

**Nâng cao hiệu quả thấm nitơ cho thép X12MΦ thông qua kiểm soát độ nhám
bề mặt trước khi thấm**

Trần Văn Khanh^{}, Lê Thị Giang**

Khoa Cơ khí, Trường Đại học Thủy Lợi,

175 Tây Sơn, phường Kim Liên, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 20/4/2026; ngày chuyển phản biện 22/4/2026;

ngày nhận phản biện 8/5/2026; ngày chấp nhận đăng 16/5/2026

Tóm tắt:

Nghiên cứu này tập trung vào việc cải thiện hiệu quả quá trình thấm nitơ thể khí trên nền thép làm khuôn đột dập X12MΦ thông qua việc điều chỉnh độ nhám bề mặt trước khi thấm. Các mẫu thép sau khi nhiệt luyện tôi và ram đạt độ cứng 61,7 HRC được gia công bề mặt với các cấp độ nhám khác nhau ($Ra=0,017-0,057\ \mu m$). Quá trình thấm nitơ được thực hiện ở nhiệt độ 510°C trong thời gian 8 giờ. Kết quả thực nghiệm cho thấy độ nhám bề mặt có ảnh hưởng quyết định đến động học khuếch tán. Cụ thể, mẫu có độ nhám cao nhất ($Ra=0,057\ \mu m$) cho tổng chiều dày lớp thấm đạt 252,9 μm , tăng hơn 65% so với mẫu được đánh bóng ($Ra=0,017\ \mu m$). Phân tích nhiễu xạ tia X cho thấy sự hình thành các pha cứng Fe_4N , Fe_3N và CrN . Nghiên cứu chỉ ra rằng, việc duy trì một độ nhám bề mặt phù hợp là giải pháp kỹ thuật hiệu quả để tăng chiều dày lớp thấm mà không cần kéo dài thời gian thấm.

Từ khóa: chiều dày lớp thấm, độ nhám bề mặt, phân bố độ cứng, thấm nitơ thể khí, thép X12MΦ.

Chỉ số phân loại: 2.3, 2.5

Enhancing gas nitriding efficiency of X12MΦ steel through pre-nitriding surface roughness control

Van Khanh Tran^{*}, Thi Giang Le

Faculty of Mechanical Engineering, Thuyloi University,

175 Tay Son Street, Kim Lien Ward, Hanoi, Vietnam

Received 20 April 2026; revised 8 May 2026; accepted 16 May 2026

Abstract:

This study focuses on improving the efficiency of the gas nitriding process for X12MΦ cold-work die steel by adjusting the pre-nitriding surface roughness. Steel

^{*}Tác giả liên hệ: Email: khanhvt@tlu.edu.vn

samples quenched and tempered to a hardness of 61.7 HRC surface-finished to different roughness levels ($Ra=0.017-0.057\text{ }\mu\text{m}$). The gas nitriding process was conducted at 510°C for eight hours. The experimental results indicate that surface roughness exerts a decisive influence on diffusion kinetics. Specifically, the sample with the highest roughness ($Ra=0.057\text{ }\mu\text{m}$) achieved a total nitrided layer thickness of $252.9\text{ }\mu\text{m}$, over 65% greater than that of the polished sample ($Ra=0.017\text{ }\mu\text{m}$). X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of the hard phases Fe_4N , Fe_3N , and CrN . The findings demonstrate that maintaining an appropriate surface roughness is an effective technical solution for increasing the nitrided layer thickness without extending the nitriding time.

Keywords: gas nitriding, hardness distribution, nitrided layer thickness, surface roughness, X12MΦ steel.

Classification numbers: 2.3, 2.5

1. Đặt vấn đề

Trong công nghiệp chế tạo khuôn mẫu, đặc biệt là khuôn dập nguội, thép X12MΦ (theo tiêu chuẩn Nga GOST 5950-2000) được xem là vật liệu quan trọng nhờ sự kết hợp đặc biệt giữa hàm lượng cacbon và crôm cao [1]. Mác thép này sở hữu khả năng chống mài mòn ưu việt, độ bền nén cao và tính ổn định kích thước tốt sau khi nhiệt luyện [2]. Nhờ tổ chức mactenxit ram và hệ thống cacbit hợp kim M_7C_3 , thép X12MΦ cho phép khuôn làm việc dưới áp lực lớn mà không bị biến dạng, đóng vai trò quyết định đến năng suất và độ chính xác của các sản phẩm trên các dây chuyền dập liên hoàn hiện đại [3].

Để nâng cao tuổi thọ bề mặt, phương pháp thấm nitơ thể khí là công nghệ hóa nhiệt luyện phổ biến nhất được áp dụng. Cơ chế của quá trình này bắt đầu từ sự phân hủy amoniac (NH_3) tại bề mặt thép để tạo ra các nguyên tử nitơ hoạt tính [4]. Các nguyên tử này sau khi hấp phụ hóa học sẽ khuếch tán vào mạng tinh thể sắt để hình thành vùng khuếch tán và lớp hợp chất trắng (nitrit). Đối với các thép hợp kim cao như X12MΦ, nitơ không chỉ hòa tan vào pha nền, mà còn tương tác mạnh với các nguyên tố hợp kim như Cr, Mo, V để tạo thành các nitrit hợp kim nhỏ mịn và cứng (CrN , VN) [5]. Sự hình thành các nitrit này tạo ra hiệu ứng hoá bền phân tán, giúp lớp bề mặt đạt độ cứng vượt trội so với nền, đồng thời tạo ra ứng suất nén dư có lợi cho độ bền mỏi [6].

Trên thế giới, các nhà khoa học đã tập trung làm rõ tầm quan trọng của trạng thái bề mặt đối với động học khuếch tán. S.S. Akhtar và cs (2010) [7] khi nghiên cứu trên thép AISI H13 đã chỉ ra rằng, việc tăng độ nhám bề mặt thông qua gia công cơ học có thể làm tăng đáng kể hệ số khuếch tán của nitơ. Nguyên nhân được xác định là do sự tích lũy của mật độ lệch mạng giúp nguyên tử nitơ thâm nhập sâu hơn vào nền thép [8]. Các nghiên cứu của P.P. Chattopadhyay và cs (2021) [9] về công nghệ làm mịn hạt bề mặt cũng khẳng

định năng lượng tự do bề mặt cao tại các vị trí biến dạng dẻo lớn thúc đẩy quá trình hấp phụ hóa học nitơ diễn ra mãnh liệt hơn.

Tuy nhiên, các nghiên cứu quốc tế hiện nay chủ yếu tập trung vào các dòng thép hợp kim thấp, thép không gỉ hoặc thép dụng cụ gia công nóng như H13 - đây là những dòng thép thấm nitơ điển hình nhờ cấu trúc đồng nhất và hàm lượng hợp kim trung bình. Đối với thép hợp kim cao nhóm ledeburite như X12MΦ (tương đương SKD11, AISI D2), việc hình thành một lớp thấm nitơ có chiều dày lớn là một thách thức công nghệ [10, 11]. Do hàm lượng cacbon và crôm rất cao, nitơ nguyên tử sau khi hấp phụ sẽ nhanh chóng bị ‘tiêu thụ’ bởi crôm để tạo thành các pha nitrit như CrN hoặc cacbonitrit giàu crôm cứng vững ngay sát bề mặt. Sự hình thành quá nhanh của lớp hợp chất nitrit dày đặc này tạo ra một rào cản vật lý, ngăn cản sự thâm nhập sâu hơn của dòng nitơ vào bên trong nền thép. Thêm vào đó, cacbit sơ cấp kích thước lớn không hòa tan hoàn toàn trong quá trình xử lý nhiệt cũng đóng vai trò như những vật cản tĩnh, làm kéo dài quãng đường khuếch tán và gây khó khăn cho việc đạt được chiều sâu lớp thấm mong muốn. Để khắc phục, các quy trình công nghiệp thường phải tăng thời gian thấm hoặc áp dụng công nghệ thấm hai giai đoạn phức tạp nhằm kiểm soát lớp hợp chất [12].

Tại Việt Nam, nghiên cứu của các tác giả N.N. Minh (2015) [13], H.V. Giang (2016) [14] đã đóng góp quan trọng trong việc hệ thống hóa quy trình xử lý nhiệt và tối ưu hóa các thông số thấm nitơ cho một số loại thép thông dụng để cải thiện độ cứng bề mặt của thép. Nhiều công trình khác cũng đã khảo sát hiệu quả của các phương pháp thấm plasma hay thấm cacbon-nitơ nhằm nâng cao khả năng chống mài mòn cho khuôn [15, 16].

Tuy nhiên, một đặc điểm chung trong hầu hết các công trình này là việc mặc định trạng thái bề mặt mẫu ở mức gia công tinh hoặc đánh bóng gương theo quy chuẩn thí nghiệm truyền thống. Cách tiếp cận này vô tình bỏ qua các trạng thái bề mặt thực tế sau công đoạn mài thô hoặc mài tinh tại xưởng sản xuất, dẫn đến sự thiếu hụt các dữ liệu thực nghiệm để tối ưu hóa hiệu quả kinh tế và rút ngắn chu kỳ công nghệ trong điều kiện sản xuất thực tế tại Việt Nam.

Trong bối cảnh đó, việc kiểm soát độ nhám bề mặt trước khi thấm được coi như một giải pháp tiềm năng để thúc đẩy hiệu quả hóa nhiệt luyện thông qua ba cơ chế hoạt hóa cốt lõi: (i) gia tăng diện tích tiếp xúc hiệu dụng và mật độ các vị trí hấp phụ hoạt tính, tạo điều kiện thuận lợi cho sự phân hủy NH_3 và tiếp nhận nitơ nguyên tử; (ii) tạo ra biến dạng dẻo và sai lệch mạng đóng vai trò là các “đường truyền nhanh”, làm gia tăng hệ số khuếch tán hiệu dụng (D_{eff}); (iii) phá vỡ hoặc làm yếu màng oxit thụ động giàu crôm tự hình thành trên bề mặt thép hợp kim cao, giúp bề mặt ở trạng thái hoạt hóa ngay từ giai đoạn đầu của quá trình thấm.

Mặc dù hiệu quả của độ nhám đã được chứng minh rõ rệt trên các dòng thép cacbon và thép hợp kim thấp như 42CrMo4 [14, 17], nhưng đối với hệ thép giàu crôm như X12MΦ, cơ chế này có những đặc điểm riêng biệt cần được xem xét kỹ lưỡng. Việc tạo

nhám bề mặt không đảm bảo sự gia tăng chiều dày lớp thấm một cách tuyến tính và liên tục như ở thép hợp kim thấp, bởi quá trình này có thể bị khống chế bởi hiện tượng bão hòa nitơ cục bộ và sự hình thành sớm của các pha nitrit dày đặc sát bề mặt gây cản trở khuếch tán. Do đó, luận điểm “mẫu nhám hơn cho lớp thấm dày hơn” cần được diễn giải và định lượng hóa cẩn thận dưới các điều kiện công nghệ cụ thể. Nghiên cứu này hướng tới việc xác lập mối tương quan giữa độ nhám bề mặt và động học hình thành lớp thấm trên thép X12MΦ, từ đó làm rõ liệu tác động hoạt hóa bề mặt của quá trình mài thô có chiếm ưu thế so với ảnh hưởng cản trở của lớp nitrit giàu crôm trong điều kiện thấm thực nghiệm hay không.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu và chuẩn bị mẫu

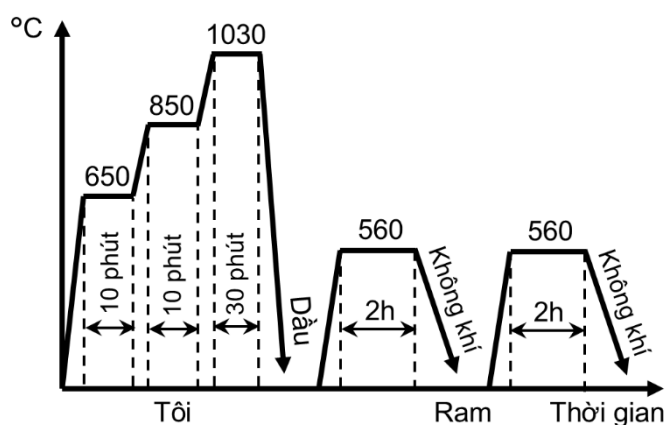
Vật liệu sử dụng trong nghiên cứu là thép X12MΦ (theo tiêu chuẩn GOST 5950-2000) được cung cấp dưới dạng thép thanh cán nóng. Trước khi tiến hành thí nghiệm, thành phần hóa học của thép đã được kiểm tra bằng phương pháp quang phổ phát xạ (Spectro, Đức). Kết quả phân tích được trình bày trong bảng 1 cho thấy, các nguyên tố hợp kim chính nằm trong giới hạn cho phép của tiêu chuẩn GOST 5950-2000. Các mẫu nghiên cứu được gia công bằng phương pháp cắt dây từ thép tấm để tránh ảnh hưởng của nhiệt độ gia công đến tổ chức ban đầu. Kích thước mẫu được sử dụng là 10x20x60 mm. Sau khi cắt, các bề mặt mẫu được mài phẳng sơ bộ để loại bỏ lớp ôxy hóa và các vết cháy nhiệt do quá trình cắt dây để lại, chuẩn bị cho các công đoạn xử lý nhiệt tiếp theo.

Bảng 1. Thành phần hóa học của thép X12MΦ (% khối lượng).

Tên mẫu	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Fe
Theo tiêu chuẩn GOST 5950-2000	1,45-1,65	0,1-0,4	0,15-0,45	≤0,03	≤0,03	11,0-12,5	0,4-0,6	0,15-0,3	Còn lại
Thép X12MΦ thí nghiệm	1,52	0,27	0,27	0,02	0,01	11,6	0,44	0,19	Còn lại

2.2. Quy trình xử lý nhiệt tạo tổ chức nền

Để quá trình thấm nitơ đạt hiệu quả cao nhất, việc chuẩn bị một tổ chức nền mactenxit ram ổn định với độ cứng đồng nhất là bắt buộc. Quy trình xử lý nhiệt được thiết lập dựa trên sơ đồ hình 1, bao gồm hai giai đoạn: tôi và ram hai lần [18]. Để tránh sự ổn định của pha austenit dư, mẫu được tiến hành ram ngay sau quá trình tôi, tiếp theo mẫu cũng được ram lần 2 ngay sau khi ram xong lần 1.



Hình 1. Sơ đồ quy trình xử lý nhiệt cho nền thép X12MΦ.

Các mẫu trong nghiên cứu này được tiến hành xử lý nhiệt trong lò điện trở Nabertherm L15/11 (Đức). Lò có dung tích buồng lò là 15 l với nhiệt độ nung tối đa cho phép là 1200°C với sai số là $\pm 5^\circ\text{C}$. Ngoài ra, nhằm ngăn ngừa hiện tượng thoát cacbon và ôxy hóa bề mặt, các mẫu được bảo vệ bằng than hoa. Hơn nữa, để làm đồng đều nhiệt và tránh ứng suất nhiệt có thể xảy ra, các mẫu được nung phân cấp ở nhiệt độ 650°C trong 10 phút và nhiệt độ 850°C trong 10 phút. Quá trình austenit hóa được thực hiện ở 1030°C và giữ nhiệt trong 30 phút. Ngay sau đó, các mẫu được làm nguội nhanh trong dầu tôi chuyên dụng. Quá trình làm nguội nhanh giúp chuyển biến tổ chức austenit sang mactenxit tôi có độ cứng cao, tuy nhiên vẫn còn tồn tại một lượng austenit dư nhất định. Do đặc thù của thép X12MΦ là có lượng austenit dư lớn sau khi tôi, quy trình ram hai lần được áp dụng để đảm bảo chuyển hóa austenit dư thành mactenxit ram và kích thích sự tiết ra của các cacbit thứ cấp mịn (M_7C_3). Trong nghiên cứu này, các mẫu được ram hai lần ở nhiệt độ 560°C giữ nhiệt 2 giờ và làm nguội ngoài không khí tĩnh.

2.3. Phương pháp gia công biến thiên độ nhám bề mặt

Đây là biến số độc lập quan trọng nhất của nghiên cứu. Do thép X12MΦ sau khi tôi và ram đạt độ cứng rất cao (61,7 HRC), quy trình mài được thực hiện trên máy mài bán tự động với sự kiểm soát nghiêm ngặt nhằm đảm bảo tính đồng nhất giữa các mẫu. Để đạt được các cấp độ nhám mục tiêu trên nền vật liệu có độ cứng cao, quy trình mài mẫu được kiểm soát chặt chẽ: áp lực tay được duy trì ổn định kết hợp với thời gian mài kéo dài (trung bình 10-15 phút cho mỗi cấp hạt nhám). Quá trình mài chỉ kết thúc khi bề mặt đạt được trạng thái tương đối đồng đều (xuất hiện các vết xước song song đồng đều và loại bỏ hoàn toàn các vết xước của cấp hạt nhám trước đó). Đặc biệt, hệ thống làm mát bằng dung dịch chuyên dụng được cấp liên tục, nhằm hạn chế ảnh hưởng của nhiệt do ma sát và ngăn ngừa hiện tượng quá nhiệt cục bộ có thể xảy ra làm biến đổi tổ chức mactenxit ram. Ngoài ra, để loại bỏ các sai số ngẫu nhiên từ quá trình gia công, một quy trình kiểm tra và sàng lọc mẫu khắt khe đã được thực hiện. Độ nhám Ra của mỗi nhóm được xác định bằng máy đo độ nhám Surfcom Nex 001 (độ phân giải trục Z đạt 0,001 μm). Mỗi mẫu được đo lặp lại tại 5 vị trí khác nhau trên các bề mặt. Tổng cộng, 30 kết quả đo cho mỗi nhóm (6 mẫu

x5 vị trí) đã được thực hiện để tính toán giá trị trung bình và độ lệch chuẩn. Chỉ những mẫu đạt giá trị Ra với độ lệch chuẩn thấp (dao động từ 0,003 đến 0,004 μm) mới được lựa chọn cho thí nghiệm thấm nitơ (bảng 2).

Bảng 2. Kết quả đo độ nhám bề mặt của các nhóm mẫu thép X12MΦ ứng với các chế độ gia công khác nhau.

Chế độ gia công	Độ nhám Ra (μm)							Độ lệch chuẩn (μm)
	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4	Mẫu 5	Mẫu 6	Trung bình	
Mài cấp 120	0,062	0,057	0,053	0,061	0,051	0,056	0,057	0,004
Mài cấp 1000	0,025	0,024	0,022	0,027	0,023	0,029	0,025	0,003
Đánh bóng	0,017	0,011	0,018	0,018	0,019	0,016	0,017	0,003

Ba nhóm mẫu được thiết lập dựa trên việc thay đổi kích thước hạt của giấy nhám SiC và ni đánh bóng:

+ Nhóm mài thô (Cấp 120): Sử dụng giấy nhám có kích thước hạt lớn gắn trên máy mài bán tự động. Quá trình này tạo ra các vết xước cơ học sâu, làm tăng diện tích tiếp xúc thực tế của bề mặt và tạo ra một mật độ lệch lớn ngay sát lớp bề mặt.

+ Nhóm mài tinh (Cấp 1000): Sử dụng giấy nhám mịn hơn và cũng được gắn trên máy mài bán tự động để loại bỏ các vết xước thô, làm phẳng bề mặt nhưng vẫn để lại các vết mài mịn.

+ Nhóm đánh bóng (Ni đánh bóng + Bột Cr_2O_3): Mẫu được mài đến giấy nhám cấp 2000, sau đó được đánh bóng trên đĩa ni với bột Cr_2O_3 kích thước hạt cỡ 1 μm . Bề mặt đạt độ bóng cao, năng lượng bề mặt ổn định và các sai hỏng cơ học được hạn chế tối đa.

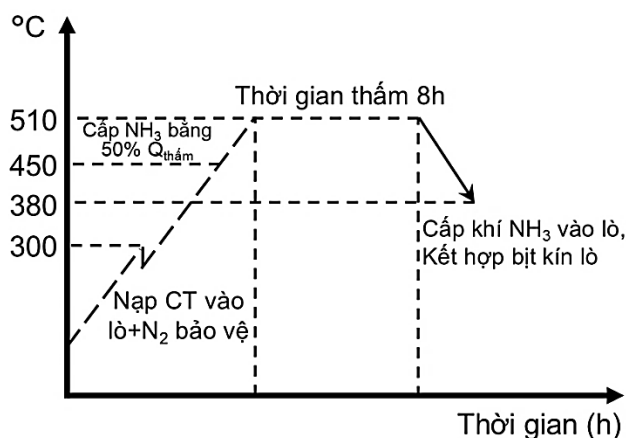
Sau khi gia công đạt độ nhám mục tiêu, các mẫu được ký hiệu theo bảng 3. Để loại bỏ màng dầu mỡ, dấu vân tay hoặc các hạt kim loại bám trong khe nhám (yếu tố có thể gây cản trở sự hấp phụ nitơ), các mẫu được tẩy rửa bằng acetone sau đó sấy khô trước khi đem đi đo độ nhám và thấm.

Bảng 3. Ký hiệu mẫu nghiên cứu theo các quy trình xử lý nhiệt khác nhau.

Ký hiệu mẫu	Tôi		Ram lần 1		Ram lần 2		Thấm nitơ		Trạng thái mẫu
	Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thời gian (phút)	Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thời gian (phút)	Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thời gian (phút)	Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thời gian (giờ)	
VR	-	-	-	-	-	-	-	-	Trạng thái cung cấp
Tôi	1030	30	-	-	-	-	-	-	Tôi
T-R1	1030	30	560	120	-	-	-	-	Tôi + ram một lần
T-R1-R2	1030	30	560	120	560	120	-	-	Tôi + ram hai lần
Mài cấp 120	1030	30	560	120	560	120	510	8	Tôi + ram hai lần+Thấm nitơ
Mài cấp 1000	1030	30	560	120	560	120	510	8	Tôi + ram hai lần + Thấm nitơ
Đánh bóng	1030	30	560	120	560	120	510	8	Tôi + ram hai lần + thấm nitơ

2.4. Công nghệ thấm nito thể khí

Quy trình thấm nito (hình 2) được thực hiện trong thiết bị lò thấm nito thể khí. Thiết bị có hệ thống điều khiển tự động áp suất và lưu lượng khí. Nhiệt độ thấm được thiết lập cố định ở 510°C. Đây là nhiệt độ tối ưu để đạt được sự cân bằng giữa tốc độ khuếch tán và độ cứng của lớp nitride. Nhiệt độ này cũng thấp hơn nhiệt độ ram (560°C) để đảm bảo độ cứng của nền thép không bị giảm sút trong suốt quá trình thấm. Các mẫu được thấm trong 8 giờ liên tục, sử dụng chất thấm là khí NH₃ tinh khiết với độ phân hủy được kiểm soát ở mức 30-50%. Trong quá trình thấm, phản ứng phân hủy NH₃ → [N]_{ht} + 3/2H₂ sẽ giải phóng ra các nguyên tử nito hoạt tính bám trên bề mặt mẫu rồi khuếch tán vào trong mẫu. Sau khi kết thúc thời gian giữ nhiệt thấm, lò được ngắt điện và mẫu được làm nguội chậm cùng lò trong khí bảo vệ để tránh ôxy hóa và hạn chế ứng suất nhiệt dư gây bong tách lớp thấm.



Hình 2. Quy trình thấm nito cho thép X12MΦ.

2.5. Các phương pháp phân tích, đánh giá

Để đánh giá định lượng ảnh hưởng của độ nhám đến kết quả thấm, một hệ thống các phương pháp phân tích hiện đại đã được sử dụng.

Độ nhám là chỉ tiêu quan trọng để nghiên cứu ảnh hưởng của chất lượng bề mặt đến chiều dày và tính chất cơ học của lớp thấm nito. Trong nghiên cứu này, độ nhám (Ra) đã được sử dụng và đo bằng máy đo biên dạng bề mặt Surfcom Nex 001 của hãng Accretech (Nhật Bản) dựa trên tiêu chuẩn ISO-4288. Đây là thiết bị đo độ nhám với độ phân giải trực đứng (Z) đạt 0,0016 μm (1,6 nm), do đó có thể ghi nhận các giá trị độ nhám rất nhỏ ở cấp độ nanomet của mẫu sau đánh bóng (0,017 μm). Để đảm bảo tính tin cậy và khách quan đồng thời loại bỏ các sai số ngẫu nhiên, mỗi chế độ gia công được thực hiện trên 6 mẫu độc lập, đo lặp lại tại 5 vị trí ngẫu nhiên cho mỗi mẫu.

Kết quả thực nghiệm trong bảng 2 cho thấy, các giá trị trung bình Ra đạt được (0,057; 0,025 và 0,017 μm) có độ lệch chuẩn rất nhỏ, chỉ từ 0,003 đến 0,004 μm. Giá trị độ lệch chuẩn này thấp hơn nhiều so với khoảng cách giữa các giá trị trung bình của ba nhóm mẫu

đã cho thấy các chế độ gia công tạo ra các trạng thái bề mặt được phân biệt rõ rệt, đảm bảo độ tin cậy cho việc khảo sát động học khuếch tán.

Thành phần pha của lớp bề mặt sau khi thấm và tổ chức nền được xác định trên máy nhiễu xạ tia X (XRD) với bức xạ Cu-K α và góc quét 2θ từ 30 đến 100° với bước quét 0,02°/giây. Dữ liệu XRD từ phép đo cho phép xác định chính xác các pha nitrit sắt (ϵ , γ') và nitrit hợp kim CrN, từ đó giải thích cơ chế hóa bền bề mặt.

Mẫu sau khi thấm được cắt ngang, đúc trong nhựa acrylic hoặc kẹp chặt bằng đồ gá để bảo vệ mép lớp thấm không bị bo tròn khi mài. Sau đó, mặt cắt được mài, đánh bóng và tẩm thực bằng dung dịch Nital 3% trong khoảng 10-15 giây. Tổ chức tế vi, chiều dày vùng khuếch tán giàu nitơ sát bề mặt mẫu và vùng khuếch tán vào nền được quan sát trên kính hiển vi quang học Olympus GX41 (Nhật Bản) với độ phóng đại từ 200 lần.

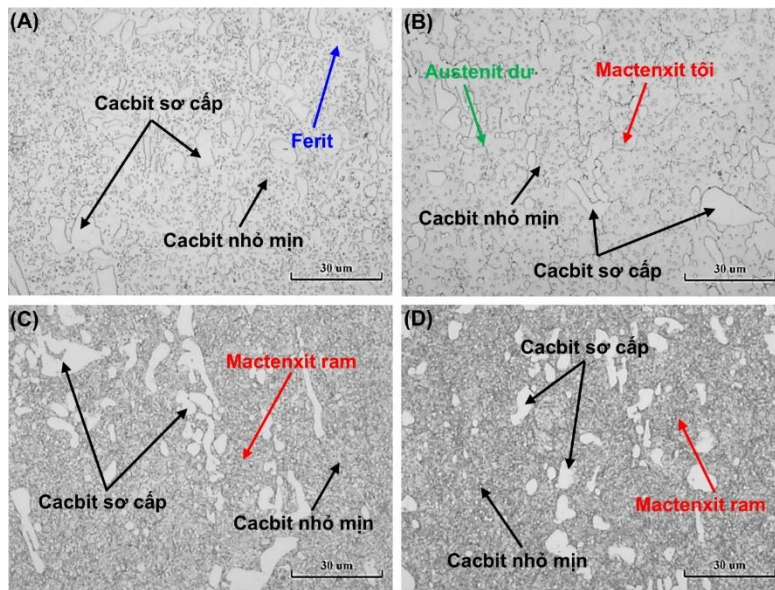
Độ cứng của nền thép được đo bằng máy đo Rockwell C (HRC) với tải trọng 150 kg để theo dõi sự biến đổi của nền thép qua các bước nhiệt luyện. Trong khi đó, phương pháp đo độ cứng tế vi Vickers (HV) được sử dụng để xác định chiều dày lớp thấm. Trong nghiên cứu này, phương pháp HV với tải trọng rất thấp là 100 g (0,98 N) đã được sử dụng để tránh vết đâm quá lớn xuyên qua lớp nitrit mỏng. Ngoài ra, để đánh giá chiều dày lớp thấm thông qua phép đo độ cứng, các vết đâm được thực hiện từ sát mép bề mặt đi sâu vào trong nền thép với khoảng cách giữa các vết đâm tăng dần (hình 5E-K). Để đảm bảo độ chính xác của phép đo, khoảng cách giữa các vết đâm cần lớn hơn 2,5 lần đường chéo vết đâm. Đặc biệt, khi đo độ cứng tại các vị trí gần bề mặt, cần sử dụng tải trọng nhỏ để bảo đảm vết đâm nằm gần bề mặt nhất có thể nhưng vẫn đảm bảo khoảng cách từ bề mặt đến tâm vết đâm lớn hơn hoặc bằng 2,5 lần đường chéo.

Bên cạnh phương pháp HV, nghiên cứu này sử dụng kỹ thuật phân tích mức độ xám như một phương pháp bán định lượng hỗ trợ để xác định ranh giới lớp thấm. Phương pháp này cho phép xác định điểm uốn trên đường cong biến thiên mức độ xám, từ đó cung cấp thông tin khách quan về ranh giới khuếch tán nitơ dựa trên sự thay đổi mức độ xám của ảnh tổ chức tế vi.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Phân tích tổ chức tế vi và sự chuyển biến pha trong quá trình nhiệt luyện nền

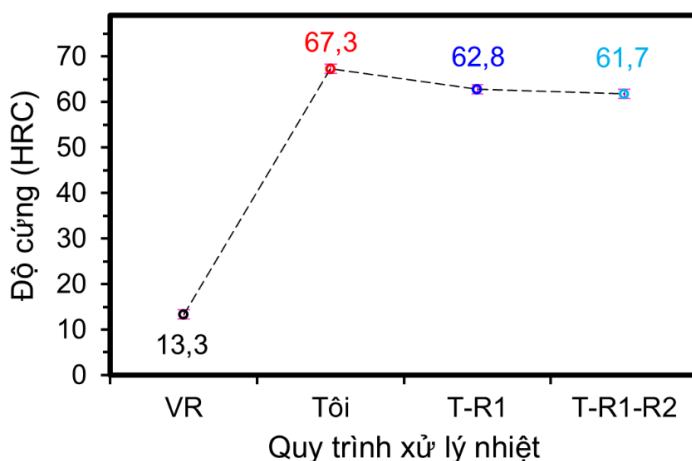
Trước khi tiến hành thấm nitơ, trạng thái tổ chức nền đóng vai trò quyết định đến tính ổn định của lớp thấm. Kết quả phân tích thành phần hóa học (bảng 1) xác nhận thép X12MΦ thuộc hệ thép hợp kim cao với 11,6% Cr. Sự hiện diện của Cr và các nguyên tố tạo cacbit mạnh như Mo, V thúc đẩy sự hình thành các cacbit kiểu M_7C_3 ổn định nhiệt.



Hình 3. Ảnh tổ chức tế vi của thép X12MΦ sau các quy trình xử lý nhiệt khác nhau (x1000). (A) Mẫu không nhiệt luyện; (B) Mẫu sau tôi; (C) Mẫu sau tôi và ram một lần; (D) Mẫu sau tôi và ram hai lần.

Hình 3 trình bày sự chuyển biến tổ chức tế vi qua các giai đoạn nhiệt luyện. Ở trạng thái cung cấp (hình 3A), tổ chức bao gồm các cacbit hạt thô phân bố trên nền ferrite mềm (13,3 HRC). Sau khi tôi tại 1030°C (hình 3B), một phần các cacbit này hòa tan vào austenit, làm giàu nguyên tố hợp kim và cacbon vào pha nền, tạo điều kiện cho sự hình thành mactenxit tôi có độ cứng cao (67,3 HRC). Tuy nhiên, tại trạng thái này, ứng suất và pha austenit dư còn tồn tại khá lớn. Đây là trạng thái kém ổn định nếu không được ram kịp thời thì sự chuyển biến của austenit dư và ứng suất sẽ gây ra độ giòn cao, dẫn đến nguy cơ nứt hoặc biến dạng chi tiết. Do đó, việc thực hiện quy trình ram tiếp theo là yêu cầu bắt buộc để nhận được tổ chức thép ở trạng thái ổn định trước khi thấm nitơ [2].

Quá trình ram hai lần tại 560°C (hình 3C, 3D) có thể tạo ra hiện tượng hóa bền thứ cấp. Nhiệt độ ram cao thúc đẩy sự tiết ra các cacbit hợp kim nhỏ mịn (M_7C_3), đồng thời chuyển biến austenit dư thành mactenxit ram.

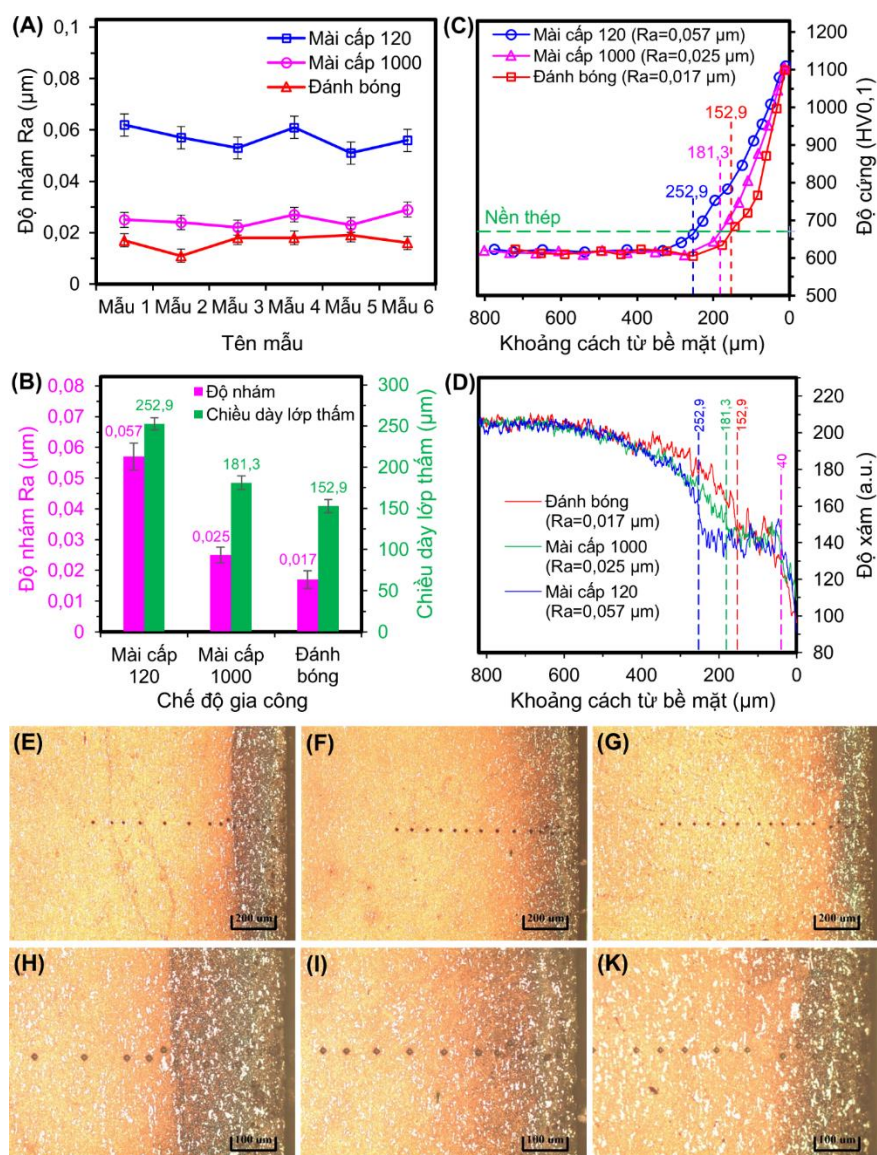


Hình 4. Độ cứng của các mẫu sau các quy trình xử lý nhiệt khác nhau.

Hình 4 cho thấy độ cứng giảm nhẹ xuống 61,7 HRC, đây là mức độ cứng tối ưu cho thép làm khuôn dập nguội, vừa đảm bảo khả năng chịu mài mòn, vừa tăng độ dai va đập, tạo nền tảng để hỗ trợ lớp nitrit cứng ở bề mặt khi làm việc [4].

3.2. Ảnh hưởng của độ nhám bề mặt đến chiều dày và tính chất lớp thấm

Quá trình mài cơ học không chỉ tạo ra hình học bề mặt mà còn gây ra hiện tượng biến dạng dẻo cục bộ tại lớp bề mặt. Đối với mẫu mài cấp 120 ($R_a=0,057 \mu\text{m}$), lực cắt lớn từ các hạt mài thô tạo ra một mật độ lệch mạng và các nút trống cao ngay sát bề mặt. Những sai hỏng này làm tăng năng lượng tự do bề mặt, từ đó làm giảm rào cản năng lượng cho quá trình hấp phụ hóa học của các nguyên tử nitơ hoạt tính từ môi trường khí NH_3 [19].



Hình 5. Ảnh hưởng của độ nhám đến chiều dày lớp thấm cho thép X12MΦ sau khi thấm nitơ ở 510°C trong 8 giờ. (A) Độ nhám của mẫu dưới các chế độ gia công khác nhau; (B) Chiều dày lớp thấm và độ nhám ứng với các chế độ gia công khác nhau; (C) Biểu đồ phân bố độ cứng; (D) Phân bố độ xám từ bề mặt vào nền; (E, F, G) Ảnh vết đâm độ cứng từ bề mặt vào nền thép của mẫu mài cấp 120, cấp 1000, sau đánh bóng ở độ phóng đại 100 lần và 200 lần tương ứng ở ảnh (H, I, K).

Thép X12MΦ (tương đương SKD11, D2) chứa lượng lớn các cacbit sơ cấp M_7C_3 không hòa tan hoàn toàn trong quá trình austenit hóa. Các cacbit này, cùng với hàm lượng Cr hòa tan trong nền mactenxit sẽ đóng vai trò kìm trong quá trình thấm nitơ. Cr là nguyên tố có ái lực mạnh với nitơ; khi nitơ khuếch tán vào bề mặt, Cr nhanh chóng kết hợp với nitơ để hình thành các pha nitrit cứng như CrN hoặc các pha nitrit sắt hợp kim. Chính sự hình thành của các lớp nitrit này ở sát bề mặt đã tạo ra độ cứng cao (đạt xấp xỉ 1100 HV như được thể hiện trong hình 5C). Tuy nhiên, các nitrit này cũng tạo ra rào cản vật lý đáng kể, hạn chế sự khuếch tán sâu hơn của nitơ vào bên trong. Hơn nữa, các cacbit sơ cấp cũng đóng vai trò như những vật cản tĩnh, làm kéo dài quãng đường khuếch tán của nguyên tử nitơ. Do đó, việc đạt được lớp thấm dày trên loại thép này là một thách thức công nghệ lớn so với các nhóm thép cacbon thấp hoặc hợp kim thấp.

Hình 5A trình bày giá trị độ nhám bề mặt sau các quy trình gia công khác nhau. Kết quả cho thấy, ba chế độ gia công đã thiết lập được các dải nhám phân biệt rõ rệt, không chồng lấn với giá trị trung bình lần lượt là 0,057; 0,025 và 0,017 μm . Mặc dù thực hiện trên nền thép độ cứng cao (61,7 HRC) nhưng các thanh sai số đã minh chứng sự ổn định cao với độ lệch chuẩn thấp (chỉ 0,003-0,004 μm). Điều này cho thấy quy trình chuẩn bị mẫu được kiểm soát nghiêm ngặt và có tính lặp lại tốt. Với độ phân giải trực đứng (Z) của thiết bị đạt tới 1,6 nm, các phép đo đã đảm bảo độ tin cậy thống kê tốt ngay cả ở cấp độ nanomet của mẫu đánh bóng. Sự đồng nhất về trạng thái bề mặt đầu vào này là tiền đề tốt để xác lập chính xác quy luật ảnh hưởng của độ nhám đến động học khuếch tán nitơ.

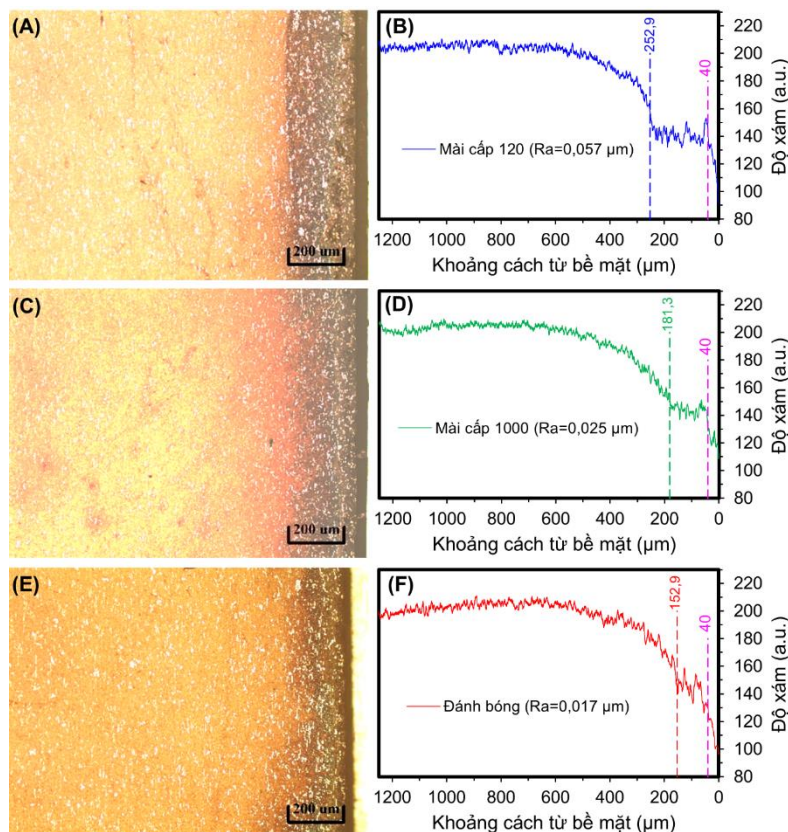
Kết quả trong hình 5B cho thấy, việc tăng độ nhám bề mặt từ 0,017 (ở mẫu đánh bóng) lên 0,057 μm (ở mẫu mài cấp 120) đã giúp làm tăng chiều dày lớp thấm hiệu dụng từ 152,9 lên 252,9 μm . Hiện tượng này đạt được có thể được giải thích qua ba cơ chế hoạt hóa bề mặt trong giai đoạn đầu của quá trình thấm: (1) tăng diện tích tiếp xúc hiệu dụng do bề mặt mẫu mài thô (mài cấp 120) tạo ra hình thái lồi lõm với diện tích thực tế lớn hơn nhiều so với bề mặt được đánh bóng. Điều này làm tăng mật độ các vị trí hấp phụ, thúc đẩy quá trình phân hủy NH_3 và cung cấp dòng nitơ nguyên tử nhiều hơn cho bề mặt kim loại; (2) tạo kênh khuếch tán nhanh do quá trình gia công cơ học tạo nhám đã để lại lớp biến dạng dẻo trên bề mặt với mật độ lệch mạng và khuyết tật điểm cao. Các sai hỏng mạng này đóng vai trò là các “đường truyền nhanh” có thể góp phần thúc đẩy khuếch tán để thâm nhập sâu vào nền thép; (3) phá vỡ màng thụ động của thép giàu crôm, màng oxit Cr_2O_3 thường xuất hiện trên bề mặt thép là rào cản ngăn sự xâm nhập của nitơ vào sâu nền thép. Khi đó, việc mài thô sẽ giúp phá vỡ hoặc làm yếu lớp màng này, giúp bề mặt ở trạng thái hoạt hóa cao, dễ dàng bắt đầu phản ứng thấm.

Biểu đồ phân bố độ cứng (hình 5C) và đường phân bố giá trị mức xám từ ảnh hiển vi (hình 5D) cho thấy sự tương quan chặt chẽ. Với mẫu có độ nhám $Ra=0,057 \mu m$ (đường xanh) duy trì dải độ cứng cao ở khoảng cách xa bề mặt hơn đáng kể so với mẫu đánh bóng (đường đỏ). Sự sụt giảm độ cứng từ bề mặt vào nền thép (ở mức ~ 650 HV) phản ánh ranh giới của vùng khuếch tán hiệu dụng. Tuy nhiên, các kết quả chỉ ra trong nghiên cứu này

“mẫu nhám hơn có chiều dày lớp thấm lớn hơn” chỉ mang tính điều kiện và không tuyệt đối. Trong điều kiện thấm khảo sát (8 giờ, 510°C), tác dụng hoạt hóa của bề mặt nhám đóng vai trò chủ đạo. Tuy nhiên, nếu thời gian thấm tiếp tục kéo dài hoặc nồng độ nitơ bề mặt quá cao, sự bão hòa nitơ cục bộ và việc hình thành lớp hợp chất nitrit (Fe_3N , Fe_4N) cùng nitrit CrN quá dày đặc sẽ trở thành rào cản khổng chế và có thể làm chậm hoặc dừng quá trình tăng chiều dày lớp thấm bất kể độ nhám là gì.

Ảnh hiển vi quang học (hình 5E-K) với các vết đậm độ cứng vi mô đã minh chứng cho các phân tích ở trên. Vùng màu sẫm đặc trưng cho lớp thấm có cấu trúc sít chặt; chiều dày vùng này lớn nhất ở mẫu mài cấp 120. Sự chuyển tiếp mức độ xám (hình 5D) là phù hợp với vị trí kết thúc của lớp thấm trên các hình 5E-5G.

Để hỗ trợ và tăng tính trực quan cho phương pháp xác định chiều dày lớp thấm bằng đo phân bố độ cứng, kỹ thuật phân tích mức độ xám trên ảnh hiển vi quang học đã được thực hiện (hình 6). Các ảnh hiển vi lớp thấm (độ phóng đại x100) được xử lý thông qua phần mềm chuyên dụng ImageJ. Vùng chọn phân tích được thiết lập là các dải hình chữ nhật có chiều rộng 700 μm , kéo dài từ bề mặt vào sâu trong nền thép theo phương vuông góc. Để hạn chế sai số do điều kiện ánh sáng, các mẫu được chụp với cùng cường độ sáng và quy trình xử lý cũng được tiến hành đồng nhất về thời gian.



Hình 6. Ảnh tổ chức tế vi lớp thấm nitơ và biểu đồ phân bố độ xám từ bề mặt vào nền thép X12MΦ sau khi thấm ở 510°C trong 8 giờ cho các mẫu. (A, B) Mài giấy nhám cấp 120; (C, D) Mài giấy nhám cấp 1000; (E, F) Được đánh bóng.

Trong ảnh hiển vi quang học (hình 6A, 6C, 6E), vùng lớp thấm nitơ xuất hiện dưới dạng dải màu sẫm hơn so với nền thép phía bên trái. Hiện tượng sẫm màu này tương ứng với vùng có mật độ nitrit hình thành cao, làm thay đổi đặc tính phản xạ ánh sáng của bề mặt mẫu sau khi tẩm thực bằng dung dịch nital 3%. Trong khi đó, các biểu đồ biến thiên mức độ xám (hình 6B, 6D, 6F) cho thấy sự biến đổi tương đối đồng nhất, giá trị mức độ xám đạt mức cao và ổn định ở vùng nền thép (khoảng 200 đơn vị), sau đó độ xám giảm mạnh khi tiến dần về phía bề mặt mẫu (phía bên phải). Sự suy giảm này phản ánh tương đối sự gia tăng nồng độ nitơ và mật độ các pha nitrit (ϵ , γ' , CrN). Vị trí điểm uốn trên đường cong mức độ xám (đánh dấu bởi các đường đứt đoạn) được sử dụng làm chỉ thị kỹ thuật để xác định ranh giới lớp thấm/nền một cách thuận lợi.

Kết quả trong hình 6 cho thấy, chiều dày lớp thấm hiệu dụng có sự biến thiên rõ rệt theo độ nhám bề mặt. Với mẫu mài cấp 120 ($R_a=0,057\text{ }\mu\text{m}$), đường cong mức độ xám bắt đầu suy giảm từ khoảng cách 252,9 μm tính từ bề mặt (hình 6B). Đây là mẫu có chiều dày lớp khuếch tán lớn nhất, tương ứng với vùng màu sẫm rộng nhất trên ảnh hiển vi (hình 6A). Với mẫu mài cấp 1000 ($R_a=0,025\text{ }\mu\text{m}$), chiều dày lớp thấm xác định được là 181,3 μm (hình 6D), giảm đáng kể so với mẫu mài thô. Với mẫu đánh bóng ($R_a=0,017\text{ }\mu\text{m}$), chiều dày lớp thấm thấp nhất, đạt 152,9 μm (hình 6F). Độ dốc của đường cong mức độ xám ở mẫu này cũng lớn hơn, cho thấy vùng chuyển tiếp diễn ra hẹp hơn.

Ngoài ra, trên tất các biểu đồ mức độ xám đều thấy hiện tượng mức độ xám suy giảm mạnh ở vùng sát bề mặt mẫu. Chiều dày của vùng này khoảng 40 μm tính từ bề mặt ở cả ba mẫu. Vùng này thường tương ứng với lớp hợp chất giàu nitrit sắt.

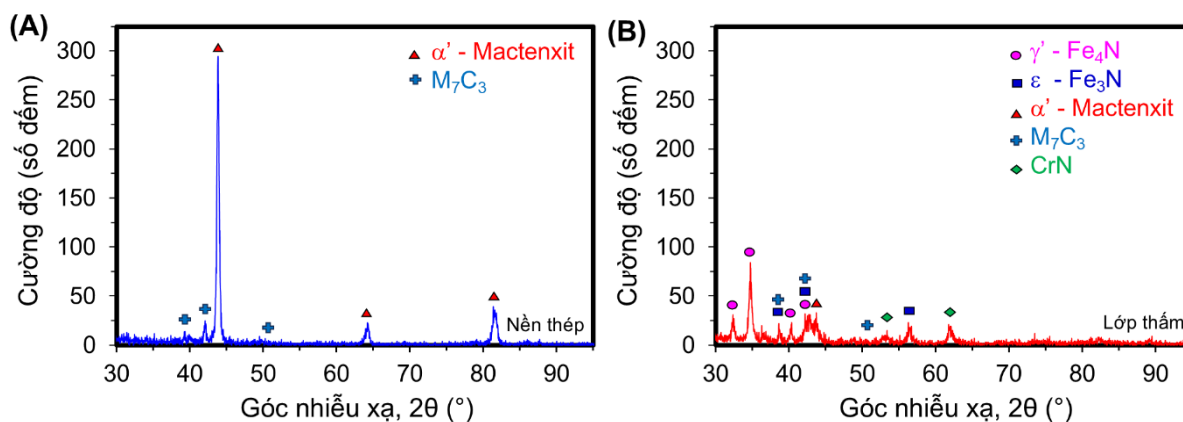
Các kết quả này cho thấy rằng, trong khi chiều dày lớp khuếch tán thường bị chi phối mạnh bởi độ nhám bề mặt thông qua cơ chế “đường truyền nhanh” từ các khuyết tật mạng, thì chiều dày lớp hợp chất dường như đạt đến trạng thái bão hòa sớm hơn và ít phụ thuộc vào trạng thái nhám bề mặt trong điều kiện thấm 8 giờ.

Mặc dù phương pháp phân tích mức độ xám cho kết quả tương đối trực quan, nhưng kỹ thuật này vẫn tồn tại những hạn chế nhất định do phụ thuộc vào độ nhạy của hóa chất tẩm thực và tính đồng nhất của nguồn sáng hiển vi dẫn đến sai số cục bộ. Do đó, kỹ thuật này đóng vai trò như là phương pháp phân tích hỗ trợ bán định lượng, giúp xác nhận ranh giới chuyển tiếp cho phương pháp đo phân bố độ cứng. Sự trùng khớp giữa điểm uốn trên đường cong mức độ xám và vị trí giảm độ cứng (độ cứng nền +50 HV) giúp tăng thêm độ tin cậy cho việc xác định chiều dày hiệu dụng của lớp thấm trong nghiên cứu này.

3.3. Phân tích thành phần pha bằng nhiễu xạ tia X

Phổ kết quả nhiễu xạ tia X trên hình 7 cung cấp bằng chứng thực nghiệm về cấu trúc pha của thép trước và sau khi thấm. Sự xuất hiện của các đỉnh nhiễu xạ đặc trưng cho pha ϵ -Fe₃N và γ' -Fe₄N là minh chứng cho sự hình thành lớp hợp chất nitrit sắt ổn định. Đặc biệt, sự xuất hiện của pha CrN là rất quan trọng đối với thép X12MΦ. Do thép này có hàm lượng crôm cao, các nguyên tử nitơ khi khuếch tán vào nền sẽ ưu tiên tương tác hóa

học với crôm hơn sắt do ái lực hóa học mạnh hơn. Các pha CrN có kích thước nano có thể hình thành trong vùng khuếch tán gây ra ứng suất nén dư trong mạng tinh thể, làm cản trở sự di chuyển của lệch, từ đó làm tăng độ cứng cho lớp thấm [20, 21].



Hình 7. Phổ nhiễu xạ tia X của mẫu được phân tích ở (A) nền thép và (B) trên bề mặt lớp thấm Nitơ.

4. Kết luận

Từ những kết quả nghiên cứu thực nghiệm và các phân tích chuyên sâu về ảnh hưởng của độ nhám bề mặt đến quá trình thấm nitơ trên thép X12MΦ, có thể rút ra các kết luận chính sau:

Quy trình nhiệt luyện bao gồm tôi ở 1030°C và ram hai lần ở 560°C đã tạo ra tổ chức nền mactenxit ram đồng nhất với các cacbit hợp kim M_7C_3 phân tán. Trạng thái nền đạt độ cứng 61,7 HRC đã đảm bảo khả năng hỗ trợ tính chất cơ học tốt cho lớp thấm nitrit cứng trên bề mặt.

Độ nhám bề mặt đóng vai trò là tác nhân thúc đẩy động học khuếch tán của nitơ. Khi tăng độ nhám từ 0,017 lên 0,057 μm , chiều dày lớp thấm tăng từ khoảng 152,9 lên 252,9 μm (tương ứng với mức tăng hơn 65%).

Kết quả phân tích thành phần pha bằng nhiễu xạ tia X đã cho thấy sự xuất hiện của các pha nitrit sắt ϵ - Fe_3N , γ' - Fe_4N và đặc biệt là nitrit hợp kim CrN. Sự hình thành của các pha nitrit hợp kim này là nhân tố chính giúp cải thiện khả năng chống mài mòn cho khuôn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] G.A. Roberts, R. Kennedy, G. Krauss (1998), *Tool steels (5th Edition)*, ASM International, 364pp, DOI: 10.31399/asm.tb.ts5.9781627083584.
- [2] G.E. Totten (Ed.) (2006), *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*, CRC Press, 848pp, DOI: 10.1201/NOF0849384523.
- [3] B. Podgornik, F. Majdic, V. Leskovsek, et al. (2012), "Improving tribological properties of tool steels through combination of deep-cryogenic treatment and plasma nitriding", *Wear*, **288**, pp.88-93, DOI: 10.1016/j.wear.2011.04.001.

[4] E.J. Mittemeijer (2013), “Fundamentals of nitriding and nitrocarburizing”, *ASM Handbook*, **4A**, pp.619-646, DOI: 10.31399/asm.hb.v04a.a0005818.

[5] D. Pye (2003), *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, ASM International, 256pp, DOI: 10.31399/asm.tb.pnfn.9781627083508.

[6] A. Alsaran, M. Karakan, A. Çelik (2002), “The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel”, *Materials Characterization*, **48(4)**, pp.323-327, DOI: 10.1016/S1044-5803(02)00275-9.

[7] S.S. Akhtar, A.F. Arif, B.S. Yilbas, et al. (2010a), “Influence of surface preparation on the kinetics of controlled gas-nitrided AISI H13 steels used in extrusion dies”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, **19(3)**, pp.347-355, DOI: 10.1007/s11665-009-9496-5.

[8] W.T.M. Straver, H.C.F. Rozendaal, E.J. Mittemeijer (1984), “Consequences of the heterogeneous nitriding of α -iron: Dislocation production and oriented precipitation”, *Metallurgical Transactions A*, **15**, pp.627-637, DOI: 10.1007/BF02644194.

[9] P.P. Chattopadhyay, S.K. Pabi, I. Manna (2001), “On the enhancement of diffusion kinetics in nanocrystalline materials”, *Materials Chemistry and Physics*, **68(1-3)**, pp.80-84, DOI: 10.1016/S0254-0584(00)00282-0.

[10] P.T.T. Hang, N.V. Duc (2010), “Nitriding of SKD11 steel used for the deep drawing and press forming dies”, *Journal of Metallurgy and Materials Science*, **32**, pp.36-41 (in Vietnamese).

[11] P. Landgraf, T. Bergelt, L.M. Rymer, et al. (2022), “Evolution of microstructure and hardness of the nitrided zone during plasma nitriding of high-alloy tool steel”, *Metals*, **12(5)**, DOI: 10.3390/met12050866.

[12] ASM International Handbook Committee (1991), *Heat Treating*, **4**.

[13] N.N. Minh (2015), *Research on The Influence of Key Factors for Stabilising The Gas Nitriding Process Applied to Several Common Steels in Vietnam*, Master’s Thesis, Hanoi University of Science and Technology (in Vietnamese).

[14] H.V. Giang (2016), *Research on The Influence of Key Factors on The Formation of The Nitrided Layer by Pulsed Plasma Nitriding*, Master’s Thesis, Hanoi University of Science and Technology (in Vietnamese).

[15] H.M. Thuan, D.Q. Ke, H.V. Chau, et al. (2018), “Influence of technological parameters on the abrasion strength of 40CrMo steel plasma nitride”, *Proceeding of The 5th National Conference on Mechanical Science & Technology*, pp.1345-1353 (in Vietnamese).

[16] D.D. Manh, P.Q. Hoang, M.D. Si, et al. (2020), “Experimental study on gas nitriding technology with single-staged and two-staged processes for SKD61 hot-work die

steel”, *Journal of Science and Technique*, **15(2)**, pp.14-21, DOI: 10.56651/lqdtu.jst.v15.n02.214.

[17] W.P. Tong, N.R. Tao, Z.B. Wang, et al. (2003), “Nitriding iron at lower temperatures”, *Science*, **299(5607)**, pp.686-688, DOI: 10.1126/science.1080216.

[18] W.E. Bryson (2005), “Heat treatment, selection, and application of tool steels”, *Hanser Gardner Publications*, 239pp, DOI: 10.3139/9783446436701.fm.

[19] J. Baranowska, K. Szczeciński, M. Wysiecki (2002), “Increasing of gas nitriding kinetics via surface pre-treatment”, *Surface and Coatings Technology*, **151**, pp.534-539, DOI: 10.1016/S0257-8972(01)01598-5.

[20] B. Wang, X. Zhao, W. Li, et al. (2018), “Effect of nitrided-layer microstructure control on wear behavior of AISI H13 hot work die steel”, *Applied Surface Science*, **431**, pp.39-43, DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.03.185.

[21] S.S. Akhtar, A.F.M. Arif, B.S. Yilbas (2010b), “Evaluation of gas nitriding process with in-process variation of nitriding potential for AISI H13 tool steel”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, **47**, pp.687-698, DOI: 10.1007/s00170-009-2215-4.