

负偏压对多弧离子镀 TiN 涂层大颗粒形貌及像素分布的影响

陈昌浩, 金永中, 刘东亮, 余学金

(四川理工学院 材料与化学工程学院, 四川 自贡 643000)

摘要: **目的** 分析不同负偏压下 TiN 涂层表面的大颗粒数量、尺寸和面积以及像素分布, 为多弧离子镀技术的工业化应用提供基础数据。 **方法** 采用多弧离子镀膜技术, 以脉冲负偏压为变量, 在硬质合金表面沉积 TiN 涂层。用扫描电子显微镜对涂层表面形貌进行表征, 并利用 ImageJ 软件对表面大颗粒的数量和尺寸进行分析, 对像素分布进行统计。 **结果** 随着负偏压的增加, 涂层表面大颗粒的数量先增多, 后减少。负偏压为 100 V 时, 大颗粒数量最多, 为 1364; 负偏压为 300 V 时, 大颗粒数量最少, 为 750。此外随着负偏压的增加, 大颗粒所占涂层面积比逐渐减小。未加负偏压时, 涂层表面大颗粒所占面积比最大, 为 6.9%, 且此时涂层的力学性能最差; 采用 400 V 负偏压时, 涂层表面大颗粒所占面积比最小, 为 3.3%, 且此时涂层的力学性能最好。负偏压为 300 V 时, 亮、暗像素点的个数最多, 为 8302; 负偏压为 400 V 时, 亮、暗像素点的个数最少, 为 4067。 **结论** 当占空比为 30%, 沉积时间为 1 h, 负偏压为 400 V 时, 获得的涂层力学性能最好, 颗粒数量少且尺寸小。

关键词: 多弧离子镀; TiN 涂层; 负偏压; ImageJ 软件; 大颗粒; 像素分布

中图分类号: TG174.444 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2015)11-0029-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.11.005

Influence of Negative Bias Voltage on Microparticles Morphology and Pixel Distribution of TiN Coatings Deposited by Multi-arc Ion Plating

CHEN Chang-hao, JIN Yong-zhong, LIU Dong-liang, YU Xue-jin

(School of Material and Chemical Engineering, Sichuan University of Science and Engineering, Zigong 643000, China)

ABSTRACT: **Objective** To analyze the microparticles (MPs) morphology and pixel distribution of TiN coatings under different negative bias voltage (0, 100, 200, 300 and 400V), so as to provide basic data for industrial applications of multi-arc ion plating.

Methods TiN coatings were deposited on hard alloy surface by multi-arc ion plating at different bias voltage. The surface morpholo-

收稿日期: 2015-07-21; 修订日期: 2015-08-20

Received: 2015-07-21; Revised: 2015-08-20

基金项目: 四川省教育厅项目(15ZA0232); 四川理工学院科研培育项目(2014PY10)

Fund: Supported by Research Project of Sichuan Provincial Education Department (15ZA0232) and Foster Research Project of Sichuan University of Science and Engineering(2014PY10)

作者简介: 陈昌浩(1990—), 男, 四川人, 硕士研究生, 主要研究硬质涂层材料。

Biography: CHEN Chang-hao(1990—), Male, from Sichuan, Master graduate student, Research focus: hard coating material.

通讯作者: 金永中(1972—), 男, 四川人, 博士, 副教授, 主要从事粉末冶金材料的研究。

Corresponding author: JIN Yong-zhong(1972—), Male, from Sichuan, Ph. D., Associate professor, Research focus: powder metallurgy material.

gy of TiN coatings was characterized by scanning electron microscope (SEM). At the same time, the amount and size of MPs were analyzed and the distribution of pixel was counted by ImageJ software. **Results** The amount of MPs on coating surface increased at first and then decreased with the increase of bias voltage. The maximum value was 1364 at 100 V and the minimum was 750 at 300 V. In addition, the area ratio of MPs on coating surface decreased gradually with the increase of bias voltage. The maximum value with worst mechanical properties was 6.9% at 0 V and the minimum with best mechanical properties was 3.3% at 400 V. The amount of light and dark pixel reached a maximum of 8302 at 300 V and a minimum of 4067 at 400 V. **Conclusion** The TiN coatings with best mechanical properties, low amount and small size of MPs were deposited at 400 V for 1 h with 30% duty cycle.

KEY WORDS: multi-arc ion plating; TiN coatings; negative bias voltage; ImageJ software; microparticles; pixel distribution

中国是世界机床第一消费国和进口国,年消耗硬质合金刀具上亿片,但是我国硬质合金刀具表面处理技术与西方发达国家相比,水平相对落后。为达到数控机床高精度的要求,研究涂层刀具具有重要意义^[1-3]。TiN 涂层具有高耐磨性、高热稳定性和优异的抗热冲击能力,是一种能有效延长刀具使用寿命,提高加工切削速度和加工零件光洁度的优质表面处理技术^[4-6]。

多弧离子镀具有绕射性良好、涂层质量高、沉积速率快等优点,是制备 TiN 涂层的主要方法之一^[7-9]。要想获得均匀致密的涂层,需采用脉冲负偏压。其溅射的靶材离子可以获得电场能量而变成高能离子,高能离子的轰击会抑制晶粒长大,从而得到颗粒状晶体。但是,多弧离子镀膜过程中不可避免地会有大颗粒溅射到涂层表面,影响涂层性能。传统大颗粒分析是通过肉眼观察并统计比较,过程费时费力,结果也不准确,因此如何快捷、精确地测量大颗粒数量和尺寸,成为研究多弧离子镀涂层性能的难点之一^[10-12]。ImageJ 是一款基于 Java 的公共图像处理软件,具有对图像进行编辑、处理和分析的多功能特点,并能够对图片进行像素统计、间距计算,并创建柱状图和剖面图^[13-15]。目前,运用软件对大颗粒进行处理分析的文献鲜有报道。

文中采用多弧离子镀膜技术,以不同负偏压在硬质合金表面沉积 TiN 涂层,利用 ImageJ 软件对涂层 SEM 图像进行处理,研究负偏压对涂层大颗粒形貌及像素分布的影响,拟为多弧离子镀技术的工业化应用提供基础数据。

1 实验

1.1 多弧离子镀膜

镀膜基体为 YT 硬质合金,先用不同型号的研磨膏进行抛光,再用乙醇和丙酮进行超声振荡清洗,最

后用电吹风烘干。

将处理好的基体试样固定在真空室内的工件支架上,室内真空度抽至 1.0×10^{-3} Pa 以下,以 80 mL/min(标况下)通入高纯氩气(99.999%);然后接通脉冲负偏压电源,调节至 800 V 对试样进行辉光清洗 10 min;之后点燃弧靶 Ti(纯度 99.99%)对试样进行弧光清洗和过渡层沉积 10 min;最后调节占空比至 30%,采用不同负偏压(0, 100, 200, 300, 400 V)沉积 TiN 涂层 1 h。

1.2 SEM 图像分析方法

采用 VEGA 3SBU 扫描电子显微镜(SEM)观察涂层表面形貌,SEM 图均在 1000 倍下采集,涂层的 SEM 面积为 $16\,507.372\,\mu\text{m}^2$,像素点总共为 196 608 个。利用 ImageJ 图像分析软件对表面形貌进行分析,统计大颗粒的数量及其占涂层面积的百分比,确定大颗粒的尺寸,并统计计算图像的像素点分布,作出涂层的像素直方图。

2 结果及分析

2.1 TiN 涂层表面 SEM 形貌

图 1 为不同负偏压条件下制备的 TiN 涂层的表面形貌。由图 1 可知,随着负偏压的增加,大颗粒的数量先增多,后减少,大颗粒所占涂层面积逐渐减小,涂层质量得到改善。图 1a 中,最大颗粒的直径约为 $20\,\mu\text{m}$,大尺寸的沉积液滴数量多,分布密集,所占面积最大;图 1e 中的大颗粒分布疏散,数量少,所占面积最小。

2.2 大颗粒形貌分析

图 2 为 ImageJ 软件对 TiN 涂层 SEM 形貌进行处理后的图像。对比图 2 和图 1 可以发现,经 ImageJ 软件处理后的形貌与原始形貌有着良好的对应关系,这为大颗粒分布的准确分析提供了保证。表 1 为 TiN

涂层表面大颗粒尺寸和对应数量的统计结果。由表 1 可知,随着负偏压的增加,大颗粒数量呈现先增多、后减少的趋势。负偏压为 0,100,200,300,400 V 时,最大沉积液滴直径依次为 7.90,5.70,11.31,5.50,

3.67 μm ,大颗粒平均直径依次为 1.26,0.96,0.98,1.19,0.94 μm 。相比之下,200 V 下涂层的最大沉积液滴尺寸最大,400 V 下涂层的大颗粒平均尺寸最小。此结果与图 1e 涂层颗粒直径小相符。

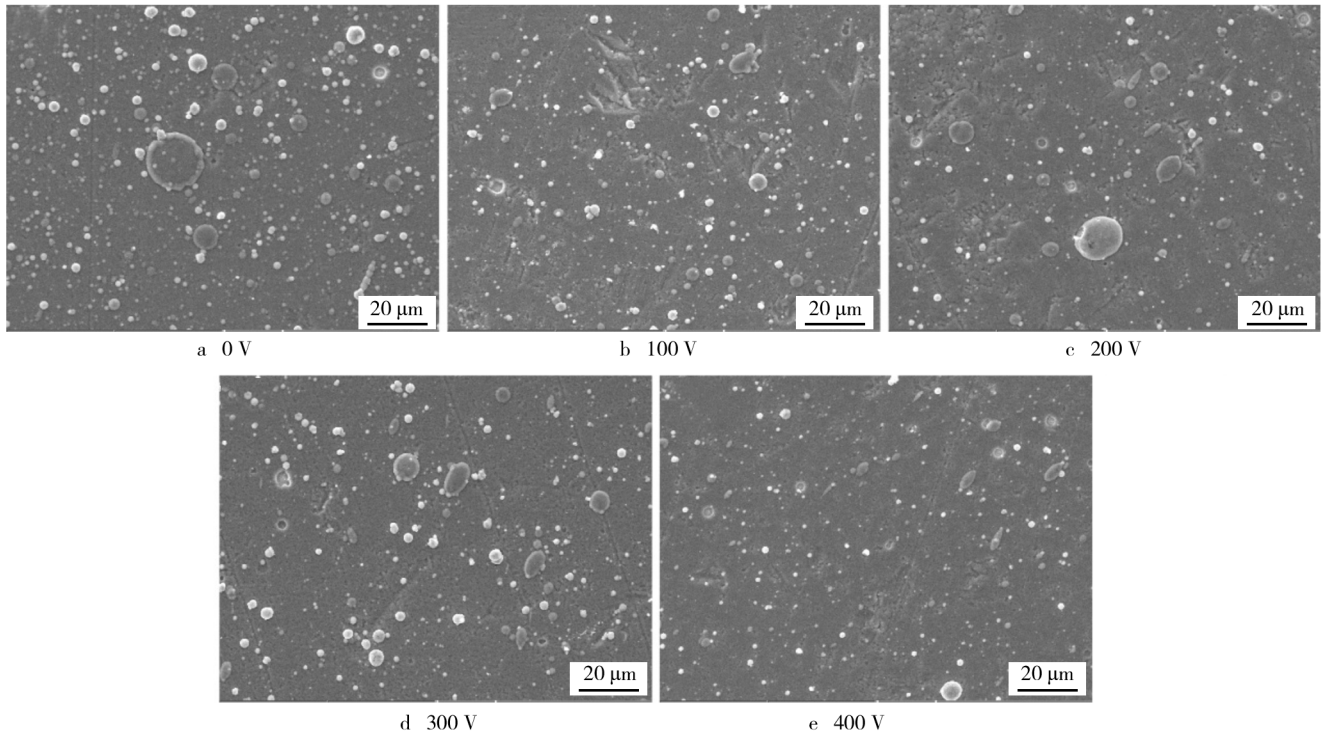


图 1 不同负偏压下所得 TiN 涂层的 SEM 形貌

Fig. 1 SEM images of TiN coatings prepared at different negative bias voltage

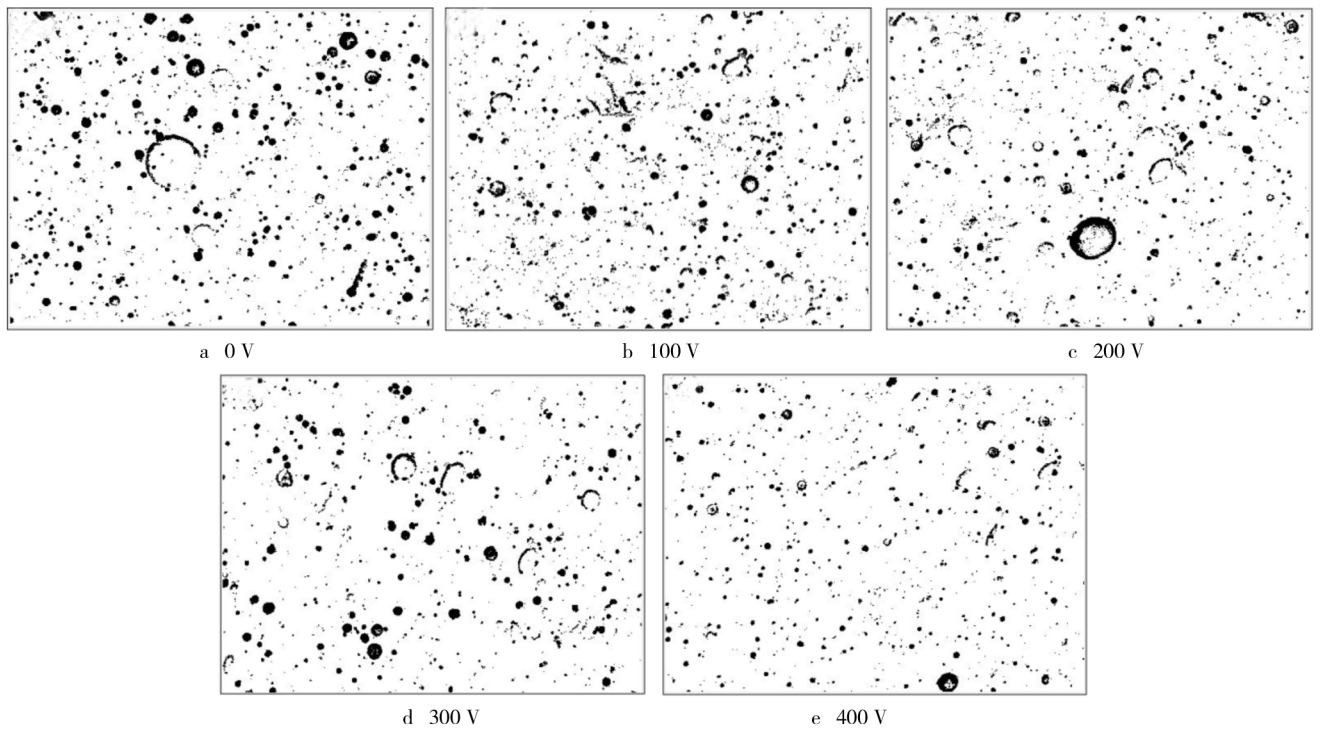


图 2 ImageJ 软件处理后的大颗粒形貌分布

Fig. 2 Morphology distribution of MPs processed by ImageJ software

表1 ImageJ 软件处理获得的大颗粒尺寸和对应数量

Tab.1 Amount and size of MPs processed by ImageJ software

MPs 尺寸 / μm	MPs 数量				
	0 V	100 V	200 V	300 V	400 V
0 ~ 1	629	1093	864	550	602
1 ~ 2	192	200	157	135	138
2 ~ 3	58	55	41	37	29
3 ~ 4	20	11	10	21	5
4 ~ 5	4	3	2	5	0
5 ~ 6	1	2	0	2	0
6 ~ 7	2	0	0	0	0
7 ~ 8	1	0	0	0	0
8 ~ 12	0	0	1	0	0

图3为不同负偏压下的TiN涂层表面大颗粒数量和所占面积百分比的统计结果。由图3可知,随着负偏压的增加,大颗粒数量先增多,后减少,所占涂层面积比则是逐渐减小。此外,未加负偏压时的涂层大颗粒面积百分比最大,400 V下的涂层大颗粒面积百分比最小;100 V下的涂层大颗粒数量最多,300 V下的涂层大颗粒数量最少。此结果与图1e涂层颗粒数量少相符。

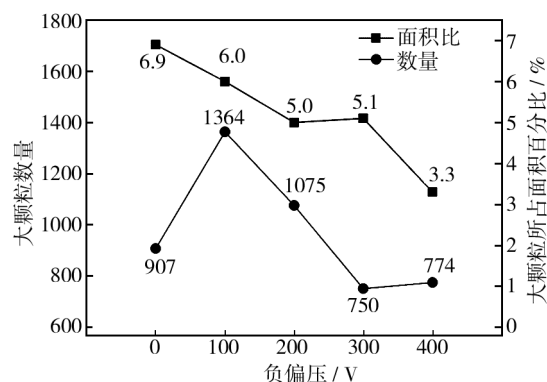


图3 涂层大颗粒数量和所占面积百分比

Fig.3 Amount and area ratio of MPs processed by ImageJ software

2.3 像素点分析

SEM照片都是黑白色的8位图像,它的像素值是从0到255(总共286个),白色为255,黑色为0。像素值越高,图片显示越亮;像素值越低,图片显示越暗。图片中亮的区域代表大颗粒,灰的区域代表涂层平面,暗的区域代表气坑。利用ImageJ软件处理TiN涂层的SEM形貌图,获得表面形貌的像素分布直方图,如图4所示,其横坐标表示像素值,纵坐标表示像素值对应的像素点个数。图5是在图4基础上获得的像素分布柱状图,柱状图第一列表示小于50像素值

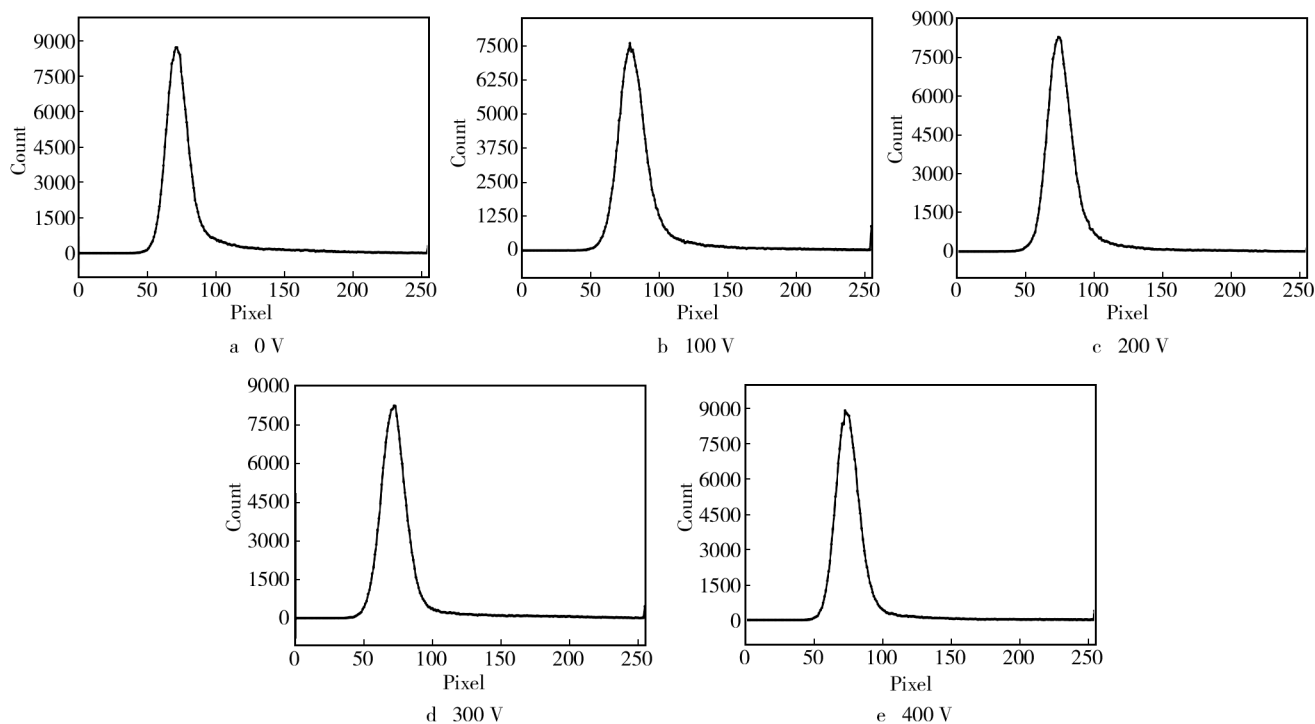


图4 ImageJ 软件处理后的像素分布直方图

Fig.4 Distribution column diagram of pixel processed by ImageJ software

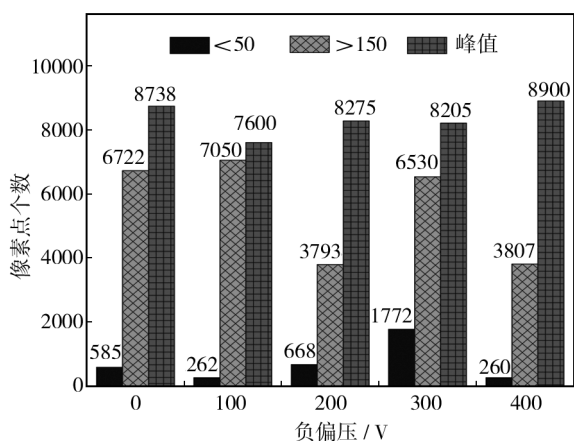


图5 ImageJ 软件处理后的像素分布柱状图

Fig. 5 Distribution histogram of pixel processed by ImageJ software

(即暗区域)的所有像素点个数,第二列表示大于150像素值(即亮区域)的所有像素点个数,第三列表示峰值像素值(即灰色区域)对应的像素点个数。

由图4和图5可知,直方图像素分布曲线围绕峰值像素点呈现正态分布趋势,所不同的是峰值对应的像素值。负偏压从0至400 V变化,峰值像素值分别为72,79,74,72和73。根据图5的像素统计结果可知,负偏压为300 V时的亮、暗像素点最多,为8302,表明涂层表面粗糙,气坑数量多;负偏压为400 V时的亮、暗像素点最少,为4067,即灰色区域像素点多,表明涂层表面光滑整洁,颗粒少且尺寸小,缺陷少。该结果与图1e涂层有着良好的对应关系。

2.4 力学性能

图6为不同负偏压下的TiN涂层的力学性能变化趋势。由图6可知,在0~100 V区间内,显微硬度急剧增加;在100~400 V区间内,显微硬度先减小,后增大,整体变化趋势不明显。随着负偏压的增加,涂层附着力呈现增大的趋势。由此可见,在未加负偏压时,涂层力学性能最差;在负偏压为400 V时,涂层力学性能最好。结合大颗粒面积百分比分析,力学性能最差时,大颗粒所占面积比最大(6.9%);力学性能最好时,大颗粒所占面积比最小(3.3%)。这表明涂层表面的大颗粒对其力学性能有着直接的影响。原因分析如下:大颗粒所占面积的大小关系着涂层表面的整洁度,所占面积越大表示涂层表面越粗糙,而粗糙的表面会大大降低涂层的力学性能,反之亦然。

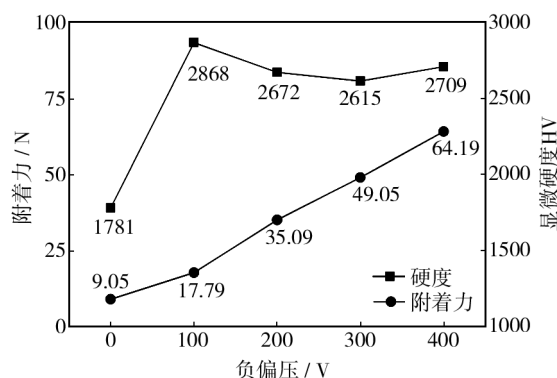


图6 负偏压对 TiN 涂层力学性能的影响

Fig. 6 Effect of different negative bias voltage on mechanical properties of TiN coatings

3 结论

1) 随着负偏压的增加,涂层表面大颗粒的数量先增多,后减少。负偏压为100 V时的大颗粒数量最多,为1364;负偏压为300 V时的大颗粒数量最少,为750。

2) 随着负偏压的增加,涂层表面大颗粒占涂层的面积百分比逐渐减小。未加负偏压时的面积百分比最大,为6.9%;负偏压为400 V时的面积百分比最小,为3.3%。

3) 负偏压为300 V时,亮、暗像素点的个数最多(8302),此时气坑数最多;负偏压为400 V时,亮、暗像素点的个数最少(4067),此时涂层表面最光滑整洁。

4) 未加负偏压时,涂层的力学性能最差;加400 V负偏压时,涂层的力学性能最好。

参考文献

- [1] AN Q L, WANG C Y, XU J Y, et al. Experimental Investigation on Hard Milling of High Strength Steel Using PVD-Al-TiN Coated Cemented Carbide Tool[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014, 43: 94—101.
- [2] CHINCHANIKAR S, CHOUDHURY S K. Investigations on Machinability Aspects of Hardened AISI 4340 Steel at Different Levels of Hardness Using Coated Carbide Tools[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2013, 38: 124—133.
- [3] SILVA W M, SUAREZ M P, MACHADO A R, et al. Effect of Laser Surface Modification on the Micro-abrasive Wear

- Resistance of Coated Cemented Carbide Tools [J]. *Wear*, 2013, 302(1):1230—1240.
- [4] WANG Z Y, ZHANG D, KE P L, et al. Influence of Substrate Negative Bias on Structure and Properties of TiN Coatings Prepared by Hybrid HIPIMS Method [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2015, 31(1):37—42.
- [5] 田颖萍, 范洪远, 成靖文. 氮氩流量比对磁控溅射 TiN 薄膜生长织构的影响 [J]. *表面技术*, 2012, 41(3):19—21. TIAN Ying-ping, FAN Hong-yuan, CHENG Jing-wen. Effect of N_2/Ar Flow Ratio on Orientation of TiN Thin Films [J]. *Surface Technology*, 2012, 41(3):19—21.
- [6] 袁琳, 高原, 张维, 等. 负偏压对多弧离子镀 TiN 薄膜的影响 [J]. *表面技术*, 2012, 41(1):20—22. YUAN Lin, GAO Yuan, ZHANG Wei, et al. Effect of Negative Bias Voltage on TiN Coating Deposited by MAIP [J]. *Surface Technology*, 2012, 41(1):20—22.
- [7] ZHAO Y H, GUO C Q, YANG W J, et al. TiN Films Deposition Inside Stainless-steel Tubes Using Magnetic Field-enhanced Arc Ion Plating [J]. *Vacuum*, 2015, 112:46—54.
- [8] 李忠厚, 宫学博, 郭腾腾, 等. 基片偏压改变对镁合金 Ti/TiN 膜质量的影响 [J]. *表面技术*, 2015, 44(1):88—91. LI Zhong-hou, GONG Xue-bo, GUO Teng-teng, et al. Effect of Change of Bias Voltage on the Quality of Ti/TiN Film on Magnesium Alloy [J]. *Surface Technology*, 2015, 44(1):88—91.
- [9] 魏德超, 魏晓伟, 王建, 等. 多弧离子镀 Al 靶弧流对活塞环 AlCrN 涂层性能的影响 [J]. *表面技术*, 2011, 40(4):58—61. WEI De-chao, WEI Xiao-wei, WANG Jian, et al. Effect of Multi-arc Ion Plating Al Target Arc Current on the AlCrN Coating of Piston Ring [J]. *Surface Technology*, 2011, 40(4):58—61.
- [10] TAI C N, KOH E S, AKARI K. Macroparticles on TiN Films Prepared by the Arc Ion Plating Process [J]. *Surf Coat Tech*, 1990, 43:324—335.
- [11] 魏永强, 魏永辉, 蒋志强, 等. 放置方向和沉积时间对 Ti 大颗粒分布状态的影响 [J]. *表面技术*, 2014, 43(5):6—10. WEI Yong-qiang, WEI Yong-hui, JIANG Zhi-qiang, et al. Influence of Placement Orientation and Deposition Time on the Morphology and Distribution of Ti Macroparticles [J]. *Surface Technology*, 2014, 43(5):6—10.
- [12] 魏永强, 张艳霞, 文振华, 等. 脉冲偏压占空比对 TiN/TiAlN 多层薄膜微观结构和硬度的影响 [J]. *表面技术*, 2014, 43(1):1—6. WEI Yong-qiang, ZHANG Yan-xia, WEN Zhen-hua, et al. Effects of Different Pulsed Bias Duty Cycle on the Microstructure and Hardness of TiN/TiAlN Multilayer Coatings [J]. *Surface Technology*, 2014, 43(1):1—6.
- [13] DEVES G, DAUDIN L, BESSY A, et al. An ImageJ Plugin for Ion Beam Imaging and Data Processing at AIFIRA Facility [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2015, 348:62—67.
- [14] GRISHAGIN I V. Automatic Cell Counting with ImageJ [J]. *Anal Biochem*, 2015, 473:63—65.
- [15] UDALAGAMA C, CHEN X, BETTIOL A A, et al. An Ion Beam Analysis Software Based on ImageJ [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2013, 306:59—63.