



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0031384

(51)<sup>7</sup> B05D 5/08; C23C 4/12; C09D 127/18; (13) B  
C23C 4/00; B05D 5/00; C08L 27/18

(21) 1-2019-04933

(22) 09/09/2019

(45) 25/03/2022 408

(43) 25/12/2019 381A

(73) Viện Kỹ thuật Nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)  
Nhà A12-A13, số 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, thành phố  
Hà Nội

(72) Nguyễn Văn Tuấn (VN); Lê Thu Quý (VN); Đào Bích Thủy (VN); Lý Quốc Cường  
(VN); Phạm Thị Hà (VN); Phạm Thị Lý (VN).

(54) QUY TRÌNH XỬ LÝ LỚP PHUN PHỦ NHIỆT BẰNG PHƯƠNG PHÁP THẨM  
THẤU VỚI PTFE TRONG ĐIỀU KIỆN CÓ RUNG SIÊU ÂM

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình xử lý để làm tăng độ bền chịu ăn mòn và chịu mài mòn đối với lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp thẩm thấu với dung dịch polytetrafluetylen (PTFE) trong điều kiện có rung siêu âm. Quy trình này bao gồm các bước: chuẩn bị hỗn hợp PTFE bằng cách phân tán các hạt PTFE kích thước nano trong nước khử ion và chất trợ phân tán; khuấy trộn hỗn hợp thu được để PTFE được phân tán đồng đều; xử lý thẩm thấu lớp phun phủ nhiệt với PTFE bằng cách ngâm mẫu đã có lớp phun phủ nhiệt trong bể rung siêu âm sao cho mẫu đã có lớp phủ được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE với điều kiện nhiệt độ thường; xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE; kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi được xử lý thẩm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ trong suốt, không bị vón cục; và kiểm tra các tính chất của lớp phủ trên mẫu sau khi xử lý bao gồm: độ xốp, khả năng thẩm thấu của PTFE, và độ bền chịu mài mòn và chịu ăn mòn.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế thuộc lĩnh vực xử lý bề mặt, cụ thể sáng chế đề cập đến quy trình xử lý lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp thẩm thấu với dung dịch phân tán polytetrafloetylen (một chất flopolyme tổng hợp của tetrafloetylen được ký hiệu là PTFE) trong điều kiện có rung siêu âm.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Đã biết, lớp phủ được ứng dụng để bảo vệ bề mặt, qua đó làm tăng tuổi thọ cũng như phục hồi đối với chi tiết làm việc trong điều kiện chịu ăn mòn và mài mòn với nhiệt độ không quá 150°C. Ví dụ như chi tiết của quạt Roots trong nhà máy nhiệt điện, xi măng; chi tiết máy bơm trong nhà máy hóa chất, dầu khí, nhiệt điện, xi măng; chi tiết của tuabin thủy điện, phục hồi kích thước cho chi tiết dạng trục, gối đỡ, bạc đỡ bị hao mòn, v.v..

Nguyên lý chung của công nghệ phun phủ nhiệt là sử dụng nguồn năng lượng thích hợp (như khí cháy, hồ quang điện, plasma, v.v..) làm nóng chảy toàn bộ hoặc một phần vật liệu cần phun, sau đó tạo lớp phủ trên bề mặt mẫu nhờ dòng khí nén. Có 4 phương pháp phun phủ nhiệt chính bao gồm: phun khí cháy, phun hồ quang điện, phun plasma, và phun nhiên liệu oxy tốc độ cao (HVOF). Ứng dụng phun phủ nhiệt trong lĩnh vực xử lý bề mặt được coi là giải pháp kỹ thuật hiệu quả nhằm làm tăng cường khả năng làm việc trong điều kiện khắc nghiệt về nhiệt độ, áp suất, hóa chất, các yếu tố gây mài mòn và các hiện tượng bề mặt khác cho các chi tiết máy. Ngoài ra, phun phủ nhiệt cũng được ứng dụng rất hiệu quả trong lĩnh vực phục hồi đối với các chi tiết máy bị hư hỏng và hao mòn trong quá trình làm việc.

Cấu trúc đặc trưng của lớp phun phủ nhiệt bao gồm nguyên liệu không nóng chảy, bán nóng chảy, oxit, lỗ xốp và vết nứt. Các yếu tố này đã tạo cho các

lớp phun phủ nhiệt có độ xốp và làm ảnh hưởng đến tính chất của lớp phủ, đặc biệt là làm ảnh hưởng đến khả năng bảo vệ chống ăn mòn cũng như khả năng chịu mài mòn của lớp phủ. Độ xốp của lớp phun phủ nhiệt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 15%, tùy thuộc vào phương pháp phun, vật liệu phun và các thông số được sử dụng trong quá trình hình thành lớp phủ.

Lớp phủ có độ xốp cao sẽ làm ảnh hưởng trực tiếp đến khả năng bảo vệ chống ăn mòn của lớp phủ, trong khi đó khả năng chịu mài mòn có liên quan trực tiếp đến hệ số ma sát trên bề mặt lớp phủ. Hệ số ma sát càng cao thì tốc độ hao mòn của lớp phủ càng lớn, đặc biệt khi chi tiết làm việc trong các môi trường có chứa tác nhân gây mài mòn và không có dầu bôi trơn. Do vậy, các lớp phun phủ nhiệt cần phải được xử lý trước khi được đưa vào sử dụng.

Phần lớn các nghiên cứu trước đây tập trung chủ yếu vào việc làm giảm độ xốp của lớp phun phủ nhiệt như xử lý nhiệt, laze, lắng đọng hơi hóa học kim loại-chất hữu cơ, lắng đọng hơi hóa học ở nhiệt độ cao, thẩm hơi hóa học, thẩm thấu với các hợp chất hóa học hoặc xử lý cơ học như mài, đánh bóng. Trong đó, phương pháp thẩm thấu với các hợp chất hóa học được cho là phương pháp đơn giản và hiệu quả hơn cả. Hợp chất thường được dùng trong các nghiên cứu cũng như ứng dụng trong việc xử lý độ xốp của lớp phủ bao gồm: hợp chất hữu cơ (các hợp chất phenolic, epoxy, polyeste, silicon, polyuretan, dầu hạt lanh, polyamit, nhựa than, v.v.); các dung dịch muối vô cơ (phosphat nhôm, phosphat canxi, v.v.). Nhằm làm tăng hiệu quả xử lý các lỗ xốp có trong lớp phun phủ nhiệt, việc lựa chọn chất thẩm thấu phải đảm bảo 2 yếu tố: (1) độ nhớt của dung dịch không quá cao để chất thẩm thấu có thể đi sâu và nhiều vào trong lớp phủ, (2) phù hợp với điều kiện làm việc của lớp phủ.

PTFE là vật liệu có khả năng chống mài mòn cao do chúng có hệ số ma sát rất thấp chỉ đứng sau kim cương, khả năng chịu nhiệt của PTFE đạt đến 270°C, chịu được hầu hết các loại hóa chất (PTFE gần như không phản ứng với bất kỳ hóa chất nào). Đặc biệt PTFE với kích thước nano (< 300 nm) có độ nhớt khá thấp (25cP tại 25°C).

Với các tính chất đặc trưng nêu trên, PTFE đã được sử dụng để xử lý cho các lớp phủ, chủ yếu là lớp mạ điện phân.

Một số công trình nghiên cứu khoa học và sáng chế đã được công bố liên quan đến việc sử dụng PTFE để làm tăng độ bền mài mòn cho lớp phun phủ nhiệt cũng đã được đề cập đến trong thời gian gần đây, cụ thể:

Lớp phủ gồm từ bột nhôm oxit-titan đioxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ ) được trộn với PTFE hoặc các perfloalkoxy alkan (ankan perfloalkoxy, ký hiệu là PFA) được sử dụng làm nguyên liệu trong việc chế tạo lớp phủ có sử dụng phương pháp phun phủ plasma đã được khảo sát bởi S. Costil và các cộng sự. Theo đó, các thông số công nghệ phun phủ plasma được điều chỉnh để làm nóng chảy bột gốm nhưng không làm phân hủy PTFE. Lớp phủ sau đó được xử lý nhiệt ở  $350^\circ\text{C}$  trong 15 phút. Hệ số ma sát trượt của các lớp phủ đo được nằm trong khoảng 0,40-0,44 (khoảng trượt 500 m).

Lớp phủ kim loại nguyên chất hoặc hợp kim Ni, Co, Mo, Fe, một hoặc nhiều loại cacbit được chế tạo bằng công nghệ phun phủ nhiệt và xử lý bằng nhựa flocacbon (hợp chất chỉ chứa cacbon và flo) đã được đề cập đến trong tài liệu số US20060228541. Trong đó, lớp nhựa flocacbon chứa các hạt chất vô cơ được phủ trên lớp phủ nhiệt để làm giảm độ xốp, tăng độ bền cho lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp phun.

Hợp chất flocacbon được sử dụng như polytetrafloetylen (PTFE), các tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (một copolyme của hexaflopropylen và tetrafloetylen, ký hiệu FEP), các tetrafloetylen-perfloalkylvinylet copolyme (là copolyme lượng nhỏ giữa perflopropyl perflovinyl ete và polytetrafloetylen, ký hiệu PFA), polyvinyliden florua (hợp chất kết dính, ký hiệu PVDF), etylen clotrifloetylen (ECTFE) và etylen-tetrafloetylen copolyme (một loại nhựa có gốc flo, ký hiệu là ETFE). Ví dụ: Lớp phủ  $75\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25\text{NiCr}$  được phủ trên bề mặt kim loại nền bằng phương pháp phun phủ plasma, sau đó được phủ lớp nhựa FEP chứa các hạt graphit bằng phương pháp phun tĩnh điện và xử lý nhiệt tại  $400^\circ\text{C}$ .

Việc tạo ra lớp phủ có hệ số ma sát thấp có khả năng chống ăn mòn, mài mòn và chịu nhiệt bằng phương pháp phun phủ nhiệt đã được đề cập trong tài liệu số US 20070099014. Phương pháp này kết hợp hai loại bột phun, một loại vật liệu cứng là một hoặc nhiều hợp chất cacbit như crom cacbit, wolfram cacbit, titan cacbit, molybden cacbit và vanadi cacbit; một loại vật liệu bôi trơn dạng rắn như than chì (graphit), boron nitrit (hợp chất chịu nhiệt và hóa học của bo và nitơ với công thức hóa học là BN), silicon, polyeste và polytetrafloetylen (PTFE). Hai loại vật liệu phun có thể được pha trộn trước khi phun hoặc đưa vào quá trình phun dưới hai dạng riêng biệt.

Trong tài liệu số US20148642171, PTFE đã được sử dụng làm thành phần chính (40,05% khối lượng) của lớp phủ chống ăn mòn mài mòn trên nền các lớp phủ hữu cơ khác, ứng dụng đặc biệt trong lĩnh vực bếp cải tiến.

Lớp phủ  $Al_2O_3$ /PTFE được chế tạo bằng phương pháp phun phủ nhiệt HVOF, plasma hoặc phun khí cháy từ hỗn hợp bột oxit nhôm và PTFE được đề cập trong tài liệu số EP2961859A2 (2016). Theo đó, PTFE được phối trộn với hỗn hợp bột phun có thành phần theo khối lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30% đã được khảo sát. Lớp phủ được tạo ra bằng phương pháp này có khả năng chống mài mòn cao, ứng dụng để sửa chữa các bộ phận bằng nhôm chịu mài mòn tiếp xúc trượt, cải thiện van xả máy nén khí cho động cơ tuabin khí và cải tiến cụm lắp ráp quạt cho bề mặt tiếp xúc trượt.

Từ các giải pháp như đã nêu trên có thể thấy, PTFE đã được sử dụng trong việc làm giảm độ xấp, tăng khả năng bảo vệ chống ăn mòn, giảm hệ số ma sát (giảm tốc độ hao mòn) của lớp phun phủ nhiệt bằng nhiều phương pháp khác nhau như tạo bột phun hoặc tạo lớp phủ bằng phương pháp phun tĩnh điện. PTFE được dùng có thể ở dạng nguyên chất hoặc tạo hỗn hợp với các hợp chất khác. Tuy nhiên, các phương pháp đã nêu trên có quy trình thực hiện khá phức tạp và chi phí thực hiện cao.

## **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Mục đích của sáng chế là giải quyết được các vấn đề liên quan đến hư hỏng do mài mòn, ăn mòn, đồng thời làm tăng tuổi thọ đối với chi tiết máy mới. Ví dụ, chi tiết máy bơm trong nhà máy hóa chất, dầu khí, nhiệt điện, xi măng; chi tiết của tuabin thủy điện; phục hồi kích thước cho chi tiết dạng trục, gối đỡ, bạc đỡ bị hao mòn; v.v.. Cụ thể hơn, sáng chế đưa ra giải pháp làm giảm độ xốp, giảm hệ số ma sát của bề mặt, ức chế được các tác nhân gây mài mòn, ăn mòn có trong môi trường làm việc của các chi tiết máy.

Sáng chế đề xuất quy trình xử lý cho các lớp phun phủ nhiệt với quy trình đơn giản, hiệu quả và tiết kiệm hơn so với các phương pháp đã biết nêu trên.

Cụ thể, sáng chế đề xuất quy trình xử lý lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp thẩm thấu với PTFE trong điều kiện có rung siêu âm, quy trình này bao gồm các bước:

Bước 1: chuẩn bị hỗn hợp PTFE theo cách sau:

phân tán các hạt PTFE có kích thước hạt từ 100 đến 200 nm với hàm lượng từ 50% đến 65% trọng lượng (tính theo tổng trọng lượng của các hạt PTFE, nước khử ion và chất trợ phân tán) trong nước khử ion và chất trợ phân tán;

khuấy trộn hỗn hợp thu được với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy khoảng 2 giờ, đảm bảo hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều;

Bước 2: xử lý thẩm thấu lớp phun phủ nhiệt với PTFE theo cách sau:

chuyên hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm có điều khiển tần số nằm trong khoảng từ 20 đến 50kHz;

ngâm mẫu đã có lớp phun phủ nhiệt trong bể rung siêu âm sao cho mẫu đã có lớp phủ được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE với điều kiện nhiệt độ thường;

điều chỉnh tần số rung siêu âm phù hợp; chi tiết được ngâm với PTFE trong bể rung siêu âm trong khoảng thời gian từ 3 đến 6 giờ;

Bước 3: xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thấm thấu với PTFE bằng cách đưa mẫu có lớp phủ sau khi đã được thấm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành sấy theo quy trình cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút, 270°C trong 10 phút, làm nguội lớp phủ trong buồng sấy đến nhiệt độ phòng; kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi được xử lý thấm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ trong suốt, không bị vón cục; và

Bước 4: kiểm tra các tính chất của lớp phủ trên mẫu sau khi xử lý bao gồm: độ xốp, khả năng thấm thấu của PTFE, và độ bền chịu mài mòn và chịu ăn mòn.

Lớp phun phủ nhiệt được tạo ra bởi một trong số các phương pháp phun phủ nhiệt khác nhau: phương pháp phun phủ nhiệt dùng khí cháy, phương pháp phun phủ dùng hồ quang điện, phương pháp phun phủ plasma, và phương pháp phun nhiên liệu oxy tốc độ cao (HVOF).

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Việc sử dụng PTFE để thấm thấu đối với lớp phủ nhiệt, một mặt làm giảm độ xốp của lớp phủ, mặt khác làm giảm hệ số ma sát của lớp phủ do PTFE có hệ số ma sát rất thấp (0,05-0,1). Ngoài ra, PTFE có độ bền cao trong hầu hết các loại hóa chất, điều này sẽ góp phần làm tăng khả năng chống ăn mòn cho lớp phủ. PTFE được dùng để thấm thấu cho hầu hết các loại lớp phủ được chế tạo bằng phun phủ nhiệt do PTFE không tương tác hóa học với lớp phủ, điều này sẽ không làm thay đổi các tính chất vốn có của các lớp phun phủ nhiệt.

Với kích thước khá nhỏ (100-200 nm) cùng với tác động của sóng siêu âm dao động với tần số cao sẽ tạo điều kiện để PTFE thấm thấu sâu vào trong lớp phủ thông qua các lỗ xốp của lớp phủ.

Sóng siêu âm có thể làm tăng tốc chuyển động nhiệt, giảm sức căng liên vùng và làm cải thiện khả năng tương thích giữa lớp phủ và chất thấm thấu. Nhờ năng lượng của sóng siêu âm mà không khí trong lỗ xốp của lớp phủ bị đẩy ra ngoài, tạo điều kiện cho PTFE thấm thấu vào sâu trong lỗ xốp. Ngoài ra, sóng siêu âm còn đưa không khí bên trong chất thấm thấu liên tục thoát ra do ảnh hưởng kết hợp của lực đẩy nổi và áp suất. Quá trình này được lặp đi lặp lại, qua đó một lượng lớn chất thấm thấu được dẫn vào sâu bên trong lớp phủ. Đối với phương pháp xử lý rung siêu âm, các vết nứt, khuyết tật hoặc lỗ xốp nhỏ hơn cũng có thể được lấp đầy bởi chất thấm thấu.

Phương pháp thấm thấu lớp phun phủ nhiệt với dung dịch có chứa các hạt PTFE có kích thước nano trong môi trường rung siêu âm nhằm tạo điều kiện để PTFE thấm thấu sâu vào trong lớp phủ lần đầu tiên được đưa ra trong sáng chế này.

Sáng chế được áp dụng cho tất cả các loại lớp phun phủ nhiệt trên bề mặt các chi tiết trong ngành công nghiệp, làm việc với điều kiện nhiệt độ không quá 150°C. Các lớp phun phủ nhiệt bao gồm: lớp phủ kim loại, lớp phủ hợp kim, lớp phủ gốm và gốm kim loại được chế tạo bằng các phương pháp phun nhiệt khác nhau như: phương pháp phun phủ nhiệt dùng khí cháy, phương pháp phun phủ dùng hồ quang điện, phương pháp phun phủ plasma, phương pháp phun phủ HVOF.

Sau đây, quy trình xử lý lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp thấm thấu với PTFE trong điều kiện có rung siêu âm sẽ được mô tả chi tiết, bao gồm các bước sau:

*Bước 1:* Chuẩn bị hỗn hợp PTFE theo cách sau:

Phân tán các hạt PTFE có kích thước hạt từ 100 đến 200 nm với hàm lượng từ 50 đến 65% trọng lượng (tính theo tổng lượng của các hạt PTFE, nước khử ion và chất trợ phân tán) trong nước khử ion và chất trợ phân tán. Hợp chất PTFE với hàm lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 65% (theo trọng lượng) thì có



độ nhớt thích hợp được lựa chọn để thẩm thấu đối với lớp phun phủ nhiệt một cách tối ưu.

Khuấy trộn hỗn hợp PTFE với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy trong khoảng 2 giờ, đảm bảo hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều (không quan sát thấy có hiện tượng co cụm hay vón cục sau khuấy trộn).

*Bước 2:* Xử lý thẩm thấu lớp phủ với PTFE theo cách sau:

Chuyển hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm có điều khiển tần số (20 - 50 kHz).

Ngâm mẫu đã có lớp phủ trong bể rung siêu âm sao cho mẫu đã có lớp phủ được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE với điều kiện nhiệt độ thường.

Điều chỉnh tần số rung siêu âm phù hợp với từng loại lớp phủ cần xử lý. Nhờ năng lượng của sóng siêu âm tối ưu (20 - 50 kHz) mà không khí trong lỗ xốp của lớp phủ bị đẩy ra ngoài tạo điều kiện cho PTFE với kích thước nhỏ (100 đến 200 nm) thẩm thấu sâu vào trong lớp phủ. Chi tiết được ngâm với PTFE trong bể rung siêu âm trong khoảng thời gian từ 3 đến 6 giờ để PTFE đủ thời gian thẩm thấu sâu vào lớp phủ. PTFE đã xử lý được trên 70% lỗ xốp có trong lớp phun phủ nhiệt. Đặc biệt, độ bền bám dính của PTFE trên bề mặt có lớp phun phủ nhiệt tăng trên 5 lần so với PTFE được phủ trên bề mặt không có lớp phun phủ nhiệt.

*Bước 3:* Xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE theo cách sau:

Đưa mẫu chi tiết có lớp phủ sau khi đã được thẩm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành sấy theo quy trình cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút để loại bỏ hoàn toàn nước ra khỏi hợp chất PTFE, sau đó lớp phủ được xử lý nhiệt ở 270°C trong 10 phút để tạo liên kết giữa hợp chất PTFE và lớp phun phủ nhiệt, tiếp theo làm nguội lớp phủ trong buồng sấy đến

hiệt độ phòng. Kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi được xử lý thẩm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ phải trong suốt không bị vón cục.

*Bước 4:* Kiểm tra lớp phủ bằng cách:

Kiểm tra các tính chất của lớp phủ trên mẫu sau khi xử lý bao gồm: độ xốp, khả năng thẩm thấu của PTFE, độ bền chịu mài mòn và chịu ăn mòn.

Trong đó, phương pháp phun phủ nhiệt có thể là một trong số các phương pháp sau: phun phủ nhiệt dùng khí cháy, phun phủ nhiệt plasma, phun phủ nhiệt dùng hồ quang điện, và phun phủ nhiệt HVOF, mỗi phương pháp này bao gồm các công đoạn chung sau:

Làm sạch dầu mỡ trên bề mặt mẫu cần phun bằng dung môi hữu cơ dễ bay hơi (như dung môi axeton, v.v.); tạo nhám bề mặt mẫu để đạt được độ nhám  $R_z = 50 - 55 \mu\text{m}$ ; phun để tạo lớp phủ trên bề mặt mẫu bằng phương pháp phun phủ thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này với chiều dày theo yêu cầu; và làm nguội lớp phủ trong không khí đến nhiệt độ phòng.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Ví dụ 1:

Xử lý thẩm thấu PTFE đối với lớp phủ  $75\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25\text{NiCr}$  ( $75\%\text{Cr}_3\text{C}_2$ ,  $20\%\text{Ni}$ ,  $5\%\text{Cr}$ ) được chế tạo bằng phương pháp phun phủ plasma (APS). Lớp phủ được phun trên mẫu phẳng có kích thước  $50 \times 50 \times 3 \text{ mm}$  được làm bằng vật liệu thép không gỉ SS316.

Quy trình tạo lớp phủ  $75\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25\text{NiCr}$  trên bề mặt mẫu bằng phương pháp phun phủ plasma (APS), như sau:

Làm sạch dầu mỡ trên bề mặt mẫu bằng dung môi axeton.

Tạo nhám bề mặt mẫu để đạt được độ nhám  $R_z = 50 - 55 \mu\text{m}$  bằng phương pháp phun hạt mài, sử dụng vật liệu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dạng hạt với kích thước  $0,8\text{-}1,2\text{mm}$  (cỡ hạt 16), góc phun ( $\alpha = 90^\circ$ ), áp suất phun hạt mài ( $P=6.10^3 \text{ Pa}$ ); khoảng cách phun ( $L=100 \text{ mm}$ ).

Phun tạo lớp phủ trên bề mặt mẫu sau khi được tạo nhám bằng phương pháp phun phủ APS với các thông số công nghệ: Góc phun ( $\alpha = 80-100^\circ$ ), lưu lượng dòng khí sơ cấp Ar là 60l/phút; lưu lượng dòng khí thứ cấp H<sub>2</sub> là 5l/phút; lưu lượng dòng khí mang Ar là 5l/phút; tốc độ di chuyển đầu súng phun là 15-20 m/phút; khoảng cách đầu súng phun đến bề mặt mẫu là 100 mm; dòng điện plasma là 600 A; chiều dày lớp phủ là 300-350  $\mu\text{m}$ ; và làm nguội lớp phủ trong không khí đến nhiệt độ phòng.

Để xử lý lớp phun phủ thu được ở trên, tiến hành các bước sau:

*Bước 1:* Chuẩn bị hỗn hợp PTFE theo cách sau:

Phân tán các hạt PTFE có kích thước hạt 100-200 nm với hàm lượng từ 50-65%; trong nước khử ion có chất trợ phân tán; khuấy trộn hỗn hợp PTFE với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy trong khoảng 2 giờ. Hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều trong nước và không quan sát thấy có hiện tượng co cụm hay vón cục sau khuấy trộn.

*Bước 2:* Xử lý thẩm thấu lớp phủ với PTFE theo cách sau:

Chuyển hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm có thể điều khiển được tần số (20-50 kHz); đưa mẫu đã có lớp phủ vào bể rung siêu âm sao cho mẫu được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE và tiến hành rung siêu âm với tần số 25 kHz trong thời gian 3,5 giờ ở điều kiện nhiệt độ không quá 25°C.

*Bước 3:* Xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE bằng cách:

Đưa mẫu đã có lớp phủ 75Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-25NiCr sau khi đã được thẩm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành sấy mẫu theo quy trình xử lý nhiệt, cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút, 270°C trong 10 phút, làm nguội lớp phủ cùng lò đến nhiệt độ phòng;

Kiểm tra bề mặt mẫu lớp phủ sau khi được xử lý thẩm thấu đảm bảo bề mặt mẫu đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ phải trong suốt không bị vón cục;

*Bước 4:* Kiểm tra tính chất của lớp phủ bằng cách:

Tiến hành kiểm tra các tính chất bao gồm: Khả năng thấm thấu; độ xốp; hệ số ma sát. Khả năng thấm thấu được xác định bằng phương pháp chụp ảnh hiển vi điện tử kết hợp với tán xạ năng lượng tia X (SEM-EDX); độ xốp của lớp phủ được xác định theo ASTM B276, hệ số ma sát xác định theo ASTM G133-02. Kết quả kiểm tra cụ thể như sau:

- + Khả năng thấm thấu của lớp phủ: 120-150  $\mu\text{m}$ .
- + Độ xốp giảm 71% so với lớp phủ trước khi xử lý, từ 3,0 % xuống 0,75 %.
- + Hệ số ma sát giảm từ 0,6 xuống dưới 0,2.

Ví dụ 2:

Xử lý độ xốp của lớp phủ thép 13% crom (60E) ứng dụng để phục hồi bề mặt mẫu gối đỡ trục bi cho trục máy nghiền bị mòn bằng phương pháp thấm thấu với dung dịch có phân tán hạt PTFE có kích thước nano.

Lớp phủ được tạo ra bằng phương pháp phun phủ hồ quang điện, ví dụ sử dụng vật liệu dây 60E đường kính  $\Phi 2$  mm của hãng Metallisation (Anh) có thành phần khối lượng: 0,30%C, 0,5%Si, 0,5%Mn, 0,02%P, 0,01%S, 13,00%Cr, 0,50%Ni, 0,3%Mo, 0,3%Cu, 0,05%Co, nền Fe được sử dụng là nguyên liệu phun phủ hồ quang điện. Tạo lớp phủ 60E trên bề mặt mẫu dạng trục đường kính  $\Phi 60$  mm bằng vật liệu thép C45, thiết bị được sử dụng để chế tạo lớp phủ là thiết bị phun phủ hồ quang điện OSU Hessler 300A (Đức) theo các bước sau:

Làm sạch bề mặt nền thép bằng dung môi axeton;

Tạo nhám bề mặt nền thép bằng vật liệu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cỡ hạt 16, áp lực khí nén  $P=10.10^3\text{Pa}$ , đạt độ nhám  $R_z = 50 - 55 \mu\text{m}$ ;

Phun tạo lớp phủ 60E trên bề mặt mẫu dạng trục đường kính  $\Phi 60\text{mm}$  làm bằng vật liệu thép C45 với chế độ công nghệ như sau: áp suất  $P=5.10^3 \text{ Pa}$ ; điện thế  $U = 35 \text{ V}$ ; dòng điện  $I = 200\text{A}$ ; khoảng cách  $L = 100-150 \text{ mm}$ ; chiều dày 300-400  $\mu\text{m}$ ; và

Làm nguội lớp phủ trong không khí đến nhiệt độ phòng.

Sau đó tiến hành xử lý lớp phun phủ nhiệt thu được ở trên như sau:

*Bước 1:* Chuẩn bị hỗn hợp PTFE bằng cách:

Phân tán hạt PTFE có kích thước hạt 100-200 nm với hàm lượng từ 50-65% trong nước khử ion có chất trợ phân tán;

Khuấy trộn hỗn hợp PTFE với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy trong khoảng 2 giờ. Hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều (không quan sát thấy có hiện tượng co cụm hay vón cục sau khuấy trộn);

*Bước 2:* Xử lý thẩm thấu lớp phủ với PTFE bằng cách:

Chuyển hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm điều khiển được tần số (20-50 kHz); ngâm mẫu lớp phủ vào bể rung siêu âm sao cho mẫu được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE và tiến hành rung siêu âm với tần số 25 kHz, thời gian rung siêu âm là 4 giờ.

*Bước 3:* Xử lý nhiệt đối với bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE bằng cách:

Đưa mẫu đã có lớp phủ sau khi đã được thẩm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành xử lý nhiệt theo quy trình xử lý nhiệt cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút, 270°C trong 10 phút, làm nguội lớp phủ cùng tủ sấy đến nhiệt độ phòng; kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi đã được xử lý thẩm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ phải trong suốt không bị vón cục; và

*Bước 4:* Kiểm tra lớp phủ bằng cách:

Tiến hành kiểm tra các tính chất bao gồm: khả năng thẩm thấu; độ xốp; hệ số ma sát để xác định độ bền chịu mài mòn và ăn mòn. Khả năng thẩm thấu được xác định bằng phương pháp SEM-EDX; Độ xốp của lớp phủ được xác định theo ASTM B276; Hệ số ma sát xác định theo ASTM G133-02. Kết quả kiểm tra cụ thể như sau:

- + Khả năng thấm thấu: 200-250 $\mu$ m.
- + Độ xốp giảm từ 11% xuống còn 2%.
- + Hệ số ma sát giảm từ 0,8 xuống dưới 0,35.

Ví dụ 3:

Xử lý thấm thấu với hỗn hợp PTFE cho lớp phủ WC-12% Co trên bề mặt mẫu vật liệu thép không gỉ SS316 dạng phẳng 50x50x3mm. Lớp phủ được tạo ra bằng phương pháp phun phủ nhiệt tốc độ cao HVOF có sử dụng vật liệu phun WC-12% Co dạng bột của Metallisation (Anh) có thành phần: WC-12% Co (50%); Ni (33%); Cr (9,0%); Fe (3,5%); Si (2,0%); B (2,0%), C (0,5%) và thiết bị HVOF Model JP5000.

Trong đó, việc tạo ra lớp phủ trên bề mặt mẫu cần phủ bằng phương pháp phun phủ nhiệt HVOF được thực hiện theo các bước sau:

Làm sạch dầu mỡ trên bề mặt mẫu bằng dung môi axeton;

Tạo nhám bề mặt mẫu đạt độ nhám  $R_z = 50-55 \mu\text{m}$  bằng phương pháp phun hạt mài sử dụng vật liệu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cỡ hạt 16, góc phun  $\alpha = 90^\circ$ ; áp suất phun hạt mài  $P=6.10^3 \text{ Pa}$ ; khoảng cách phun  $L=100 \text{ mm}$ ;

Phun tạo lớp phủ trên bề mặt mẫu bằng phương pháp phun phủ HVOF với các thông số công nghệ: Lưu lượng khí propan 0,02 m<sup>3</sup>/phút; lưu lượng khí oxy 1,85 m<sup>3</sup>/phút; lưu lượng khí mang Ar là 0,01 m<sup>3</sup>/phút; tốc độ cấp bột 0,01 m<sup>3</sup>/phút; khoảng cách phun 300 mm; chiều dày lớp phủ 300-350  $\mu\text{m}$ ; và

Làm nguội lớp phủ trong không khí đến nhiệt độ phòng.

Sau đó, quy trình xử lý lớp phun phủ thu được ở trên như sau:

*Bước 1:* Chuẩn bị hỗn hợp PTFE theo cách sau:

Phân tán các hạt PTFE có kích thước hạt 100-200 nm trong nước khử ion với hàm lượng 50 - 65%.

Khuấy trộn hỗn hợp PTFE với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy trong khoảng 2 giờ. Hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều trong nước (không quan sát thấy có hiện tượng co cụm hay vón cục sau khuấy trộn).

*Bước 2:* Xử lý thẩm thấu lớp phủ với PTFE bằng cách sau:

Chuyển hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm, có thể điều khiển được tần số nằm trong khoảng từ 20 đến 50 kHz.

Đưa mẫu đã có lớp phủ vào bể rung siêu âm sao cho mẫu được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE và tiến hành rung siêu âm với tần số 40 kHz trong 5 giờ;

*Bước 3:* Xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE bằng cách sau:

Đưa mẫu đã có lớp phủ sau khi đã được thẩm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành xử lý nhiệt theo quy trình xử lý nhiệt cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút, 270°C trong 10 phút, làm nguội lớp phủ cùng lò đến nhiệt độ phòng; Kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi đã được xử lý thẩm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ phải trong suốt không bị vón cục; và

*Bước 4:* Kiểm tra lớp phủ bằng cách:

Tiến hành kiểm tra các tính chất bao gồm: Khả năng thẩm thấu của PTFE; độ xốp; hệ số ma sát. Khả năng thẩm thấu của PTFE được xác định bằng phương pháp SEM-EDX; độ xốp của lớp phủ được xác định theo ASTM B276, hệ số ma sát được xác định theo ASTM G133-02. Kết quả kiểm tra cụ thể như sau:

- Khả năng thẩm thấu của PTFE: 100-120  $\mu\text{m}$ .
- Độ xốp giảm từ 1,5% xuống còn 0,5%.
- Hệ số ma sát giảm từ 0,38 xuống dưới 0,15.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quy trình xử lý lớp phun phủ nhiệt theo sáng chế là quy trình đơn giản và hiệu quả, giúp nâng cao tuổi thọ cho các chi tiết mới hoặc phục hồi cho các chi tiết đã qua sử dụng khi làm việc trong môi trường có các tác nhân gây ăn mòn và

mài mòn. Lớp phun phủ nhiệt sau khi được xử lý theo quy trình của sáng chế sẽ có hệ số ma sát thấp giúp nâng cao khả năng chịu mài mòn cho các chi tiết, góp phần tiết kiệm chi phí cho các ngành công nghiệp, thúc đẩy nền kinh tế phát triển.

PTFE có hệ số ma sát rất thấp ( $0,05 \div 0,1$ ), độ bền cao trong hầu hết các loại hóa chất, đã góp phần làm tăng khả năng chịu mài mòn, chống ăn mòn cho lớp phủ. Sóng siêu âm làm tăng tốc chuyển động nhiệt, giảm sức căng liên vùng và cải thiện khả năng tương thích giữa lớp phủ với hợp chất PTFE. Thực tế cho thấy, độ bền của lớp phun phủ nhiệt trong các môi trường khắc nghiệt (ăn mòn, mài mòn, áp suất lớn, nhiệt độ cao, v.v.) sẽ tăng lên đáng kể sau khi lớp phủ được xử lý với PTFE trong điều kiện có rung siêu âm, cụ thể là: độ bền ăn mòn của lớp phủ tăng từ 3 đến 5 lần so với lớp phủ không được xử lý với PTFE hoặc lớp phủ được xử lý với PTFE trong điều kiện không có rung siêu âm. Độ bền mài mòn của lớp phủ tăng từ 4 đến 5 lần so với lớp phủ không được xử lý với PTFE hoặc lớp phủ được xử lý với PTFE trong điều kiện không có rung siêu âm. Tuổi thọ làm việc của lớp phủ tăng lên từ 2 đến 4 lần so với lớp phủ không được xử lý với PTFE hoặc lớp phủ được xử lý với PTFE trong điều kiện không có rung siêu âm. Hệ lớp phủ được ứng dụng trong công nghiệp đã góp phần làm giảm từ 50 đến 80 % chi phí vận hành đối với các chi tiết máy làm việc trong các môi trường khắc nghiệt. Như vậy, có thể thấy, giải pháp xử lý lớp phun phủ nhiệt với PTFE trong điều kiện có rung siêu âm là một giải pháp có tính sáng tạo nhằm nâng cao tuổi thọ của các chi tiết máy làm việc trong các điều kiện khắc nghiệt.



## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình xử lý lớp phun phủ nhiệt bằng phương pháp thẩm thấu với PTFE trong điều kiện có rung siêu âm, quy trình này bao gồm các bước:

Bước 1: chuẩn bị hỗn hợp PTFE theo cách sau:

phân tán các hạt PTFE có kích thước hạt từ 100 đến 200 nm với hàm lượng từ 50% đến 65% trọng lượng (tính theo tổng trọng lượng của các hạt PTFE, nước khử ion và chất trợ phân tán) trong nước khử ion và chất trợ phân tán;

khuấy trộn hỗn hợp thu được với tốc độ khoảng 1000 vòng/phút, thời gian khuấy khoảng 2 giờ, đảm bảo hỗn hợp PTFE sau khi khuấy trộn được phân tán đồng đều;

Bước 2: xử lý thẩm thấu lớp phun phủ nhiệt với PTFE theo cách sau:

chuyển hỗn hợp PTFE đã được chuẩn bị tại bước 1 sang bể rung siêu âm có điều khiển tần số nằm trong khoảng từ 20 đến 50kHz;

ngâm mẫu đã có lớp phun phủ nhiệt trong bể rung siêu âm sao cho mẫu đã có lớp phủ được nhúng ngập hoàn toàn trong hỗn hợp PTFE với điều kiện nhiệt độ thường;

điều chỉnh tần số rung siêu âm phù hợp; chi tiết được ngâm với PTFE trong bể rung siêu âm trong khoảng thời gian từ 3 đến 6 giờ;

Bước 3: xử lý nhiệt cho bề mặt mẫu sau khi đã được thẩm thấu với PTFE bằng cách đưa mẫu có lớp phủ sau khi đã được thẩm thấu với PTFE vào buồng sấy và tiến hành sấy theo quy trình cụ thể như sau: 120°C trong 24 giờ, 170°C trong 60 phút, 270°C trong 10 phút, làm nguội lớp phủ trong buồng sấy đến nhiệt độ phòng; kiểm tra bề mặt lớp phủ sau khi đã được xử lý thẩm thấu để đảm bảo bề mặt lớp phủ có sự đồng đều, PTFE trên bề mặt lớp phủ trong suốt, không bị vón cục; và

Bước 4: kiểm tra các tính chất của lớp phủ trên mẫu sau khi xử lý bao gồm: độ xốp, khả năng thấm thấu của PTFE, và độ bền chịu mài mòn và chịu ăn mòn.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó lớp phun phủ nhiệt được tạo ra bởi một trong số các phương pháp phun phủ nhiệt khác nhau: phương pháp phun phủ nhiệt dùng khí cháy, phương pháp phun phủ dùng hồ quang điện, phương pháp phun phủ plasma, và phương pháp phun nhiên liệu oxy tốc độ cao (HVOF).