

**NAK80 模具鋼披覆 DLC 之超冷處理研究**  
**A Study of DLC Film Deposited after Cryogenic Treatment on NAK80 Tool Steel**

韓麗龍<sup>1</sup>、施議訓<sup>2</sup>、林俊銘<sup>3</sup>、陳冠竹<sup>4</sup>

Lee-Long Han<sup>1</sup>、Yih-Shiun Shih<sup>2</sup>、Chun-Ming Lin<sup>3</sup>、Kuan-Zhu Chen<sup>4</sup>

國立台北科技大學 機械工程系 副教授<sup>1</sup>、助理教授<sup>2</sup>

國立台北科技大學 機電科技研究所 博士生<sup>3</sup>、國立台北科技大學 機電整合研究所 研究生<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Associate Professor、<sup>2</sup> Assistant Professor

<sup>1、2</sup>Department of Mechanical Engineering, National Taipei University of Technology

<sup>3</sup>Doctoral student, Graduate Institute of Mechanical and Electrical Engineering, National Taipei University of Technology

<sup>4</sup> Graduate student, Graduate Institute of Mechatronic Engineering, National Taipei University of Technology

## 摘要

本研究是以物理氣相沉積法(PVD, physical vapor deposition)於NAK80模具鋼(NAK80 steel)表面製備含氫之類鑽碳(DLC, Diamond Like Carbon)膜，並於製程中滲入矽(Si)及改變C與H的氣體流量比值。製備後的試片將以超冷處理(cryogenic)，以期增加類鑽碳膜之附著性(adherence)與耐磨耗性(wear resistance)。再分別針對成分、結構與機械性質作測試實驗。

由壓痕實驗結果得知，超冷處理後(cryogenic)之類鑽碳膜試片附著性標準值為 HF2，相較於未超冷處理試片為 HF4 擁有較佳附著性。由耐磨耗實驗結果得知，超冷處理後之摩擦係數值(friction coefficient)也較低，其值為 0.05~0.24 $\mu$ 。

**關鍵詞：**陰極電弧沈積法、超冷處理、附著性、耐磨耗性

## Abstract

In this study, Fabrication of hydrogenated diamond-like carbon (DLC) films by the physical vapor deposition (PVD) on the surface of NAK80. Si is doped and the flow rates of C, H is changed in this process. Cryogenic process was used for treating the fabrication of these specimens, we could use this way to increase the adherence and wear resistance properties of DLC films.

The effects of different treatments are investigated by the film composition, structure and machine properties.

The result showed that adherence is level HF2 after the cryogenic treatment of the DLC film, and a better adherence than the no-cryogenic process of the DLC film (level HF4). The result showed that the friction coefficient of wear resistance is 0.05~0.24 $\mu$  after the cryogenic treatment, and also decrease of friction coefficient.

**Key words:** cathodic arc evaporation, cryogenic, adherence, wear resistance

## 一、前言

深冷處理 (Cold Treating)，於淬火後冷卻至手能觸摸之溫度後，再回火至 80~100°C，才冷卻至深冷溫度，一般較經濟有效溫度為 -85°C，藉此改善淬火所產生的殘留沃斯田鐵，使淬火後之組織安定化，防止工件時效變形。

超冷處理 (cryogenic Treating) 藉由運用程式控制系統及處理的保溫能力，避免產生冷震現象，讓溫度緩慢的下降至 -320°F，使組織細膩結構均勻並析出細微碳化物，再以 0.66°F 的昇溫速率回溫，目的在於消除殘留應力，幾乎將殘留的沃斯田鐵完全變態成麻田散

鐵(98~99%)，且不會造成金屬表面的小裂痕，增加使用壽命。

本實驗利用模具鋼 NAK80 進行超深冷處理之研究，其目的在於探討模具鋼經超冷處理造成耐磨耗性與附著性提升之機制<sup>(1)</sup>。試驗中係以不同的蒸鍍處理之工具鋼，對超冷處理後之試片與未超冷處理者比較並研究其耐磨耗性與附著性。

## 二、實驗方法與步驟

### 2.1 實驗材料

本實驗之試片為由天文大同特殊鋼股份有限公司提供NAK80 模具鋼，實驗試片之成份表如2-1，分別對其素材與經陰極電弧沈積法(CAE)<sup>(2-5)</sup>蒸鍍類鑽碳(Diamond Like Carbon)薄膜處理過之材料做實驗，本研究NAK80模具鋼以S表示原始素材之試片，而C1、C2、C3分別表示經三種不同的蒸鍍方式所得到的試片。

Table 2-1 NAK80 compositional analysis

Wt%	C	Si	Mn	Ni	Cu	Mo	Al
NAK80	0.15	0.3	1.5	3.0	1.0	0.3	1.0

### 2.2 陰極電弧沉積法

本研究利用物理系相沉積系統中的陰極電弧沈積(Cathodic arc evaporation, CAE)鍍膜法，在應用上可產生較強的鍵結及高密度的膜層，其鍍膜速率快、附著性良好、品質較優良等特性，可提升模具的使用壽命，近年來常被使用於材料表面加工<sup>(6-8)</sup>。表 2-2 為鍍膜製成參數表。

Table 2-2 The parameters of CAE processes

	process 1	process 2	process 3
Doping		Si	
Target	C		
Reaction gas	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> 、H <sub>2</sub>		
Target current(A)	50		
Coating temperature(°C)	270~300		
Chamber pressure(Pa)	0.33~0.35		
DC bias(V)	-150		
Deposition time(min)	50		

### 2.3 超冷處理法

本實驗以超冷處理的方式進行 NAK80 模具鋼的安定化處理，將淬火、回火後表面披覆 DLC 薄膜的試片，以 0.66°F 的降溫速率緩慢冷卻至-196°C 的低溫，保持適當時間使沃斯田鐵不安定化而變態、金屬組織更細膩，再以 0.33°F 的昇溫速率回溫，促使析出細微碳化物，消除殘留應力，以期達到提升膜層之耐磨性、附著性的目標<sup>(9-11)</sup>。圖 2-1 為試片超冷處理時間、溫度曲線圖。

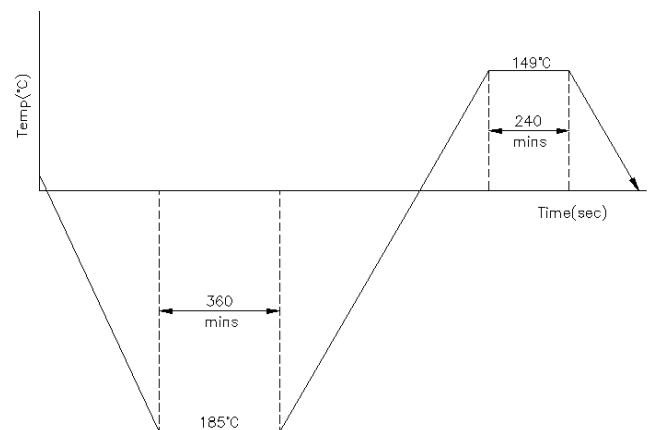


Fig. 2-1 Time-temperature cure for cryogenic treatment of specimens

### 2.4 鍍層成份分析

為了探討鍍層特性，本實驗利用日本製 JEOL,JSM-5600 之高解析場發射掃描式電子顯微鏡(Field Emission Microscopy, FE- SEM)的能量散射光譜儀(energy dispersive spectrometers, EDS)來進行試片特定位置的定性分析，與觀察表面元素分布情形<sup>(9)</sup>。

### 2.5 鍍層耐磨性試驗

本實驗使用迴轉式(pin on disk test)磨耗試驗機，量測鍍層之摩擦係數與耐磨耗之特性，以碳化鎢球與 NAK80 模具鋼基材及超冷處理後的鋼材跟薄膜互對磨比較，求其摩擦係數( $\mu$ )，由磨耗率來判別薄膜耐磨特性。實驗時之相對濕度 55%，溫度 25°C。實驗參數表如 2-3 所示，摩擦係數公式如 2-1 式。

Table 2-3 The parameters of wear resistance

Loading	10 N
Rotational Speed	200 rpm
Pin Material	Carbide、Diameter=5.0mm
Stop Condition	Revolution Time 60 min

$$F = \mu N \text{-----(2-1 式)}$$

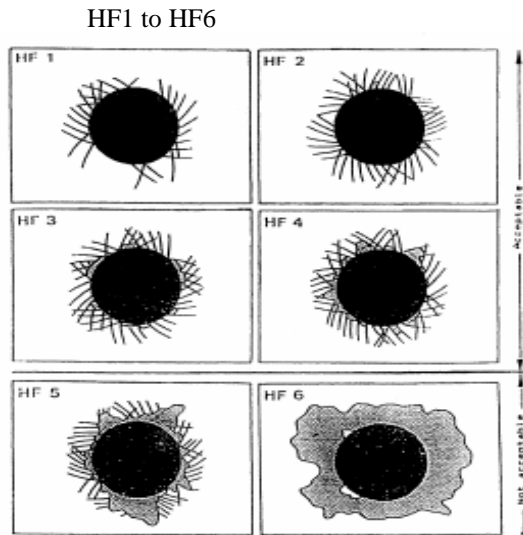
F = 摩擦力、 $\mu$  = 摩擦係數、N = 正向力(荷重)

## 2.5 鍍層附著性試驗

### 2.5.1 壓痕試驗

本實驗使用 Mitutoyo HR-521 洛氏硬度試驗機，以 150 kg 之荷重壓於鍍膜上造成壓痕，再置於掃描式電子顯微鏡下，以 100~150 倍之放大率觀察壓痕邊緣鍍膜的破裂型態，藉以判斷鍍膜破裂的形式，分析鍍膜與基材間的附著性，並將其與表 2-4 所示之壓痕試驗標準圖加以比較，以決定鍍膜附著力所屬之等級<sup>(13-14)</sup>。

Table 2-4 Evaluation of coating adhesion strength from



### 2.5.2 刮痕試驗

在刮痕試驗後，再利用光學顯微鏡來觀察試件的臨界荷重與表面之破壞型態。依 Brunett 等人之規定，在刮痕中的任何一點，只要有出現薄膜剝離的現象，就定義此為臨界附著破壞，此時的荷重就稱之為臨界荷重 (critical load)。我們可以利用此臨界荷重來比較不同

條件下所鍍出來的薄膜的附著力好壞。若臨界荷重越大，代表要使薄膜剝離基板的荷重越大，則薄膜與基板之間的附著力越好；反之，臨界荷重越小，則代表薄膜與基板間的附著力越差<sup>(15)</sup>。

## 三、結果與討論

### 3.1 鍍層成分分析

本研究為了觀察試片磨耗表面元素分佈情形，使用能量散射光譜儀(EDS)做類鑽碳(DLC)薄膜之定量分析，經 EDS 光譜分析磨耗表面 DLC 薄膜結果如圖 3-1 所示。而分析薄膜之化學元素分佈係採用 N、C、Fe、Ti、Ar 元素的 Ka 1 來做成分分析，得知薄膜具有高含量比的 C 及 Si 的 peak，故確定在耐磨耗試驗後 DLC 薄膜並沒有被磨破，其化學組成之成分分析如表 3-1 所示。

Table 3-1 Composition quantity of the coatings by EDS analysis

Element	Atomic%
C	92.55
Si	7.23
Fe	0.23

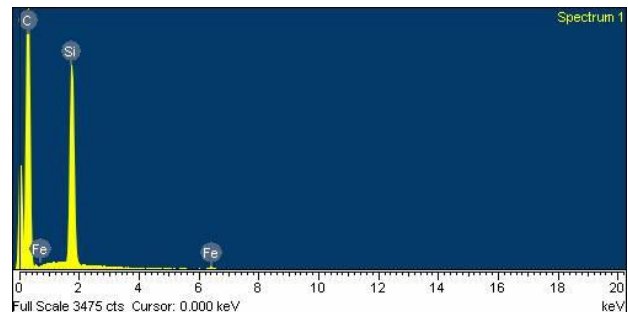


Fig. 3-1 EDS mapping diagrams of coated specimens

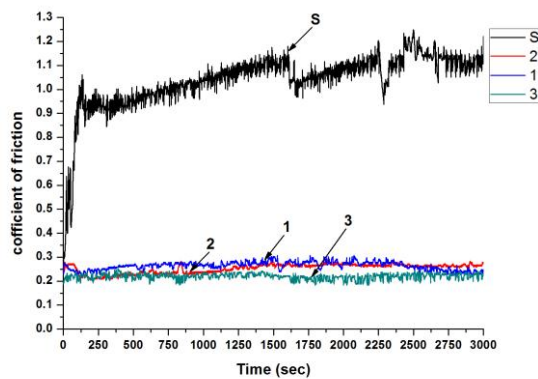
### 3.2 鍍層磨耗試驗分析

本實驗使用迴轉式(pin on disk test)磨耗試驗機，再以  $\varnothing 5$  mm 的碳化鎢球與 NAK80 模具鋼基材、類鑽碳薄膜、超冷處理後類鑽碳薄膜分別進行對磨，求其摩擦係數( $\mu$ )。由圖 3-1(a)、3-1(b)可以得知，NAK80 模具鋼素材 S 之摩擦係數約 0.85~1.2 之間，經鍍層 DLC 薄膜後 1、2 和 3 之摩擦係數在 0.18~0.3 之間，超冷處理後鍍 NAK80 模具鋼素材 CS 摩擦係數約 0.94~1.15 之間，且超冷處理後鍍層 DLC 薄膜 C1、

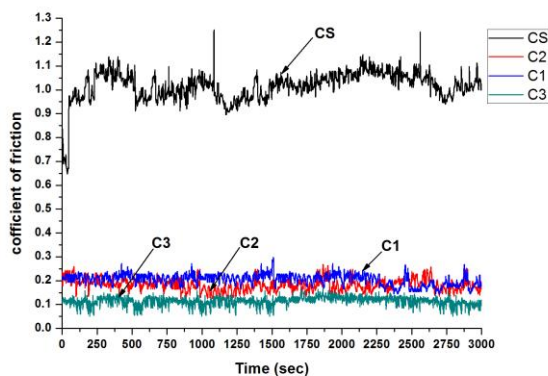
C2 和 C3 之摩擦係數在 0.05~0.24 之間可以證實超冷處理後之 DLC 薄膜具有較低摩擦係數。如表 3-2 基材、類鑽碳薄膜、超冷處理後類鑽碳薄膜之平均摩擦係數值。

Table 3-2 The parameters of Friction Coefficient and Wear Rate

Specimen	Friction Coefficient( $\mu$ )
S	1.040
1	0.263
2	0.252
3	0.219
CS	0.942
C1	0.221
C2	0.177
C3	0.111



(a)



(b)

Fig. 3-2 Time - Coefficient of friction curve

(a) no-cryogenic treatment (b) cryogenic treatment

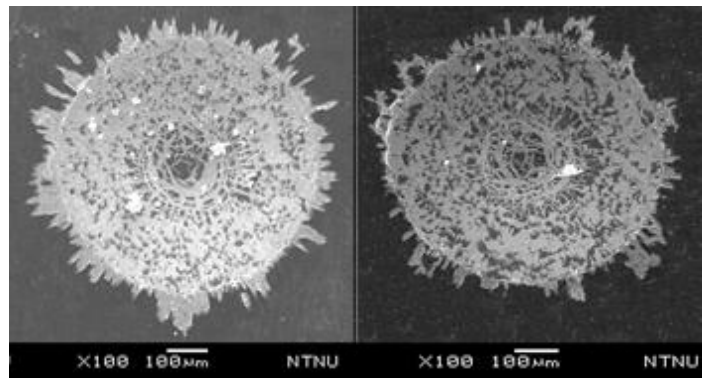
### 3.3 鍍層附著性分析

#### 3.3.1 壓痕試驗分析

本實驗利用洛氏硬度機 C 尺(鑽石圓錐)壓痕量測鍍膜的附著性，施以荷重 150 kg 之荷重壓於鍍膜上造成壓痕，由實驗結果如表 3-3 及圖 3-3(a)、3-3(b)、3-3(c)、3-3(d)、3-3(e)、3-3(f)所示，可以發現 1 試片之附著性為 HF4，C2 試片之附著性為 HF1，由此可知超冷處理後的 DLC 薄膜層組織較為緻密，可以證實超冷處理後其附著性越佳。

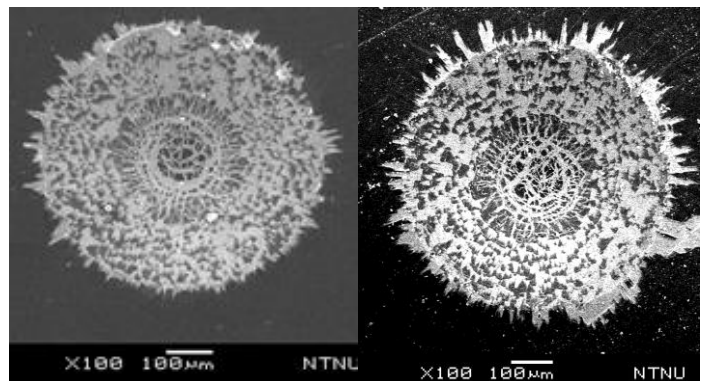
Table 3-3 Adhesion strength of the coatings

Specimen	HF level
1	HF4
2	HF2
3	HF2
C1	HF4
C2	HF1
C3	HF2



(a)

(b)



(c)

(d)

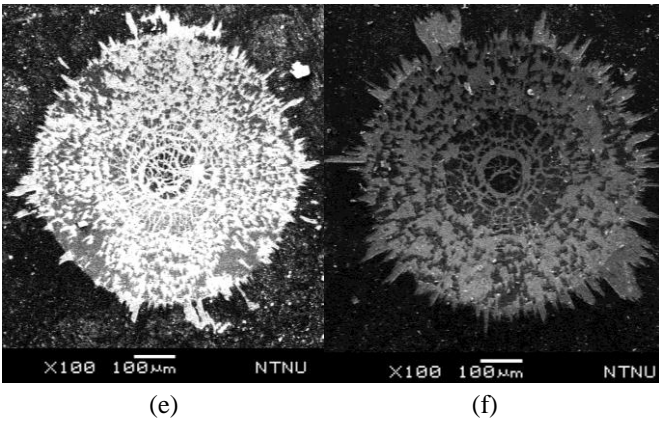


Fig. 3-3 Indented surface morphologies of various substrates

### 3.3.2 刮痕試驗分析

刮痕試驗結果如圖 3-4(a)、3-4(b)所示，C1 試片在荷重 43N 時開始產生破裂後其摩擦係數值約為 0.63~0.8μ，1 試片在荷重 32N 時開始產生破裂後其摩擦係數值約為 0.41~0.8μ 由此可知超冷處理後的 DLC 薄膜層破裂時荷重較小，可以證實超冷處理後其附著性較佳。

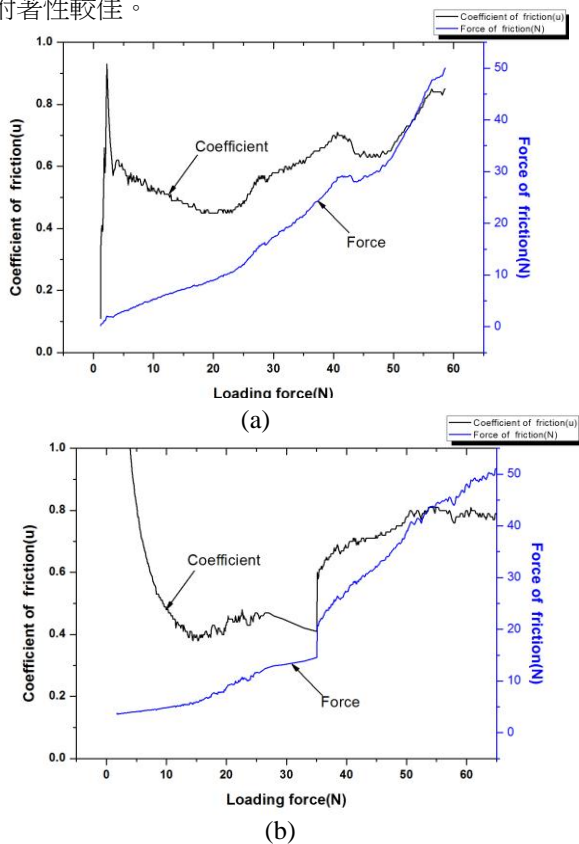


Fig. 3-4 Loading force - Coefficient of friction - Force of friction curve (a) C1 Specimen (b) 1 Specimen

## 四、結論

1. 由 Pin on Disk 磨耗試驗分析可以得知，DLC 薄膜經由超冷處理後，其磨潤性與原 DLC 薄膜相比，其摩擦係數下降，抗磨耗效能確實有大大的提升。
2. 由鍍膜的附著性之壓痕試驗結果得知，2 壓痕品質為 HF2，C2 壓痕品質為 HF1，由此可知薄膜經由超冷處理後可以增加其附著性，其中 C2 與 C3 薄膜附著性皆較佳。
3. 由鍍膜的附著性之壓刮痕試驗結果得知，超冷處理後其附著性越佳。
4. 綜合以上實驗得知：NAK80 模具鋼以超冷處理時，可增加類鑽碳膜之附著性與耐磨耗性，獲得較佳結果。

## 五、致謝

1. 感謝永源科技公司對本實驗在陰極電弧沈積法 (CAE) 之協助。
2. 感謝東南科技大學-機電所、臺灣師範大學-機電所、聖約翰科技大學-精密機械實驗室對於本實驗之協助。
3. 感謝天文大同特殊鋼股份有限公司提供 NAK80 模具鋼素材研究試片。

## 六、參考文獻

1. 天文大同特殊鋼股份有限公司網站, <http://www.daidosteel.com.tw/>
2. M.Nishibori, Surf. Coat. Technol., (1992) pp.229.
3. R. L. Boxman and S. Goldsmith, Surf. Coat. Technol., 52 (1992). pp. 39-52.
4. 趙浩勇，何主亮，陳克昌，表面技術雜誌，153 期，p75.
5. 陳寶清，“真空表面處理工程”，傳勝出版社，1992.
6. J.Vetter, R. Knaup, H. Dwuletzi, E.Schneider and s. Vogler, Surf. Coat. Technol., 86/87 (1996)739.
7. K. Holmberg and A. Matthews, Coatings Tribology, 1997.
8. 黃俐恬，“陰極電弧沈積法披覆 CrN/Cr(N,O)

複合層之製程與特性研究”，大同大學材料工程研究所碩士論文(2002)。

9. 熊仁洲,劉復龍,“以超冷處理(Cryogenic Treatment)之簡介“,金屬熱處理期刊,第35期,1992,pp.62-65.
10. 徐培欽,“金屬冷處理之精隨“,超冷處理應用系列報導,台灣超冷處理科技股份有限公司,1997.
11. 楊銘文,“碳工具鋼超冷處理後耐磨耗性研究“,國立台灣大學機械工程學研究所,碩士論文,2006.
12. 國科會精儀中心編著,“儀器總覽 5 材料分析儀器“,民國 87 年, pp29-31.
11. G.Y.Jang, J.W.Lee,J.G.Duh,2004,J.Electron. Master.33 (2004).
12. 國家實驗研究院儀器科技研究中心出版“光學元件精密製造與檢測” pp464-467.
13. W. Heinke, A. Leyland, A. Matthews, G. Berg, C. Friedrich and E.Broszeit, Thin Solid Films.270 (1995) pp.431-438.
14. N.Vidakis, A. Antoniadis and N. Bilalis, Journal of Materials Processing Technology 143-144 (2003) pp.481-485.
15. 蔡振鏞,“以直流磁控濺鍍氮化鈦薄膜於 AZ31 鎂合金之最適化製程“,台灣師範大學工業教育學系論文,2002, pp.51-52.