

NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ PHỦ PVD TRÊN NỀN THÉP AISI 420 THẨM NITƠ

NGUYỄN VĂN THÀNH ^(1, 3), ĐOÀN THANH VÂN ⁽²⁾, TRỊNH VĂN TRUNG ⁽¹⁾,
VŨ VĂN HUY ⁽²⁾, NGUYỄN THÀNH HỢP ⁽³⁾

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Thép không gỉ họ mactenxit được ứng dụng trong những chi tiết yêu cầu độ bền và khả năng chống ăn mòn cao sử dụng trong lĩnh vực dầu khí, hóa chất, chế tạo khuôn... Khuôn ép nhựa là một trong những ứng dụng quan trọng nhất của mác thép này. Với những khuôn ép nhựa thông thường, khuôn được tạo hình, sau đó đem nhiệt luyện, cuối cùng đem mài và đánh bóng để đạt kích thước và độ nhám bề mặt theo yêu cầu.

Thép không gỉ mactenxit AISI 420 là mác thép được sử dụng phổ biến hơn cả trong quá trình chế tạo khuôn ép nhựa. Chế độ nhiệt luyện thường được tiến hành là tôi trong khoảng 1020-1050°C và ram thấp ở nhiệt độ 200°C lấy độ cứng khoảng 50 HRC. Nhiệt độ ram thấp được khuyến cáo sử dụng cho thép dụng cụ để đảm bảo khả năng chống ăn mòn [1, 2]. Tuy nhiên, đối với một số khuôn đúc nhựa làm việc trong điều kiện khắc nghiệt hơn như khuôn nhựa PVC và PET (Polyethylene terephthalate), xử lý nhiệt luyện là chưa đủ để đảm bảo tuổi thọ cho khuôn đúc. Việc nâng cao khả năng chống mài mòn cho bề mặt thép sau nhiệt luyện là hết sức cần thiết. Một trong những công nghệ cải thiện rất tốt khả năng chống mài mòn của thép không gỉ đó là thấm nitơ [3-6]. Thép không gỉ sau thấm nitơ plasma có thể đạt độ cứng lên tới 1400 HV. Tuy nhiên, vấn đề cần giải quyết tiếp theo đó là chi tiết sau thấm nitơ có độ nhám bề mặt cao và khả năng chống ăn mòn của bề mặt có thể bị suy giảm trong quá trình nhiệt luyện và quá trình thấm [7-9].

Tại Việt Nam, mặc dù có rất nhiều doanh nghiệp quy mô khác nhau tham gia sản xuất chai nhựa PET, nhưng toàn bộ máy móc và hầu hết khuôn mẫu đều phải nhập ngoại. Khó khăn trong chế tạo khuôn mẫu không nằm ở công nghệ gia công cơ khí, mà chủ yếu là công nghệ nhiệt luyện và xử lý bề mặt lòng khuôn. Bề mặt lòng khuôn cần phải có các đặc tính sau:

- Chống ăn mòn và mài mòn trong quá trình tiếp xúc với nhựa PET nóng chảy;
- Chống dính và ma sát thấp trong quá trình tháo khuôn khi nhựa PET đông đặc;
- Bền bỉ với số lần đúc khuôn rất lớn (>100000 lần), với thăng giáng nhiệt trong thời gian ngắn (~ 20 giây) trong quá trình đúc phôi.

Giải pháp cho vấn đề này đã được các nước tiên tiến nghiên cứu từ lâu và hiện nay vẫn tiếp tục được hoàn thiện. Nguyên lý chung là dựa trên việc lựa chọn và sử dụng vật liệu khuôn phù hợp (thường là thép không gỉ) kết hợp với biến tính bề mặt vật liệu bằng các kỹ thuật khác nhau. Giải pháp hiện đại nhất đang được sử dụng là:

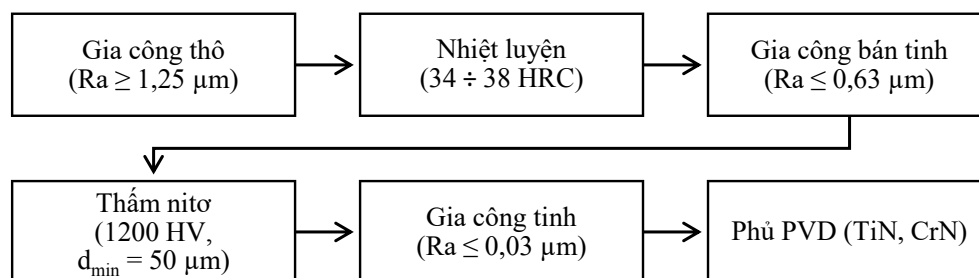
- Chế tạo khuôn bằng thép không gỉ.
- Xử lý bề mặt lòng khuôn bằng công nghệ duplex, đó là kết hợp công nghệ hóa nhiệt luyện (thấm N, thấm C,...) làm lớp nền, tiếp theo là phủ màng cứng (TiN, CrN, AlTiN, AlTiBN,...) bằng phương pháp PVD [10-14].

Nhiều nghiên cứu đã chỉ ra lớp phủ TiN và CrN có những đặc tính phù hợp liên quan đến khả năng chịu tải, hệ số ma sát, khả năng chống mài mòn, ổn định về mặt hóa học, tính chất điện hóa và ma sát [12-14]. Nghiên cứu này tập trung so sánh đặc tính lớp phủ TiN và CrN lên nền thép nhiệt luyện và thép thấm nitơ thể khí.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Chế tạo mẫu, nhiệt luyện và xử lý bề mặt

Quy trình chế tạo mẫu thử nghiệm được thể hiện như hình 1.



Hình 1. Quy trình chế tạo mẫu thử nghiệm

Thép không gỉ mactenxit AISI 420 của nhà cung cấp Daido (Nhật) có thành phần về khối lượng như sau: 0,379 %C, 13,490 %Cr, 0,833 %Si, 0,219 %V, 0,1 %Mo, 0,427 %Mn, còn lại là Fe. Mẫu được cắt từ phôi thép Ø22 mm thành các mẫu thép nhỏ có kích thước Ø22x 7 mm.

Tiến hành tôi (1030°C/90 phút) và ram hai lần (580°C/2 giờ) trong lò tôi chân không Turbo Treater M. Thông số quá trình nhiệt luyện được lựa chọn như trên để chi tiết đạt độ cứng 34 ÷ 38 HRC. Nhiệt độ ram được lựa chọn theo nguyên tắc lớn hơn nhiệt độ thấm tối thiểu 15°C, để đảm bảo ổn định cấu trúc tế vi nền trong quá trình thấm. Sau khi nhiệt luyện, mẫu thử nghiệm và chi tiết được mài đến giấy nhám có độ nhám 1200 grit và đánh bóng bằng bột Cr₂O₃ sao cho độ nhám bề mặt nhỏ hơn 0,63 μm.

Thép AISI 420 có hàm lượng Cr cao (13% khối lượng) nên trên bề mặt thép luôn tồn tại một lớp ôxit crôm rất mỏng bảo vệ. Để quá trình thấm nitơ hiệu quả, cần tiến hành thấm ngay sau khi mài và đánh bóng. Quá trình thấm nitơ thể khí được tiến hành tại Công ty Nhiệt luyện Detech - Hưng Yên. Thông số chính quá trình thấm như sau: Nhiệt độ thấm 520°C, thời gian thấm 5 giờ, sử dụng khí thấm NH₃ với thể thấm cao (độ phân hủy thấp 24%).

Mẫu đã thấm nitơ được mài qua giấy nhám có độ nhám 800, 1000, 1200, 1500, sau đó được đánh bóng bằng bột kim cương cỡ hạt 1 μm để đảm bảo độ nhám bề mặt Ra của chi tiết khoảng 0,02 μm nhằm đảm bảo khả năng che phủ của lớp phủ PVD vốn chỉ dày 1 ÷ 3 μm.

Thực hiện phủ CrN bằng máy phủ hồ quang Dreva-400 của Đức. Trước khi phủ nền nhiệt luyện H và nền thấm N được tẩy rửa, rung siêu âm trong cồn. Quá trình phủ được thực hiện ở nhiệt độ 300°C, áp suất nền $2,4 \times 10^{-2}$ Pa, lưu lượng khí Ar 20 mL/phút. Dòng hồ quang được duy trì khoảng 60 A, thiên áp để -40 V. Thiên áp để được lựa chọn nhằm giảm số lượng và cỡ hạt macro trên bề mặt mẫu phủ. Lắng đọng lớp lót Cr và Ti trong khoảng 60 giây trước khi cấp khí N₂ để tạo màng nitorit. Để tạo thành đúng hợp thức CrN và TiN và hạn chế hạt macro, lưu lượng khí N₂ được sử dụng lần lượt là 350 và 250 mL/phút. Cả hai lớp phủ CrN và TiN được thực hiện trong 30 phút.

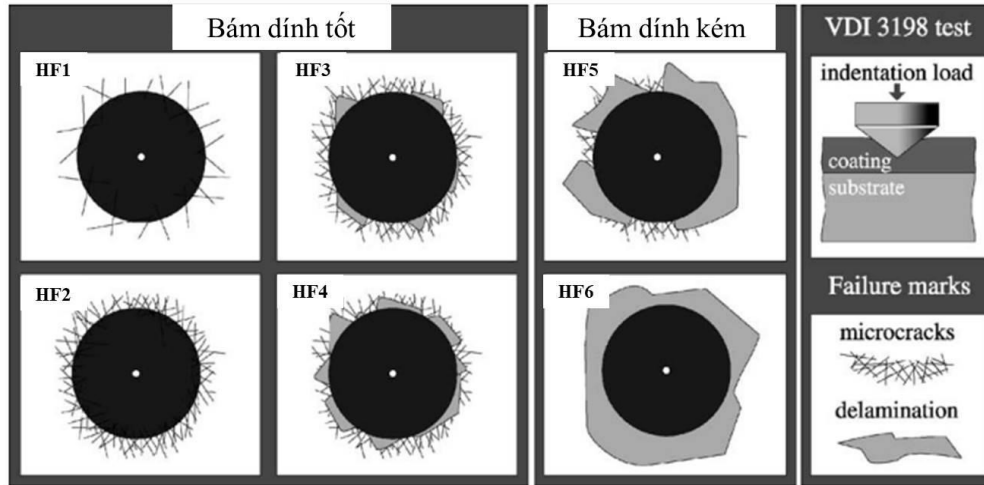
Kí hiệu mẫu phủ TiN trên nền thép nhiệt luyện và thấm N lần lượt là H-TiN và N-TiN. Tương tự mẫu phủ CrN trên nền thép nhiệt luyện và thấm N lần lượt là H-CrN và N-CrN.

2.2. Thử nghiệm phân tích đặc tính lớp thấm, phủ

Các lớp thấm, phủ sau đó được phân tích sử dụng các kỹ thuật khác nhau. Thành phần pha của lớp thấm, phủ được thực hiện bằng kỹ thuật phân tích nhiễu xạ tia X (XRD) sử dụng thiết bị Panalytical X'Pert Pro tại Bộ môn Vật liệu học - Xử lý nhiệt và bề mặt, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội. Mẫu kim tương của mặt cắt ngang mẫu thử nghiệm được tẩm thực và quan sát trên kính hiển vi quang học Axiovert 40 MAT, kính hiển vi điện tử quét JSM-6510LV với phổ kế tán xạ năng lượng EDS (INCAx-act) tại Viện Kỹ thuật Nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Kính hiển vi soi nổi Keyence (VHX-7000) được sử dụng để chụp ảnh bề mặt mẫu sau phủ và xác định độ nhám bề mặt mẫu sau phủ.

Độ cứng bề mặt và độ cứng tế vi được đo trên thiết bị Furture FM- 700e tại Viện Công nghệ, Bộ Công thương. Độ bám dính của lớp phủ được đo theo tiêu chuẩn VDI 3198 sử dụng đầu đo Rockwell gia tải 150 kg lên bề mặt mẫu nghiên cứu sử dụng thiết bị 751-Wilson Wolpert, sau đó chụp ảnh bề mặt vết đâm bằng kính hiển vi quang học Axioplan 2 tại Viện Máy móc, Bộ Công thương. Kết quả được đối chiếu với thang phân loại của tiêu chuẩn VDI 3198 [15] như hình 2. Tiêu chí đối chiếu với thang phân loại dựa trên hình dạng, số lượng vết nứt tế vi xuyên tâm, mức độ bong tróc của lớp phủ ở vị trí xung quanh đường bao tròn bên trên của vết ấn. Giá trị HF càng nhỏ thì độ bám dính của lớp phủ càng tốt. Phương pháp đo này đôi khi cũng được gọi là “Mercedes test” trong các tài liệu nước ngoài.

Đo điện hóa quét đường cong phân cực được thực hiện trên thiết bị Biologic VSP 300 tại Viện Kỹ thuật Nhiệt đới. Dung dịch điện ly NaCl 3,5% được khử oxy bằng cách sục khí nitơ. Bình đo điện hóa sử dụng là loại ba điện cực tiêu chuẩn với một điện cực đối bằng Platin và điện cực so sánh calomel bão hòa, điện cực làm việc nối với mẫu cần đo. Trước khi đo, mẫu được lắp vào hệ điện cực và ngâm 30 phút trong bình chứa dung dịch điện ly. Diện tích tiếp xúc của mẫu là 1 cm² với khoảng quét từ -0,25 V đến 0,25 V so với thế mạch hở V_{ocp} . Thử nghiệm được thực hiện với tốc độ quét 1 mV/s. Từ đường cong phân cực cho phép xác định điện thế ăn mòn E_{corr} và mật độ dòng điện ăn mòn i_{corr} được xác định bằng phương pháp ngoại suy Tafel.



Hình 2. Xác định độ bám dính theo tiêu chuẩn VDI 3198 [15]

Tiếp theo, trở kháng phân cực R_p được tính theo công thức (1).

$$R_p = \frac{\beta}{i_{corr}} \quad (1)$$

Trong đó:

$$\beta = \frac{\beta_c \cdot \beta_a}{2,3 (\beta_c + \beta_a)} \quad (2)$$

Với β_c , β_a là hệ số dốc của nhánh ca-tốt và nhánh a-nốt được xác định từ ngoại suy đường Tafel.

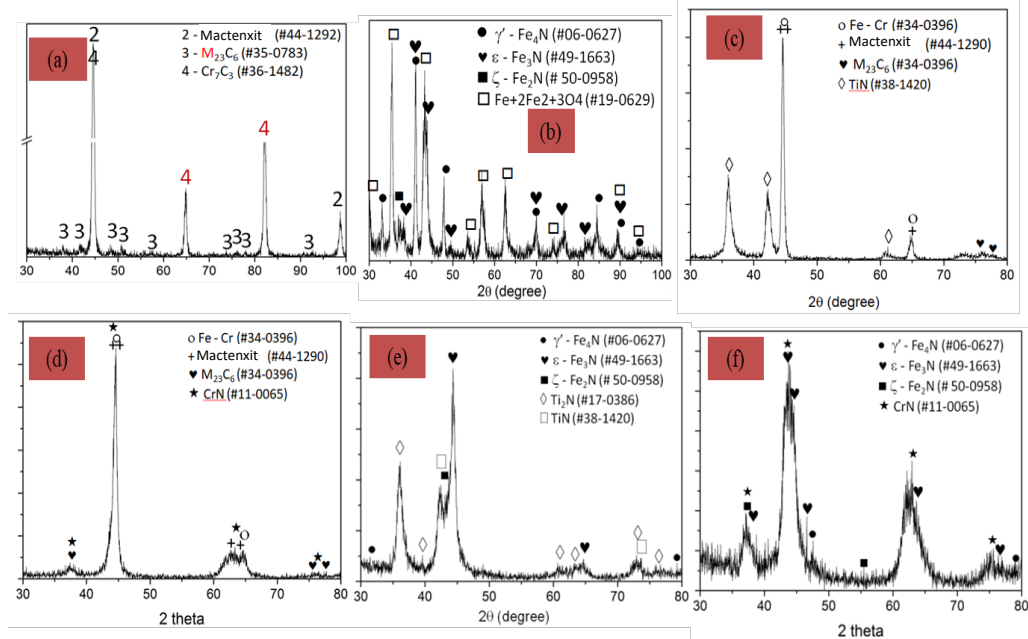
Thử nghiệm ma sát bi trên tấm phẳng (ball on flat) được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM G133-05 sử dụng thiết bị CETR UMT-2 (Học viện Kỹ thuật Quân sự), sử dụng tải 1 N, biên độ chuyển động của bi 10 mm, tần số 5 Hz.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Phân tích thành phần pha

Kết quả chụp nhiễu xạ tia X (XRD) được thể hiện trong Hình 3. Đối với lớp phủ trên nền thép nhiệt luyện, do lớp phủ khá mỏng nên khi phân tích XRD có thể phát hiện sự có mặt các pha của nền thép (hình 3a, 3c, 3d), đó là pha mactenxit, carbide $M_{23}C_6$. Đối với nền là thép đã thấm nitơ, kết quả phân tích cho thấy sự có mặt của các pha γ' -Fe₄N, pha ϵ -Fe₃N, và pha ζ -Fe₂N (hình 3b, 3e, 3f).

Trong cùng một điều kiện tạo lớp phủ TiN, mẫu phủ trên nền thép nhiệt luyện H-TiN cho đúng hợp thức TiN những mẫu phủ trên nền thép thấm nitơ N-TiN có lớp TiN vẫn chưa ổn định, ngoài tạo tinh thể TiN, thì có thể tạo một hợp thức khác là Ti₂N (hình 3e). Nguyên nhân có thể do lưu lượng khí hoặc thông số phủ chưa phù hợp để chỉ tạo hợp thức TiN. Kết quả phân tích XRD lớp phủ CrN trên nền thép nhiệt luyện và thấm nitơ đều cho thấy sự tạo thành của hợp thức CrN.



Hình 3. Phân tích XRD mẫu thử nghiệm

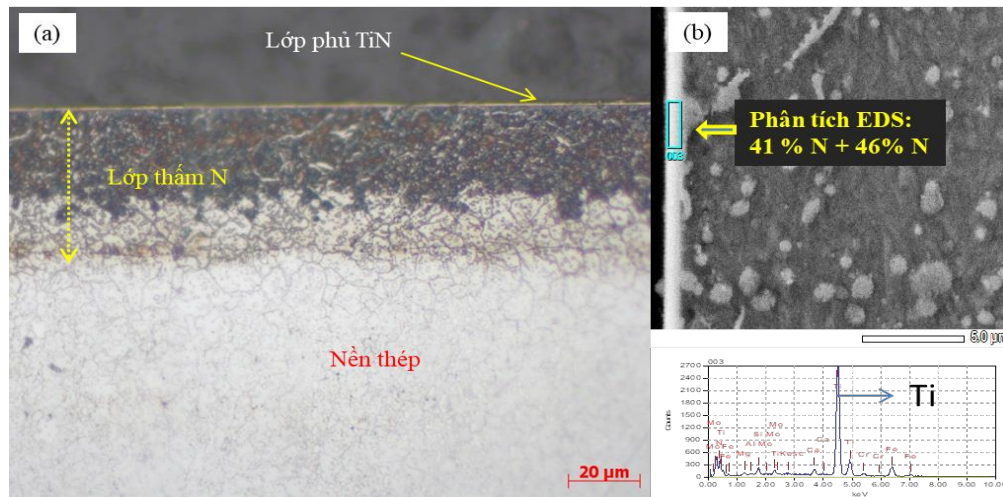
(a) Mẫu nhiệt luyện H; (b) Mẫu thấm N; (c) Mẫu xử lý kép H-TiN;
(d) Mẫu xử lý kép H-CrN; (e) Mẫu xử lý kép N-TiN; (f) Mẫu xử lý kép N-CrN

3.2. Phân tích mặt cắt ngang lớp thấm, phủ

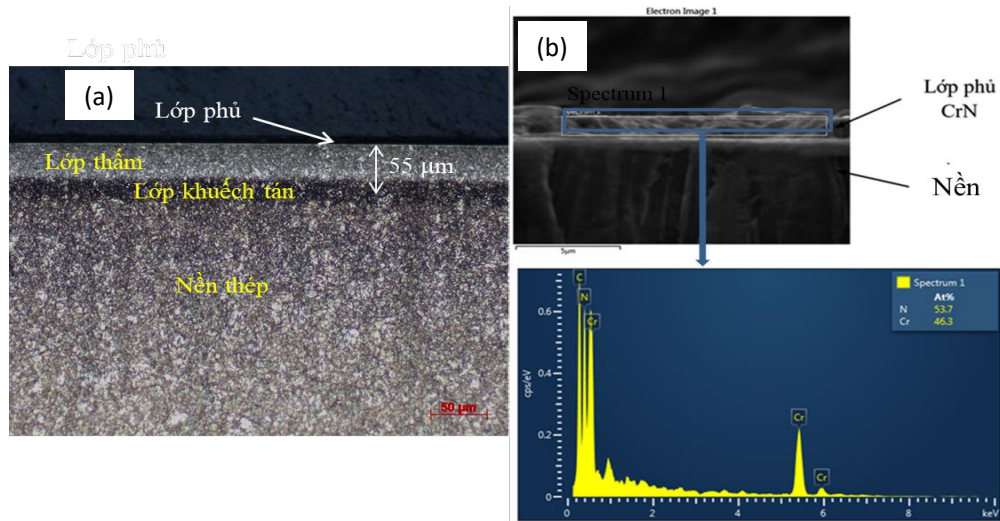
Lớp phủ TiN và CrN dày khoảng $1 \div 2 \mu\text{m}$ phủ trên nền thép thấm N thể khí của thép AISI 420 như hình 4 và hình 5. Chiều dày lớp thấm đối với mẫu phủ TiN khoảng $50 \mu\text{m}$, trong khi đó đối với mẫu CrN dày $55 \mu\text{m}$. Để khẳng định lớp phủ đúng là hợp thức CrN và TiN, phân tích EDS đã được thực hiện đối với lớp phủ TiN (hình 4a) và CrN (hình 4b). Đối với mẫu phủ TiN tỷ lệ phần trăm nguyên tử Ti/N = 41/61. Trong khi đó với mẫu phủ CrN tỷ lệ phần trăm nguyên tử Cr/N là 46,3/53,7. Như vậy với lưu lượng khí N_2 đang sử dụng của đơn vị cho hai lớp phủ CrN và TiN lần lượt là 350 và 250 mL/phút ưu tiên tạo ra các lớp phủ đúng hợp thức.

3.3. Kết quả xác định độ cứng

Lớp phủ PVD thông thường chỉ mỏng không quá $5 \mu\text{m}$. Do đó độ cứng đo trên bề mặt lớp phủ như hình 6 bị ảnh hưởng bởi độ cứng của nền. Độ cứng của bề mặt mẫu phủ TiN cao hơn CrN trên cả nền nhiệt luyện và thấm. Độ cứng của nền nhiệt luyện đối với mẫu được phủ TiN (mẫu H-TiN) và CrN (mẫu H-CrN) tăng lên lần lượt là 800 và 560 $\text{HV}_{0,1}$. Độ cứng của nền thép đã thấm nitơ đối với mẫu được phủ TiN (mẫu N-TiN) và CrN (mẫu N-CrN) tăng lần lượt là 534 và 318 $\text{HV}_{0,1}$. Như vậy so với phủ trên nền nhiệt luyện, mẫu phủ trên nền thép thấm nitơ đã giảm chênh lệch ứng suất. Kết quả chênh lệch độ cứng giải thích cho sự khác nhau về độ bám dính giữa lớp phủ và nền thép mới chỉ nhiệt luyện và nền thép đã thấm nitơ (xem mục 3.4).



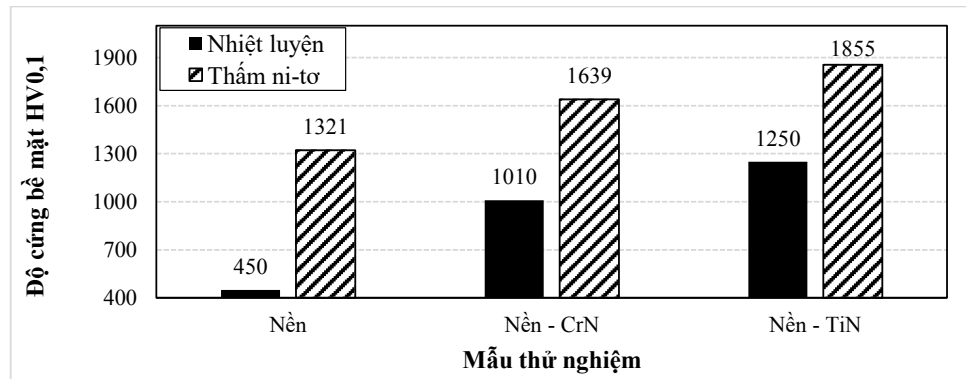
Hình 4. Hình ảnh mặt cắt ngang của mẫu xử lý kép N-TiN
(a) Ảnh chụp kính hiển vi quang học 200x (tấm thực Marble);
(b) Phân tích SEM-EDS tại lớp phủ



Hình 5. Hình ảnh mặt cắt ngang của mẫu xử lý kép N-CrN
(a) Ảnh chụp kính hiển vi quang học x500 (tấm thực Vilella);
(b) Ảnh phân tích SEM-EDS tại lớp phủ

3.4. Kết quả xác định độ bám dính

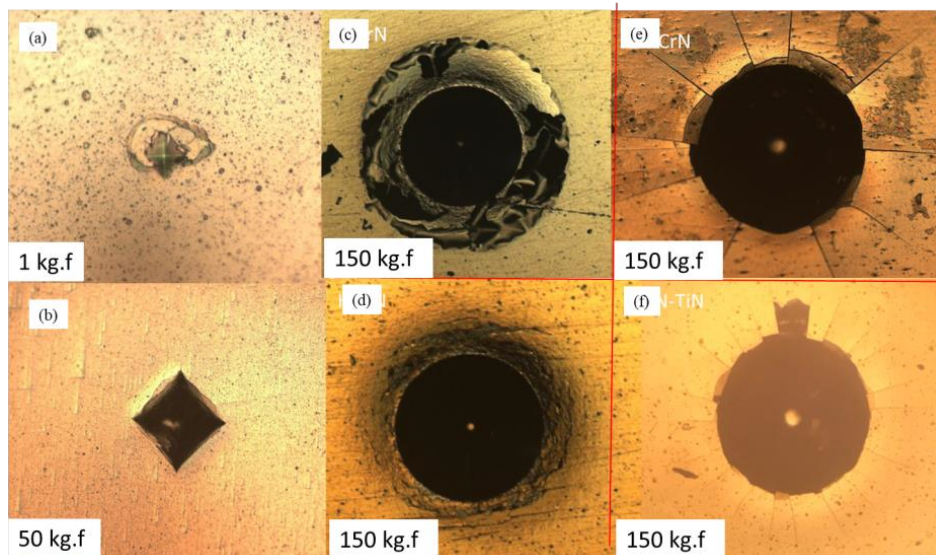
Hình 7 mô tả bề mặt mẫu phủ sau thí nghiệm đo độ cứng HV thô đại (hình 7a, Hình 7b) và phương pháp đo HRC với tải 150 kg (hình 7c, 7d, 7e, 7f). Đối với mũi đâm Vickers, bề mặt lớp phủ của mẫu H-CrN (hình 7a) có độ bám dính kém, chỉ với tải 1 kg.f đã xuất hiện các vết nứt sau xung quanh vết đâm. Trong khi đó mẫu N-CrN chưa thấy lớp phủ bị bong tróc quanh vết đâm ngay cả với tải 50 kg.f (hình 7b).



Hình 6. Độ cứng bề mặt của mẫu nghiên cứu

So sánh hình ảnh chụp vết ấn Rockwell tải 150 kg theo tiêu chuẩn VDI 3198 về số lượng vết nứt xuyên tâm, mức độ bong tróc tại miệng vết đâm có thể nhận thấy mẫu phủ CrN và TiN trên nền thép sau nhiệt luyện (hình 7c và 7d) có độ bám dính thấp HF6, nhưng khi phủ lên nền thấm nitơ, độ bám dính đạt mức HF2 đối với mẫu N-CrN và HF3 đối với mẫu N-TiN, vì trên bề mặt mẫu phủ N-TiN ngoài các đường xuyên tâm còn xuất hiện bong tróc nhỏ.

Liên hệ với kết quả đo độ cứng ở mục 3.3, có thể nhận định độ bám dính tỷ lệ nghịch với chênh lệch độ cứng giữa lớp phủ và nền. Như vậy mẫu phủ TiN, CrN bằng công nghệ phủ kép có độ bám dính rất tốt. Ngoài ra, lớp phủ TiN có độ bám dính kém hơn CrN có thể được giải thích do sự tương đồng của lớp phủ Cr/CrN đối với nền thép nhiệt luyện (thấm) AISI 420 giàu Cr hơn lớp phủ Ti/TiN.

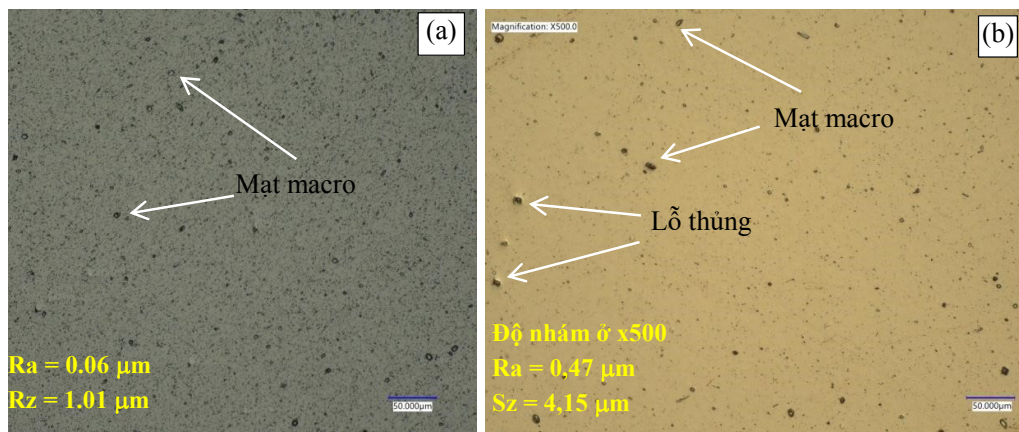


Hình 7. Hình ảnh vết ấn HRC 150 kg trên bề mặt mẫu phủ

(a) Mẫu H-CrN tải 1 kg.f; (b) Mẫu N-CrN tải 50 kg.f; (c) Mẫu H-TiN tải 150 kg.f; (d) Mẫu H-TiN tải 150 kg.f; (e) Mẫu N-CrN tải 150 kg.f; (f) Mẫu N-TiN tải 150 kg.f

3.5. Kết quả đo điện hóa

Chất lượng bề mặt lớp phủ có quan hệ trực tiếp tới khả năng chống ăn mòn của mẫu thử nghiệm. Hình ảnh bề mặt mẫu phủ CrN và TiN được thể hiện trong hình 8. Quan sát bề mặt cả hai mẫu phủ đều thấy xuất hiện các hạt macro. Nhưng mẫu phủ CrN có hạt nhỏ và mịn hơn, trong khi đó bề mặt TiN hạt macro lớn hơn. Đồng thời có thể quan sát thấy các lỗ thủng xuất hiện trên bề mặt mẫu phủ TiN, đây là các lỗ thủng do hạt macro bị bong ra để lại. Độ đồng đều bề mặt mẫu CrN cũng được thể hiện qua kết quả đo độ nhám bề mặt mẫu phủ. Mẫu CrN có bề mặt mịn, hạt macro nhỏ mịn nên có $Ra = 0,06 \mu\text{m}$, $Rz = 1,01 \mu\text{m}$. Trong khi đó độ nhám bề mặt mẫu TiN có $Ra = 0,47 \mu\text{m}$, và $Rz = 4,15 \mu\text{m}$.

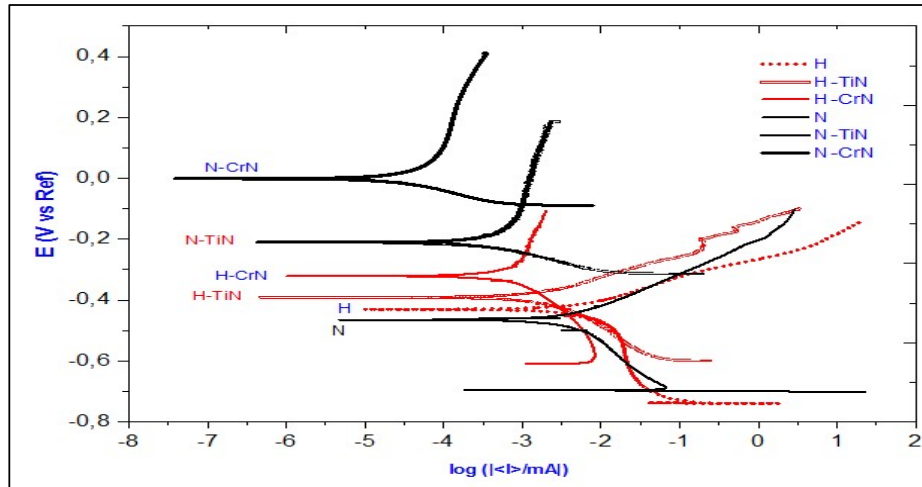


Hình 8. Hình ảnh bề mặt mẫu phủ: (a) N-CrN, (b) N-TiN

Kết quả đo ăn mòn điện hóa bằng phương pháp quét thế động được thể hiện trên hình 9. Bằng kỹ thuật ngoại suy Tafel có thể xác định hiệu điện thế ăn mòn, mật độ dòng ăn mòn và trở kháng phân cực R_p tính theo công thức (1), các kết quả thể hiện trong Bảng 1. Mẫu sau khi thấm N làm giảm khả năng chống ăn mòn của nền thép nhiệt luyện 420. Nguyên nhân do quá trình thấm có thể đã hình thành CrN làm suy giảm hàm lượng Cr của nền [4, 7, 8]. Do đó phủ PVD là một lựa chọn hợp lý để nâng cao đồng thời khả năng chống ăn mòn và mài mòn cho mác thép AISI 420 sau thấm N.

So sánh kết quả ăn mòn của các mẫu phủ cho thấy mẫu phủ CrN có khả năng chống ăn mòn tốt hơn mẫu phủ TiN. Mẫu phủ kép có khả năng chống ăn mòn tốt hơn mẫu phủ đơn thông thường tương ứng. Như kết quả phân tích bề mặt ở trên mẫu phủ TiN có các lỗ thủng bề mặt lớn, nên dung dịch ăn mòn đã thâm nhập vào nền nhanh hơn mẫu phủ CrN. Sự chênh lệch giữa lớp phủ (điện thế dương) với nền thép (thấm, nhiệt luyện) đã hình thành cặp pin ăn mòn galvanic [14]. Khả năng chống ăn mòn của lớp phủ CrN tốt hơn TiN có thể do với lưu lượng khí N_2 trong chế độ phủ CrN khoảng 350 mL/phút đã hạn chế sự xuất hiện các hạt macro so với lưu lượng phủ TiN (khoảng 200 mL/phút). Nhiều nghiên cứu đã chỉ ra lưu lượng khí N_2 là một thông số quan trọng để hạn chế sự xuất hiện các hạt macro có kích thước lớn xuất

hiện trên bề mặt mẫu phủ [11]. Đồng thời, độ bám dính lớp phủ CrN (TiN) trên nền thép thấm cũng tốt hơn trên nền thép nhiệt luyện cũng có thể góp phần hạn chế khuyết tật dạng lỗ trên bề mặt mẫu phủ.



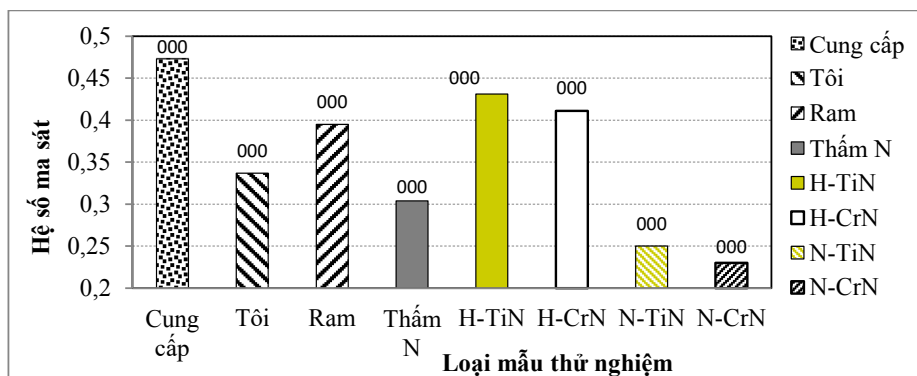
Hình 9. Đường Tafel mẫu thử nghiệm

Bảng 1. Kết quả ngoại suy đường Tafel

Thông số	H	H-CrN	H-TiN	N	N-TiN	N-CrN
i_{corr} ($\mu A/cm^2$)	4,447	0,850	1,375	7,823	0,235	0,050
E_{corr} (V)	-0,429	-0,320	-0,391	-0,468	-0,211	-0,001
R_p ($k\Omega.cm^2$)	4487	75064	13655	6774	66070	765908

3.6. Kết quả đo hệ số ma sát

Kết quả đo hệ số ma sát được thể hiện ở hình 10 cho thấy các mẫu ở trạng thái cung cấp, nhiệt luyện (tôi và ram) có hệ số ma sát phụ thuộc vào độ cứng của mẫu, đó là hệ số ma sát giảm khi độ cứng tăng. Trong khi đó lớp thấm N xốp có hệ số ma sát thấp (đạt 0,304).



Hình 10. Kết quả xác định ma sát trên bề mặt mẫu qua các trạng thái

Một điểm đáng chú ý là mẫu phủ TiN và CrN trên nền nhiệt luyện có hệ số ma sát lớn hơn so với mẫu thấm nitơ và mẫu phủ duplex. Nguyên nhân có thể giải thích là do mẫu phủ trên nền nhiệt luyện có độ bám dính kém, trong quá trình thử ma sát, lớp phủ có thể bị bong ra. Từ đó làm tăng hệ số ma sát của mẫu phủ đơn H-TiN và H-CrN, giá trị hệ số ma sát tương ứng 0,431 và 0,411. Lớp phủ kép có độ bám dính cao hơn lớp phủ đơn và bề mặt được đánh bóng trước khi phủ đến độ nhám thấp nên có hệ số ma sát nhỏ nhất.

4. KẾT LUẬN

- Nghiên cứu đã tiến hành thấm nitơ thể khí trên nền thép nhiệt luyện AISI 420. Các kết quả cho thấy lớp thấm nitơ được tạo thành với độ dày khoảng 50 μm và độ cứng từ 1010 đến 1250 $\text{HV}_{0,1}$. Lớp phủ TiN và CrN có độ dày 1 ÷ 2 μm được phủ lên trên nền thép AISI 420 thấm nitơ bằng phương pháp hồ quang ca-tốt. Phân tích XRD và EDS chứng tỏ hợp thức CrN và TiN đã được tạo ra trên bề mặt nền (thấm, nhiệt luyện).

- Độ bám dính của lớp phủ có quan hệ chặt chẽ với độ chênh lệch giữa độ cứng của lớp phủ và nền: Độ bám dính lớp phủ CrN và TiN trên nền thép thấm lần lượt là HF2 và HF3. Trong khi đó độ bám dính lên nền nhiệt luyện là HF6.

- Lớp phủ CrN có khả năng chống ăn mòn tốt hơn lớp phủ TiN trên cả nền nhiệt luyện (H) và nền thấm nitơ.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Thelning Karl-Erik, *Steel and its heat treatment*, Butterworth-Heinemann, 2013.
2. Ruset C., Grigore E., Glaser T., Bausch, S., *Combined treatments - a way to improve surface performances*, Journal of optoelectronics and advanced materials, 2007, **9**(6):1637-1644.
3. Basso R. L. O., Figueroa R. J., Wisnivesky D., Alvarez F., *Influence of microstructure on the corrosion behaviour of nitrocarburized AISI H13 tool steel obtained by pulsed DC plasma*, Surface & Coating Technology, 2009, **203**:1293-1297.
4. Li Y., He Y., Xiu J., Wang W., Zhu Y., Hu B., *Wear and corrosion properties of AISI 420 martensitic stainless steel treated by active screen plasma nitriding*, Surface & Coatings Technology, 2017, **329**:184-192.
5. Pinedo C. E., Monteiro W. A., *Influence of heat treatment and plasma nitriding parameters on hardening an AISI 420 martensitic stainless steel*, International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, Rio de Janeiro, RJ, Brazil, 2010, p. 4750-4757.
6. Pinedo C. E., Monteiro W. A., *On the kinetics of plasma nitriding a martensitic stainlesssteel type AISI 420*, Surface and Coatings Technology, 2004, **179**(2-3):119-123.

7. Minciuna M. G., Achitei D. C., Vizureanu P., Sandu A. V., Nabialek M., *Electrochemical evaluation of AISI 420 after several heat treatments*, Acta Physica Polonica A, 2019, **135**(2):115-118.
8. Li C. X., Bell T., *Corrosion properties of plasma nitrided AISI 420 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions*, Corrosion Science, 2006, **48**(8):2036-2049.
9. Yamane K., Kawagoishi N., Maeda Y., Morino K., Nishimura F., Oki M., *Effect of surface treatment on fatigue strength of martensitic type stainless steel SUS420J2*, Journal of The Society of Materials Science Japan, 2010, **59**(7):521-526.
10. Sun Y., Bell T., *Combined plasma nitriding and PVD treatments*, Transactions of the IMF, 1992, **70**(1):38-44.
11. Jehn H. A., *Improvement of the corrosion resistance of PVD hard coating-substrate systems*, Surface and Coatings Technology, 2000, **125**:212-217.
12. Faghani G., Rabiee S. M., Nourouzi S., Elmkhah H., *Corrosion behavior of TiN-CrN nanoscale multi-layered coating in ringer's solution*, International Journal of Engineering, 2020, **33**(2):329-336.
13. Chaolin T., Kesong Z., Tongchun K., Li Y., Ma W., *Novel performances of in situ plasma nitriding-PVD duplex-treated nanocrystalline TiN coatings*, Surface Engineering, 2018, **34**:520-526.
14. Eugenia L. D., Cabo A., Halabi J., Moreira R. D., Silva K., Bruhl S. P., *Mechanical and corrosion behavior of TiN coatings deposited on nitrided AISI 420 stainless steel*, Key Engineering Materials, 2019, **813**:135-140.
15. *Verein Deutscher Ingenieure Normen VDI 3198*, VDI-Verlag, Dusseldorf, 1991.

SUMMARY

A RESEARCH ON PVD COATING TECHNOLOGY ON NITRIDED AISI 420 STAINLESS STEEL

This article presents the technologies of vacuum heat treatment, gas nitriding and TiN, CrN deposition using PVD cathode arc method for the AISI 420 martensite stainless steel, a favourite steel grade in manufacturing plastic die mould. The nitrided layer and the coating were analyzed using various techniques: Analysis of the phase composition using X-ray diffraction, metallographic analysis using an optical microscope and scanning electron microscope with the EDS probe, determination of the surface hardness, the coating adhesion, the potentiodynamic polarization corrosion test and the “ball on flat” wear test. The experimental results showed that the nitrided layer was formed with a thickness of about 50 μm and with a hardness of 1010 HV0.1 to 1250 HV0.1. The TiN and CrN coatings thickness reached a value of $1\div 2\ \mu\text{m}$ with significantly improved hardness. The XRD and

EDS analyses showed that the CrN and TiN coatings were formed on the substrate. Other coating properties such as the adhesion, corrosion resistance and coefficient of friction were significantly improved when the substrate was nitrided before coating deposition in comparison with the substrate that has only undergone heat treatment. The TiN coating has a greater hardness than the CrN coating. Nevertheless, the CrN coating exhibited better corrosion resistance and coefficient of friction than TiN coating.

Keywords: *Duplex technology, CrN coating, TiN coating, corrosion resistance; công nghệ duplex, lớp phủ CrN, lớp phủ TiN, chống ăn mòn.*

Nhận bài ngày 12 tháng 9 năm 2021

Phản biện xong ngày 29 tháng 9 năm 2021

Hoàn thiện ngày 09 tháng 10 năm 2021

⁽¹⁾ Viện Khoa học và Kỹ thuật Vật liệu, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

⁽²⁾ Chi nhánh Phía Nam, Trung tâm Nhiệt đới Việt - Nga

⁽³⁾ Trung tâm Quang điện tử, Viện Ứng dụng công nghệ, Bộ KHCN