

基片偏压占空比对多弧离子镀 TiAlSiN 涂层形貌及力学性能的影响

王璐, 金永中, 林修洲, 陈昌浩

(四川理工学院 材料科学与工程学院, 四川 自贡 643000)

摘要: **目的** 采用多弧离子镀膜技术在硬质合金基体表面沉积 TiAlSiN 涂层, 研究占空比参数对 TiAlSiN 涂层的表面形貌和力学性能的影响。 **方法** 使用扫描电子显微镜对涂层的形貌进行观察, 使用自动划痕仪、纳米压痕仪对涂层的力学性能进行检测。 **结果** 占空比在 10%~70% 范围内增加, 离子轰击得到加强, 涂层表面得到很好的改善, 大颗粒与微坑缺陷数量逐渐减少。当占空比增大到 90% 时, 大颗粒和微坑缺陷数量反而增多。 **结论** 随着占空比的增加, 纳米硬度、弹性模量和涂层结合力均先增大后减小, 占空比为 50% 时, 分别达到最大值 48.15 GPa、518.24 GPa、50.55 N。

关键词: 多弧离子镀; TiAlSiN 涂层; 占空比; 表面形貌; 力学性能

中图分类号: TG174.442 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2017)11-0237-04

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2017.11.032

Effects of Substrate Bias Duty Cycle on Morphology and Mechanical Properties of TiAlSiN Coating Deposited by Multi-arc Ion Plating

WANG Lu, JIN Yong-zhong, LIN Xiu-zhou, CHEN Chang-hao

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

ABSTRACT: The work aims to study effects of duty cycle parameters on surface morphology and mechanical properties of TiAlSiN coating by depositing TiAlSiN coating on the surface of cemented carbide substrate by adopting multi-arc ion plating. Morphology of the coating was observed with scanning electron microscope, and mechanical properties of the coating were detected with automatic scratch tester and nano indentation tester. With the increase of duty cycle (10%~70%), the ion bombardment was strengthened, and the coating surface was greatly improved, large particles and tiny-pit defects decreased gradually. However, large particles and tiny-pit defects increased as the duty cycle increased to 90%. Nano-hardness, elastic modulus and adhesion of the coating first increase and then decrease as the duty cycle increases, and reach the maximum value of 48.15 GPa, 518.24 GPa, 50.55 N at 50%, respectively at the duty cycle of 50%.

收稿日期: 2017-04-27; 修订日期: 2017-09-29

Received: 2017-04-27; Revised: 2017-09-29

基金项目: 四川省青年科技创新研究团队项目 (2016TD0024); 四川理工学院科研培育项目 (2014PY10)

Fund: Supported by Foundation of Youth Science and Technology Innovation Team of Sichuan Province (2016TD0024) and Foster Research Project of Sichuan University of Science and Engineering (2014PY10)

作者简介: 王璐 (1994—), 男, 硕士研究生, 主要研究材料表面与界面。

Biography: WANG Lu (1994—), Male, Master graduate student, Research focus: material surface and interface.

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

Corresponding author: JIN Yong-zhong (1972—), Male, Doctor, Professor, Research focus: powder metallurgy material.

KEY WORDS: multi-arc ion plating; TiAlSiN coating; duty cycle; surface morphology; mechanical properties

随着科学技术迅速发展,现代工业对金属和非金属的切削加工提出了新要求,加工精度与表面品质是现代企业研究的两大方向,随着现代社会环保意识不断提高,不仅要追求经济性,更要满足生态性^[1]。传统的切削加工刀具材料包括常见的高速钢以及普通硬质合金,已难以符合现在的工业需求^[2-4]。TiAlSiN 涂层具有耐磨损、抗氧化性能好、硬度高、低摩擦系数等优点,可以作为刀具表面理想的保护材料,使用镀有 TiAlSiN 涂层的金属切削刀具,使用寿命长,可节约能源^[5]。

真空镀膜技术作为一种新型的科学研究手段,也为制备薄膜新工艺奠定了一定的基础^[6-7]。工业上现有的涂层材料制备技术主要分为两类:物理气相沉积法(PVD)和化学气相沉积法(CVD)。CVD 法有一定的局限性,主要体现在基体材料、反应物、生成物的选择方面,成本高,废气会污染环境^[8-11]。与 CVD 法相比,PVD 法的优点主要体现在涂层附着力好、薄膜致密均匀、薄膜厚度易于控制、靶材的可选择范围广、溅射范围宽以及重复性好,体现出独有的优越性能^[12-14]。目前,国内外的研究者已较系统地研究了脉冲偏压、弧电流、气体总流量等其他因数对 TiAlSiN 涂层的影响,但对于占空比这一重要工艺参数的研究鲜有报道。因此,本实验采用多弧离子镀膜技术,在硬质合金基体表面沉积 TiAlSiN 涂层,研究不同占空比对 TiAlSiN 涂层显微形貌和力学性能的影响,为多弧离子镀膜技术的工业化应用提供一定的基础实验数据^[15]。

1 实验

1.1 方法

本实验采用 YT 硬质合金作为镀膜基体。首先将硬质合金进行镶样,然后用不同粒度的金相砂纸和金刚石研磨膏抛光其表面,直至试样表面无明显划痕,再依此用乙醇、丙酮进行超声清洗,并用电吹风进行干燥待用。将前处理后的基体试样固定在多弧离子镀膜机内,先将镀膜机内腔抽真空至 1.0×10^{-3} Pa,以 100 mL/min 的速率通入高纯氩气(99.999%),然后在 800 V 脉冲负偏压条件下对试样进行 10 min 辉光清洗;随后将偏压降至 200 V,打开 $\text{Ti}_{56.7}\text{Al}_{37.8}\text{Si}_{5.5}$ (原子数分数)靶电源引弧,调节弧电流至 100 A,对硬质合金基体进行弧光清洗,并沉积 TiAlSi 过渡层 10 min;最后以 360 mL/min 速率通入 N_2 ,将氩气速率改为 40 mL/min,改变占空比(10%、30%、50%、70%、90%),

沉积 TiAlSiN 涂层 1 h。

1.2 检测方法

采用捷克 TEACAN 公司(VEGA-3 型)扫描电子显微镜对 TiAlSiN 涂层 SEM 形貌进行观察。采用德国布鲁克公司(D8 ADVANCE 型)X 射线衍射仪表征涂层的物相组成。

利用奥地利安东帕公司(NHT-2 型)纳米压痕仪测定涂层的纳米硬度与弹性模量,参数设置如下:加载速率 25 mN/min,卸载速率 25 mN/min,保载时间 10 s,最大压入深度 100 nm(小于涂层厚度的 1/10)。为减小误差,对每个样品测试 5 个点,去掉 2 个最值(最小值和最大值),对中间 3 个点取均值。

利用兰州中科(WS-2005 型)自动划痕仪测定涂层的结合力,参数设置如下:加载载荷 100 N,加载速度 100 N/min,划痕长度 5 mm。每个试样测 3 个点,取均值。

2 结果与讨论

2.1 TiAlSiN 涂层形貌分析

图 1 为采用不同占空比所制备出的 TiAlSiN 涂层的微观形貌。根据图 1 可以观察到,当占空比为 10% 时,微坑缺陷与大颗粒数量较多,原因在于占空比过小,离子得到的能量不足,轰击效果不好,导致涂层表面得不到很好的清洗。加大占空比(30%~70%),离子轰击得到了增强,涂层的表面形貌得到了较好的改善,微坑缺陷与大颗粒数量逐渐减少。当占空比增大到 90% 时,大颗粒和微坑缺陷数量反而增多。

2.2 物相组成分析

图 2 是在不同占空比条件下制备的 TiAlSiN 涂层的物相结构。当占空比为 10% 时,由于占空比过小,脉冲偏压的间隔时间长,导致等离子体区域获得的能量少,溅射的靶材粒子经过等离子体区域时得不到充足的动能,沉积速率低,涂层极薄,“暴露”了基体,因此检测出了 WC 相结构,并且涂层晶粒结晶度高、粒径大,(200)晶面的择优取向强度高。加大占空比(30%~50%), (200)晶面的择优取向强度逐渐减弱, (111)晶面衍射峰强度逐渐增强,并且晶粒得到细化,衍射峰宽度明显变大。继续加大占空比(70%~90%), (111)晶面衍射峰强度逐渐减弱, (200)晶面择优取向强度逐渐加强。

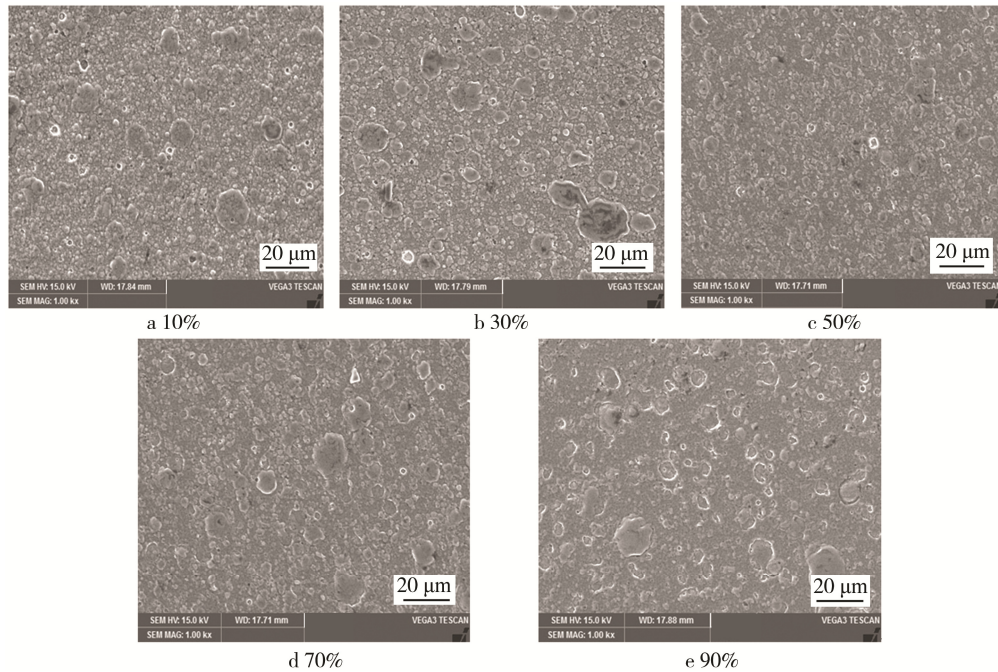


图 1 占空比对 TiAlSiN 涂层形貌的影响

Fig.1 Effects of duty cycle on morphology of TiAlSiN coating

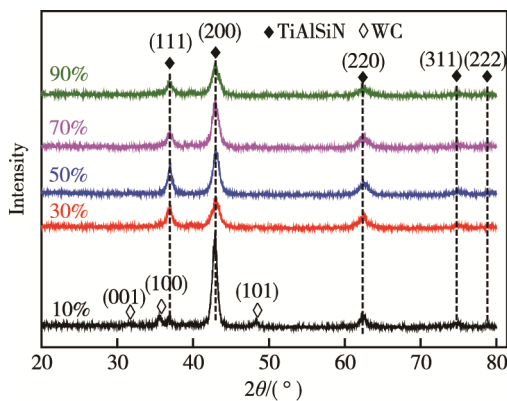


图 2 不同占空比条件下的 TiAlSiN 涂层的物相组成

Fig.2 Phase composition of TiAlSiN coating at different duty cycles

2.3 力学性能分析

图 3 是不同占空比对 TiAlSiN 涂层力学性能的影响。由图 3 可知, 随着占空比的增加, 纳米硬度、弹性模量和涂层结合力均呈现先增大后减小的趋势, 占空比为 50% 时, 分别达到了最大值 48.15 GPa、518.24 GPa、50.55 N。占空比过低 (10% 和 30%) 时, 脉冲偏压间隔时间长, 导致等离子体区域获得的能量过少, 溅射的靶材粒子经过等离子体区域时得到的动能不足, 沉积速率低, 离子轰击能力薄弱, 导致涂层表面粗糙, 大颗粒和微坑导致了涂层的力学性能差。占空比过高 (70% 和 90%) 时, 离子轰击过度, 基体过热, 涂层晶粒 (200) 晶面的择优取向强度过高, 涂层表面的二次溅射情况加剧, 导致涂层与基体之间界面的应力过大, 表面微坑和组织性能恶化, 最终使涂层的

力学性能下降。综上, 占空比为 50% 时, 涂层的力学性能最佳。

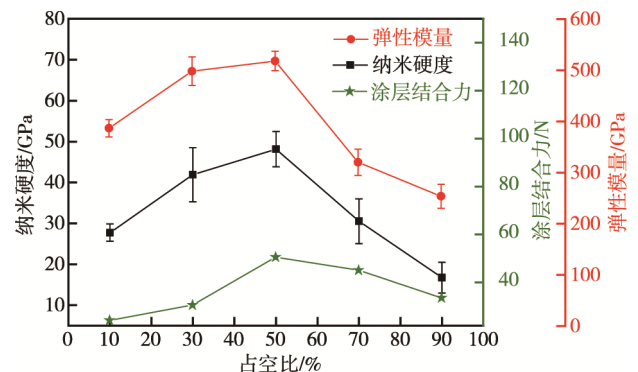


图 3 占空比对 TiAlSiN 涂层力学性能的影响

Fig.3 Effects of duty cycle on mechanical properties of TiAlSiN coating

3 结论

1) 随着占空比的增加, 离子轰击得到增强, 涂层表面形貌得到很好的改善, 大颗粒与微坑缺陷数量逐渐减少。当占空比增大到 90% 时, 大颗粒和微坑缺陷数量反而增多。

2) 加大占空比 (10%~50%), (200) 晶面的择优取向强度逐渐减弱, (111) 晶面的衍射峰强度逐渐增强, 并且晶粒得到细化, 衍射峰宽度明显变大。继续加大占空比 (50%~90%), (111) 晶面衍射峰强度逐渐减弱, (200) 晶面的择优取向强度逐渐加强。

3) 力学性能方面, 纳米硬度、弹性模量、涂层结合力均随着占空比的增加呈先增大后减小的趋势,

占空比为 50%时,涂层的力学性能最佳,分别为 48.15 GPa、518.24 GPa、50.55 N。

参考文献:

- [1] 王青成. 高速切削加工技术及其应用[J]. 装备制造技术, 2010(10): 127-129.
WANG Qing-cheng. High Speed Cutting Machining Technology and Its Application[J]. Equipment Manufacturing Ring Technology, 2010(10): 127-129.
- [2] VERESCHAKA A A, VOLOSOVA M A, BATAKO A D, et al. Development of Wear-resistant Coatings Compounds for High-speed Steel Tool Using a Combined Cathodic Vacuum Arc Deposition[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2016, 84(5): 1471-1482.
- [3] 张而耕, 朱州, 张体波. 超硬纳微米 PVD 涂层技术在刀具领域的应用及研究进展[J]. 表面技术, 2016, 44(4): 89-92.
ZHANG Er-geng, ZHU Zhou, ZHANG Ti-bo. Application and Research Progress of Super Hard Nano-micron PVD Coating Technology in the Field of Cutting Tools [J]. Surface Technology, 2016, 44(4): 89-92.
- [4] 覃正海, 鲜广, 赵海波, 等. 切削刀具表面 TiCN 涂层的研究现状与发展[J]. 表面技术, 2016, 45(6): 125-130.
QIN Zheng-hai, XIAN Guang, ZHAO Hai-bo, et al. Research Status and Development of TiCN Coating on Cutting Tools Surface[J]. Surface Technology, 2016, 45 (6): 125-130.
- [5] KONG De-jun, FU Gui-zhong. Nanoindentation Analysis of TiN, TiAlN, and TiAlSiN Coatings Prepared by Cathode Ion Plating[J]. Science China Technological Sciences, 2015(58): 1360-1368.
- [6] 邸英浩, 胡晓锋, 李红娟. 浅析真空镀膜技术的现状及进展[J]. 科技风, 2014(4): 272.
DI Ying-hao, HU Xiao-feng, LI Hong-juan. The Present Situation and Development of Vacuum Coating Technology[J]. Technology Wind, 2014(4): 272.
- [7] CHEN M H, CAI F, CHEN W L, et al. Influence of Vacuum Annealing on Structures and Properties of Al-Ti-Si-N Coatings with Corrosion Resistance[J]. Surface & Coatings Technology, 2017, 312: 25-31.
- [8] CHEN J K, CHANG C L, SHI Y N, et al. Structure and Properties of (TiAlSi)N Films[J]. Procedure Engineering, 2012, 36(6): 335-340.
- [9] ABDULLAH M Z B, AHMAD M A, ABDULLAH A N, et al. Metal Release of Multilayer Coatings by Physical Vapour Deposition (PVD)[J]. Procedure Engineering, 2016, 148: 254-260.
- [10] MUHAMMAD A, MUHAMMAD R, FRIDE V B, et al. Facile Synthesis of Novel Octopus Like Carbon Nanostructures by Chemical Vapor Deposition[J]. Diamond and Related Materials, 2017, 74: 145-153.
- [11] 杨西, 杨玉华. 化学气相沉积技术的研究与应用进展[J]. 甘肃水利水电技术, 2008, 44(3): 211-213.
YANG Xi, YANG Yu-hua. Progress in Research and Application of Chemical Vapor Deposition[J]. Gansu Water Conservancy and Hydropower Technology, 2008, 44(3): 211-213.
- [12] SHI Guo-dong, WU Zhan-jun, JIANG Chun-yu, et al. Porous Alumina Ceramics Produced by Physical Vapor Deposition Assisted Freeze-casting Method[J]. Materials Letters, 2015, 161: 580-582.
- [13] 吴笛. 物理气相沉积技术的研究进展与应用[J]. 机械工程与自动化, 2011(4): 214-216.
WU Di. Research Progress and Application of Physical Vapor Deposition[J]. Mechanical Engineering and Automation, 2011(4): 214-216.
- [14] 李健, 韦习成. 物理气相沉积技术的新进展[J]. 材料保护, 2000, 33(1): 91-93.
LI Jian, WEI Xi-cheng. Recent Advances in Physical Vapor Deposition[J]. Material Protection, 2000, 33(1): 91-93.
- [15] 陈强, 张而耕, 张锁怀. TiAlN, TiAlSiN 涂层的制备及其切削性能[J]. 表面技术, 2017, 46(1): 118-123.
CHEN Qiang, ZHANG Er-geng, ZHANG Suo-huai. Preparation of TiAlN, TiAlSiN Coating and Its Cutting Performance[J]. Surface Technology, 2017, 46(1): 118-123.