ xung DC là lưu lượng khí nitơ, tiếp theo là tần số xung và ảnh hưởng ít nhất là nhiệt độ mẫu phủ.

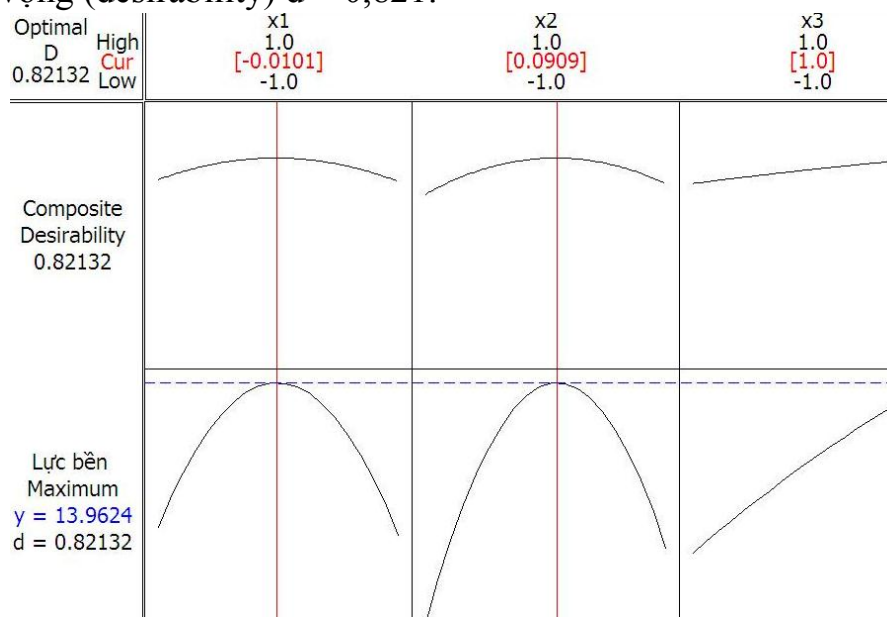
3. Giải bài toán tối ưu hàm mục tiêu

Bộ thông số để phủ lớp CrN trên nền thép SKD11 được lựa chọn phải đảm bảo lực bám dính giới hạn của lớp phủ với nền thép SKD11 là lớn nhất.

Chạy chức năng tối ưu hóa tương ứng của phần mềm Minitab thu được kết quả như minh họa dưới đây (hình 4.2). Kết quả cho thấy giá trị tối ưu của hàm mục tiêu L_C là:

$$L_{C_{MAX}} = 13.96 \text{ (N)}$$

Hàm kỳ vọng (desirability) $d = 0,821$.



Hình 4.2. Đồ thị tối ưu L_C

Từ đồ thị xác định được các thông số công nghệ cho lực bám dính giới hạn của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 là lớn nhất (bảng 4.5).

Bảng 4.5. Giá trị các thông số mã hóa tối ưu khi tạo lớp phủ CrN

X_1	X_2	X_3
-0.01	0.09	1

Chuyển về biên thực, ta được các giá trị thực của các thông số công nghệ hợp lý sử dụng trong quá trình phủ như trong bảng 4.6.

Bảng 4.6. Giá trị thực các thông số tạo phủ CrN trên nền thép SKD11

Tần số xung f [kHz]	Lưu lượng khí N_2 [sccm]	Nhiệt độ đế T [$^{\circ}C$]
99.54	6.18	300

Lặp lại thí nghiệm với bộ thông số trong bảng 4.6 thu được các kết quả như bảng 4.7.

Bảng 4.7. Giá trị lực bám dính của lớp màng CrN với nền thép SKD11 khi được phủ với bộ thông số tối ưu

Số thứ tự thí nghiệm	1	2	3	Trung bình
Lực bền bám dính giới hạn L_C [N]	13,8	13,8	13,9	13,83

Kết quả thí nghiệm cho thấy mô hình hồi qui là phù hợp, độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 ổn định và tương đối cao.

4.2. Đánh giá các đặc tính khác của lớp phủ CrN

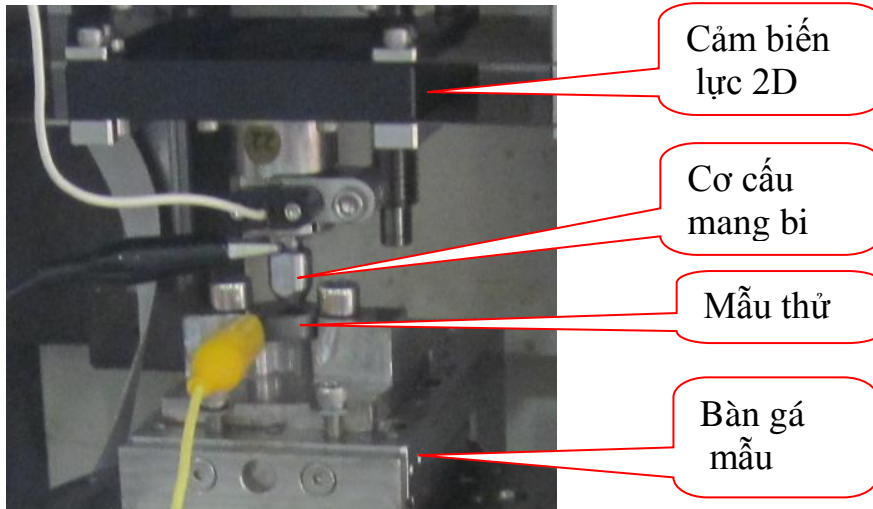
4.2.1. Cấu trúc và cơ tính của lớp phủ

- Lớp phủ CrN được chế tạo với tỷ lệ về khối lượng Cr và N tương ứng là 77% và 18%.
- Lớp phủ có cấu trúc tinh thể tốt, tinh thể của lớp phủ định hướng chủ yếu theo các mặt với pha CrN có cấu trúc lập phương tâm mặt. Định phổ có cường độ mạnh nhất tương ứng với sự định hướng theo mặt (200) và mặt (111).
- Kích thước hạt của lớp phủ là 66 nm và độ nhám trung bình bề mặt là 15 nm.
- Lớp phủ có chiều dày 3µm.
- Lớp phủ CrN có độ cứng là 2055 ±10 HV.

4.2.2. Đánh giá đặc tính ma sát của mẫu thép SKD11 phủ và không phủ CrN

4.2.2.1. Điều kiện đo ma sát

Đo ma sát và mài mòn được thực hiện trên thiết bị UTM-2 (hình 4.3). Với điều kiện thực nghiệm đo theo bảng 4.8.



Hình 4.3. Đo ma sát và mài mòn trên thiết bị UMT-2

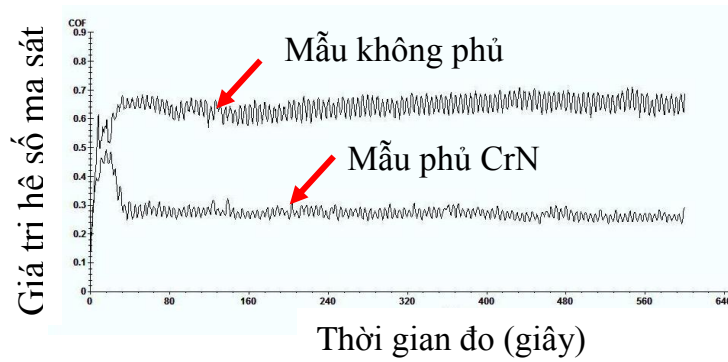
Bảng 4.8. Điều kiện thử nghiệm ma sát

Tải trọng, N	Bi		Vận tốc tịnh tiến, m/s	Độ ẩm tương đối, %	Nhiệt độ, °C	Thời gian thử nghiệm, phút
	Vật liệu	Đường kính, inch				
5	Al ₂ O ₃	3/8	0,1	70 ± 5	24 ± 1	10

4.2.2.2. Kết quả đo

1. Kết quả đo hệ số ma sát

Quan hệ giữa hệ số ma sát và thời gian đối với mẫu không phủ và mẫu phủ CrN ổn định và có tính lặp cao (hình 4.4). Giá trị hệ số ma sát trung bình với mẫu không phủ là 0.635 và hệ số ma sát của lớp phủ là 0.3. Như vậy hệ số ma sát của mẫu phủ CrN giảm đi khoảng 2 lần so với mẫu không phủ.

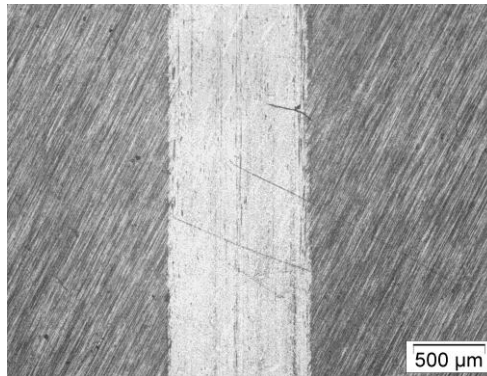


Hình 4.4. Hệ số ma sát đại diện mẫu không phủ và mẫu phủ CrN theo thời gian

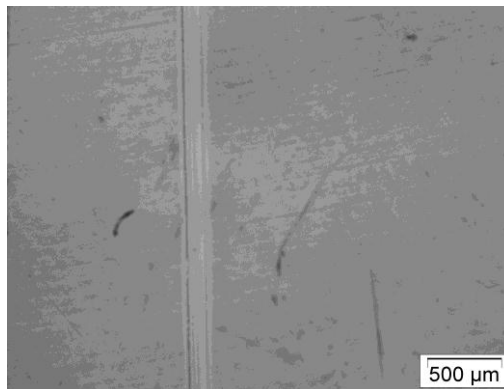
2. Kết quả đo tốc độ mòn

Kết quả đo cho thấy tốc độ mòn của mẫu thép SKD11 không phủ là $7,53 \times 10^{-6}$ ($\frac{mm}{s}$) và tốc độ mòn của mẫu phủ CrN là $1,35 \times 10^{-6}$ ($\frac{mm}{s}$). Như vậy khả năng chịu mòn của bề mặt mẫu phủ cao hơn khoảng 6 lần so với bề mặt mẫu thép SKD11 không phủ.

Để chứng minh ảnh hưởng của lớp phủ CrN đến hệ số ma sát và khả năng chịu mòn của bề mặt mẫu thép SKD11, phải thực hiện bằng phương pháp phân tích hình thái học bề mặt vết mòn khi sử dụng kính hiển vi quang học. Qua quan sát bề mặt vết mòn của mẫu không phủ và mẫu phủ cho thấy với mẫu không phủ xuất hiện hiện tượng mòn dính nghiêm trọng trên bề mặt vết mòn đồng thời chiều rộng của vết mòn lớn hơn rất nhiều so với chiều rộng vết mòn trên mẫu phủ (hình 4.5, hình 4.6). Đây là lời giải thích về nguyên nhân tại sao bề mặt mẫu phủ CrN có hệ số ma sát và tốc độ mòn giảm nhiều so với mẫu không phủ.



Hình 4.5. Ảnh của vết mòn của mẫu SKD11 không phủ



Hình 4.6. Ảnh vết mòn của mẫu thép SKD11 phủ CrN

Phân tích EDX trên bề mặt vết mòn của mẫu phủ với thời gian thử mòn tăng dần: 5

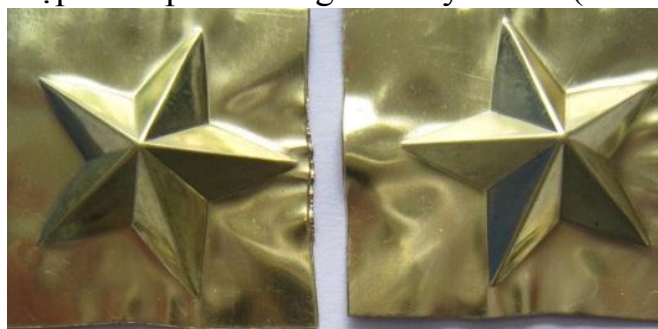
phút; 10 phút; 15 phút thì kết quả cho thấy % hàm lượng khối lượng nitơ giảm dần tương ứng là: 17.36 %; 15.06 %; 14.11 %. Từ phân tích ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) của vùng phân tích EXD cho thấy rằng lớp phủ được lấy đi khỏi bề mặt mẫu bằng cơ chế mài mòn, không phải là sự tách lớp. Bởi vậy độ bám dính giữa lớp phủ với lớp nền tốt.

Từ các kết quả thu được trong quá trình thực nghiệm cho thấy bề mặt mẫu thép phủ CrN có hệ số ma sát thấp hơn và khả năng chịu mòn cao hơn, đồng thời có khả năng chống dính cao hơn so với mẫu thép SKD11 không phủ. Nguyên nhân là do lớp phủ CrN trên nền thép SKD11 đạt được độ bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền thép SKD11 cao, lớp phủ có cấu trúc tinh thể, kích thước hạt nhỏ, tỷ lệ hợp thức, chiều dày lớp phủ hợp lý và độ cứng của lớp phủ cao. Vậy các thông số công nghệ xác định trong bảng 4.6 là các thông số công nghệ hợp lý để phủ lớp CrN trên nền thép SKD11.

4.3. Ứng dụng phủ CrN để nâng cao tuổi thọ khuôn dập hình ngôi sao

4.3.1. Hiện tượng hỏng của khuôn dập hình ngôi sao

Sản phẩm ngôi sao sử dụng trên huy hiệu, cầu vai... trong quân đội (hình 4.7) được tạo hình từ các mảnh tôn có chiều dày 0,3 mm. Để tạo hình ngôi sao sử dụng phương pháp dập nguội với bộ khuôn dập là thép SKD11 gồm chày và cối (hình 4.8).



Hình 4.7. Sản phẩm dập hình ngôi sao



a

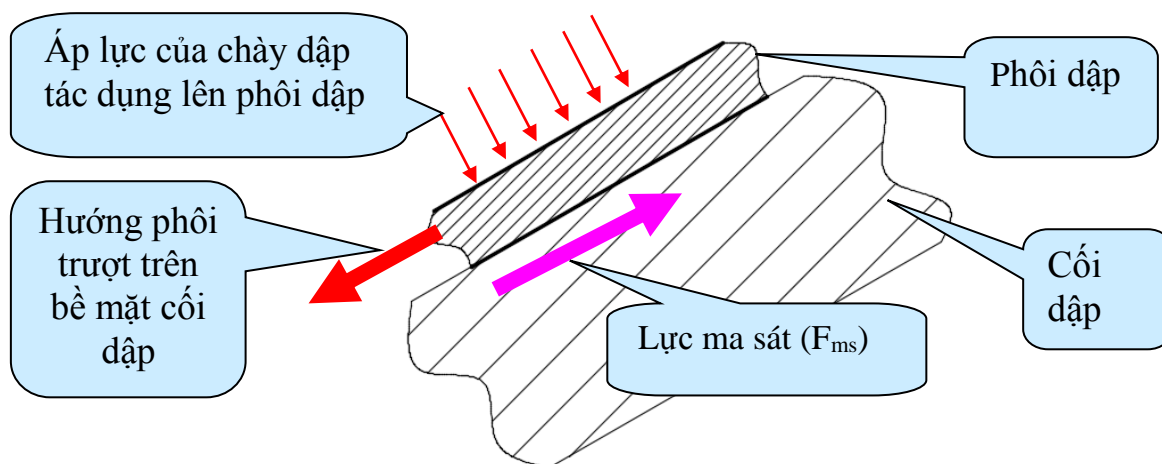
b

Hình 4.8. Bộ khuôn dập hình ngôi sao

a - Chày dập; b - Cối dập

Quá trình tạo hình sản phẩm hình ngôi sao là quá trình chày kéo vật liệu phôi điền đầy vào lòng cối, do đó có hiện tượng trượt tương đối giữa phôi và bề mặt làm việc của cối dập (hình 4.9), gây ra các vết xước trên sản phẩm dập và trên bề mặt cối dẫn đến phế phẩm và cối dập không dùng được nữa. Nguyên nhân xuất hiện các vết cào xước này là do khi dập, các kim loại vật liệu dập bám sang bề mặt của cối dập và tích lũy lại tạo thành những hạt mài. Trong quá trình dập khi phôi trượt trên bề mặt của cối để tạo hình ngôi sao, các hạt mài này cào xước lên bề mặt của sản phẩm và làm cho sản phẩm bị hỏng, đồng thời khi các hạt mài này bong ra chúng cào xước lên bề mặt của cối dập nguội gây ra hiện

tượng mòn bề mặt của cối dập. Như vậy, khi tạo hình ngôi sao với vật liệu tôn thì nguyên nhân chính giảm tuổi thọ của cối dập (tuổi thọ của khuôn dập) là do hiện tượng mòn dính. Để khắc phục hiện tượng này nhằm tăng tuổi thọ của cối dập nguội hình ngôi sao với vật liệu là tôn, thì cần phải giảm ma sát cho bề mặt cối dập nguội, tăng độ cứng cho bề mặt của cối dập nguội. Giải pháp được lựa chọn là phủ CrN lên bề mặt của cối dập nguội hình ngôi sao với vật liệu nền là thép SKD11.



Hình 4.9. Sự trượt của phôi dập trên bề mặt của cối dập

4.3.2. Khảo sát tuổi thọ của cối dập hình ngôi sao phủ CrN

Để khảo nghiệm ảnh hưởng của lớp phủ CrN đến khả năng nâng cao tuổi thọ của khuôn dập nguội, đề tài đã tiến hành phủ CrN trên bề mặt làm việc của cối dập nguội tạo hình ngôi sao với vật liệu làm khuôn là thép SKD11. Quá trình phủ lớp CrN trên bề mặt của cối dập nguội hình ngôi sao được tiến hành theo các bước giống như khi phủ trên mẫu thép SKD11, trong đó các thông số của quá trình phủ trên bề mặt của khuôn dập nguội theo bảng 4.9.

Bảng 4.9. Các thông số và điều kiện của quá trình phủ CrN trên cối dập hình ngôi sao

STT	Các thông số	Giá trị
1	Áp suất cơ bản, Pa	8×10^{-2}
2	Khoảng cách đế - bia, mm	100
3	Lưu lượng khí Ar, sccm	12
4	Dòng phún xạ, A	1
5	Tần số xung, kHz	99,54
6	Lưu lượng khí nitơ, sccm	6.14
7	Nhiệt độ mẫu phủ, °C	300
8	Thời gian mạ, phút	90

Điều kiện dập tạo hình sản phẩm hình ngôi sao trên cối phủ CrN tại xí nghiệp giống như khi dập tạo hình trên cối không phủ với máy dập trục khuỷu MNGLI và cối dập không sử dụng chất bôi trơn.

Quá trình khảo nghiệm cho thấy với cối dập nguội phủ CrN khi dập vật liệu tôn với chiều dày 0,3mm thì quá trình mòn của lớp phủ trên bề mặt của cối dập là quá trình mài mòn, lớp phủ không bong tách. Điều đó chứng tỏ độ bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền thép SKD11 tốt, sản phẩm dập trên cối phủ đạt yêu cầu, số lượng sản phẩm gia công được trên cối phủ CrN đạt 15000 chiếc, trong khi đó số lượng sản phẩm dập được trên cối dập nguội không phủ đạt khoảng (7000÷8000 chiếc). Như vậy, phủ CrN trên bề mặt cối dập nguội hình ngôi sao nâng cao đáng kể tuổi thọ của cối dập nguội. Nguyên nhân do khi bề mặt cối dập nguội hình ngôi sao được phủ CrN thì hệ số ma trên bề mặt của cối giảm, dẫn đến giảm khả năng bám dính của vật liệu dập lên bề mặt của cối dập, đồng thời độ cứng trên bề mặt cối dập tăng, dẫn đến tăng khả năng chịu mài mòn và chịu cào xước của bề mặt làm việc của cối dập nguội. Kết quả này đã minh chứng bộ thông số phủ có thể ứng dụng vào thực tế sản xuất, đồng thời cũng cho thấy ảnh hưởng của lớp phủ CrN đến tuổi thọ và chất lượng của khuôn dập nguội.

Kết luận chương 4

- Ứng dụng phương pháp qui hoạch thực nghiệm Box-Benken đã xác định được hàm hồi qui mô tả ảnh hưởng đồng thời của 3 thông số công nghệ đến độ bám dính của lớp phủ CrN với lớp nền SKD11, trên cơ sở giải bài toán tối ưu đã xác định được giá trị 3 thông số công nghệ phủ gồm: tần số xung là 99,5 kHz, lưu lượng khí nitơ là 6,18 sccm và nhiệt độ để là 300°C cho lực bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 là lớn nhất ($L_c = 13,83$ N).

- Các mẫu thép SKD11 được phủ với các thông số công nghệ xác định từ hàm hồi qui, kết quả cho thấy lớp phủ CrN trên mẫu thép SKD11 không xuất hiện các khuyết tật, thành phần của lớp phủ tương đối hợp thức, lớp phủ có cấu trúc dạng tinh thể định hướng chủ yếu theo mặt (200), kích thước hạt 66 nm, chiều dày lớp phủ đạt được 3 μ m với thời gian tạo phủ là 90 phút và độ cứng trung bình của lớp phủ CrN đạt được 2055 HV; hệ số ma sát của mẫu phủ là 0,3; tốc độ mòn của mẫu phủ là $1,35 \times 10^{-6}$ (mm/s)

- Kết quả thử nghiệm trong điều kiện sản xuất thực tế cho thấy số lượng sản phẩm dập được trên cối dập phủ CrN đạt 15000 (chiếc) trong đó cối dập không phủ chỉ dập được khoảng 7000÷8000 (chiếc). Vậy tuổi thọ của cối dập nguội phủ CrN tăng lên khoảng 2 lần so với cối dập nguội không được phủ.

KẾT LUẬN CHUNG

1. Kết luận

Với mục tiêu nghiên cứu tạo lớp phủ CrN trên nền thép SKD11 bằng phương pháp phun xạ xung DC, sau đó ứng dụng nâng cao tuổi thọ và chất lượng khuôn dập nguội. Luận văn đã đạt được các kết quả cụ thể như sau:

- Chọn được 3 thông số công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) để nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số công nghệ của phương pháp phun xạ xung DC đến độ bám dính của lớp phủ CrN với nền thép SKD11.

- Xác định được giá trị 3 thông số công nghệ hợp lý để phủ gồm: tần số xung là 99.5 kHz, lưu lượng khí N₂ là 6.18 sccm và nhiệt độ mẫu phủ là 300°C. Kết quả đạt được của lớp phủ CrN trên mẫu thép SKD11 với bộ thông số công nghệ hợp lý:

- + Lực bám dính giới hạn trung bình của lớp phủ CrN với nền thép SKD11 đạt được 13.83 N, lớp phủ có cấu trúc tinh thể định hướng chủ yếu theo mặt (200), tỷ lệ hợp thức, kích thước hạt 66nm, chiều dày lớp phủ đạt được 3μm với thời gian tạo phủ là 90 phút và độ cứng trung bình của lớp phủ đạt được 2055 HV (tăng 3 lần so với độ cứng của bề mặt không phủ);

- + Đặc tính ma sát và mài mòn của lớp phủ CrN: hệ số ma sát của mẫu phủ là 0,3 (giảm khoảng 2 lần so với mẫu không phủ), tốc độ mòn của mẫu phủ là $1,35 \times 10^{-6} \left(\frac{mm}{s}\right)$ (giảm khoảng 6 lần so với mẫu không phủ).

- Kết quả ứng dụng: Độ bền của lớp phủ CrN trên bề mặt của cối dập nguội hình ngôi sao cao, tuổi thọ của khuôn dập nguội phủ CrN tăng lên khoảng 2 lần.

2. Hướng nghiên cứu tiếp theo: Tiếp tục nghiên cứu tạo phủ đa lớp Cr₂O₃/CrN, ứng dụng vào thực tế sản xuất.