

Ma sát và mòn của màng cacbon giống kim cương phủ bằng phương pháp phun xạ với các thể điện khác nhau trên đế

• Bùi Xuân Lâm

Trường Đại học Công nghệ Tp. Hồ Chí Minh

(Bản nhận ngày 10 tháng 3 năm 2015, hoàn chỉnh sửa chữa ngày 27 tháng 8 năm 2015)

TÓM TẮT

Bài báo trình bày các kết quả về ma sát và mòn của màng cacbon giống kim cương phủ trên các đĩa thép bằng phương pháp phun xạ magnetron ở các thể điện khác nhau trên đế. Mô hình thử ma sát là mô hình “bi trượt trên đĩa”. Sự graphit hóa của màng (tạo nên một lớp graphit giữa các bề mặt ma sát) khi trượt ở chế độ không bôi trơn giải thích hệ số ma sát rất thấp của

màng (0,09-0,15). Thể điện trên đế khi phủ màng đóng vai trò quan trọng trong việc hình thành cấu trúc tế vi của màng, từ đó, ảnh hưởng trực tiếp đến hệ số ma sát và tính chất chống mòn của màng. Kết quả nghiên cứu cho thấy tiềm năng rất lớn của màng cacbon giống kim cương khi phủ lên các chi tiết máy bằng phương pháp phun xạ magnetron trong các ứng dụng kỹ thuật.

Từ khóa: cacbon giống kim cương, ma sát, mòn, phun xạ magnetron

1. GIỚI THIỆU:

Thuật ngữ cacbon giống kim cương (diamond-like carbon) lần đầu tiên được Sol Aisenberg sử dụng vào năm 1971 để mô tả màng cacbon cứng được phủ bằng các dòng ion cacbon năng lượng thấp [1]. Hiện tại, tên cacbon giống kim cương được sử dụng rộng rãi cho các màng cacbon cứng có các tính chất cơ học, quang học, điện học và hóa học gần giống với kim cương tự nhiên. Cacbon giống kim cương có cấu trúc vô định hình và có thể xem là một “hỗn hợp” của lai hóa sp^2 (graphit) và sp^3 (kim cương). Cacbon giống kim cương được chia ra

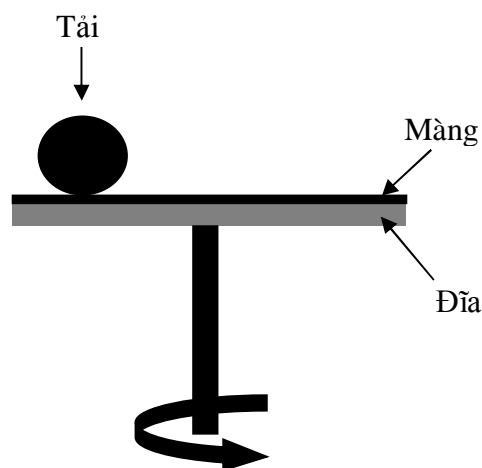
làm 2 nhóm chính: có chứa hydro (a-C:H) và không chứa hydro (a-C). Hàm lượng hydro trong a-C:H có thể lên đến 69% nguyên tử. Các a-C có hàm lượng hydro thấp hơn 1% nguyên tử [2]. So với a-C:H, a-C cứng hơn và có thể được phủ bằng các phương pháp vật lý như phun xạ magnetron, bốc hơi laser, phóng điện cathode trong chân không [3]. Độ cứng của a-C dao động trong khoảng 18- 70 GPa tùy theo phương pháp phủ. Các phương pháp bốc hơi laser hoặc phóng điện cathode trong chân không có thể phủ được màng a-C có độ cứng rất cao nhưng dễ dàng bị bong tróc do ứng suất nội quá lớn (có thể lên đến 10 GPa) [4], vì vậy, gần như không

thể ứng dụng trong thực tế. Trong bài báo này, chúng tôi trình bày các tính chất ma sát và mòn của màng a-C phủ bằng phương pháp phun xạ magnetron. Dù chỉ có độ cứng vừa phải (16-35 GPa) nhưng tính bám dính và các tính chất ma sát của màng rất tốt cho thấy tiềm năng ứng dụng rất lớn trong kỹ thuật.

2. THÍ NGHIỆM

Màng cacbon giống kim cương không chứa hydro (a-C) được phủ trên các đĩa thép 440C (đường kính 55 mm, chiều dày 5,5 mm). Các đĩa này được đánh bóng đến độ nhám bề mặt $R_a = 60$ nm trước khi phủ. Màng được phủ bằng hệ thống phun xạ magnetron E303A (Penta Vacuum). Chi tiết của hệ thống đã được chúng tôi mô tả trong các công trình trước [5]. Âm cực graphite (99.99% tinh khiết) có đường kính 100 mm. Mật độ năng lượng phun xạ giữ không đổi ở $10,5 \text{ W/cm}^2$. Độ chân không của thiết bị được đảm bảo ở áp suất nhỏ đến $1,33 \times 10^{-5}$ Pa. Áp suất quá trình phủ được duy trì không đổi ở giá trị 0,4 Pa với lưu lượng khí Ar đưa vào buồng phủ là 50 sccm. Các thế điện (bias) khác nhau với tần số radio (RF 13,6 MHz) được đặt vào để thép ở các mẫu khác nhau với các giá trị từ -20 đến -140 V. Trước khi tiến hành quá trình phủ, các đĩa thép được làm sạch trong máy rung bằng acetone trong 20 phút, sau đó bằng ethanol trong 10 phút. Sau khi được đưa vào buồng phủ, các đĩa thép được làm sạch bằng plasma ở thế điện -300 V trong 30 phút để đảm bảo sạch lớp oxit trên bề mặt thép. Các màng a-C phủ trên đĩa thép có chiều dày khoảng 1,2 - 1,5 μm (thời gian phủ 90 phút). Độ cứng của màng được xác định bằng thiết bị Nanoindenter XP với mũi kim cương Berkovich. Chiều dày của màng được xác định bằng máy xác định profile Dektak (sử dụng

kim quét) thông qua phương pháp tạo bước bằng mực đánh dấu. Máy Dektak cũng được dùng để xác định profile của đường mòn trên màng sau các thí nghiệm ma sát. Thí nghiệm ma sát được thực hiện bởi máy thử ma sát CSEM với cấu hình bi trượt trên đĩa. Hai loại bi được sử dụng trong thí nghiệm có đường kính 6 mm làm từ thép không gỉ 100Cr6 và alumina (Al_2O_3). Sơ đồ thí nghiệm ma sát được thể hiện trên hình 1.



Hình 1. Sơ đồ thí nghiệm ma sát bi trượt trên đĩa

Tốc độ trượt của bi trên bề mặt màng là 20 cm/s và được duy trì không đổi trong suốt quá trình thử với khoảng cách trượt là 1 Km. Nhiệt độ môi trường thử là $22 \text{ }^\circ\text{C}$ và độ ẩm 75 %.

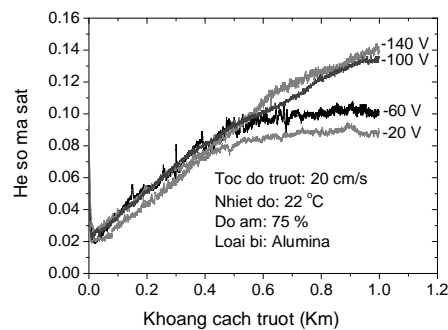
Độ mòn của màng được xác định bằng máy quét Dektak và độ mòn của bi được xác định thông qua đường kính vết mòn trên bi từ hình ảnh trên kính hiển vi sau khi thử ma sát.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

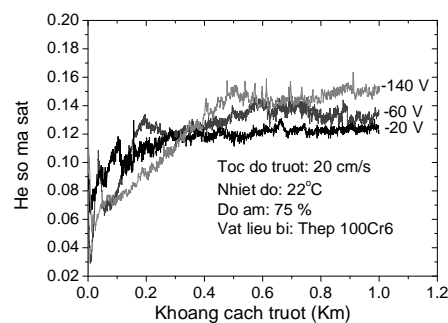
Độ cứng của màng phủ ở thế điện -20, -60, -100, -140 V lần lượt là 16, 22, 28 và 35 GPa. Hình 2 thể hiện hệ số ma sát của các màng phủ ở các thế điện khác nhau trượt với bi alumina ở

tải 5N. Trong giai đoạn đầu tiên của quá trình ma sát (khoảng vài chục mét đầu tiên), hệ số ma sát có xu hướng giảm. Điều này được giải thích bởi lớp graphit mỏng tồn tại trên màng a-C, trong môi trường có độ ẩm, lớp graphit này hấp thụ hơi ẩm và đóng vai trò như chất bôi trơn. Theo thời gian, càng nhiều lượng ẩm được hấp thụ làm hệ số ma sát giảm dần. Sau một thời gian ngắn, lớp bôi trơn này bị mất đi và hệ số ma sát bắt đầu tăng do không còn lớp bôi trơn. Màng phủ ở thế điện cao hơn có hệ số ma sát thấp hơn do bề mặt của màng nhẵn hơn [5]. Tuy nhiên, sau một thời gian tiếp tục quá trình ma sát, màng phủ ở thế điện thấp hơn thể hiện hệ số ma sát thấp hơn. Hệ số ma sát của màng phủ ở thế điện -20 và -60 V chỉ vào khoảng 0,09-0,1 và đi vào chế độ ổn định sau khoảng 0,6 Km trượt, trong khi đó, màng phủ ở các thế điện -100 và -140 V vào khoảng 0,14 và vẫn còn tiếp tục tăng. Điều này được giải thích bởi thành phần sp^2 (cấu trúc graphit) của màng a-C. Màng phủ ở thế điện thấp có tỷ lệ sp^2 cao hơn [6], vì vậy sẽ có nhiều graphit tập trung tại vùng tiếp xúc giữa màng và bi. Bên cạnh đó, sau một thời gian ma sát, sự graphit hóa bắt đầu xảy ra [7], chất bôi trơn rắn (graphit) bắt đầu được hình thành và bù trừ dần ảnh hưởng của độ nhám bề mặt của bi và màng, kết quả là hệ số ma sát thấp quan sát được.

Có thể thấy rằng sự graphit hóa cacbon giống kim cương dẫn đến việc hình thành một lớp trung gian giàu graphit giữa các bề mặt ma sát làm giảm đáng kể hệ số ma sát của màng cacbon giống kim cương ở chế độ trượt không bôi trơn trong điều kiện có độ ẩm trong không khí. Trong công trình [8], chúng tôi đã trình bày cơ chế hình thành và thí nghiệm phổ Raman xác nhận sự tồn tại của lớp màng graphit.

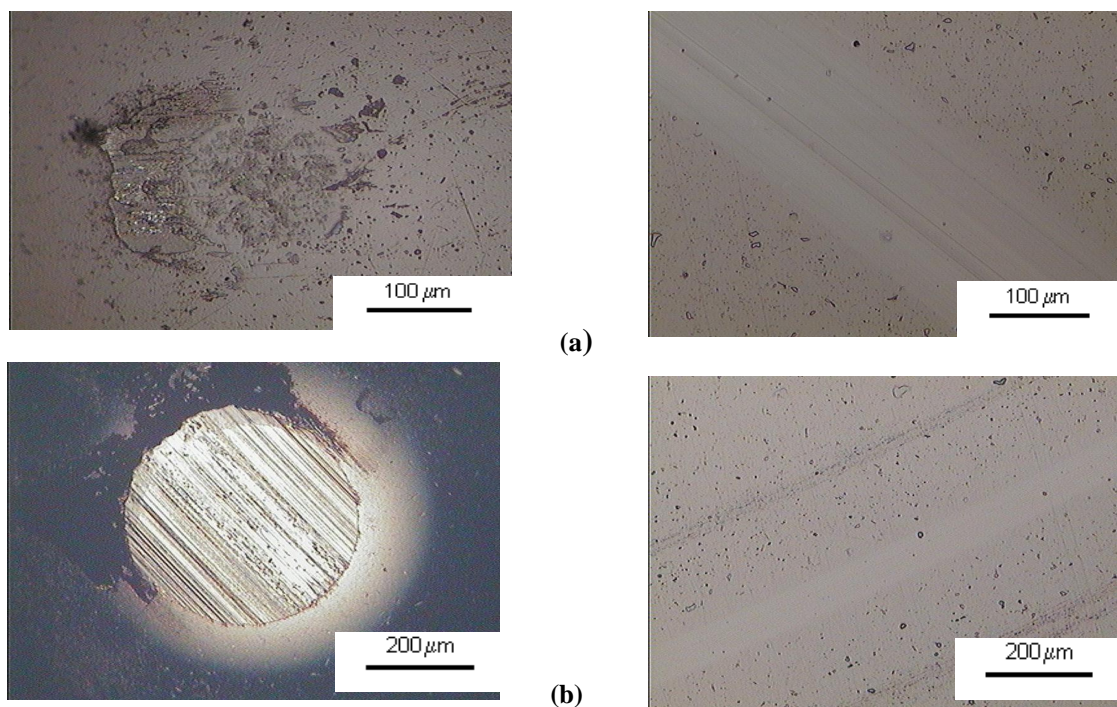


Hình 2. Hệ số ma sát của a-C phủ ở các thế điện khác nhau trượt với bi Al_2O_3

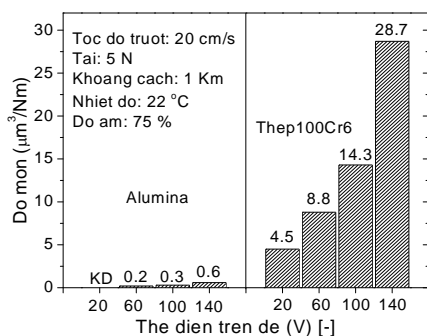


Hình 3. Hệ số ma sát của a-C phủ ở các thế điện khác nhau trượt với bi thép 100Cr6

Thí nghiệm ma sát khi màng a-C trượt với bi thép không gỉ 100Cr6 được thể hiện trên hình 3. Xu hướng biến đổi của hệ số ma sát gần giống như khi màng trượt tương đối với bi Al_2O_3 : tại vài chục mét đầu tiên hệ số ma sát giảm, sau đó bắt đầu tăng và sau một quãng đường trượt nhất định, hệ số ma sát dần dần sẽ đạt một giá trị ổn định. Hệ số ma sát của màng phủ ở thế điện thấp hơn là thấp hơn. Trong trường hợp trượt với bi thép, hệ số ma sát của màng cao hơn so với khi trượt với bi Al_2O_3 . Điều này liên quan đến áp suất tại điểm tiếp xúc giữa bề mặt của màng và bi.



Hình 4. a) Al_2O_3 - bên trái là bi, bên phải là màng, b) Thép – bên trái là bi, bên phải là màng



Hình 5. Độ mòn của bi Al_2O_3 và bi thép khi trượt trên các màng phủ ở các thế điện khác nhau (KD: không đo được)

Do Al_2O_3 cứng hơn thép (độ cứng 20 GPa so với 6 GPa), vì vậy, với cùng một tải trọng và cùng một quãng đường ma sát như nhau thì vết mòn trên bi alumina nhỏ hơn dẫn đến áp suất tại chỗ tiếp xúc giữa bi và màng sẽ lớn hơn từ đó hệ số ma sát sẽ nhỏ hơn. Một lý do nữa là khi trượt

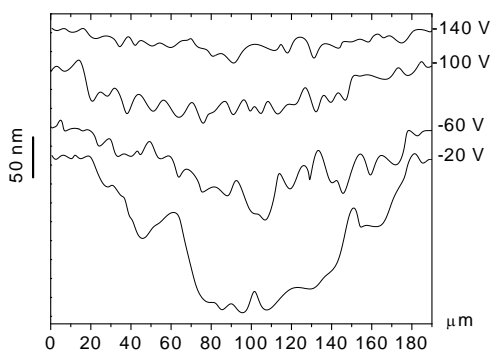
với bi Al_2O_3 thì có sự hình thành lớp Al_2O_3 tại vùng tiếp xúc còn khi trượt với bi thép thì có sự hình thành lớp oxit sắt tại vùng tiếp xúc. Ứng suất cắt của oxit sắt lớn hơn của Al_2O_3 [9], đồng thời số lượng oxit sắt tại vùng tiếp xúc nhiều hơn (do bi thép mòn nhiều hơn) dẫn đến hệ số ma sát khi màng trượt với bi thép cao hơn khi trượt với bi Al_2O_3 . Sau các thí nghiệm về ma sát, các màng a-C không bị bong tróc hoặc phá hủy khi quan sát dưới kính hiển vi. Độ mòn của màng và của bi được đánh giá khi quan sát đường mòn trên màng và vết mòn trên bi sau quá trình ma sát. Hình 4 thể hiện vết mòn trên bi và đường mòn trên màng sau quá trình thử ma sát của màng a-C phủ ở thế điện -100 V.

Có thể nhận thấy vết mòn trên bi thép lớn hơn rất nhiều so với vết mòn trên bi Al_2O_3 (chú

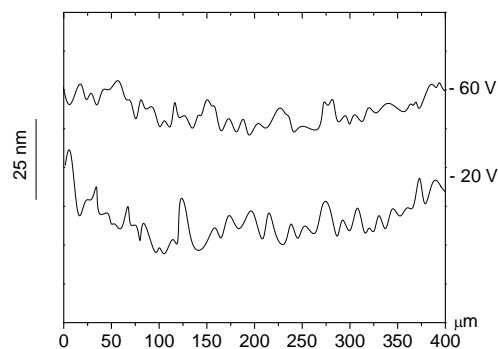
ý thành tỷ lệ trên các hình chụp từ kính hiển vi). Định lượng độ mòn của bi khi trượt trên các màng phủ ở thế điện khác nhau được thể hiện trên hình 5.

Bi trượt trên màng được phủ ở thế điện cao bị mòn nhiều hơn và bi thép mòn nhiều hơn bi Al_2O_3 từ 40 đến 50 lần. Điều này dễ dàng được giải thích bởi tính chống mài mòn của thép kém hơn rất nhiều so với Al_2O_3 , đồng thời trong không khí ẩm, thép còn bị ăn mòn trong quá trình ma sát. Với bi Al_2O_3 trượt trên màng a-C phủ ở thế điện -20 V, vết mòn gần như không xác định được do độ mòn quá nhỏ.

Profile của đường mòn trên màng được phủ ở các thế điện khác nhau khi trượt với bi Al_2O_3 được thể hiện trên hình 6. Có thể dễ dàng nhận thấy màng phủ ở thế điện cao hơn bị mòn ít hơn. Với màng phủ ở thế điện -140 V, gần như chỉ bị “đánh bóng” chứ không bị mòn. Điều này chứng tỏ tính chống mòn rất tốt của màng. Tính chống mòn tốt có được từ độ cứng cao (đến 35 GPa). Ngược lại, màng phủ ở thế điện -20 V bị mòn một cách rõ rệt (chiều sâu của đường mòn có thể nhận thấy rất rõ). Màng a-C này có độ cứng thấp hơn Al_2O_3 (16 GPa so với 20 GPa) nên bị mòn nhiều hơn.



Hình 6. Profile của đường mòn trên màng a-C phủ ở các thế điện khác nhau sau thí nghiệm ma sát trượt với bi Al_2O_3



Hình 7. Profile của đường mòn trên màng a-C phủ ở các thế điện -20 và -60 V sau thí nghiệm ma sát trượt với bi thép 100Cr6

Độ mòn của màng a-C khi trượt với bi thép ít hơn rất nhiều so với khi trượt với bi Al_2O_3 . Sau quá trình thử ma sát (1 Km trượt ở tải 5 N), độ sâu của đường mòn trên màng phủ ở thế điện -100 và -140 V gần như không đo được. Màng xem như chỉ bị “đánh bóng” chứ không bị mòn. Với màng phủ ở -20 và -60 V, có thể thấy được độ mòn thông qua chiều sâu của đường mòn nhưng gần như không đáng kể (hình 7).

Những quan sát profile đường mòn trên màng có được từ máy Dektak cho thấy trong môi trường không khí ẩm, khi trượt tương đối với vật liệu thép (môi trường hoạt động đặc trưng của các chi tiết máy trong kỹ thuật), màng cacbon giống kim cương không chứa hydro (a-C) phủ ở các thế điện cao có tính chống mòn rất tốt. Tính chống mòn tốt cộng với hệ số ma sát thấp mở ra hướng ứng dụng kỹ thuật rất lớn cho màng a-C phủ bằng phương pháp phun xạ magnetron.

4. KẾT LUẬN

Bài báo đã trình bày và phân tích các giai đoạn thay đổi hệ số ma sát của quá trình ma sát trượt giữa màng cacbon giống kim cương với bi alumina và bi thép theo mô hình ma sát “bi trượt

trên đĩa”. Thế điện âm khi phủ màng ảnh hưởng rất lớn đến cơ tính và các tính chất ma sát của màng. Với hệ số ma sát ở chế độ không bôi trơn trong khoảng 0,09 đến 0,15, tính bám dính tốt, tính chống mòn cao, màng a-C phủ bằng phương pháp phun xạ magnetron cho thấy tiềm năng rất lớn trong các ứng dụng kỹ thuật.

Lời cảm ơn: Tác giả xin cảm ơn GS.TS. Sam Zhang, Trường Kỹ thuật Cơ khí – Hàng không, ĐH công nghệ Nanyang, Singapore đã hỗ trợ trong việc sử dụng các thiết bị phun xạ magnetron, thiết bị thử ma sát CSEM, nanoindenter XP và thiết bị quét bề mặt Dektak để phục vụ cho nghiên cứu này.

Friction and wear of diamond-like carbon thin films deposited via magnetron sputtering under different bias voltages

• **Bui Xuan Lam**

HUTECH

ABSTRACT

This paper presents studies on the friction and wear of diamond-like carbon thin films deposited on steel substrates via magnetron sputtering. The testing mode is ball-on-disc. The graphitization of diamond-like carbon during the tribotest explains the low coefficients of friction (0,09-0,15)

Key words: *Diamond-like carbon, friction, wear, magnetron sputtering*

observed. The bias voltage plays an important role on the film's microstructure thus the friction and wear of the films in tribotests. The results showed great potential for applications of diamond-like carbon thin films in engineering.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. J. C. Angus, Diamond and diamond- like films and coatings, chương “Diamond-like hydrocarbon and carbon films”, trang 173, Plenum Press, New York, 1991
- [2]. Y. Lifshitz, Diamond-like carbon- present status, Diamond and Related Materials 8, trang 1659-1676, Elsevier 1999
- [3]. Y. Catherine, Diamond and diamond like films and coatings, chương “Preparation techniques for diamond-like carbon”, trang 193, Plenum Press, New York, 1991
- [4]. B.K. Tay, P. Zhang, On the properties of nanocomposite amorphous carbon films prepared by off-plane double bend filtered cathodic vacuum arc, Thin Solid Films 420-421, trang 177-184, Elsevier 2002
- [5]. S. Zhang, X. L. Bui, Y. Fu, Magnetron sputtered hard a-C coatings of very high toughness, Surface and Coatings Technology 167, trang 137-142, Elsevier 2003
- [6]. S. Zhang, X.T. Zeng, H. Xie, P. Hing , A phenomenological approach for the ID/IG ratio and sp³ fraction of magnetron sputtered a-C films, Surface and Coatings Technology 123, trang 256-260, Elsevier 2000
- [7]. C. Donnet, M. Belin, J.C. Auge, J.M. Martin, A. Grill, V. Patel, Tribochemistry of diamond-like carbon coatings in various environments, Surface and Coating Technology 68-69, trang 626-631, Elsevier 1994
- [8]. Bùi Xuân Lâm, Diamond-like carbon coatings for tribological applications, Tạp chí Phát triển KH&CN 10, trang 100-108, NXB ĐH Quốc gia TP. Hồ Chí Minh
- [9]. K. Hormberg, A. Matthews, Coatings tribology, Tribology series 28, Elsevier 1994