

ĐẶC TÍNH CƠ HỌC CỦA CÁC LỚP PHỦ AlTiN, TiAlN LẮNG ĐỘNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP HỒ QUANG CATHODE (ARC-PVD) TRÊN NỀN THÉP KHÔNG GỈ SUS304

NGÔ THANH BÌNH ⁽¹⁾, VŨ VĂN HUY ⁽¹⁾, ĐOÀN THANH VÂN ⁽¹⁾,
HOÀNG THANH LONG ⁽¹⁾, SERGEEV V. P. ⁽²⁾

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Thép không gỉ SUS304 là một trong những vật liệu kết cấu hiện đại được sử dụng rộng rãi nhất do khả năng chống ăn mòn cao, cơ tính đạt yêu cầu, tính hàn tốt và độ dẻo cao [1-4]. Tuy nhiên, khả năng chống mài mòn trượt của chúng khá hạn chế. Các chi tiết như cánh khuấy làm từ SUS304 của các thiết bị khuấy trộn thực phẩm, được phẩm làm việc ở điều kiện ma sát khô, chịu sự cọ xát lớn và cường độ làm việc cao nên nhanh bị mài mòn làm tăng chi phí bảo trì và sửa chữa hệ thống. Khả năng chống mài mòn của vật liệu có thể được cải thiện bằng cách phủ các hệ lớp phủ cứng khác nhau, chẳng hạn như TiN, CrN, TiAlN, AlTiN hoặc AlCrN [5,6]. Các loại màng cứng TiAlN hoặc AlTiN hiện đại được sử dụng rộng rãi để phủ các dụng cụ cắt gọt hoặc các chi tiết cơ khí để giảm mài mòn cơ-hóa, mòn dính, nhờ hệ số ma sát thấp, chịu va đập cao và khả năng làm việc vượt trội ở nhiệt độ cao so với các lớp phủ khác. Nói cách khác, việc sử dụng lớp phủ AlTiN và TiAlN (với các tỷ lệ Al/(Ti+Al) khác nhau) có thể là một giải pháp hiệu quả để tăng khả năng chịu mài mòn của các chi tiết thép không gỉ làm việc trong điều kiện chịu mài mòn khắc nghiệt [7-10]. Ngoài ra, các hệ lớp phủ ba nguyên tố như TiAlN hoặc AlTiN không chỉ giúp cải thiện các đặc tính ma sát mài mòn của lớp nền mà còn có thể được sử dụng để tạo lớp bảo vệ trên các chi tiết bằng thép chịu ăn mòn và xói mòn do xâm thực. Các lớp phủ như TiAlN hoặc AlTiN được đề xuất ứng dụng trong các bộ phận của máy thủy lực, máy chính xác và ngành sản xuất động cơ như một phương pháp để ngăn ngừa xói mòn do xâm thực [11].

Trong lớp phủ nhiều thành phần như lớp phủ TiAlN, nhôm là nguyên tố thay thế cho titan, do đó cấu trúc của lớp phủ bị thay đổi do sự chênh lệch bán kính của các nguyên tử Al và Ti. Vì cấu trúc tinh thể của lớp phủ TiAlN bị biến dạng, nên ứng suất dư của lớp phủ tăng lên so với lớp phủ TiN. Kết quả là nhờ tác dụng của dung dịch rắn, giá trị độ cứng sẽ thay đổi. Mặt khác, các đặc tính ma sát mài mòn của lớp phủ cũng thay đổi do sự biến dạng cấu trúc vi mô của lớp phủ [12]. Ngoài ra, lớp phủ TiAlN có cấu trúc nano tạo thành một lớp thụ động, dày đặc để bảo vệ lớp phủ và chất nền của nó [13]. Lớp Al_2O_3 bảo vệ nhiệt tốt chống oxy hóa phần còn lại của lớp phủ TiAlN ở nhiệt độ cao.

Lớp phủ AlTiN và TiAlN có thể dễ dàng được lắng đọng trên các vật liệu nền khác nhau và được sử dụng rộng rãi trong gia công cơ khí để giảm mài mòn do ma sát. Các lớp phủ này hoạt động tốt trong điều kiện chịu tải cao [7-10]. Tuy nhiên, cơ chế mài mòn trượt của chúng trong điều kiện tải vừa phải vẫn chưa được báo cáo đầy đủ trong các tài liệu.

Mục đích của bài báo này là khảo sát các đặc tính cơ học và khảo sát cơ chế mòn trượt dưới tải trọng vừa của các lớp phủ AlTiN và TiAlN lắng đọng trên nền SUS304.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

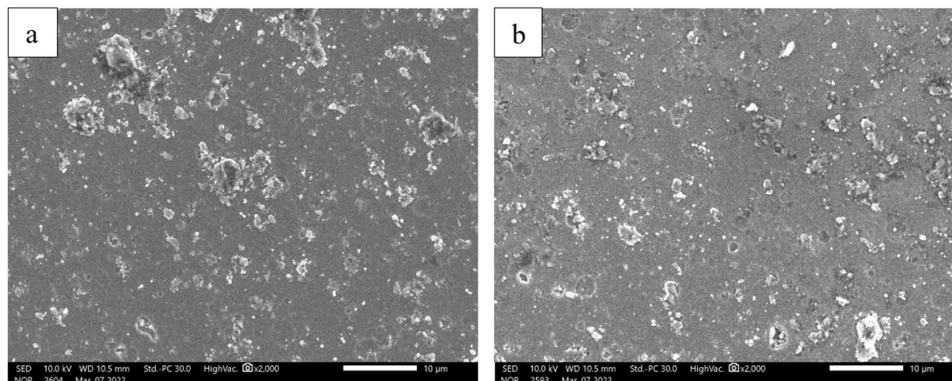
Lớp phủ AlTiN và TiAlN được lắng đọng với tỉ lệ Al/(Ti+Al) khác nhau trên nền thép không gỉ SUS304, được thực hiện trên thiết bị hồ quang cathode PfC 450, sử dụng bia AlTi 33/67 và AlTi 50/50. Mẫu kích thước 30 mm x 30 mm x 3 mm được sử dụng để chế tạo lớp phủ. Thông số công nghệ sử dụng chung cho chế tạo hai lớp phủ: Nhiệt độ buồng chân không: 500°C, điện áp đầu hồ quang thay đổi 100-150 A, thiên áp để -100 V, áp suất buồng chân không 1,3 Pa.

Sau khi lắng đọng, một số tính chất của lớp phủ đã được xác định. Ảnh SEM&EDS được thực hiện bằng thiết bị JEOL JSM-IT200. Độ dày lớp phủ được kiểm tra bằng thiết bị calotester kaloMAX II và đánh giá kim tương sử dụng kính hiển vi quang học Leica DMi 8M. Độ bám dính của các lớp phủ được xác định bằng thử nghiệm Rockwell theo tiêu chuẩn VDI 3198.

Để mô phỏng các điều kiện ma sát dưới tải trọng trung bình, gồm 2 N, 4 N và 6 N các thử nghiệm ma sát mài mòn khô ball-on-flat cũng được thực hiện với việc sử dụng thiết bị Micro-Tribometer Bruker CETR-UMT-2. Các viên bi 100Cr6 có đường kính 4,76 mm được sử dụng làm đối trọng (counterbody). Điều kiện thực hiện thí nghiệm gồm tần số trượt 5 Hz, độ dài trượt 10 mm, tổng thời gian thử nghiệm 1000 s, thử nghiệm ở nhiệt độ phòng. Kết quả là hệ số ma sát của các lớp phủ dưới các tải trọng khác nhau được thiết bị ghi lại theo thời gian thực. Vết mòn của các mẫu được chụp bằng kính hiển vi quét laser đồng tiêu Olympus OSL 5100, các phép đo cung cấp các biểu đồ đặc trưng và cho phép xác định độ mài mòn của lớp phủ.

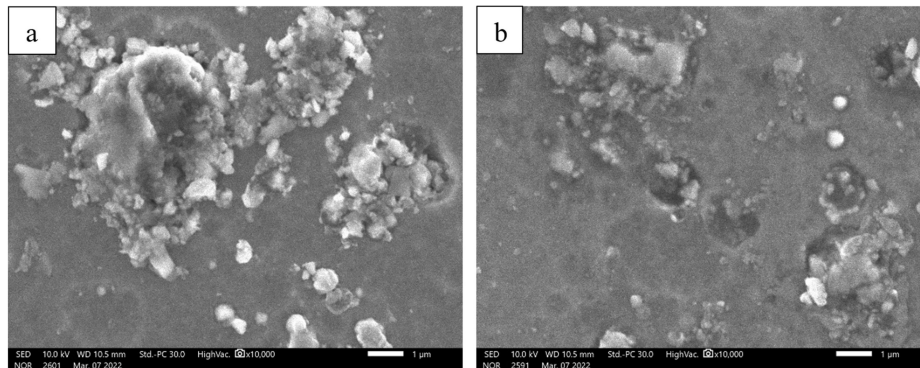
3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. SEM, EDS



Hình 1. Ảnh SEM bề mặt của các lớp phủ: (a) AlTiN, (b) TiAlN

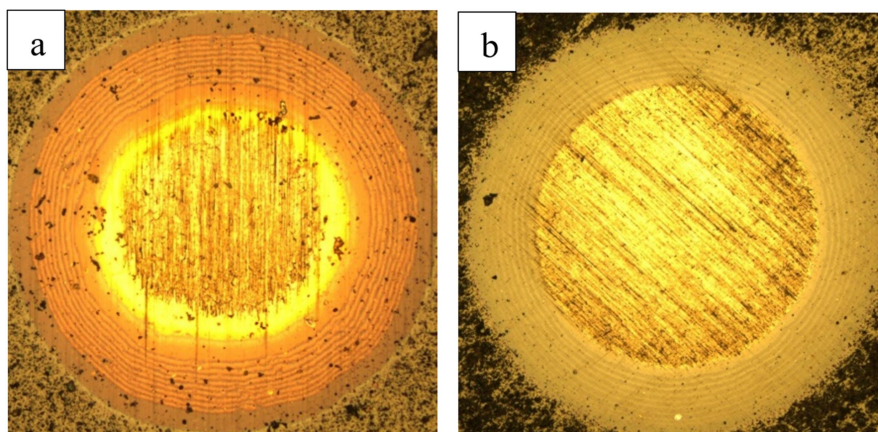
Lớp phủ AlTiN và TiAlN được lắng đọng với tỉ lệ Al/(Ti+Al) khác nhau, phân tích EDS bề mặt lớp phủ cho ta giá trị trung bình khối lượng nguyên tử của hai lớp phủ lần lượt là 0,584 và 0,502. Các lớp phủ có cấu trúc bề mặt đặc trưng của lớp phủ chế tạo bằng phương pháp hồ quang cathod (hình 1, 2). Các hạt kim loại thô (metallic macroparticles) được phân loại là các khuyết tật của lớp phủ, thường được hình thành trong các màng mỏng do lắng đọng hồ quang cathod và nói chung có đường kính vài μm [14, 15]. Chúng thường không được mong muốn vì điều đó có thể làm giảm hiệu năng của lớp phủ rất nhiều.



Hình 2. Ảnh SEM phóng đại của lớp phủ: (a) AlTiN, (b) TiAlN

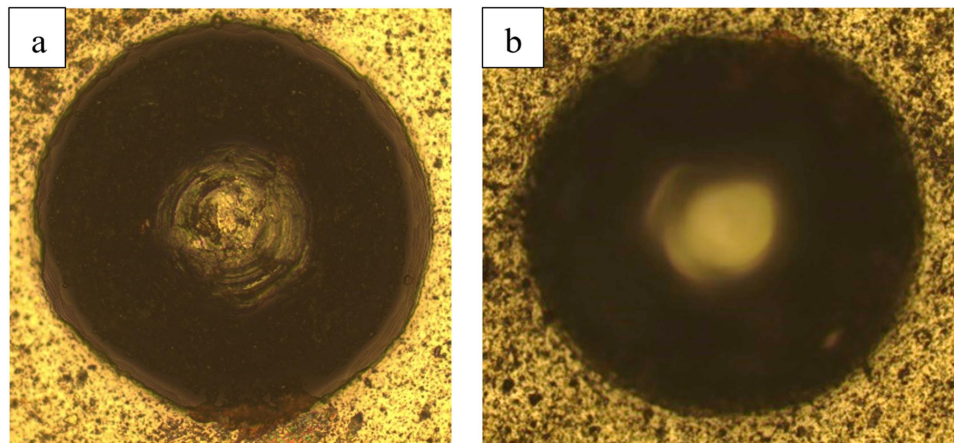
3.2. Độ dày và độ bám dính

Trong nghiên cứu này đã chế tạo các lớp phủ AlTiN và TiAlN với độ dày $\sim 2,98 \mu\text{m}$ và $\sim 2,8 \mu\text{m}$ tương ứng. Vết mòn kiểm tra độ dày lớp phủ bằng phương pháp kalotest được thể hiện trên hình 3. Kiến trúc lớp phủ được thiết kế kiểu đa lớp, phù hợp chế tạo các lớp phủ cho dụng cụ cắt gọt, chi tiết máy chịu mài mòn và va đập cao.



Hình 3. Hình ảnh vết mòn đo độ dày của lớp phủ bằng phương pháp kalotest: (a) AlTiN, (b) TiAlN

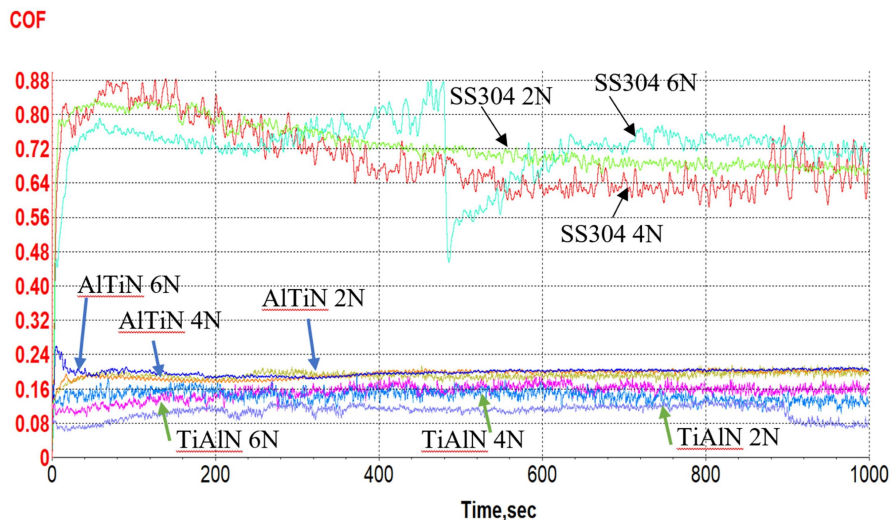
Độ bám dính được xác định bằng thử nghiệm Daimler-Benz Rockwell-C. Vết lõm dưới tải trọng 150 kg thực hiện trên máy đo độ cứng Rockwell C được phân tích dưới kính hiển vi quang học và phân loại theo độ bám dính từ HF1 đến HF6 theo mức độ nứt và sự tách lớp của lớp phủ xung quanh. Theo tiêu chuẩn này ta thấy cả hai lớp phủ AlTiN và TiAlN đều đạt độ bám dính HF1 vì không phát hiện vết nứt quanh vết lõm (hình 4).



Hình 4. Ảnh vết lõm đánh giá độ bám dính của lớp phủ: (a) AlTiN, (b) TiAlN

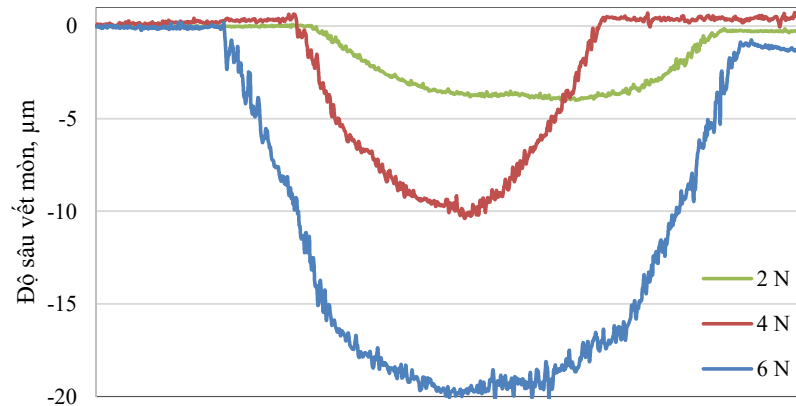
3.3. Hành vi mài mòn

Thử nghiệm ball-on-flat được sử dụng trong nghiên cứu này mô phỏng hoạt động thực tế trong điều kiện ma sát với ba giá trị tải thử nghiệm khác nhau. Hệ số ma sát của vật liệu nền, lớp phủ AlTiN và TiAlN dưới các tải trọng khác nhau được thể hiện trong hình 5.



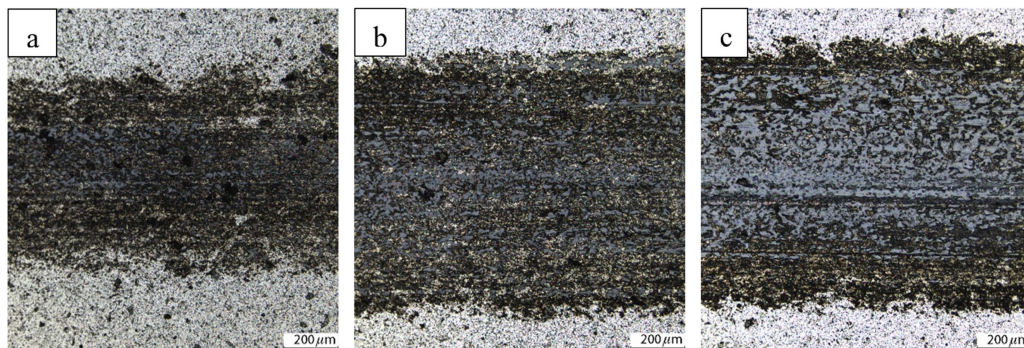
Hình 5. Hệ số ma sát (COF) của vật liệu nền và lớp phủ AlTiN và TiAlN

Vật liệu SUS304 chưa phủ có hệ số ma sát khoảng 0,64-0,73. Mài mòn ở mẫu thép không gỉ là mài mòn trượt và biến dạng dẻo, kèm tách lớp dạng vảy và tạo rãnh. Độ sâu trung bình vết mòn khi thử nghiệm trượt với các tải trọng 2 N, 4 N và 6 N lần lượt là 4,1 μm , 10,0 μm và 19,9 μm (hình 6).



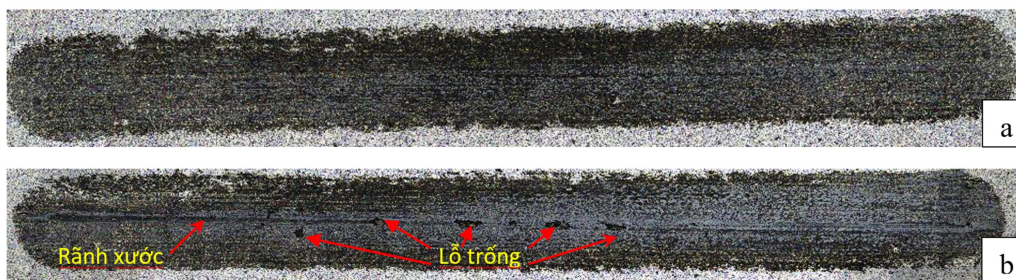
Hình 6. Độ sâu vết mòn thử nghiệm trên nền SUS304 không lớp phủ

Đối với lớp phủ AlTiN, hệ số ma sát được xác lập sau khoảng 50 s thử nghiệm, dần ổn định sau 400 s và ổn định ở mức 0,19-0,21. Không quan sát thấy ảnh hưởng của tải trọng áp lên bi đối với hệ số ma sát trong cặp ma sát 100Cr6-AlTiN. Trường hợp lớp phủ TiAlN, biên độ biến động của giá trị hệ số ma sát khá cao. Hệ số ma sát giữa lớp phủ và bi không giống nhau với các giá trị tải khác nhau. Hệ số ma sát tăng khi tăng tải thử nghiệm, hệ số ma sát thấp nhất trung bình là 0,12-0,14 tương ứng với tải 2 N, cao nhất là 0,15-0,17 ứng với tải 6 N. Sự ổn định trong biên độ dao động của hệ số ma sát dự đoán cơ chế mài mòn đều, ít có sự bong tróc, tách lớp đột ngột của lớp phủ cũng như vật liệu nền. Khi biên độ dao động của đồ thị hệ số ma sát cao, thường liên quan đến sự bong tróc, tách lớp, nứt do tác động cày xới của bi lên vật liệu nền. Dự đoán hành vi mòn của lớp phủ có thể được khảo sát cụ thể thông qua nghiên cứu hình ảnh vết mòn dưới độ phóng đại cao.

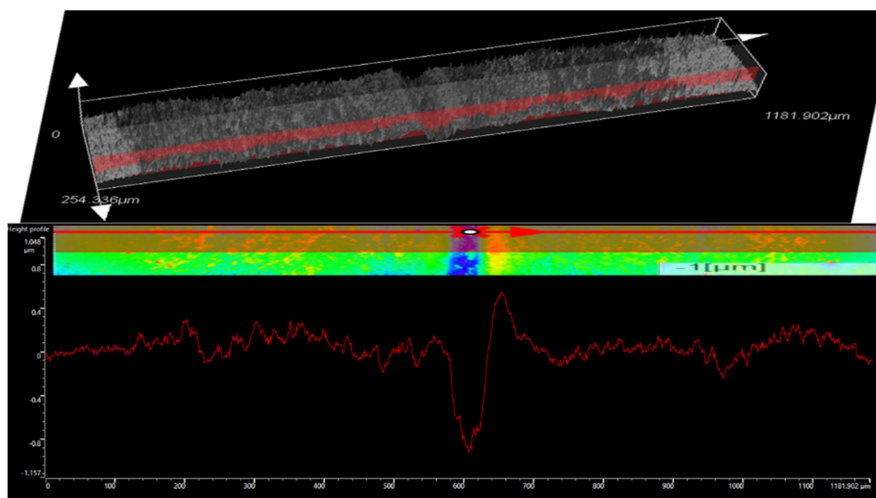


Hình 7. Ảnh vết mòn của lớp phủ AlTiN sau thử nghiệm ball-on-flat với các tải trọng: (a) 2 N, (b) 4 N, (c) 6 N

Do các lớp phủ AlTiN và TiAlN có tính chất cơ học cao và khả năng chống oxy hóa ở nhiệt độ cao tốt nên cơ chế mài mòn của chúng được dự đoán là tạo rãnh và xước nhỏ với sự hiện diện của các vết xước dài. So sánh hình ảnh vết mòn lớp phủ AlTiN ở các tải khác nhau (hình 7) cho ta thấy khi tải 2 N, cơ chế mài mòn chủ yếu là làm tù các đỉnh cao nhất của lớp phủ trên hành trình của bi. Một số các đỉnh thấp hơn vẫn chưa tiếp xúc với đầu bi, dẫn đến chúng vẫn còn có thể quan sát được (các vùng trắng sáng trong vùng vết mòn, hình 7a). Các vùng sáng trắng này vẫn còn có thể quan sát được khá nhiều ở bên trong vết mòn với tải 4 N (hình 7b), và một số ít ở vết mòn với tải 6 N (hình 7c).



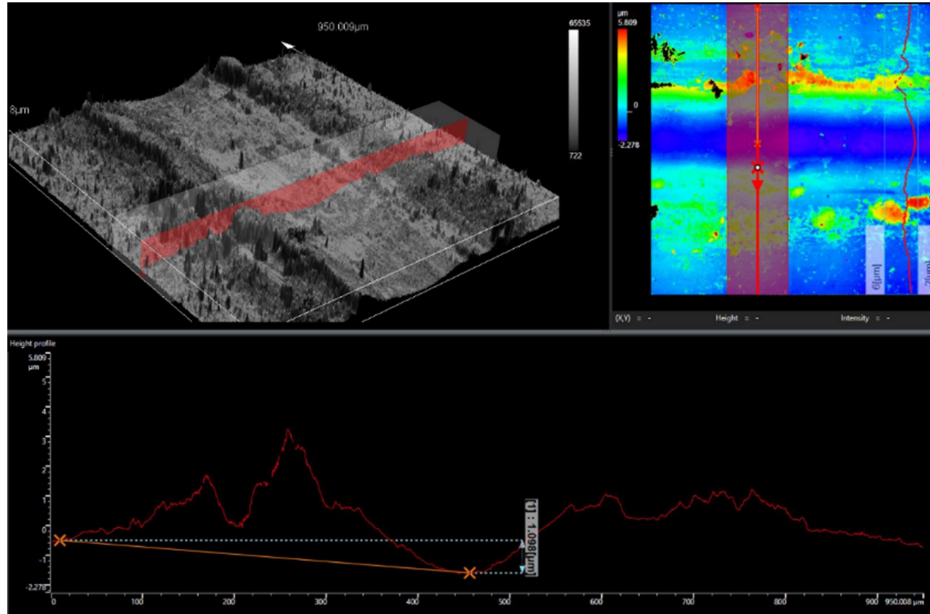
Hình 8. Ảnh toàn bộ vết mòn AlTiN sau thử nghiệm: (a) 4 N, (b) 6 N



Hình 9. Lát cắt địa hình vết mòn AlTiN sau thử nghiệm tải 6 N

Với tải trọng 2 N và 4 N sử dụng kính hiển vi laser Olympus OSL 5100 không thể nhận diện được chiều sâu vết mòn vì chiều sâu còn rất nhỏ, mặc dù quan sát thấy một số vết xước dọc vết mòn với tải 4 N (hình 8a). Với tải trọng 6 N, sau thử nghiệm quan sát thấy sự xuất hiện của rãnh xước sâu kéo dài toàn bộ vết mòn (hình 8b), vị trí sâu nhất của vết mòn đo được khoảng 0,82 μm (hình 9). Rãnh xước bị cày xới dọc theo hướng không hoàn toàn song song với hướng chuyển động của bi. Hơn nữa độ cao về hai phía của vết xước không đều nhau. Nguyên nhân chính dẫn đến điều này, theo quan điểm của tác giả, có thể là sự tích tụ ngẫu nhiên của một tập hợp các khuyết tật tế vi có sẵn bên trong lớp phủ, kết hợp với sự bám dính của vật liệu bị

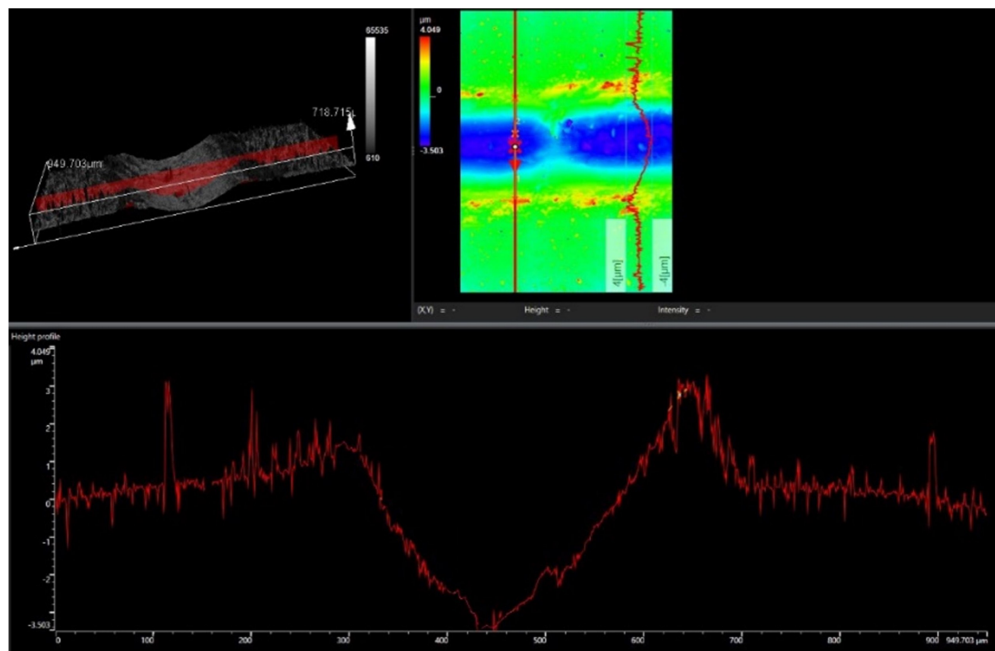
bong tróc vào couterbody và tập trung về một phía của rãnh xước. Khuyết tật tế vi bên trong có thể thấy rõ ở hình 8b, một số các lỗ trống bên dưới vết xước, chúng chủ yếu tập trung ở giữa vết mòn theo chiều dọc. Xét tổng thể, sự dịch chuyển của các mảnh vụn do mòn về dọc hai phía của vết mòn chỉ quan sát được khi thử nghiệm với tải 6 N, nhưng sự dịch chuyển này là không đáng kể (hình 9).



Hình 10. Lát cắt địa hình vết mòn TiAlN sau thử nghiệm tải 4 N

Đối với lớp phủ TiAlN, quan sát ảnh vết mòn cho ta thấy cơ chế mài mòn khá khác so với lớp phủ AlTiN. Quan sát lát cắt địa hình vết mòn lớp phủ TiAlN sau thử nghiệm 4 N (hình 10) ta thấy độ sâu vết mòn $\sim 1,098 \mu\text{m}$, ảnh quét 3D cũng như lát cắt địa hình cho thấy lớp phủ bị cày xới mảnh liệt, vật liệu lớp phủ bị mài mòn và một phần bị ép về dọc hai phía của vết mòn, dẫn đến biểu đồ hệ số ma sát của lớp phủ TiAlN có biên độ dao động lớn hơn so với lớp phủ AlTiN (hình 5). Độ cao lớp vật liệu ép về hai phía cũng không đều nhau, tức vết mòn không đối xứng. Khi tăng tải thử nghiệm lên đến 6 N (hình 11), ảnh chụp lát cắt địa hình tại vùng sâu nhất của vết mòn, quan sát thấy chiều sâu trung bình là $3,0 \mu\text{m}$, cá biệt tại vị trí bị bong tróc cục bộ độ sâu đo được đến $3,5 \mu\text{m}$. Quan sát chung vết mòn, một phần do thiết kế của thử nghiệm, không nhìn thấy sự tách lớp của màng nitrua, chúng bị ép về phía vật liệu nền SUS304, do bản chất của vật liệu nền có độ cứng không cao. Tóm lại, màng AlTiN và TiAlN có cơ chế mài mòn trượt khác nhau.

Kết quả của nghiên cứu này phù hợp với nhận định về khả năng bám dính của lớp phủ AlTiN so với lớp phủ TiAlN [11]. Lớp phủ AlTiN có tính đàn hồi cao và khả năng chống biến dạng dẻo cao hơn, tức tỉ số H/E và H^3/E^2 cao hơn lớp phủ TiAlN, trong đó H là độ cứng lớp phủ, E là mô đun đàn hồi. Khả năng đàn hồi và biến dạng dẻo theo nhận định của [11] liên quan đến thành phần hóa học của nó, tức tỉ lệ $\text{Al}/(\text{Ti}+\text{Al})$ trong lớp phủ AlTiN cao hơn lớp TiAlN.



Hình 11. Lát cắt địa hình vết mòn TiAlN sau thử nghiệm tải 6 N

4. KẾT LUẬN

Thép không gỉ SUS304 được sử dụng rộng rãi để sản xuất các chi tiết ngành thực phẩm, dược phẩm cũng như các chi tiết máy khác và được coi là vật liệu kết cấu có khả năng chống mài mòn vừa phải. Ứng dụng của lớp phủ PVD được đề xuất như một giải pháp đầy hứa hẹn, dễ thực hiện trong thực tế công nghiệp, để ngăn ngừa sự mài mòn của các bộ phận bằng thép không gỉ. Trong nghiên cứu này, cơ chế mài mòn của các lớp phủ AlTiN và TiAlN lắng đọng bằng hồ quang cathode trên thép không gỉ SUS304 đã được nghiên cứu. Các kết luận sau đây được rút ra:

- Các đặc tính của lớp phủ chứng tỏ rằng chúng có cấu trúc đạt yêu cầu, tức là chúng có độ bám dính tốt với nền, đạt độ bám dính HF1 trong thử nghiệm Rockwell. Ngoài ra, độ bám dính tốt của màng còn được kiểm chứng khi không quan sát thấy hiện tượng bong tróc lớp phủ khi thử nghiệm bài test ball-on-flat.

- Độ mòn trượt của mẫu vật liệu nền SUS304 không phủ cao hơn so với mẫu sau khi phủ PVD. Khả năng chống mài mòn trượt của AlTiN tốt hơn TiAlN khi thử nghiệm với tải 2-6 N trong bài đánh giá ma sát mài mòn ball-on-flat với cặp ma sát lớp phủ-bi 100Cr6, mặc dù lớp phủ TiAlN có hệ số ma sát thấp hơn.

- Hệ số ma sát của các lớp phủ tốt hơn so với không có lớp phủ. Hệ số ma sát giảm 5-6 lần đối với lớp phủ TiAlN, 3-3,5 lần đối với lớp phủ AlTiN. Cơ chế mài mòn trượt của màng AlTiN và TiAlN là khác nhau. Lớp phủ AlTiN là làm tù các đỉnh, tạo rãnh, các vết xước dọc vết mòn, ít có sự dịch chuyển vật liệu về hai phía dọc vết mòn. Với lớp phủ AlTiN, lớp phủ bị cây xói mãnh liệt, vật liệu bị mài mòn và bị ép về hai phía dọc vết mòn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Wang P., Zhang Y., Yu D., *Microstructure and mechanical properties of pressure-quenched SS304 Stainless Steel*, Mater., 2019, **12**:290.
2. Szala M., Beer-Lech K., Walczak M., *A study on the corrosion of stainless steel floor drains in an indoor swimming pool*, Eng. Fail. Anal., 2017, **77**:31-38.
3. Pradhan K. K., Matawale C. R., *Heat treatment analysis of SS304 for gas turbine application*, Mater. Today Proc., 2020, **33**:5734-5739.
4. Lichtenfeld J. A., Mataya M. C., Van Tyne C. J., *Effect of strain rate on stress-strain behavior of alloy 309 and 304L austenitic stainless steel*, Metall. Mater. Trans. A, 2006, **37**(1):147-161.
5. Krella A. K., *The new parameter to assess cavitation erosion resistance of hard PVD coatings*, Eng. Fail. Anal., 2011, **18**(3):855-867.
6. Bilimliri F. et al., *Friction behavior of TiAlN, AlTiN and AlCrN multilayer coatings at nanoscale*, Erzincan Univ. J. Sci. Technol. Erzincan Universitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2018, **11**(3):451-458.
7. Kulkarni A. P., Sargade V. G., *Characterization and performance of AlTiN, AlTiCrN, TiN/TiAlN PVD coated carbide tools while turning SS 304*, Materials and Manufacturing Processes, 2015, **30**(6):748-755.
8. Kohlscheen J., Bareiss C., *Effect of hexagonal phase content on wear behaviour of AlTiN arc PVD coatings*, Coatings, 2018, **8**(2):72.
9. Fan Q. X. et al., *Microstructure and corrosion resistance of the AlTiN coating deposited by arc ion plating*, Acta Metall. Sin., 2016, **29**(12):1119-1126.
10. Chen L. et al., *Thermal stability and oxidation resistance of Ti-Al-N coatings*, Surf. Coatings Technol., 2012, **206**(11-12):2954-2960.
11. Szala M. et al., *Cavitation erosion and sliding wear mechanisms of AlTiN and TiAlN films deposited on stainless steel substrate*, Coatings, 2019, **9**:340
12. Zhang Z. et al., *Tribological behaviors of super-hard TiAlN coatings deposited by filtered cathode vacuum arc deposition*, Mater., 2022, **15**(6):2236
13. Bobzin K. et al., *Development of multilayer TiAlN + γ -Al₂O₃ coatings for difficult machining operations*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 2006, **890**:7-32.
14. Yi J., Chen K., Xu Y., *Microstructure, properties, and titanium cutting performance of AlTiN-Cu and AlTiN-Ni coatings*, Coatings, 2019, **9**:818
15. Wolfe D. E., Gabriel B. M., Reedy M. W., *Nanolayer (Ti,Cr)N coatings for hard particle erosion resistance*, Surf. Coatings Technol., 2011, **205**(19):4569-4576.

SUMMARY

MECHANICAL CHARACTERISTICS OF AlTiN, TiAlN COATINGS DEPOSITED BY ARC-PVD METHOD ON SUS304 STAINLESS STEEL SUBSTRATE

The aim of the paper was to investigate the mechanical properties of AlTiN, TiAlN coatings deposited by the arc-PVD method on SUS304 stainless steel substrate. The coating's surface morphology and structure were examined using a profilometer, scanning electron microscopy, energy dispersion spectroscopy and X-ray diffraction. Adhesion of the deposited coatings was determined by the Rockwell test. The sliding wear resistance of AlTiN and TiAlN was much higher than that of the stainless steel sample. The deposition of PVD film on a stainless steel substrate reduces the coefficient of friction by 3-6 times. The sliding wear mechanism of AlTiN and TiAlN coatings was different, AlTiN - the vertices of the coating were obtused, grooved, and scratched along the wear, with less material displacement in both directions along the wear trace; TiAlN - the coating was strongly plowed, the material was worn and forced in both directions of the sliding wear trace.

Keywords: AlTiN; TiAlN, arc-PVD, stainless steel, adhesion, wear resistance, hồ quang cathode, hồ quang chân không, thép không gỉ, bám dính, chống mài mòn.

Nhận bài ngày 10 tháng 7 năm 2022

Phản biện xong ngày 11 tháng 8 năm 2022

Hoàn thiện ngày 18 tháng 10 năm 2022

⁽¹⁾ Chi nhánh Phía Nam, Trung tâm Nhiệt đới Việt - Nga

⁽²⁾ Viện Vật lý độ bền và Khoa học vật liệu, Chi nhánh Siberi, Viện Hàn lâm Khoa học Liên bang Nga (ISPMS SB RAS)

Liên hệ: Ngô Thanh Bình

Chi nhánh Phía Nam, Trung tâm Nhiệt đới Việt - Nga
Số 3, đường 3 tháng 2, Phường 11, Quận 10, Tp. Hồ Chí Minh
Điện thoại: 0974.889.785; Email: Binhbauman85@gmail.com