

Đánh giá tính năng lớp phun hệ vật liệu gốm Al_2O_3 - TiO_2

Evaluation of the performance of sprayed coating from ceramic system Al_2O_3 - TiO_2

Vũ Dương^{a,b*}, Đặng Ngọc Sỹ^{a,b}
Vu Duong^{a,b*}, Dang Ngoc Sy^{a,b}

^aKhoa Cơ khí, Trường Đại học Duy Tân, Đà Nẵng, Việt Nam

^aMechanical Engineering Faculty, Duy Tan University, 550000, Danang, Vietnam

^bViện Nghiên cứu và Phát triển Công nghệ Cao, Trường Đại học Duy Tân, Đà Nẵng, Việt Nam

^bInstitute of Research and Development, Duy Tan University, Da Nang, 550000, Vietnam

(Ngày nhận bài: 16/9/2022, ngày phản biện xong: 23/10/2022, ngày chấp nhận đăng: 05/11/2022)

Tóm tắt

Công nghệ phun plasma được dùng để phun vật liệu đặc biệt với mục đích tạo lớp cách nhiệt hoặc chịu mòn từ hệ hợp kim Al_2O_3 - TiO_2 . Tuy lớp phun này có những ưu điểm vượt trội so với các nhóm vật liệu truyền thống như thép hợp kim hoặc hợp kim cứng, xong còn tùy thuộc vào chế độ công nghệ sẽ ảnh hưởng đến chất lượng lớp phun. Bài báo nghiên cứu phương pháp đánh giá chất lượng lớp phun khi thay đổi chế độ công nghệ, trên cơ sở đó đề xuất chế độ công nghệ tối ưu nhằm cải thiện chất lượng vật liệu và nâng cao hiệu quả của công nghệ này trong ứng dụng công nghiệp.

Từ khóa: Công nghệ phun plasma; độ chịu mòn; thông số công nghệ; chất lượng lớp phun; phương pháp đánh giá.

Abstract

Plasma spray technology is widely used for the deposition on special material to obtain the thermal barrier or wear resistance coating from system Al_2O_3 - TiO_2 . Although this coating is distinguished by super-performance in comparison with the traditional materials such as alloyed steel or hard alloy, its quality also depends on the technology parameters. This paper focuses on the methodology of the evaluation of the performance of the spray coating in the dependence of changing technology parameters aiming for setting the optimal technology to improve the quality of the material and enhance the efficiency of this technology in the industry.

Keywords: Plasma spray technology; wear resistance; technology parameters; quality of the deposition; evaluation methodology.

1. Đặt vấn đề

Trên thế giới, lớp phủ gốm hệ Al_2O_3 - TiO_2 với hàm lượng TiO_2 khác nhau, thường được tạo ra bằng phương pháp phun phủ nhiệt, trong đó có phun plasma trên bề mặt lớp nền thép các

bon, thép không gỉ, hợp kim [1 ÷ 4], sản phẩm dùng cho y sinh [5] nhằm cải thiện và nâng cao tính năng chống mài mòn cơ học, ăn mòn hóa học cho nhiều đối tượng sản phẩm cơ khí làm việc trong môi trường và tải trọng khác nhau

*Corresponding Author: Vu Duong, Khoa Cơ khí, Trường Đại học Duy Tân, Đà Nẵng, Việt Nam; Viện Nghiên cứu và Phát triển Công nghệ Cao, Trường Đại học Duy Tân, Đà Nẵng, Việt Nam

Email: duongvuaustralia@gmail.com

hoặc môi trường y sinh Ti-6Al-4V [1]; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$; $\text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{ mol.}\% \text{ Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$; bột thương mại Metco 130 với cấu trúc nanô AT và cấu trúc nanô AT biến tính. Bột phun với hàm lượng % TiO_2 thay đổi ở các mức 13% TiO_2 ; 40% TiO_2 và 50% TiO_2 ; bột phun Al_2O_3 /các bít bo; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}_5\text{Al}$; bột phun Ni18Cr5Al4B,... Những lớp phủ nói trên thường được phun lên bề mặt làm việc của các chi tiết xy lanh bằng thép các bon chế tạo máy và thép hợp kim không gỉ và nhiều hợp kim khác [6 ÷ 19]. Đến năm 2018, một số nghiên cứu khác về đặc điểm tổ chức tế vi và tính chất lớp vật liệu phun nguội cấu trúc nanô nHA có đặc tính dẫn điện, nhiệt rất tốt bởi kết cấu từ các tinh thể nhỏ trên bề mặt lớp kim loại nền là TC4 ở nhiệt độ thấp là kỹ thuật rất lý tưởng, vì các hạt Ti trong lớp đệm trung gian giữa lớp phủ nHA và kim loại nền làm tăng đáng kể tính năng chống gỉ của lớp phủ [20], [21].

Các tính chất của lớp phủ ảnh hưởng đến khả năng chịu mòn, cách nhiệt và chống gỉ (trong môi trường xâm thực), phải kể đến, bao gồm: độ dày, độ xốp, độ cứng của lớp vật liệu được phun lên vật liệu nền.

Đặc tính về kích thước hình học lớp phủ được khảo sát trên kính hiển vi quang học [7], cũng như đo hệ số ma sát vật liệu lớp phủ trên máy đo Tribo-Technic [22]. Tuy nhiên hai chỉ tiêu nói trên chưa đủ để có đánh giá một cách tổng hợp về chất lượng lớp phủ plasma đảm bảo đủ yêu cầu kỹ thuật để ứng dụng cho chi tiết máy làm việc trong điều kiện mài mòn cơ học dưới tải trọng vừa và nhỏ.

Một vài nghiên cứu điển hình trong nước chủ yếu đi vào hướng ứng dụng kỹ thuật phun plasma dựa vào các thông số cơ bản theo khuyến cáo của nhà cung cấp thiết bị phun plasma để lựa chọn chế độ phun ở quy mô phòng thí nghiệm và sản xuất thử nghiệm đối

với các chi tiết máy làm việc dưới tải trọng có mài mòn cơ học [3], [7], [23]. Lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - 13\% \text{ TiO}_2$ phun trên chi tiết ứng dụng thông qua lớp lót công nghệ trung gian NiCrAl đã làm rõ các lỗ xốp và các cầu nối giữa các lượt phun và làm tăng tính năng chống gỉ của nó, bảo vệ tốt hơn cho chi tiết phun [19].

Các yếu tố công nghệ chính ảnh hưởng đến chất lượng lớp phủ plasma từ vật liệu hệ gồm có ảnh hưởng đến chất lượng và hiệu quả phun phủ được nghiên cứu khảo sát gồm có: Độ côn luồng phun (φ_C), phụ thuộc vào loại súng phun; góc phun tạo bởi hướng phun và bề mặt lớp kim loại nền (α_n); đường kính vết phun (d_p); áp suất môi trường xung quanh (p); độ che phủ giữa các lớp phủ (ℓ_f), phụ thuộc vào quỹ đạo di chuyển của súng phun và số lượt phun; nhiệt độ của vật phun (T_p); khoảng cách phun (L_p); cường độ dòng phun plasma (I_p); lưu lượng cấp bột phun ($G_{b,p}$); tốc độ di chuyển đầu phun (v_p) và một số yếu tố điều kiện biên khác.

Tuy nhiên, các nghiên cứu trên mới chỉ tập trung đánh giá riêng rẽ từng tính chất lớp phủ, chịu ảnh hưởng của từng thông số công nghệ. Do vậy cần tập trung nghiên cứu đánh giá ảnh hưởng tổng hợp của chế độ công nghệ đến một số tính chất quan trọng đặc trưng cho lớp phủ hệ gồm này. Đây là mục tiêu chính của nghiên cứu.

2. Phương pháp nghiên cứu

Để phun tạo lớp phủ plasma trên các mẫu dạng tấm phẳng và dạng đĩa người ta đã sử dụng thiết bị phun plasma nhập khẩu từ Mỹ. Ảnh toàn cảnh thiết bị phun plasma và đầu súng phun cho trên Hình 1. Các thiết bị phụ trợ sử dụng để gá lắp mẫu, đầu súng phun trong quá trình thí nghiệm đều có sẵn tại xưởng thực nghiệm trực thuộc Phòng thí nghiệm trọng điểm quốc gia Công nghệ hàn và Xử lý bề mặt.



a)

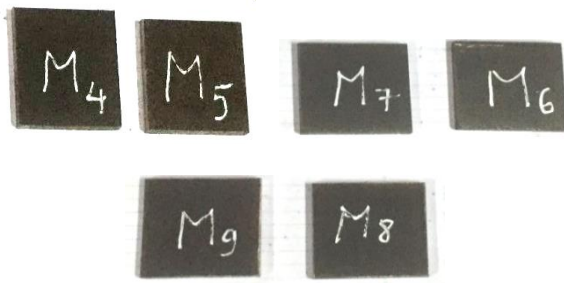


b)

Hình1. Ảnh toàn cảnh thiết bị phun plasma (a) và súng phun plasma do Mỹ chế tạo sử dụng cho thí nghiệm phun tạo lớp phủ plasma hệ gồm Al_2O_3 - TiO_2 (b) hiện có tại Viện Nghiên cứu Cơ khí, Bộ Công Thương.

Một số mẫu thí nghiệm sau khi phun tạo lớp phủ plasma Al_2O_3 - 40%wt TiO_2 lên bề mặt lớp thép nền SS400 được cắt lấy mẫu khảo sát tổ chức tế vi và đo độ cứng tế vi tại các tiểu vùng

khác nhau theo bề mặt phun phủ. Sau đó được gia công bề mặt khảo sát theo mặt cắt ngang lớp phủ - lớp thép nền (Hình 2, Hình 3).



Hình2. Mẫu thí nghiệm phun tạo lớp phủ plasma Al_2O_3 - 40%wt. TiO_2



Hình3. Máy đo độ cứng tế vi dưới tải trọng nhỏ

Để đo độ xốp lớp phun, các mẫu sau khi phun phủ có dạng hình vuông 50 x 50mm và hình đĩa tròn \varnothing 50mm, được cắt thành những mẫu nhỏ có kích thước chiều dài trong khoảng 25 ÷ 30mm. Vị trí lấy mẫu được lựa chọn tại 03 phân vùng đặc trưng cần khảo sát khác nhau gồm vùng tâm và các tiểu vùng khác nhau ở khoảng cách 10 ÷ 20mm tính từ tâm ra. Các mẫu nhỏ nhận được sau đó được đem đi xử lý toàn bộ bề mặt theo mặt cắt ngang lớp thép nền SS400 và lớp phủ plasma Al_2O_3 - TiO_2 . Việc đánh bóng, làm sạch, tẩm thực theo quy trình.

Sau đó tiến hành nghiên cứu khảo sát và chụp ảnh tổ chức tế vi vật liệu tại các tiểu vùng cấu trúc đặc trưng đã chọn, bao gồm lớp phủ plasma Al_2O_3 - TiO_2 , lớp thép nền SS400 và biên giới giữa 2 lớp đó trên kính hiển vi quang học Axiovert 25 MAT.

Vật liệu phun tạo lớp phủ sử dụng là bột hợp kim hệ gồm Al_2O_3 - 40 wt% TiO_2 thương mại được nhập khẩu và có sẵn trên thị trường ở Việt Nam (ký hiệu theo nhà cung cấp là hãng PARAMAX).

3. Thí nghiệm và thảo luận kết quả

3.1. Khảo sát độ dày lớp phun: Chế độ phun plasma cho trong Bảng 1.

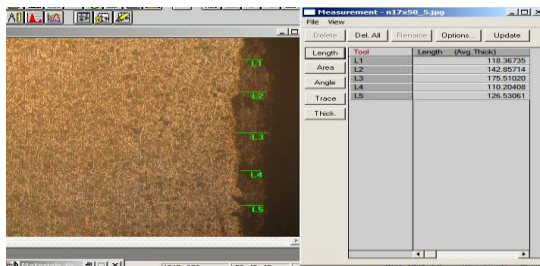
Bảng 1. Điều kiện thí nghiệm phun plasma tạo lớp phủ Al_2O_3 - TiO_2

Thông số CN chủ yếu	Ký hiệu	Mức 0	Mức 1	Mức 2	Bước điều chỉnh
Khoảng cách phun, L_p , mm	X_1	100	150	200	50
Cường độ dòng plasma, I_p , A	X_2	400	500	600	100
Lưu lượng cấp bột, G_p , kg/h	X_3	1,7	1,9	2,1	0,2
Tốc độ phun, v_p , mm/ph	X_4	50	60	-	10

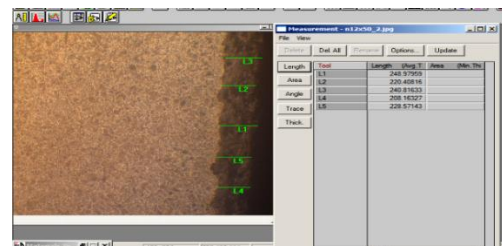
Kết quả thí nghiệm đo chiều dày lớp phủ nhóm mẫu thăm dò định hướng công nghệ cho trong Bảng 2 và Hình 4.

Bảng 2. Kết quả đo chiều dày lớp phủ plasma Al_2O_3 - TiO_2 trên các mẫu

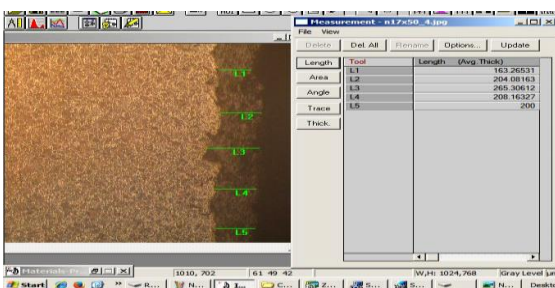
Số TN	Mã số	Chiều dày lớp phủ plasma Al_2O_3 - TiO_2 , δ_p , μm					Trung bình, $\delta_{p,t.b}$, μm
		Vị trí 1	Vị trí 2	Vị trí 3	Vị trí 4	Vị trí 5	
01	000	118,36735	142,85714	175,51020	110,20408	126,53061	134,69390
02	010	220,40816	155,10204	240,81633	228,57143	167,34694	202,44898
03	020	163,26531	204,08163	265,30612	208,16327	200,00000	208,16327
06	120	248,97050	220,40816	240,81633	208,16327	228,57143	229,38776
07	200	236,73469	277,55102	240,81633	244,89796	253,06122	250,61224
08	210	281,63266	318,36735	293,87755	261,22449	273,46939	285,71430



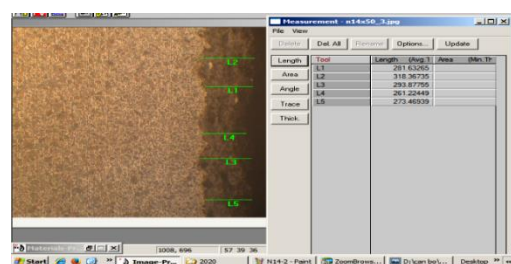
a) Mẫu số 01, $\delta_{p,01} = 134,694 \mu\text{m}$
(phun 2 lớp)



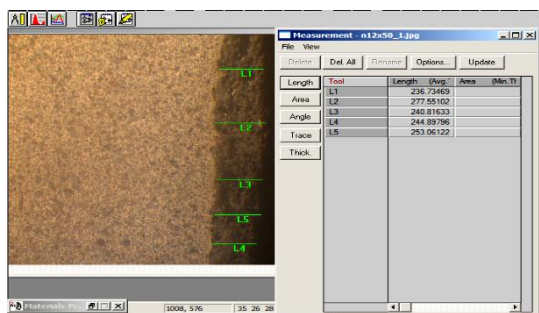
b) Mẫu số 02, $\delta_{p,02} = 202,449 \mu\text{m}$,
(phun 3 lớp)



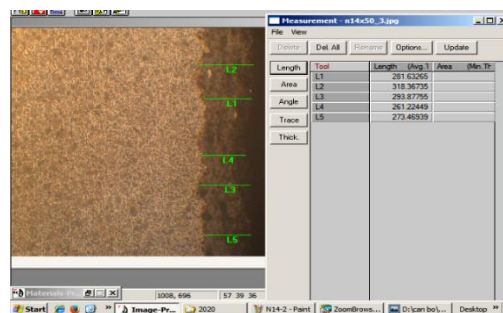
c) Mẫu số 03, $\delta_{p,03} = 208,163 \mu\text{m}$,
(phun 3 lớp)



d) Mẫu số 06, $\delta_{p,04} = 229,387 \mu\text{m}$,
(phun 4 lớp)



e) Mẫu số 07, $\delta_{p,05} = 250,612 \mu\text{m}$,
(phun 4 lớp)



f) Mẫu số 08, $\delta_{p,06} = 285,714 \mu\text{m}$,
(phun 4 lớp)

Hình 4. Ảnh kết quả đo chiều dày lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ bằng phương pháp kim tương học (mẫu nhóm 1).

Phân tích số liệu thực nghiệm cho trong Bảng 2 và các ảnh minh họa trên Hình 4 đối với nhóm mẫu thí nghiệm, cho thấy những đặc điểm như sau:

- Mẫu số 01, mã số (000), nhận được sau khi phun 2 lớp ở chế độ $L_p = 100 \text{ mm}$; $I_p = 400 \text{ A}$; $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$, $v_p = 50 \text{ mm/ph}$ (Hình 5, a), chiều dày trung bình của lớp phủ plasma, đo được tại 05 vị trí khác nhau giá trị $\delta_{p,01} = 134,6939 \mu\text{m}$;

- Mẫu số 02, mã số (010), nhận được sau khi phun 3 lớp ở chế độ $L_p = 100 \text{ mm}$; $I_p = 500 \text{ A}$; $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$; $v_p = 50 \text{ mm/ph}$ (Hình 5, b). Chiều dày lớp phủ plasma trung bình là $\delta_{p,02} = 202,44898 \mu\text{m}$, tăng thêm $67,755 \mu\text{m}$ (tăng 50,3 %) so với chiều dày của nó ở mẫu số 01 kể trên;

- Mẫu số 03, mã số (020) sau khi phun 3 lớp ở chế độ $L_p = 100 \text{ mm}$; $I_p = 600 \text{ A}$; $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$; $v_p = 50 \text{ mm/ph}$ (Hình 5, c). Chiều dày lớp phủ plasma trung bình là $\delta_{p,03} = 208,16327 \mu\text{m}$, tăng thêm $73,469 \mu\text{m}$ so với mẫu số 01 (tăng 54,54%);

- Mẫu số 06, mã số (100), nhận được sau khi phun 4 lớp với chế độ $L_p = 150 \text{ mm}$, $I_p = 400 \text{ A}$; $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$; $v_p = 50 \text{ mm/ph}$ (Hình 5, d). Chiều dày lớp phủ plasma trung bình có giá trị

bằng $\delta_{p,04} = 229,387 \mu\text{m}$, tăng thêm $21,224 \mu\text{m}$ (tăng 10,19%) so với mẫu số 03 trên đây;

- Mẫu số 07 mã số (110), nhận được sau khi phun 4 lớp ở chế độ $L_p = 150 \text{ mm}$; $I_p = 500 \text{ A}$; $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$; $v_p = 50 \text{ mm/ph}$ (Hình 5, e). Chiều dày lớp phủ plasma trung bình là $\delta_{p,05} = 250,612 \mu\text{m}$, tăng thêm $21,224 \mu\text{m}$ (tăng 9,25%) so với chiều dày của nó ở mẫu số 04. Trên hình 5, e cho thấy hình dáng giống lớp phủ trong thí nghiệm này tương tự như mẫu số 04 đã xét;

- Mẫu số 08 mã số (120), nhận được sau khi phun 4 lớp ở chế độ: $L_p = 150 \text{ mm}$, $I_p = 600 \text{ A}$, $G_p = 1,7 \text{ kg/h}$; $v_p = 50 \text{ mm/ph}$. Ảnh trên hình 5, f cho thấy chiều dày lớp phủ plasma có giá trị bằng $\delta_{p,06} = 285,714 \mu\text{m}$, tăng thêm $53,326 \mu\text{m}$ (tăng 24,55%) so với mẫu số 05 đã xét.

3.2 Khảo sát độ cứng tế vi

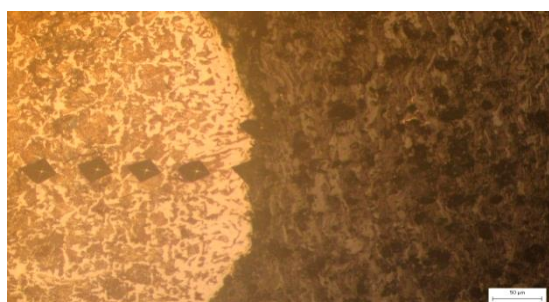
Độ cứng tế vi lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ được xác định ở thang đo $\text{HV}_{0,2}$ với chế độ phun lựa chọn: $L_p = 100 \div 150 \text{ mm}$ (bước 50 mm); $I_p = 400 \div 600 \text{ A}$ (bước 100 A); $G_p = 1,7 \div 2,1 \text{ kg/h}$ (bước 0,2 kg/h) và $v_p = 50 \div 70 \text{ mm/ph}$. Kết quả thí nghiệm cho trong các Bảng 3, 4. Hình ảnh các vết đo độ cứng tế vi ($\text{HV}_{0,2}$) trên một số mẫu điển hình cho trên Hình 5, a ÷ d.

Bảng 3. Độ cứng tế vi vật liệu lớp thép nền SS400 gần biên giới với phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$

Ký hiệu mẫu	Độ cứng tế vi đo tại các vị trí khác nhau từ phải qua trái, $\text{HV}_{0,2}$					
	Bên trong lớp thép nền SS400					Biên giới 2 lớp
	Trung bình	4 (200 μm)	3 (150 μm)	2 (100 μm)	1 (50 μm)	0 (góc tọa độ)
04	195,2	188	182	190	221	316
05	199,7	184	179	221	263	237
06	211,7	180	175	208	236	120
07	196,0	197	158	179	250	294
08	172	157	155	176	200	144
09	166,5	155	163	180	168	145

Bảng 4. Độ cứng tế vi vật liệu lớp thép nền SS400 gần biên giới với phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$

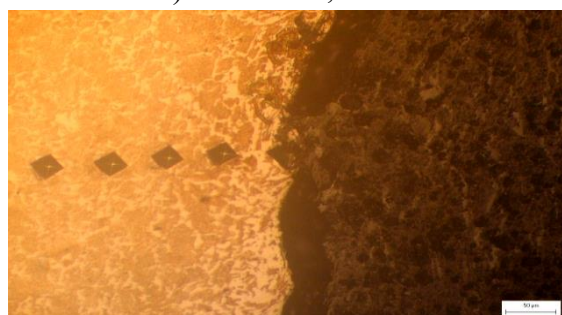
Ký hiệu mẫu	Độ cứng tế vi đo tại các vị trí khác nhau từ trái qua phải, $\text{HV}_{0,2}$									
	Biên giới 2 lớp	Bên trong lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$								
		0 (góc tọa độ)	1 (50 μm)	2 (100 μm)	3 (150 μm)	4 (200 μm)	5 (250 μm)	6 (300 μm)	7 (350 μm)	8(400 μm)/ 9(450 μm)
04	316	389	485	303	417	380	-	-	-	394,8
05	237	389	522	265	559	597	-	-	-	466,4
06	120	272	452	581	587	434	583	556	732/237	492,6
07	294	299	404	582	512	459	639	680	600	521,875
08	144	555	647	508	591	456	541	615	-	552,8
09	145	515	440	586	470	492	622	611	708/661	567,2



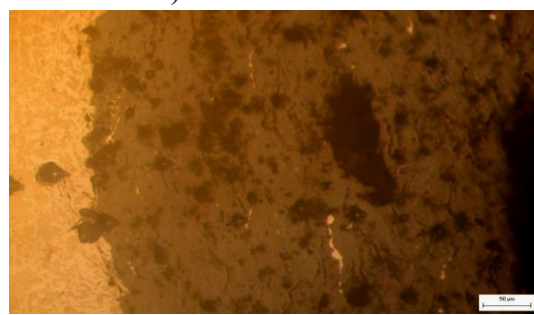
←Lớp thép B.G. Lớp phủ→
a) Mẫu số 04, x 200



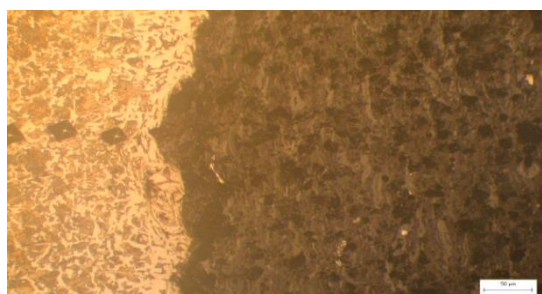
←Lớp thép B.G. Lớp phủ→
b) Mẫu số 05x 200



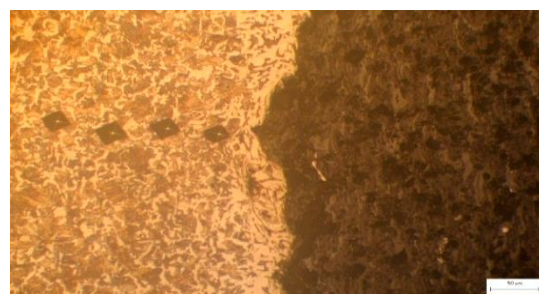
← Lớp thép B.G. Lớp phủ →
c) Mẫu số 06, x 200



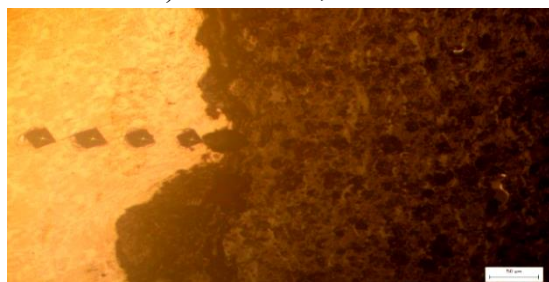
←Lớp thép B.G. Lớp phủ →
d) Mẫu số 08, x 200



←Lớp thép B.G. Lớp phủ →
e) Mẫu số 11, x 200



← Lớp thép B.G. Lớp phủ →
f) Mẫu số 13, x 200



← Lớp thép B.G. Lớp phủ →
g) Mẫu số 18 x 200



←Lớp thép B.G. Lớp phủ →
h) Mẫu số 19, x 200

Hình 5. Ảnh chụp tổ chức tế vi có vết đo độ cứng tế vi ($HV_{0,2}$)

Phân tích kết quả thí nghiệm trong Bảng 3, Bảng 4 và Hình 5 đối với nhóm mẫu thăm dò định hướng công nghệ phun tạo lớp phủ plasma cho thấy:

- Mẫu số 04: độ cứng tế vi lớp thép SS400 có giá trị trung bình là $195,2 HV_{0,2}$. Độ cứng tế vi đo trên đường biên giới liên kết 2 lớp thép SS400 - lớp phủ plasma là $316 HV_{0,2}$, còn bên trong lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ là $394,8 HV_{0,2}$, lớn hơn đáng kể so với độ cứng tế vi bên trong lớp thép SS400;

- Mẫu số 05: độ cứng tế vi trung bình của lớp thép nền SS400 là $199,7 HV_{0,2}$, còn trên biên giới liên kết 2 lớp có giá trị bằng $237 HV_{0,2}$ và bên trong lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ là $466,4 HV_{0,2}$, lớn hơn nhiều so với độ cứng tế vi bên trong lớp thép SS400;

- Mẫu số 06: độ cứng tế vi trung bình lớp thép SS400 là $211,75 HV_{0,2}$, trên biên giới 2 lớp thép SS400 - lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ có giá trị bằng $120 HV_{0,2}$ và lớp phủ plasma là $492,6 HV_{0,2}$, lớn hơn 2,32 lần so với độ cứng tế vi trong lớp thép SS400;

- Mẫu số 07: độ cứng tế vi trung bình của lớp thép nền SS400 có giá trị là $196 HV_{0,2}$, trên biên giới 2 lớp là $294 HV_{0,2}$ và lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ là $521,875 HV_{0,2}$, lớn hơn 2,66 lần so với độ cứng tế vi bên trong lớp thép SS400;

- Mẫu số 08: độ cứng tế vi trung bình của lớp thép nền C.45 có giá trị bằng $172 HV_{0,2}$, trên biên giới 2 lớp là $144 HV_{0,2}$ và lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ là $552,8 HV_{0,2}$, lớn hơn khoảng 3,2 lần so với độ cứng tế vi bên trong lớp thép SS400;

- Mẫu số 09: lớp p thép nền SS400 có độ cứng tế vi trung bình là tại 04 điểm đo cách đều $50 \mu m$ (tính từ biên giới 2 lớp đi vào lớp thép) dao động trong $166,5 HV_{0,2}$, trên biên giới 2 lớp là $145 HV_{0,2}$ và lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ là $567,2 HV_{0,2}$.

3.3. Khảo sát độ rỗ xốp

Kết quả thực nghiệm khảo sát trên 09 mẫu quy hoạch thực nghiệm trực giao kiểu L9 cho trong Bảng 5. Ảnh tổ chức tế vi và phân tích độ xốp của vật liệu lớp phủ cho trên Hình 2 và Hình 3. Chế độ phun tạo lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ trên bề mặt thép nền SS400 lựa chọn ở

đây được tiến hành để nghiên cứu khảo sát sự ảnh hưởng đồng thời của cả 3 thông số công nghệ đầu vào gồm khoảng cách phun (L_p); cường độ dòng plasma (I_p) và lưu lượng cấp bột

phun (G_p) đến hàm mục tiêu đầu ra là độ xốp xác định bằng phương pháp kim tương học (γ_p) khi chọn tham số tốc độ phun ở mức cố định ($v_p = 60$ mm/s).

Bảng 5. Độ xốp kim tương học của vật liệu lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$

Số TT	Mã Số	L, mm	I, A	G, kg/h	Độ xốp trung bình lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$, %		
					Thực nghiệm	Tính toán mô phỏng	Độ lệch tương đối
1	000	100	400	1,7	14,520	14,675	1,07%
2	010	100	500	1,7	13,538	12,88	-4,86%
3	020	100	600	1,7	11,355	11,125	-2,02%
4	100	150	400	1,7	10,985	11,159	1,59%
5	110	150	500	1,7	9,695	10,111	4,29%
6	120	150	600	1,7	7,765	8,8491	13,96%
7	200	200	400	1,7	8,125	8,2424	1,44%
8	210	200	500	1,7	7,773	7,6868	-1,11%
9	220	200	600	1,7	7,321	6,9176	-5,51%

Phân tích số liệu thực nghiệm trong Bảng 5 cho thấy:

- Mẫu số 1 (mã số 000) nhận được khi phun với 3 thông số công nghệ chính đầu vào chọn ở mức thấp nhất trong miền quy hoạch thực nghiệm: $L_p = 100$ mm; $I_p = 400$ A và $G_p = 1,7$ kg/h, có độ xốp lớp phủ plasma đạt giá trị $\gamma_{p1} = 14,52\%$. Áp dụng phương pháp bình phương nhỏ nhất để xử lý các số liệu thống kê toán học thực nghiệm đối với mảng quy hoạch trực giao kiểu L9 nhận được độ xốp trung bình tính toán mô phỏng có giá trị là 14,675%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là rất nhỏ (+1,07%).

- Chế độ phun đối với mẫu số 2 (mã số 010) được chọn với điều chỉnh thông số cường độ dòng plasma lên mức trung bình trong miền quy hoạch thực nghiệm: $L_p = 100$ mm; $I_p = 500$ A và $G_p = 1,7$ kg/h. Ở chế độ thí nghiệm này đảm bảo tạo ra được lớp phủ plasma $Al_2O_3 - TiO_2$ có liên kết với lớp thép nền SS400 tương đối tốt. Độ xốp trung bình của lớp phủ có giá trị

là $\gamma_{p2} = 13,538\%$, giảm 6,76% so với mẫu số 1 trên đây. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 12,88%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là rất nhỏ (- 4,87%).

- Độ xốp của mẫu thí nghiệm số 3 (mã số 020), nhận được ở chế độ phun có điều chỉnh dòng plasma lên cao nhất trong miền quy hoạch thực nghiệm ($I_p = 600$ A), còn hai thông số $L_p = 100$ mm và $G_p = 1,7$ kg/h vẫn chọn ở mức thấp. Độ xốp trung bình của vật liệu lớp phủ có giá trị là $\gamma_{p3} = 11,355\%$, giảm 14,99% là rất đáng kể so với mẫu số 2 đã xét ở trên. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 11,125%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là khá nhỏ (- 2,02%).

- Mẫu thí nghiệm số 4 (mã số 100) nhận được ở chế độ phun trong miền quy hoạch thực nghiệm với: $L_p = 150$ mm; $I_p = 400$ A và $G_p = 1,7$ kg/h. Ở đây điều chỉnh khoảng cách phun lên mức trung bình, còn I_p và G_p vẫn chọn ở mức thấp trong miền quy hoạch thực nghiệm. Độ

xốp của vật liệu lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ ở thí nghiệm này có giá trị trung bình là $\gamma_{p4} = 10,985\%$, giảm 3,258% so với hai mẫu số 3 kể trên. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 11,159%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là khá nhỏ (+1,59%).

- Chế độ phun đối với mẫu số 5 (mã số 110) được chọn với điều chỉnh thông số khoảng cách phun và cường độ dòng plasma lên mức trung bình trong miền quy hoạch thực nghiệm: $L_p = 150$ mm; $I_p = 500$ A, còn lưu lượng cấp bộ giữ ở mức thấp trong miền quy hoạch thực nghiệm $G_p = 1,7$ kg/h. Lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ có độ xốp trung bình là $\gamma_{p5} = 9,695\%$, giảm 11,74 % so với mẫu số 4 trên đây. Độ xốp tính toán mô phỏng có giá trị là 10,11%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là rất nhỏ (+ 4,29%).

- Mẫu thí nghiệm số 6 (mã số 120) nhận được ở chế độ phun trong miền quy hoạch thực nghiệm với: $L_p = 150$ mm; $I_p = 600$ A và $G_p = 1,7$ kg/h. Ở đây điều chỉnh khoảng cách phun lên mức trung bình, còn I_p và G_p vẫn chọn ở mức thấp trong miền quy hoạch thực nghiệm. Độ xốp của vật liệu lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ ở thí nghiệm này có giá trị trung bình là $\gamma_{p6} = 7,765\%$, giảm mạnh đến 19,36% so với hai mẫu số 5 ở trên. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 8,8491%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là khá lớn (+13,96%).

- Độ xốp của mẫu thí nghiệm số 7 (mã số 200), nhận được ở chế độ phun có điều chỉnh dòng plasma lên cao nhất trong miền quy hoạch thực nghiệm ($I_p = 400$ A), còn hai thông số $L_p = 200$ mm và $G_p = 1,7$ kg/h chọn ở mức thấp. Độ xốp trung bình của vật liệu lớp phủ có giá trị là $\gamma_{p7} = 8,125\%$, giảm 14,99% là rất đáng kể so với mẫu số 2 đã xét ở trên. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 7,6868

%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng khá nhỏ (- 1,11%).

- Mẫu thí nghiệm số 8 (mã số 210) nhận được ở chế độ phun trong miền quy hoạch thực nghiệm với: $L_p = 200$ mm; $I_p = 500$ A và $G_p = 1,7$ kg/h. Ở đây điều chỉnh khoảng cách phun lên mức trung bình, còn I_p và G_p vẫn chọn ở mức thấp trong miền quy hoạch thực nghiệm. Độ xốp của vật liệu lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ ở thí nghiệm này có giá trị trung bình là $\gamma_{p8} = 7,773\%$, giảm 3,258% so với hai mẫu số 3 kể trên. Độ xốp tính toán theo mô hình hàm hồi quy có giá trị là 11,159 %. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là khá nhỏ (+1,59%).

- Chế độ phun đối với mẫu số 9 (mã số 220) được chọn với điều chỉnh thông số khoảng cách phun và cường độ dòng plasma lên mức cao nhất trong miền quy hoạch thực nghiệm: $L_p = 200$ mm; $I_p = 600$ A, còn lưu lượng cấp bộ giữ ở mức thấp trong miền quy hoạch thực nghiệm $G_p = 1,7$ kg/h. Lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ có độ xốp trung bình là $\gamma_{p9} = 7,321\%$, giảm 5,81% so với mẫu số 8 trên đây. Độ xốp tính toán mô phỏng có giá trị là 6,917%. Sai số giữa các giá trị thực nghiệm với tính toán mô phỏng là - 5,51%.

Nhận xét: trong tất cả 9 mẫu thí nghiệm đã xét trên đây, tác động của khoảng cách phun (L_p) đảm bảo cho động năng va đập của các hạt phun $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$, cường độ dòng plasma (I_p) và lưu lượng cấp bột (G_p) đều đảm bảo yêu cầu phun cần thiết để tạo ra được lớp phủ có sự liên kết tương đối tốt với lớp thép nền SS400. Độ xốp trung bình của vật liệu lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ có xu hướng giảm tỷ lệ nghịch theo chiều tăng của 3 thông số L_p ; I_p (khi xét điều kiện biên là G_p và v_p chọn ở một mức cố định không đổi).

4. Kết luận

1. Chiều dày trung bình của lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ tất cả các mẫu thí nghiệm có giá trị trong khoảng từ $\delta_{p,01} = 134,693$ μm đến $\delta_{p,06}$

= 285,714 μm (nhóm 1); từ $\delta_{p,11} = 302,857\mu\text{m}$ đến $\delta_{p,18} = 369,795 \mu\text{m}$ (nhóm 2) và từ $\delta_{p,21} = 302,857 \mu\text{m}$ đến $\delta_{p,25} = 808,816 \mu\text{m}$ (nhóm 3) với quy luật nhìn chung là tăng tỷ lệ thuận theo chiều tăng của thông số L_p ; I_p ; G_p và n_p . Trong đó, thứ tự ảnh hưởng của chúng tới chiều dày lớp phủ mạnh nhất là n_p , tiếp theo đó là L_p , I_p và G_p ;

2. Ảnh hưởng của thông số L_p có đặc điểm phức tạp hơn nên cần có nghiên cứu toàn diện hơn theo điều kiện quy hoạch thực nghiệm đầy đủ với 27 thí nghiệm để có đủ số liệu thông kê toán học xây dựng mô hình toán học thực nghiệm. Vấn đề này nhóm nghiên cứu sẽ giới thiệu trong khuôn khổ một bài báo khác.

3. Lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ có độ cứng tế vi trên tất cả các mẫu khảo sát đều có giá trị thường cao hơn so với trên biên giới 2 lớp và bên trong lớp thép nền SS400. Vùng cấu trúc biên giới liên kết lớp thép nền SS400 và lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ có giá trị trung gian, thấp hơn so với lớp phủ và cao hơn so với lớp thép nền. Lớp thép nền SS400 có độ cứng tế vi thấp hơn các vùng cấu trúc vật liệu trên biên giới liên kết 2 lớp và lớp phủ plasma.

4. Mức độ ảnh hưởng của của 3 thông số công nghệ chính (L_p ; I_p và G_p) trong miền giới hạn khảo sát có thể là do khoảng cách phun L_p đã chọn trong phạm vi khuyến cáo tương đối rộng của nhà cung cấp thiết bị phun plasma. Ngoài ra, khi phun với thông số I_p chọn ở các mức nâng cao cũng góp phần tạo điều kiện thuận lợi cho sự hình thành lớp phủ plasma có cấu trúc phân bố các lỗ xốp được đồng đều hoặc cải thiện hơn; Lớp phủ plasma $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ sau khi phun trực tiếp lên bề mặt mẫu thép tấm SS400 theo các chế độ quy hoạch thực nghiệm trực giao L9 đã chọn vẫn còn khá cao, chưa đạt yêu cầu như mong muốn. Vì vậy, trong các nghiên cứu theo quy hoạch thực nghiệm tiếp theo kiểu L27 đủ hơn, cần có điều chỉnh miền giá trị của các thông số công nghệ

đầu vào nhằm mục tiêu giảm thiểu độ xốp của lớp phủ plasma đến mức nhỏ nhất để nâng cao tính năng làm việc của nó.

Tài liệu tham khảo

- [1] M.K. Ferrer.& S.D. Brown (1981), *Delayed Failure of Plasma - Sprayed Al_2O_3 Applied to Metallic Substrates*, Journal of the American Ceramic Society, <https://10.1111/j.1151-2916.1981.tb15898.x>
- [2] Lý Quốc Cường (2018), *Nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ xử lý nhiệt đến cấu trúc, tính chất của hệ lớp phủ kép nhôm và hợp kim Ni-20Cr trên nền thép*, Luận án Tiến sĩ Hóa học, Trường Đại học Công nghệ - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, Hà Nội;
- [3] Nguyễn Thanh Phú (2020), *Nghiên cứu ảnh hưởng của một số thông số công nghệ phun phủ HVOF đến chất lượng lớp phủ bề mặt chi tiết làm việc trong điều kiện khắc nghiệt bị mòn*, Luận án Tiến sĩ Kỹ thuật Cơ khí, Viện Nghiên cứu Cơ khí, Hà Nội;
- [4] Đặng Xuân Thao (2021), *Nghiên cứu công nghệ phun phủ bằng hợp kim nền crôm, ứng dụng để phục hồi quạt công nghiệp làm việc trong điều kiện chịu mài mòn và nhiệt độ cao*, Luận án Tiến sĩ Kỹ thuật cơ khí, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội;
- [5] Yu Bai, Sheng-Jian Zhou, Li Shi, Wen Ma, Cai-wen Liu (2018), *Fabrication and Characterization of Suspension Plasma-Sprayed Fluoridated Hydroxyapatite Coating for Biomedical Applications*, CrossMark: J. Therm Spray Tech 27:1322-1332, <https://doi.org/10.1007/s11666-018-0747-6>;
- [6] Bùi Văn Khoản, Hà Minh Hùng, Lê Thu Quý, Hoàng Thị Ngọc Quyên (2021), *Nghiên cứu đặc tính ma sát học vật liệu lớp phủ plasma hệ gốm $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ ứng dụng cho chi tiết máy chịu mài mòn cơ học*, Tạp chí Cơ khí Việt Nam, số 06/T6;
- [7] K. H. Zum Gahr, W. Bundschuh và B. Zimmerlin (1993), *Effect of grain size on friction and sliding wear of oxide ceramics*, Elsevier Sequoia, Jour. Wear;
- [8] You Wang, Stephen Jiang, Meidong Wang, Shihe Wang, T. Danny Xiao, Peter R. Strutt (2000), *Abrasive wear characteristics of sprayed nanostructured alumina/titania coatings*, Wear - Elsevier Wear, 176-185, www.elsevier.com/locate/wear;
- [9] B. H. Kear, Z. Kaiman, R.K. Sadangi, G.Skandan, J. Colaizzi, and W.E. Mayo (2000), *Plasma-Sprayed Nanostructured $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ Powder and Coatings*, JTTEE5 9: 483-487 © ASM International.
- [10] E.H. Jordan, M. Gell, Y.H. Sohn, D. Goberman, L. Shaw, S. Jiang, M. Wang, T.D. Xiao, Y. Wang,

- P.Strutt (2001), *Fabrication and evaluation of plasma sprayed nanostructured alumina - titania coatings with super properties*, Elsevier, Materials science & Engineering A301, 80-89 (Ishaw@mail.ims.uconn.edu (L. Shaw).
- [11] Michigan Institute of Technology (Houghton, MI 49931, USA (2003), *Plasma spray fabrication of near-shape ceramic objects*, Journal of Minerals and Materials Characterization & Engineering, Vo. 2, No. 2, pp.145-150 / <http://www.jmmce.org>)
- [12] Mokhtar Bounazef, Sofiane Guessasma*, Ghislain Montavon, Christian Coddet (2004), *Effect of APS process parameters on wear behaviour of alumina-titania coatings*, J. Elsevier, Materials letters, 58, pp. 2451-2455;
- [13] R. Yilmaz, A. O. Kurt, A. Demir, Z. That (2007), *Effects of TiO₂ on the mechanical properties of the Al₂O₃ - TiO₂ plasma sprayed coating*, Elsevier, Science Direct (www.elsevier.com/locate/ieuceram) and "Journal of the Ceramic Society", 27, pp. 1319 - 1323
- [14] Meidong Wang, Leon L. Shaw (2007), *Effects of the powder manufacturing method on microstructure and wear performance of plasma sprayed alumina - titania coatings*, Surface and Coatings Technology", Elsevier, Available online at www.sciencedirect.com.
- [15] J. Rodriguez, A. Rico, E. Otero, W. M. Rainforth, *Indentation properties of plasma sprayed Al₂O₃ - 13% TiO₂ nanocoatings*, Elsevier, ScienceDirect, J. "Acta Materialia", 57, pp. 3148-3156, (www.elsevier.com/locate/actamat).
- [16] N. Hegazy, M. Shoeib, Sh. Abdel -Samea, H. Abdel - Kader (2009), *Effect of Plasma Sprayed Alumina Coating on Corrosion Resistance*, ASAT 13, Mart 26-29, Kobry Elkobbah, Cairo, Egypt - Email: asat@mtc.edu.eg.
- [17] A. Rico, J. Rodriguez, E. Otero (2010), *High Temperature Oxidation Behaviour of Nanostructured Alumina - Titania APS Coatings*, © Springer Science + Business Media, LLC (Oxid Met 73-531-550/ DOI: 10.1007/s11085-010-9191-9).
- [18] M. Ramazani, J. Khalil-Allafi and R. Mozaffarinia (2010), *Grindability Evaluation and Fatigue and Wear Behavior of Conventional and Nanostructured Al₂O₃ - 13 wt.% TiO₂ Air Plasma Sprayed Coatings*, ASM International, "Journal of Thermal Spray Technology
- [19] Y.Wang*, W. Tian, T. Zhang and Y. Yang (2010), *Electrochemical corrosion behavior of plasma sprayed Al₂O₃- 13%TiO₂ coatings in aqueous hydrochloric acid solution*, Jour. Materials and Corision, No61 (DOI: 10.1002/maco.200905335)
- [20] J. J. Zhang, Z. H. Wang, P. H. Lin, L. Q. Si, G. J. Shen, Z. H. Zhou, S. Q. Jiang and W. H. Lu (2012), *Corrosion of plasma sprayed NiCrAl / Al₂O₃ - 13 wt.% TiO₂ coatings with and without sealing*, Surface Engineering, Vol. 28, No 5 (DOI 10.1179/1743294412Y.0000000004)
- [21] Xiao Chen, Gangchang Ji, Xiaobo Bai, Hailong Yao, Qingyu Chen (2018), *Microstructures and Properties of Cold Spray Nanostructured HA Coatings*, CrossMark, J. Therm. Spray Technologies, 27: 1344-1355, <http://doi.org/10.1007/s11666-018-0776-1>.
- [22] Yu Bai, Sheng-Jian Zhou, Li Shi, Wen Ma, Cai-wen Liu (2018), *Fabrication and Characterization of Suspension Plasma-Sprayed Fluoridated Hydroxyapatite Coating for Biomedical Applications*, CrossMark: J. Therm Spray Tech, 27:1322-1332, <https://doi.org/10.1007/s11666-018-0747-6>.
- [23] Hà Minh Hùng, Vũ Dương, Nguyễn Văn Đức (2022), *Nghiên cứu xác định chiều dày lớp phủ plasma vật liệu gốm Al₂O₃ - TiO₂ bằng phương pháp kim tương học*, Tạp chí Cơ khí Việt Nam, số 12.
- [24] Trần Văn Dũng (2012), *Nghiên cứu ảnh hưởng của chế độ phun và gia công nhiệt tới độ bền bám dính lớp phun plasma*, Luận án Tiến sĩ Kỹ thuật ngành "Công nghệ tạo hình vật liệu", Viện Nghiên cứu Cơ khí, Hà Nội.