

Giải pháp:

Công nghệ tạo lớp phủ ZrN trên đế kim loại

Tác giả:

1. Phạm Hồng Tuấn
2. Nguyễn Tuấn Vũ
3. Nguyễn Thành Hợp

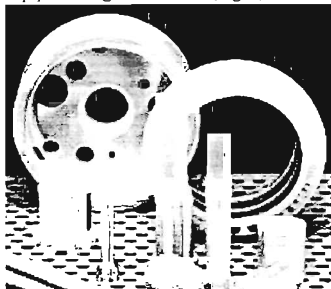
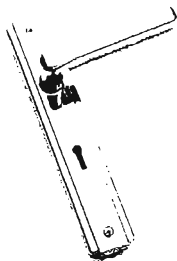
Đơn vị:

Trung tâm Quang Điện Tử - Viện Ứng dụng Công nghệ
C6 Thanh Xuân Bắc - Thanh Xuân - HN

CÔNG NGHỆ TẠO LỚP PHỦ ZrN TRÊN ĐỀ KIM LOẠI

I. Ứng dụng của lớp phủ ZrN

Lớp phủ ZrN có các đặc tính: độ cứng cao (2600 - 3000HV), trở về mặt hóa học, chịu mài mòn tốt, điện trở suất thấp, màu sắc giống màu vàng 24K, phản xạ cao vùng bước sóng hồng ngoại khoảng trên 85%. Vì vậy lớp phủ ZrN có nhiều ứng dụng trong thực tế: phủ lên dụng cụ cắt gọt để tăng độ cứng và tuổi thọ, làm hàng rào khuếch tán trong công nghệ bán dẫn, làm gương phản xạ bước sóng hồng ngoại, và đặc biệt dùng làm lớp phủ trang trí lên các dụng cụ kim khí.



Hình 1: Một số ứng dụng của lớp phủ ZrN

Trên thế giới việc nghiên cứu công nghệ tạo lớp phủ ZrN được triển khai từ những năm 90 của thế kỷ trước và hiện nay đã đạt ở trình độ rất cao. Các quy trình công nghệ tạo lớp phủ ZrN được các hãng bảo mật do công nghệ có hàm lượng chất xám cao và giá trị về mặt kinh tế lớn. Hiện nay tại Việt Nam chưa có các nghiên cứu về công nghệ tạo lớp phủ ZrN cũng như chưa có báo cáo nào trên các tạp chí khoa học và các hội nghị trong nước. Nhóm tác giả xây dựng thiết bị tạo lớp phủ ZrN và nghiên cứu công nghệ tạo lớp phủ ZrN trên đề kim loại.

II. Công nghệ tạo lớp phủ ZrN

Hiện nay có hai phương pháp chính để tạo lớp phủ ZrN đó là phương pháp CVD-phương pháp lắng đọng hóa học từ pha hơi và phương pháp PVD – phương pháp lắng đọng vật lý từ pha hơi.

Quá trình CVD được thực hiện bằng cách đưa các hợp chất hóa học ở pha hơi vào trong buồng phản ứng có chứa các chi tiết cần phủ. Trong buồng phản ứng, các phản ứng hóa học xảy ra ngay trên hoặc lân cận bề mặt chi tiết cần phủ

và tạo ra lớp vật liệu phủ cứng trên bề mặt chi tiết. Phản ứng hóa học trên bề mặt chi tiết được thực hiện bằng cách nâng cao nhiệt độ chi tiết từ 200-2000^oC (thông thường là 700-1100^oC), hoặc kích thích bằng plasma. Phương pháp phủ CVD đều yêu cầu nhiệt độ để cao (trên 700^oC). Nhiệt độ cao sẽ đẩy mạnh hiệu ứng khuếch tán, tăng cường độ bám dính của lớp phủ với đế, nhưng mặt khác lại gây ra nhiều biến đổi bất lợi đối với vật liệu đế, đặc biệt là các loại thép dụng cụ. Trong bối cảnh này phương pháp PVD đã được nghiên cứu phát triển nhằm hạ thấp nhiệt độ để trong quá trình tạo màng đồng thời vẫn đảm bảo được đặc tính bám dính và các đặc tính cơ lí cần thiết của lớp phủ.

PVD (PVD - Physical Vapor Deposition) là phương pháp công nghệ lắng đọng màng bằng các quá trình vật lí từ pha hơi. Các quá trình này được thực hiện trong buồng chân không theo các công đoạn sau:

- 1) Chuyển đổi vật liệu tạo màng từ pha rắn sang trạng thái hơi
- 2) Vận chuyển hơi vật liệu từ nguồn bay hơi qua môi trường áp suất khí thấp trong buồng chân không đến bề mặt đế
- 3) Lắng đọng hơi vật liệu cần phủ lên đế tạo thành màng phủ

PVD là tên gọi chung cho một họ gồm rất nhiều phương pháp khác nhau. Trong số đó có 2 phương pháp được sử dụng phổ biến để tạo lớp phủ ZrN là:

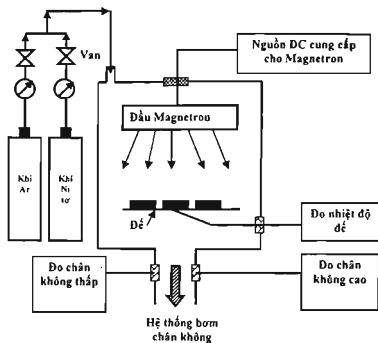
- Phương pháp phun xạ DC-Magnetron có các ưu điểm: tính chất đồng đều trên một diện tích lớn, độ bám dính của màng với đế tương đối tốt hình thái bề mặt tốt phù hợp với các ứng dụng trong quang học.
- Phương pháp hồ quang chân không có tốc độ tạo màng cao, độ bám dính của màng với đế cao, tính chất cơ lí rất tốt, rất phù hợp để chế tạo lớp mạ trên dụng cụ cắt gọt và mạ trang trí.

Nhóm tác giả đã thiết lập hai thiết bị tạo màng bằng phương pháp phun xạ DC - Magnetron và hồ quang chân không. Và chế tạo thành công lớp phủ ZrN trên đế kim loại trên hai thiết bị đó, kết quả khảo sát về cấu trúc và cơ tính phù hợp với các nghiên cứu được công bố trên thế giới.

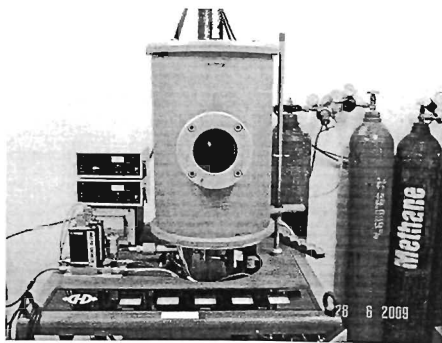
II.1. Phương pháp phun xạ DC-Magnetron

Sơ đồ khối của phương pháp phun xạ DC-Magnetron được thể hiện ở hình 2. 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 điện cực âm. Nếu năng lượng của các ion đủ lớn và động năng nó truyền cho các nguyên tử vật liệu âm cực 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 thoát ra khỏi bề mặt âm cực. Các

nguyên tử Zr thoát ra khỏi bề mặt bia kết hợp với các nguyên tử N tạo thành hợp chất ZrN và lắng đọng trên đế kim loại.



Hình 2: Sơ đồ khối phương pháp phun xạ DC-Magnetron



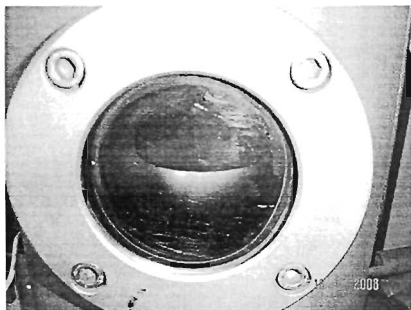
Hình 3: Thiết bị phun xạ DC-Magnetron

Ưu điểm:

- Lớp phủ ZrN đồng đều trên một diện tích lớn.
- Kích thước hạt nhỏ.

05 30
Binh Phuoc

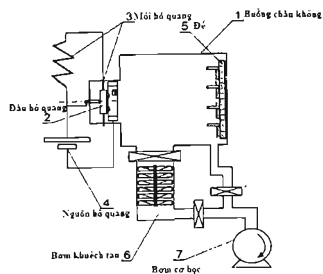
- Độ nhám bề mặt nhỏ chỉ vài nanomet.
- Độ bám dính tốt giữa lớp màng và đế tốt.
- Phù hợp cho các ứng dụng trong quang học.



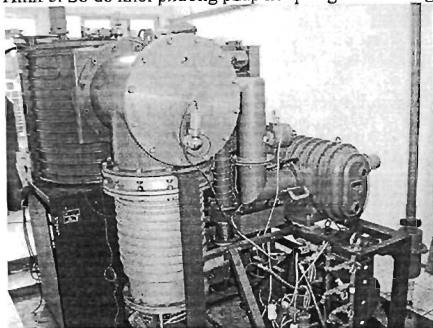
Hình 4: Quá trình tạo màng

II.2. Phương pháp hồ quang chân không

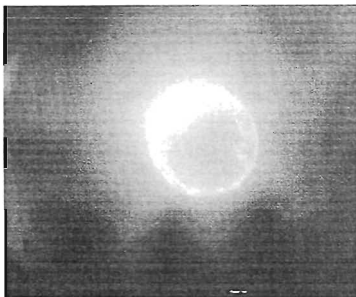
Hồ quang chân không là sự phóng điện với dòng điện có cường độ lớn trong môi trường chân không giữa hai điện cực có hiệu điện áp thấp đặt vào. Tương ứng với điện thế đặt vào, các điện cực được gọi là: cathode- điện thế âm, anode - điện thế dương. Trong hầu hết các quá trình hồ quang chân không với dòng điện có cường độ nhỏ hơn một vài kA, có thể quan sát thấy một chuỗi các điểm sáng chói di chuyển nhanh trên bề mặt cathode. Điểm này được gọi là điểm cathode (cathode spot). Toàn bộ quá trình diễn ra trong khoảng từ một vài giây đến vài phút tại một khu vực nào đó trên cathode. Trong hồ quang chân không, môi trường dẫn điện là plasma của vật liệu điện cực được bốc hơi và ion hoá cao do quá trình hồ quang tạo ra. Hiện tượng này có thể mô tả một cách chính xác hơn là “Hồ quang hơi kim loại trong môi trường chân không”, hoặc thường được gọi là “Hồ quang chân không”.



Hình 5: Sơ đồ khối phương pháp hồ quang chân không



Hình 6: Thiết bị mạ hồ quang chân không



Hình 7: Hồ quang chuyển động trên bề mặt bia và lắng đọng màng trên đế

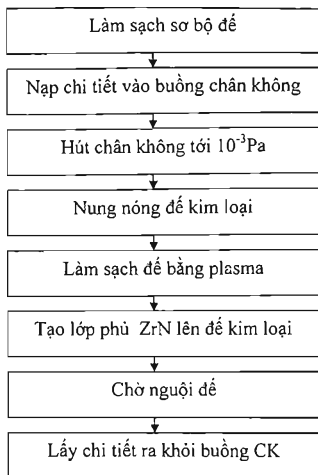
Ưu điểm phương pháp hồ quang:

- Mật độ dòng ion rất cao do đó có thể điều khiển được hình thái bề mặt màng
- Độ bám dính của đế với màng rất tốt do năng lượng của các nguyên tử vật bia lớn
- Vật liệu bia phản ứng với các chất khí để tạo thành các màng hợp chất với hiệu suất cao
- Độ đồng đều của lớp mạ cao trên một diện tích lớn
- Tốc độ tạo màng có thể điều chỉnh trong dải rất rộng

Tuy nhiên kích thước hạt chế tạo bằng phương pháp hồ quang có kích thước lớn do vậy phù hợp với các ứng dụng mạ trang trí và mạ trên dụng cụ cắt.

III. Quy trình tạo lớp phủ ZrN

Trình tự các bước mạ màng ZrN trên đế kim loại được thể hiện ở lưu đồ bên dưới. Các thao tác làm sạch (cơ, hoá, lý) trước khi đưa chi tiết vào trong buồng mạ có ý nghĩa đặc biệt quan trọng. Sau khi làm sạch, các chi tiết được gá lên các giá đỡ, sau đó được lắp vào trong buồng chân không. Các bước chuẩn bị đế: nung nóng đế bằng nguồn phát xạ nhiệt hoặc bằng bắn phá điện tử hoặc bằng ion, ăn mòn bằng ion tạo ra bởi hồ quang chân không hoặc bằng quá trình phóng điện trong chân không. Tiếp theo quá trình mạ được tiến hành. Việc làm nguội chi tiết đã được mạ là một việc không đơn giản mà còn ảnh hưởng tới thời gian của một chu trình, đặc biệt trong trường hợp chi tiết có kích thước lớn.



Hình 8: Trình tự các bước tạo lớp phủ ZrN bằng phương pháp PVD

Các thông số tạo lớp phủ ZrN bằng phương pháp phún xạ DC-Magnetron

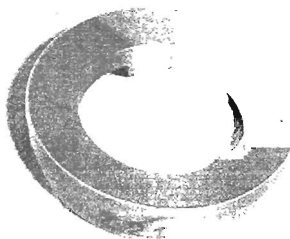
- Khoảng cách từ đế đến bia Zr là 70 mm
- Chân không cơ bản 10^{-3} Pa.
- Nung nóng buồng chân không tại $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, thời gian 30 phút
- Lưu lượng khí N_2 0.9 sccm, Ar 13sccm
- Dòng phún xạ 1A
- Thiên áp đế -100V
- Thời gian tạo màng: 180 phút cho chiều dày lớp màng cỡ $3\mu\text{m}$.

Các thông số tạo lớp phủ ZrN bằng phương pháp phún xạ DC-Magnetron

- Khoảng cách từ đế đến bia Zr là 300 mm
- Chân không cơ bản 10^{-3} Pa.
- Nung nóng buồng chân không tại $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, thời gian 30 phút
- Lưu lượng khí N_2 50 sccm
- Dòng hồ quang 60A
- Thiên áp đế -200V

- Thời gian tạo màng: thông thường chiều dày của các lớp mạ ZrN đạt từ 2-3 $\mu\text{m/h}$.

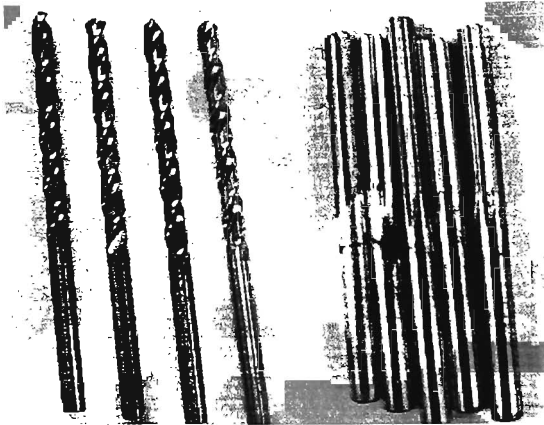
I.V.Kết quả tiêu biểu



Hình 9: Khí tài gương từ phản xạ vùng bước sóng hồng ngoại phủ lớp mạ ZrN bằng phun xạ DC - magnetron



Hình 10: Một số sản phẩm được mạ lớp phủ ZrN trang trí trên thiết bị PVD tại Trung tâm Quang điện tử-Viện Ứng dụng công nghệ



Hình 11: Mạ lớp phủ ZrN trên dụng cụ cắt

V. Lợi ích kinh tế - xã hội

- Làm chủ được công nghệ PVD và tiến tới có thể sản xuất các thiết bị mạ PVD cho các yêu cầu của khách hàng trong nước.
- Mạ lớp phủ ZrN góp phần nâng cao giá trị gia tăng của các sản phẩm kim khí của các công chế tạo kim khí trong nước.
- Mạ lớp phủ ZrN trên dụng cụ cắt để nâng cao tính năng và tuổi bền của dụng cụ.
- Phục vụ các yêu cầu đặc biệt của quốc phòng.
- Công nghệ PVD thân thiện với môi trường, không thải các chất và khí độc hại.