

## **Nghiên cứu ảnh hưởng của các thông số công nghệ đến đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN được chế tạo bằng phương pháp phún xạ xung DC trên nền thép SKD11**

Study on the influence of technological parameters on the friction characteristics of CrN hard coating was made by sputtering sputtering method on the SKD11 steel substrate

Trần Văn Đũa\*, Phạm Đức Cường

*Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội*

*\*Email: duadhcnhn@gmail.com*

*Mobile: 0915617409*

---

### **Tóm tắt**

*Từ khóa:*

SKD11, Màng cứng, CrN, Ma sát, Mòn

Màng cứng gốc Crôm thường được sử dụng bảo vệ bề mặt khỏi sự cào xước và mài mòn, giảm ma sát, chống dính, tăng tuổi thọ làm việc của chi tiết và dụng cụ. Đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN được quyết định bởi phương pháp và các tham số công nghệ trong quá trình tạo màng. Nội dung của bài báo khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng khí, tần số xung, nhiệt độ đế đến đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN được tạo phủ bằng phương pháp phún xạ xung DC trên nền thép SKD11.

---

### **Abstract**

*Keywords:*

SKD11, Hard coating, CrN, Friction, Wear

The Cr-based hard coating is often used to protect the surface from scratching and abrasion, reduce friction, anti-sticking, increase the lifetime of parts and tools. The friction characteristics of the CrN hard coating are determined by the method and the technological parameters in the CrN hard coating forming process. The content of the article investigated the effects of airflow, pulse frequency, substrate temperature on the friction characteristics of hard coating CrN coated by DC sputtering method on SKD11.

---

Ngày nhận bài: 26/7/2018

Ngày nhận bài sửa: 14/9/2018

Ngày chấp nhận đăng: 15/9/2018

---

## **1. GIỚI THIỆU**

Trên thế giới, các lớp màng cứng (chiều dày đo bằng nanomet hoặc micromet) bảo vệ bề mặt cho các 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 sự 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 loại lớp màng 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 loại lớp màng cứng bảo vệ bề mặt và đạt được những thành tựu đáng khích lệ. Có thể ví dụ như công ty TNHH Fujilloy của Thái lan, công ty Zhejiang Huijin của Trung quốc đã chế tạo thành công và thương mại hóa một số loại lớp màng cứng.

PVD là thuật ngữ chung dùng để chỉ công nghệ chế tạo các lớp màng cứng bằng lắng đọng vật liệu ở pha hơi lên bề mặt mẫu hoặc chi tiết trong môi trường chân không bằng quá trình vật lý. Công nghệ PVD được sử dụng trên 30 năm nay và ngày càng được ứng dụng rộng rãi để tạo các lớp màng cứng bảo vệ bề mặt chi tiết và dụng cụ. Quá trình PVD bao gồm 3 giai đoạn chính: Bay hơi tách hoặc lấy vật liệu từ bia hay đích; Chuyển chở: di chuyển vật liệu tới bề mặt cần phủ; Lắng đọng: tạo lớp màng lên bề mặt mẫu phủ.

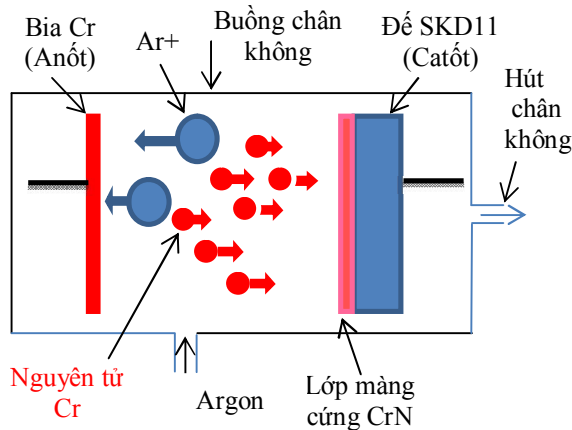
Trong các loại màng cứng đang được nghiên cứu và sử dụng rộng rãi, màng CrN có các đặc điểm như độ cứng cao (khoảng 1800-2100 HV, hệ số ma sát nhỏ khả năng chịu nhiệt tốt (làm việc ổn định tới nhiệt độ 700 °C), khả năng chịu mài mòn và cào xước tốt, [1-6]. Thêm vào đó, CrN là vật liệu trơ (không phản ứng với hầu hết các hóa chất) và ổn định, khả năng bám dính rất mạnh tạo ra liên kết phân tử với vật liệu nền, có thể dùng để phủ lên rất nhiều loại vật liệu nền khác nhau. Bên cạnh đó CrN là vật liệu không độc nên có thể phủ cho các dụng cụ dùng trong giải phẫu hoặc các thiết bị sản xuất thực phẩm. Nhờ những ưu điểm trên, màng cứng CrN có tiềm năng được ứng dụng rộng rãi trong chế tạo các bộ phận của động cơ ô tô, dụng cụ cắt gọt, một số loại khuôn đúc áp lực, hay khuôn dập kim loại.

Đặc tính ma sát là một trong những yếu tố quan trọng quyết định khả năng chịu mài mòn của lớp màng cứng, đặc tính này phụ thuộc chủ yếu vào phương pháp và các thông số công nghệ trong quá trình tạo màng. Đã có nhiều công trình nghiên cứu tính chất của màng cứng CrN được chế tạo bằng kỹ thuật PVD, trong đó phương pháp phun xạ xung DC thuộc phương pháp tạo 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 mẫu thép SKD11. Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả đã tiến hành chế tạo các mẫu từ thép SKD11, phủ lớp màng cứng CrN bằng phương pháp phun xạ xung DC, sau đó tiến hành khảo sát ảnh hưởng của các tham số công nghệ trong quá trình tạo phủ đến đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN.

## 2. CƠ SỞ LÝ THUYẾT/PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

### 2.1. Cơ chế phun xạ xung DC

Đặt điện áp xung DC có tần số lặp đủ cao ( $0 \div 350$  kHz giữa Catốt và Anốt (hình 1), 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 và va chạm với các ion khác trong môi trường plasma trở thành những ion Cr chuyển động về phía đế (thép SKD11), trong quá trình vận chuyển kết hợp với các ion của khí nitơ lắng đọng lên đế thép SKD11 tạo thành lớp phủ CrN.



Hình 1. Cơ chế phun xạ xung DC



Hình 2. Mẫu thí nghiệm

## 2.2. Mẫu thép SKD11 phục vụ nghiên cứu thực nghiệm

Mẫu thép dùng để nghiên cứu phải đạt các yêu cầu về độ nhám bề mặt, độ cứng bề mặt và kích thước phù hợp với các thiết bị thí nghiệm, phân tích đánh giá. 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:  $\phi 15 \times L 5 \text{ mm}$  (hình 2), được nhiệt luyện đạt độ cứng trong khoảng (58 ÷ 60) HRC, được mài và đánh bóng đạt độ nhám của bề mặt  $Ra < 0.02 \mu\text{m}$ .

## 2.3. Tạo màng CrN trên mẫu thép

Quá trình lắng đọng màng cứng CrN bằng phương pháp phun xạ xung được thực hiện trên thiết bị chân không có kích thước buồng với đường kính 300 x 600 mm, hệ bơm chân không sử dụng bơm cơ học và bơm khuếch tán. Đầu phun xạ magnetron lắp bia Crôm (99,99%) kích thước 100x10 mm, khí công tác sử dụng gồm hai loại: Ar 99,99%, và N<sub>2</sub> 99,99%. Lượng khí đưa vào buồng chân không được điều khiển bằng hai thiết bị Mass Flow Control 2179A của hãng MKS. Nguồn điện áp xung sử dụng là thiết bị Pinnacle TM plus có tần số từ 0-350KHz, công suất 5 kW của hãng Advance Energy- Inc - USA.

Các thông số công nghệ cố định khi tạo màng cứng CrN: khoảng cách đế - bia là 100 mm, lưu lượng khí Ar là 12 cm<sup>3</sup>/phút, áp suất cơ bản là  $8 \times 10^{-2}$  Pa, cường độ dòng phun xạ là 1A, thời gian tạo màng là 90 phút. Ba tham số công nghệ thay đổi giá trị để nghiên cứu ảnh hưởng đến đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN trong quá trình lắng đọng theo bảng 1.

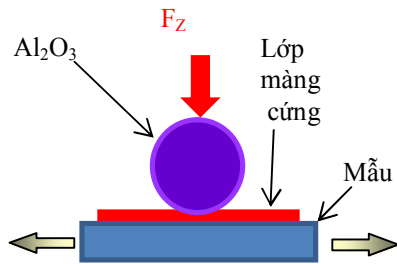
Bảng 1. Các tham số tạo màng

TT	Các thông số	Khoảng giá trị của các thông số nghiên cứu
1	Tần số xung, kHz	50 ÷ 150
2	Lưu lượng khí nitơ, cm <sup>3</sup> /phút	4 ÷ 8
3	Nhiệt độ mẫu phủ, °C	100 ÷ 300

Trước khi tạo màng, mẫu thép được xử lý làm sạch bề mặt bằng hóa chất theo một quy trình nghiêm ngặt, đảm bảo màng tạo được có thể bám dính tốt trên bề mặt [7].

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

Nguyên lý đo ma sát kiểu tịnh tiến bi trên mẫu phẳng [8]: mẫu phẳng đặt ở dưới và bi đặt ở trên (hình 3). 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  $F_z/F_x$ .



Hình 3. Nguyên lý đo ma sát kiểu tịnh tiến



Hình 4. Thiết bị đo ma sát UTM-2

Trong thí nghiệm này đặc tính ma sát của lớp màng cứng CrN được đo trên thiết bị đo đa năng UMT -2 (Universal Micro Materials Tester), thiết bị này do hãng CETR của Mỹ chế tạo (hình 4) với tải trọng ( $F_z$ ) lớn nhất đặt lên mẫu là 200 N và tần số lớn nhất của bàn máy mang mẫu là 20 Hz. Các điều kiện đo hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN: bi  $Al_2O_3$  đường kính 4mm, tải trọng là 5N, tốc độ tịnh tiến là 0,1m/s, nhiệt độ  $24^{\circ}C \pm 1$  và độ ẩm  $70\% \pm 5$  với thời gian đo 10 phút. Mỗi thí nghiệm được thực hiện ít nhất là 3 lần nhằm đảm bảo tính lặp lại của kết quả thực nghiệm.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Để khảo sát ảnh hưởng của 3 tham số công nghệ: tần số xung (A), lưu lượng khí nitơ (B), nhiệt độ đế (C) của quá trình tạo màng cứng CrN trên nền thép SKD11 đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN thì số thí nghiệm được thiết kế theo qui hoạch Box-Behken với tổng số thí nghiệm là 15. Kết quả đo hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN trên nền thép SKD11 được thống kê theo bảng 2.

Bảng 2. Kết quả đo hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN

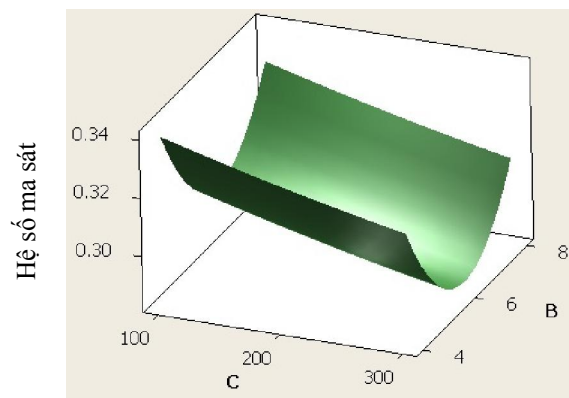
Số thí nghiệm	Tần số xung - A (kHz)	Lưu lượng khí - B ( $cm^3/phút$ )	Nhiệt độ đế - C ( $^{\circ}C$ )	Hệ số ma sát
1	100	4	100	0.34
2	100	8	300	0.31
3	100	6	200	0.29
4	50	8	200	0.35
5	50	6	100	0.34
6	100	6	200	0.30
7	50	4	200	0.35

8	150	4	200	0.35
9	100	8	100	0.33
10	150	6	100	0.31
11	150	8	200	0.33
12	100	6	200	0.29
13	50	6	300	0.30
14	100	4	300	0.32
15	150	6	300	0.31

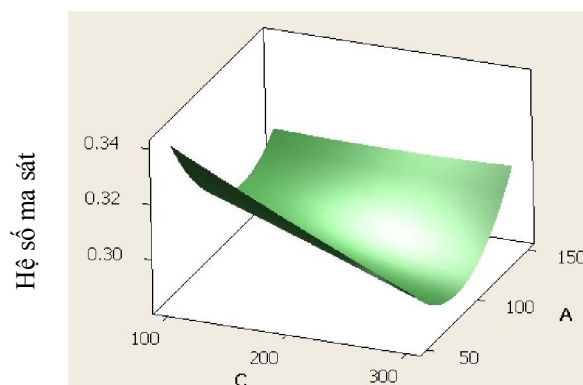
Chạy chương trình phân tích dữ liệu trong phần mềm Minitab, thu được kết quả hàm hồi qui mô tả ảnh hưởng của 3 thông số công nghệ (tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ) đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN trên nền thép SKD11 như sau:

$$\text{Hệ số ma sát} = 0,712 - 0,0018*A - 0,09*B - 3,333.10^{-4}*C + 8,333.10^{-6}*A^2 + 0,0077*B^2 + 8,333.10^{-8}*C^2 - 5.10^{-5}*A*B + 2.10^{-6}*A*C$$

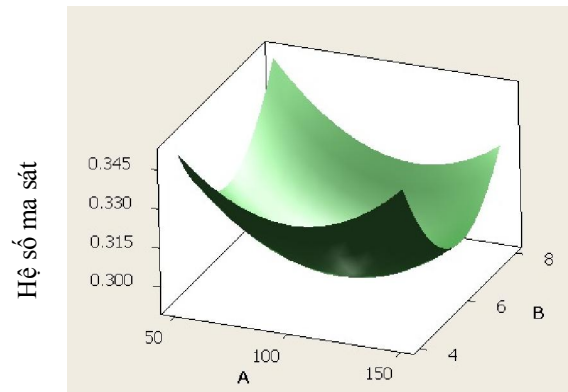
Mô hình đáp ứng bề mặt thể hiện sự tương tác của ba thông số công nghệ là tần số xung, lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN trên nền thép SKD11 được trình bày ở trên các hình 5; 6; 7.



**Hình 5.** Đồ thị sự phụ thuộc hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN vào lưu lượng khí nitơ và nhiệt độ ở tần số 100 kHz



**Hình 6.** Đồ thị sự phụ thuộc hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN vào tần số xung và nhiệt độ ở lưu lượng khí nitơ 6 sccm



**Hình 7.** Đồ thị sự phụ thuộc hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN vào tần số xung và lưu lượng khí nitơ ở nhiệt độ 200 °C

Từ hàm hồi qui thực nghiệm kết hợp với đồ thị sự phụ thuộc hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN vào tần số xung, hàm lượng khí nitơ và nhiệt độ mẫu phủ (các hình 5; 6; 7) cho thấy rằng:

Ảnh hưởng mạnh nhất đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN được phủ bằng phương pháp phun xạ xung DC là lưu lượng khí nitơ (B), tiếp theo là tần số xung (A) và ảnh hưởng ít nhất là nhiệt độ mẫu phủ (C);

Các ảnh hưởng bậc hai và tương tác của các tham số đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN cũng được thể hiện rõ ràng. Tuy nhiên, đối với tham số tương tác B×C cho thấy ảnh hưởng không đáng kể của các tham số này đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN;

Các tham số mang dấu (+) thể hiện sự ảnh hưởng thuận và làm tăng hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN. Ngược lại, các tham số mang dấu (-) cho biết ảnh hưởng đối nghịch và làm cho hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN giảm xuống;

Ảnh hưởng mạnh nhất của lưu lượng khí nitơ đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN cho thấy trong khoảng nghiên cứu 4 ÷ 8 sccm (lưu lượng khí nitơ thay đổi) là nguyên nhân chính dẫn đến sự thay đổi hệ số ma sát của lớp phủ CrN, hệ số ma sát giảm xuống sau đó lại tăng lên;

Ảnh hưởng của tần số xung đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN cho thấy trong khoảng nghiên cứu từ 50 ÷ 150 kHz (tần số xung thay đổi) cũng là nguyên nhân dẫn đến góp phần làm thay đổi hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN, hệ số ma sát giảm xuống sau đó lại tăng lên;

Nhiệt độ mẫu phủ ảnh hưởng ít nhất và tuyến tính đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN, trong khoảng nghiên cứu từ 100 ÷ 300 °C cho thấy hệ số ma sát của lớp phủ CrN giảm dần;

#### 4. KẾT LUẬN

Trong bài báo này, nhóm tác giả nghiên cứu tạo lớp màng cứng CrN trên nền thép SKD11 bằng phương pháp phun xạ xung DC, sau đó tiến hành khảo sát mức độ ảnh hưởng của tần số xung, lưu lượng khí nitơ, nhiệt độ đế trong quá trình tạo màng đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN. Kết quả cho thấy khi thay đổi giá trị của các tham số công nghệ tần số xung, lưu lượng khí nitơ, nhiệt độ đế trong quá trình tạo màng làm thay đổi năng lượng của ion trong plasma của buồng tạo màng dẫn đến thay đổi cơ tính của lớp màng cứng. Ảnh hưởng mạnh nhất đến hệ số ma sát của lớp màng cứng CrN 1 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;

## LỜI CẢM ƠN

Nhóm tác giả cảm ơn sự hỗ trợ của Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội trong nghiên cứu.

## DANH MỤC DANH PHÁP/KÝ HIỆU

*PVD* : Lắng đọng pha hơi bằng quá trình vật lý  
*UMT* : Thiết bị thí nghiệm đa năng đánh giá lớp phủ micro  
*DC* : Dòng điện một chiều

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Compositional, microstructural and morphological effects on mechanical and tribological properties of chromium films, S.J. Bull, Surface and Coatings Technology, 142-144, 1990, pp. 732-744.
- [2]. Structure, hardness and tribological properties of reactive magnetron sputtered chromium nitride films, N. Baker, Journal of Vacuum Science and Technology A, Issue 1, 2000, pp.30-46
- [3]. Structure, hardness and adhesion properties of CrN films deposited on nitride and nitrocarburized SKD 61 tool steels, F. D. Lai, Surface and Coatings Technology, 88, 1997, pp. 183-189
- [4]. The mechanical properties evaluation of the CrN coatings deposited by the pulsed DC reactive magnetron sputtering, J.-W. Lee, Surface and Coatings Technology, 200, 2006, pp. 3330-3335.
- [5]. Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques, L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow, Z. Wang, Thin Solid Films, 355-356, 1999, pp. 465-471
- [6]. Deposition of CrN coatings by PVD methods for mechanical application, S.K. Pradhan, Surface and Coatings Technology, 43-44, 1990, pp. 1012-1016.
- [7] Trần Văn Đua, Phạm Đức Cường, Đào Huy Hoàng, Đào Duy Trung. Khảo sát hình thái học và độ nhám tế vi của lớp màng cứng CrN chế tạo bằng phương pháp lắng đọng vật lý từ pha hơi trong môi trường chân không, Tạp chí khoa học & công nghệ số 22.2014
- [8]. M. Hutchings. Tribology. Friction and Wear of Engineering Materials. University of Cambridge, Edward Arnold, Great Britain, 1992.