

N₂ 流量比对 AlCrMoSiN 涂层组织结构和性能的影响

葛敏, 刘艳梅, 李壮, 王重阳, 张蕊, 王铁钢

(天津职业技术师范大学 天津市高速切削与精密加工重点实验室, 天津 300222)

摘要: 目的 减少硬质合金刀具在干式切削时产生的切削热, 降低切削温度, 从而提高刀具使用寿命。向 AlCrSiN 涂层中掺杂 Mo 元素, 在涂层服役过程中易生成层状 MoO₃ 润滑膜, 降低刀面与切屑和工件间的摩擦, 实现涂层刀具的自润滑功能。**方法** 利用高功率脉冲磁控溅射和脉冲直流磁控溅射复合技术制备 AlCrMoSiN 涂层, 改变反应气体 N₂ 流量, 调节涂层的成分和结构。采用 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜分析 AlCrMoSiN 涂层的物相成分和微观结构, 利用纳米压痕仪、划痕仪和摩擦试验机分别测试涂层的力学性能和摩擦学行为。**结果** 当 N₂ 流量比增大, AlCrMoSiN 涂层沿(111)晶面择优生长, 衍射峰变得尖锐, (111)和(200)晶面衍射峰向小角度偏移。当 N₂ 流量比为 16% 时, 涂层的硬度和弹性模量最大, 分别为 17.56 GPa 和 292.31 GPa。当 N₂ 流量比为 18% 时, 涂层的临界载荷最高, 约为 70.6 N, 摩擦系数最低达 0.54, 磨损率为 $1.3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/(\text{N} \cdot \mu\text{m})$, 此时涂层最耐磨。**结论** N₂ 流量比对涂层组织结构有重要影响, 随着 N₂ 流量比增大, 涂层的力学性能与摩擦磨损性能逐渐改善。

关键词: 复合磁控溅射; AlCrMoSiN 涂层; N₂ 流量比; 自润滑; 微观结构; 力学性能; 摩擦磨损性能

中图分类号: TG174.4

文献标识码: A

文章编号: 1672-9242(2023)03-0108-09

DOI: 10.7643/issn.1672-9242.2023.03.014

Effects of N₂ Flow Ratio on Microstructure and Properties of AlCrMoSiN Coatings

GE Min, LIU Yan-mei, LI Zhuang, WANG Chong-yang, ZHANG Rui, WANG Tie-gang

(Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Manufacturing, Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, China)

ABSTRACT: The work aims to reduce the cutting heat generated by carbide tools during dry cutting, reduce the cutting temperature, and thus improve the tool life. Mo elements were doped into the AlCrSiN coating, and the laminar MoO₃ lu-

收稿日期: 2023-01-18; 修订日期: 2023-03-08

Received: 2023-01-18; Revised: 2023-03-08

基金项目: 天津市教委科研计划 (2021ZD005, 2022ZD020, 2022ZD033)

Fund: The Key Projects of Scientific Research Plan of Tianjin Education Commission (2021ZD005, 2022ZD020, 2022ZD033)

作者简介: 葛敏 (1997—), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为刀具涂层技术。

Biography: GE Min (1997-), Female, Postgraduate, Research focus: tool coating technology.

通讯作者: 刘艳梅 (1976—), 女, 硕士, 副教授, 主要研究方向为硬质薄膜。

Corresponding author: LIU Yan-mei (1976-), Female, Master, Associate professor, Research focus: hard films.

通讯作者: 王铁钢 (1978—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为刀具涂层技术。

Corresponding author: WANG Tie-gang (1978-), Male, Doctor, Professor, Research focus: tool coating technology.

引文格式: 葛敏, 刘艳梅, 李壮, 等. N₂ 流量比对 AlCrMoSiN 涂层组织结构和性能的影响[J]. 装备环境工程, 2023, 20(3): 108-116.

GE Min, LIU Yan-mei, LI Zhuang, et al. Effects of N₂ Flow Ratio on Microstructure and Properties of AlCrMoSiN Coatings[J]. Equipment Environmental Engineering, 2023, 20(3): 108-116.

bricating film was easily generated during the service of the coating, which reduced the friction between the tool surface and chips and the workpiece, and realized the self-lubricating function of the coated tool. The AlCrMoSiN coating was prepared by high power pulsed magnetron sputtering and pulsed DC magnetron sputtering composite technology, and the composition and structure of the coating were adjusted by changing the flow rate of the reaction gas N_2 . The physical phase composition and microstructure of the AlCrMoSiN coating were analyzed with X-ray diffractometer and scanning electron microscope. The mechanical properties and tribological behavior of the coatings were tested through a nanoindenter, a scratch tester and a friction tester, respectively. With the increase of N_2 flow ratio, the AlCrMoSiN coating grew selectively along the (111) crystal plane, the diffraction peaks became sharp, and the diffraction peaks on the (111) and (200) crystal planes were shifted to a small angle. When the N_2 flow ratio was 16%, the hardness and elastic modulus of the coating were the highest, which were 17.56 GPa and 292.31 GPa, respectively. When the N_2 flow ratio was 18%, the coating was the most wear-resistant at critical load of about 70.6 N, the lowest friction coefficient of 0.54 and the wear rate of $1.3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/(\text{N} \cdot \mu\text{m})$. The N_2 flow ratio has an important effect on the coating organization, and the mechanical properties and tribological wear properties of the coating gradually improve as the N_2 flow rate ratio increases.

KEY WORDS: hybrid magnetron sputtering; AlCrMoSiN coating; N_2 flow ratio; self-lubricating; microstructure; mechanical property; tribological wear property

切削刀具作为机械加工的“牙齿”，对提升制造业技术水平，发挥着不可替代的作用。随着我国在机械加工领域的不断创新，传统刀具生产效率低，切削质量差^[1]，不再适用于高强度加工。涂层刀具的出现减少了切削过程中的摩擦损耗，缓解了工件上的积屑瘤堆积^[2]，同时在刀具适用度与切削精度方面展现出更好的优势。因此，不断完善刀具涂层的设计体系与使用性能对制造业发展具有重大意义^[3-5]。

为响应绿色发展要求，传统加工方式因切削液污染严重、切屑不易收集等缺点，逐渐被干式切削取代^[6-7]。AlCrSiN 涂层因优异的抗氧化性以及抗腐蚀性被广泛应用，但该涂层摩擦系数高，切削过程产生大量切削热，限制了 AlCrSiN 涂层刀具在干式切削领域的发展，故优化涂层的摩擦性能成为涂层制备的关键。过渡族钼元素是一种理想的固体润滑剂，在服役过程中，易与氧气反应，形成层状的 MoO_3 ，起到减磨与润滑的作用。张海瑜等^[8]研究了 Mo 含量对铁基涂层摩擦性能的影响，发现 Mo 的质量分数为 30% 时，涂层的摩擦系数降至最低 0.55，Mo 元素的加入促使摩擦界面形成 MoO_3 膜层，具有显著的润滑作用。蒙德强^[9]通过提高 CrMo 靶功率，发现涂层的摩擦系数从 0.65 降至 0.56，在摩擦过程中形成的润滑氧化膜 MoO_3 ，发挥了减磨作用。Kim 等^[10]采用电弧离子镀与直流磁控溅射混合技术制备 Cr-Mo-N 涂层，Mo 的加入形成了 (Cr, Mo)N 固溶相，Mo 的原子分数为 30.4% 时，摩擦系数从纯 CrN 涂层的 0.49 降至 0.37，并认为由于生成了固体润滑剂 MoO_3 而提高了涂层的抗磨损性能。在反应沉积过程中， N_2 流量的多少直接决定着涂层中 Mo 元素的存在形式，从而影响其润滑性能，尤其在含 Si 和 Mo 的纳米复合涂层中，关于 N_2 流量比的研究鲜有报道^[11]。

脉冲直流磁控溅射具有沉积速率高、性能稳定等

优点，但粒子能量低，导致原子迁移率差，而高功率脉冲磁控溅射具有较高的离化率与峰值功率，可低温沉积结构致密、力学性能好、长寿命的高质量涂层。若将两者复合，可充分发挥各自优势，实现高效率沉积高质量薄膜。关于利用高功率脉冲磁控溅射与脉冲直流磁控溅射复合技术研制 AlCrMoSiN 涂层，蒙德强^[9]、李壮^[12]已探究过靶材溅射功率、工作压强等工艺参数对 AlCrMoSiN 涂层组织结构的影响规律。在此基础上，本文进一步通过改变 N_2 流量调控涂层成分和结构，进而提升其各项性能，系统研究 N_2 流量比对涂层组织结构、力学性能和摩擦磨损性能的影响，获得 AlCrMoSiN 涂层组织结构演变规律和硬度、弹性模量、摩擦磨损性能的变化规律，以及相应的影响机理。

1 试验

1.1 涂层制备

利用高功率脉冲磁控溅射和脉冲直流磁控溅射复合技术，在抛光的硬质合金（25 mm×25 mm×3.5 mm）、单晶硅片（30 mm×30 mm×0.67 mm）和不锈钢（20 mm×18 mm×2.0 mm）表面沉积 AlCrMoSiN 涂层。所有基体依次在脱脂剂、超纯水、无水乙醇中超声清洗 15 min，干燥后固定于装夹板，并悬挂于炉内。选用 AlCrSi 合金靶（原子比为 6:3:1）连接高功率脉冲磁控溅射，CrMo 合金靶（原子比为 1:4）连接脉冲直流磁控溅射。开启粗抽阀，抽至 3.9 Pa，分子泵全速时，开启精抽阀，抽至 6.0×10^{-3} Pa，沉积温度设为 400 °C。通入 Ar（99.99%），流量为 200 L/min，调整节流阀，将工作压强控制为 1.5 Pa，设置偏压为 -800 V，对基体辉光放电清洗 15 min。保持偏压不变，开启电弧 Cr 靶进行离子轰击清洗。再将偏压调至

-150 V, 通入反应气体氮气, 沉积 CrN 过渡层, 以提高涂层的结合力。保持沉积压强为 1.6 Pa, 将 AlCrSi 靶溅射功率调为 1.2 kW, CrMo 靶溅射功率设置为 0.4 kW, 分别通入不同的氮气流量, 而氮气与氩气总流量保持为 250 L/min, 制备 AlCrMoSiN 涂层, 沉积时间为 6 h, 其中详细工艺参数见表 1。

表 1 AlCrMoSiN 涂层沉积参数
Tab.1 Deposition parameters of AlCrMoSiN coatings

Sample No	N ₂ flow/(L·min ⁻¹)	Ar flow/(L·min ⁻¹)	Deposition temperature/°C	Working pressure/Pa
1	35	215	400	1.6
2	40	210	400	1.6
3	45	205	400	1.6
4	50	200	400	1.6
5	55	195	400	1.6

1.2 性能测试与结构表征

采用 X 射线衍射仪 (D8-Discovery, Bruker, Billerica, USA) 对涂层进行物相分析, 电流为 40 mA, 电压为 40 kV, 扫描步长为 0.01°, 扫描速度为 0.02 (°)/s, 衍射角范围为 20°~90°, Cu 靶单色 Ka 射线作为检测射线, 对应 X 射线波长为 0.154 1 nm。采用日立高分辨率 U8010 型扫描电子显微镜观察涂层的表面与截面形貌, 并利用美国 EDAX 公司生产的 Octane Elect EDS 系统分析涂层的化学成分。利用安东帕商贸有限公司生产的 THT 型高温摩擦磨损试验机测试涂层的摩擦系数, 摩擦温度为 (23±2) °C, 空气湿度为 25%±5%, 选择氧化铝球 (直径为 6.15 mm, 硬度为 1 800HV0.2) 作为涂层摩擦学性能评估的对应物, 施加 4 N 的法向恒定载荷, 摩擦圈数为 3 000 圈。利用美国 KLA-Tencor 公司生产的 Alpha Step D-300 型探针式轮廓仪, 测出涂层的磨痕横截面积, 代入公式 $K=V/(L \times S)$, 计算出磨损率, 其中 V 表示磨损体积, L 表示法向载荷, S 表示摩擦距离。利用 VHX-1000C 型超景深显微镜观察涂层的磨痕形貌, 分析涂层的磨损失效机理。利用 Anton Paar 公司制造的 TTX-NHT-3 型纳米压痕仪测试涂层的纳米硬度 (H) 及弹性模量 (E), 载荷为 10 mN, 保压时间为 10 s, 并进一步计算 H/E 、 H^3/E^2 值。利用 Anton Paar 公司生产的 RST-3 型划痕仪测试涂层的结合强度, 划痕长度为 3 mm, 划痕速率为 6 mm/min, 法向载荷由 0 N 均匀增加至 100 N。

2 结果与分析

2.1 元素成分

不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的化学成分如图 1 所示。由图 1 可知, 随着 N₂ 流量比增加, N

元素的原子分数由 26.34% 逐渐上升至 37.90%, Al 由 30.20% 降至 23.32%, Cr、Mo、Si 元素含量略微下降。当 N₂ 流量比较低 (14%、16%) 时, 元素成分变化不明显, 归因于这一过程中沉积压强保持恒定, 参与放电的气体分子数量不变, 溅射粒子平均自由程变化较小, 与气体离子碰撞几率不变, 氮原子未能充分与金属离子发生化合反应, 涂层中元素成分受 N₂ 流量的影响就会较小; 另一方面, 在相同工作压强下, N₂ 分压升高, Ar 分压减小, 由于 Ar 溅射系数高于 N₂ [13], 使得 2 个合金靶材中粒子的溅射产额大幅降低, 而 Al 元素相对其他金属元素的离化率更低 [14], 因此涂层中 Al 元素的下降速率更显著; 另外, 随着 N₂ 流量的增加, 电压逐渐升高, 会引起靶材中毒, 降低沉积效率, 影响涂层金属元素成分下降。

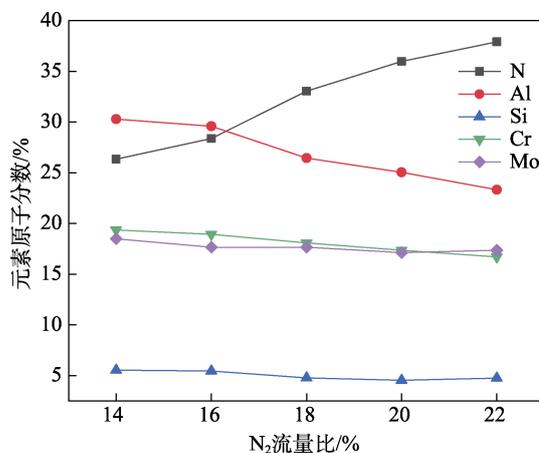


图 1 不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的化学成分
Fig.1 Chemical composition of AlCrMoSiN coatings prepared with different N₂ flow ratios

2.2 物相分析

不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的 XRD 图谱如图 2 所示。由图 2 可知, 当 N₂ 流量比为 14% 和 16% 时, 涂层在低角度处的衍射峰较弱。因为 CrN、Mo₂N 以及氮化硅的结合能分别为 574.4、228.3、101.8 eV [15], 根据能量最低原理, N 与 Si 优先反应形成非晶 Si₃N₄, 剩余的 N 与金属元素 (Al、Cr、Mo) 结合, 生成金属氮化物, 导致涂层结晶度过低。当氮气流量比由 18% 提高至 20% 时, fcc-CrN、cubic-Mo₂N 相沿 (111) 晶面择优生长。Du 等 [16]、Goldfarb 等 [17] 研究发现, 涂层中立方结构晶胞的生长受应变能与表面能的共同影响, 晶面取向的应变能是 (111) < (200), 晶面取向的表面能是 (200) < (220) < (111)。当 N₂ 流量比为 20% 时, 较高的 N₂ 浓度会削弱溅射粒子的动能, 导致成膜粒子沿着应变能最低的 (111) 晶面择优生长。同时, 随着 N₂ 流量比升高, 清晰可见沿 (111)、(200) 晶面生长的衍射峰向低角度偏移。这是由于涂层沉积过程中, 发生了固溶置换, Al、Cr、Mo 等元素因离子半径差异引起晶格畸变, 是导致衍射峰发生偏移的重

要原因^[18]。另一方面, N_2 流量增加, 反应更加充分, 改变了涂层内应力状态, 导致衍射峰向小角度偏移^[19]。当 N_2 流量比为 22% 时, 在 (1010) 晶面上的 hcp-AlN 衍射峰消失, 且在 (333)、(440) 晶面上的 Al_2O_3 衍射峰也消失。当 N_2 流量比较低时, 氧化物的存在是由于真空室内残存的氧气、反应气体中或靶材中存在的微量氧杂质均可能与 Al 元素反应, 形成 Al_2O_3 。当 N_2 流量增多时, 氧杂质相对含量降低, 形成的氧化物衍射峰变得不明显。涂层中也未检测出 Si_3N_4 等含 Si 化合物的衍射峰。Hirohata 等^[20]指出, 氮化硅结晶温度一般超过 1 000 °C, 而制备 AlCrMoSiN 涂层所使用的沉积温度为 400 °C, 远低于氮化硅的结晶温度, 因此 Si 元素可能以非晶态存在。

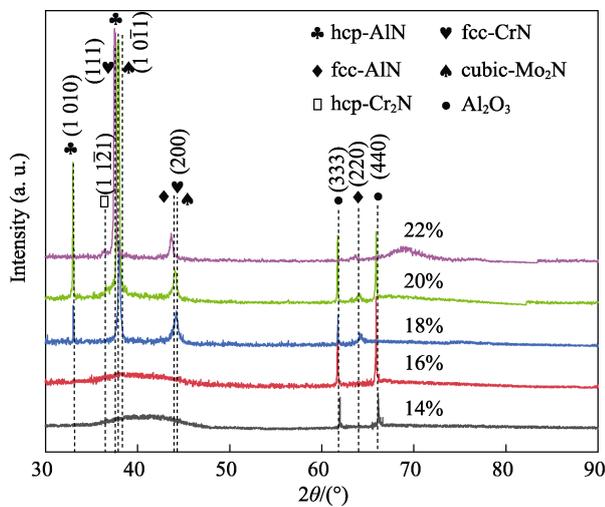


图 2 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的 XRD 图谱
Fig.2 XRD patterns of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

2.3 微观结构

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的表面形貌如图 3 所示。在 N_2 含量比较低 (14%、16%) 时, 涂层中的非晶 (Si_3N_4) 含量多, 形成的纳米晶晶粒很小, 导致晶体学特征不明显, 与图 2 中 XRD 结果相一致。随着 N_2 流量比升高, 氮化物 (CrN, AlN 等) 反应充分, 涂层结晶度升高, 表面形貌发生明显变化。氮气流量比持续增加, 衍射峰增强, 形成的纳米晶顶部呈现菜花状。当 N_2 流量比增至 22% 时, 涂层中的晶粒顶部呈现“三棱锥”状^[21-22]。

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的截面形貌如图 4 所示。可以看出, 随着 N_2 流量比的增加, 涂层中柱状结构变得更加明显, 基体、过渡层 (CrN)、涂层三者之间界面清晰。当 N_2 流量比为 14%、16% 时, 镀膜室内的氮原子与 Si 充分反应, 形成更多的非晶相 Si_3N_4 , 非晶相包裹纳米晶, 束缚了 AlN、CrN 晶粒的生长, 导致晶粒尺寸较小, 截面呈现模糊的玻璃状结构。随着 N_2 流量比增加至 18%, AlCrMoSiN 涂层在 (111) 晶面择优生长, 截面逐渐向致密有序的柱状晶转化。

2.4 力学性能

2.4.1 硬度与弹性模量

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的硬度和弹性模量如图 5 所示。从图 5 中可以看出, 随着 N_2 流量增加, 硬度呈现先增大、后减小的趋势。在 N_2 流量比为 16% 时, 涂层的硬度达到最高值 17.56 GPa。结合 XRD 分析结果, 当 N_2 流量比为 14% 时, 涂层中形成较多的非晶相, 抑制了晶粒生长, 导致涂层较

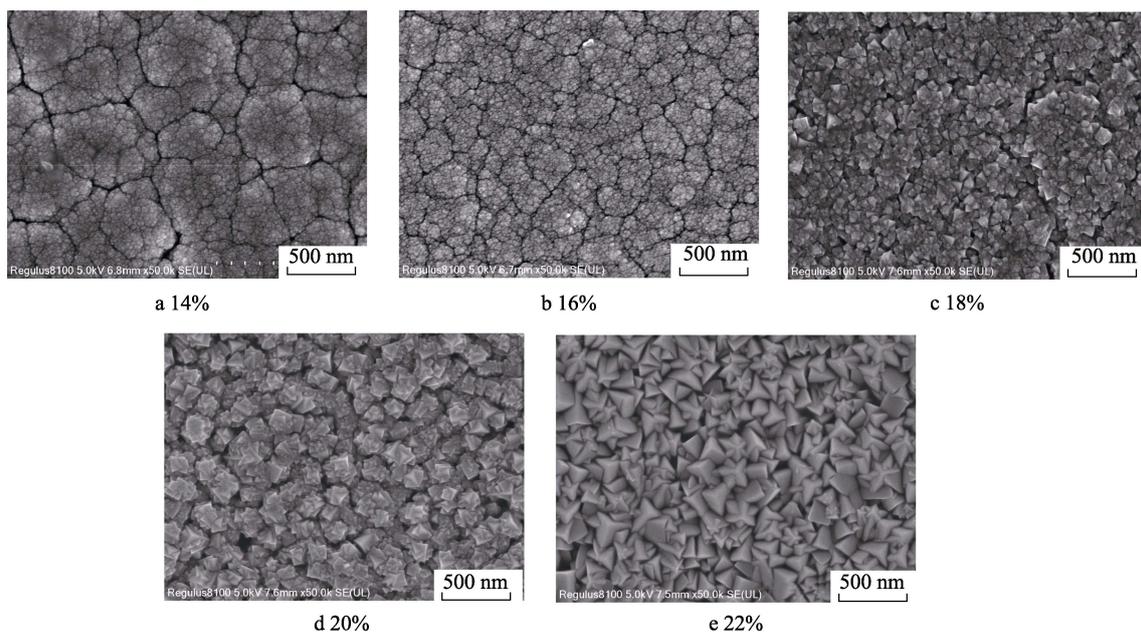


图 3 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的表面形貌
Fig.3 Surface morphology of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

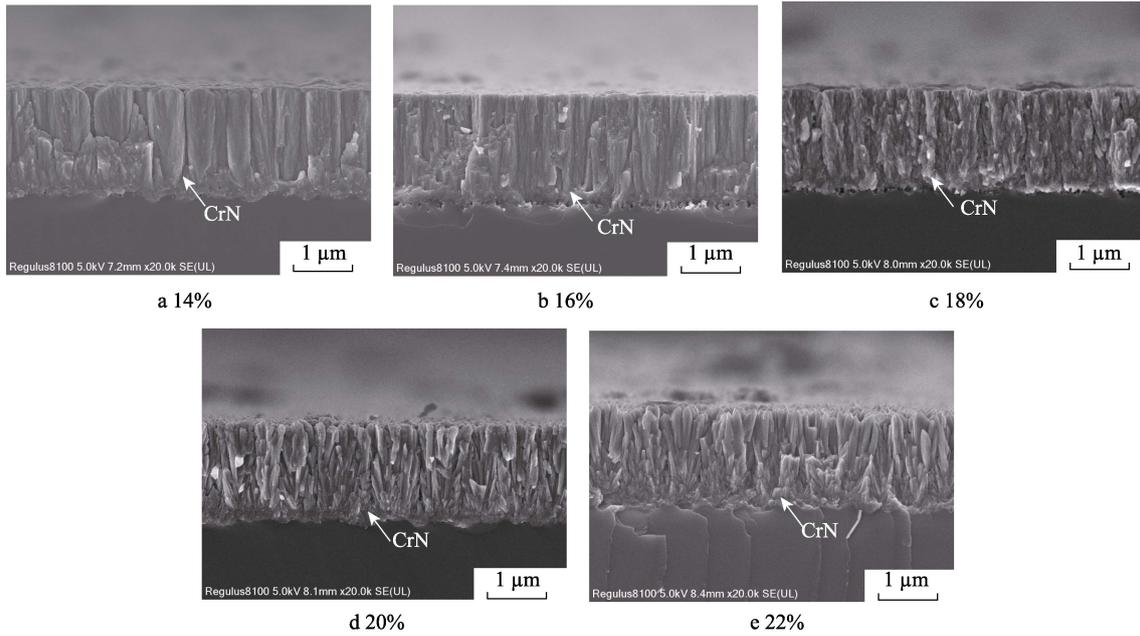


图4 不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的截面形貌
Fig.4 Cross-sectional morphology of AlCrMoSiN coatings prepared with different N₂ flow ratios

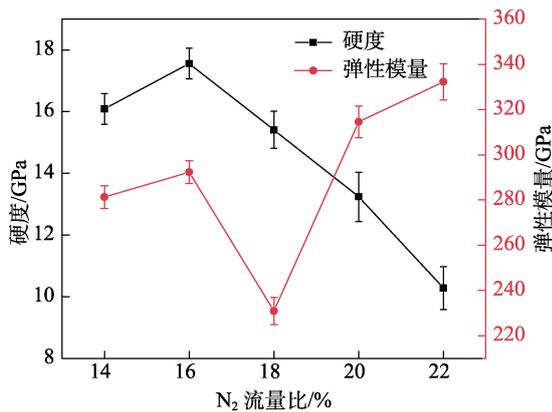


图5 不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的硬度和弹性模量

Fig.5 Hardness and elastic modulus of AlCrMoSiN coatings prepared with different N₂ flow ratios

软。随着 N₂ 流量比增大, AlN、CrN 等氮化物逐渐形成, 非晶相以一定比例包裹纳米晶, 形成纳米复合结构, 两相界面起到了强化作用^[23-24]。N₂ 流量比进一步增大, 更多金属元素与氮原子反应, 形成氮化物, 非晶相含量相对减少, 同时产生了新的 Mo₂N 相, 该相极易产生晶面滑移和位错, 从而导致涂层硬度下降。弹性模量在低氮气流量比 (14%、16%) 下与硬度呈正相关, 在 N₂ 流量比为 16% 时, 弹性模量为 292.31 GPa; 当 N₂ 流量比超过 18% 时, 弹性模量快速升高, 但此时由于硬度急剧下降, 涂层抵抗弹性变形的能力也在下降; N₂ 流量比为 22% 时, 弹性模量达到最高值 335.26 GPa。

2.4.2 特征值 H/E 、 H^3/E^{*2}

不同 N₂ 流量制备的 AlCrMoSiN 涂层的 H/E 、

H^3/E^{*2} 值如图 6 所示。上述特征值也是衡量涂层力学性能的重要指标, 可以反映涂层抵抗弹性应变的能力、涂层的断裂韧性和耐磨性。 H/E 越大, 表明涂层发生弹性变形时吸收能量的能力越强; H^3/E^{*2} 越大, 表明涂层抵抗塑性变形的能力越强。公式 $E^*=E/(1-\nu^2)$ 中, ν 为涂层泊松比。由图 6 可知, 涂层的 H/E 、 H^3/E^{*2} 随着 N₂ 流量比的增加呈现先升高、后降低的趋势。结合微观结构与 XRD 结果, N₂ 流量比较低时, 非晶相抑制了纳米晶生长, 结晶度较差, 晶粒呈现玻璃状, 影响了涂层的韧性; 当流量比高于 18% 时, 氮化物增多, 涂层较软, 导致韧性降低; 当 N₂ 流量比为 18% 时, 涂层的 H/E 、 H^3/E^{*2} 分别达到了最高值 0.067 和 0.04 GPa, 表明涂层此时的抗弹性应变能力最强, 韧性最好。

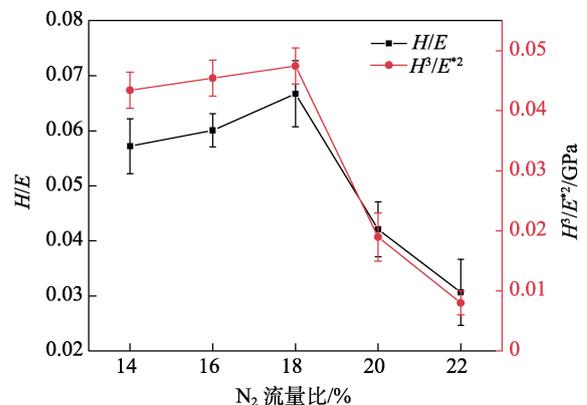


图6 不同 N₂ 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的 H/E 和 H^3/E^{*2}
Fig.6 H/E and H^3/E^{*2} of AlCrMoSiN coatings prepared with different N₂ flow ratios

2.4.3 临界载荷

涂层与基体间的结合强度通常被定义为涂层/基体分离的能量^[25], 结合强度也被称为临界载荷。不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的划痕形貌如图 7 所示。本次试验的临界载荷由表面划痕法测得。法向载荷从 0 N 逐渐增至 100 N, 在法向和切向载荷的联合作用下, 涂层首先出现塑性变形, 随后在划痕处产生一些碎屑和裂纹, 最终涂层从基体上剥离, 表明涂层完全失效^[26-27]。AlCrMoSiN 涂层的临界载荷与不同

N_2 流量比之间的关系如图 8 所示。由图 8 可知, N_2 流量比升高到 18% 时, 涂层的结合强度明显提高, 达到最高值 70.6 N。此时, 涂层具有典型的纳米复合结构, 两相界面起到强化作用。另外, 适量的 Mo 含量可以提高 AlCrMoSiN 涂层的韧性, 当受到剪应力和压应力作用时, 那些尺寸较小的晶粒极易发生滑移, 提高涂层弹性应变的能力, 抑制裂纹产生。当 N_2 流量比高于 18% 时, 氮化物相增多, 结晶度升高, 柱状晶体易出现穿晶断裂, 涂层较脆易剥落, 临界载荷降至最小值 59.5 N。

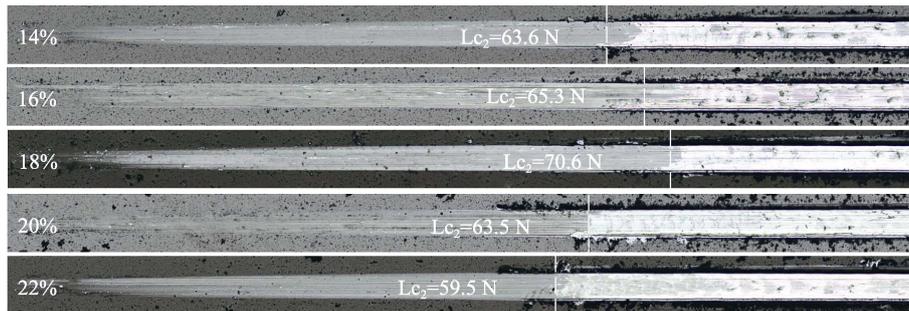


图 7 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的划痕形貌
Fig.7 Scratch morphology of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

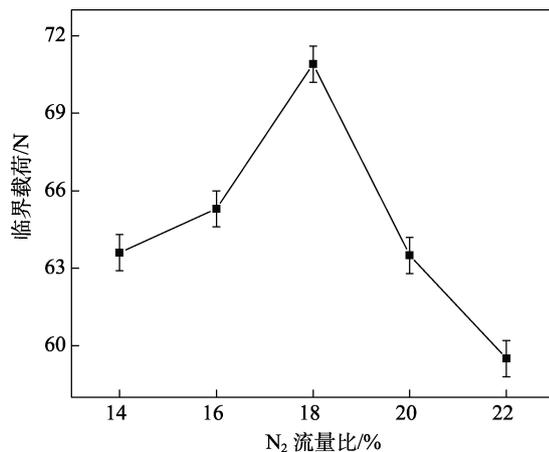


图 8 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的临界载荷
Fig.8 Critical loads of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

2.5 摩擦学性能

2.5.1 平均摩擦系数

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的平均摩擦系数如图 9 所示, 所有涂层在到达稳定磨损之前均经过了预磨阶段。由图 9 可知, 涂层的摩擦系数呈现出先降低、后升高的趋势。当 N_2 流量比为 18% 时, 平均摩擦系数最低为 0.54。 N_2 流量比较低(低于 18%) 时, 涂层结晶度不高, 硬度与临界载荷较低, 在室温条件下进行摩擦试验时, 法向载荷持续作用, 导致涂层磨损, 剥落的碎屑在摩擦过程中与 Al_2O_3 球和涂层形成三体磨损, 增加了摩擦阻力, 摩擦系数较高。当 N_2 流量比高于 18% 时, 由于涂层硬度开始下降, 摩

擦过程中, 界面接触面积增大, 从而导致平均摩擦系数又增加。

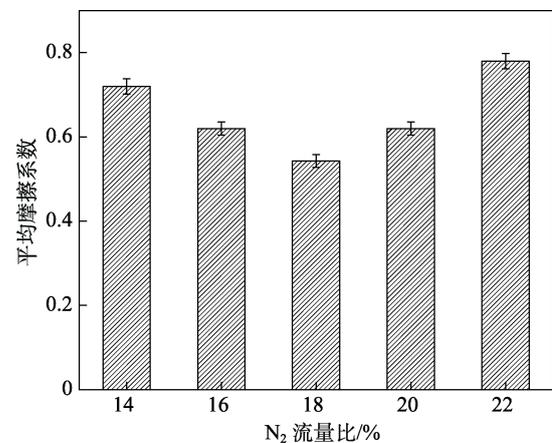


图 9 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的平均摩擦系数
Fig.9 Average friction coefficient of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

2.5.2 磨痕形貌、磨损率

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的磨痕形貌如图 10 所示。可以看出, 在相同法向载荷的作用下, 5 种涂层的磨痕形貌均清晰完整, 且未被磨穿, 磨痕中均存在微犁沟, 主要以磨粒磨损为主。当 N_2 流量比为 14% 和 16% 时, 磨痕较宽, 且分布着较多磨屑, 此时涂层的力学性能较差, 剥落的硬质颗粒聚集于摩擦接触区域, 形成三体磨损, 造成涂层表面的塑性损伤^[28-29]。当 N_2 流量比为 18% 时, 涂层的韧性

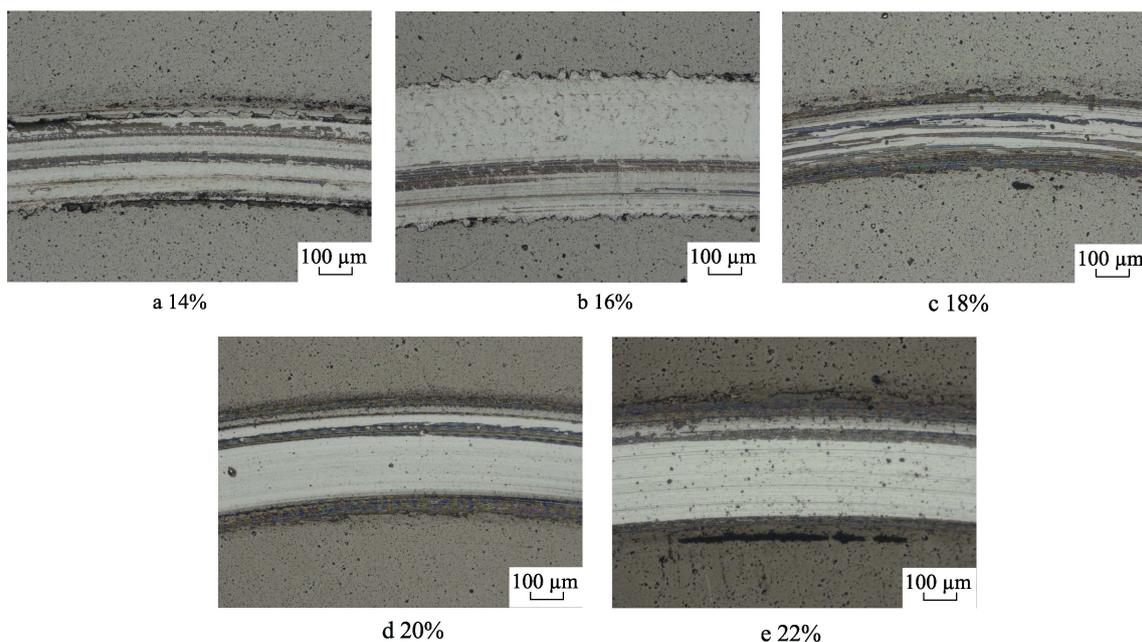


图 10 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的磨痕形貌
Fig.10 Wear morphology of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

与结合强度最优, 抗磨损能力最强, 因此磨痕最窄, 磨损程度最低。当 N_2 流量比高于 18% 时, 氮化物相增多, 涂层较脆易剥落, 磨痕变宽, 磨屑堆积明显, 抗磨损性能有所降低。

不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的磨损率如图 11 所示。可以看出, 随着 N_2 流量比的增加, 磨损率呈现出先增大、后降低、再缓慢升高的变化规律。当 N_2 流量比为 18% 时, 涂层的磨损率最低, 为 $1.3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/(\text{N} \cdot \mu\text{m})$, 此时涂层的耐磨性最好。这与涂层特征值 H/E 、 H^3/E^{*2} 的变化基本一致, 特征值越高, 涂层韧性越好, 而耐磨性与韧性成正相关。当 N_2 流量比超过 18% 时, 氮化物品粒得到生长, 晶粒增大, 涂层在摩擦过程中容易发生磨损, 在法向应力与剪切应力作用下, 造成局部剥落, 产生碎屑, 磨损程度加剧, 磨损率升高。

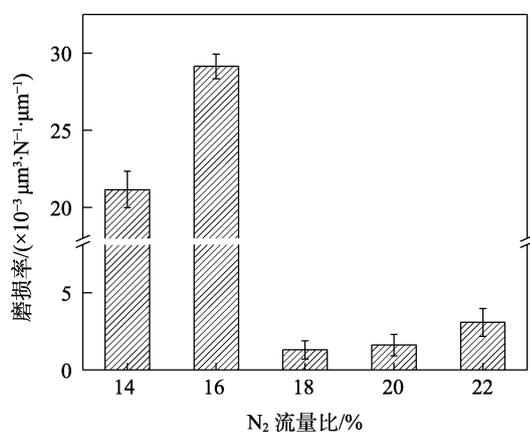


图 11 不同 N_2 流量比制备的 AlCrMoSiN 涂层的磨损率
Fig.11 Wear rate of AlCrMoSiN coatings prepared with different N_2 flow ratios

3 结论

1) 利用高功率脉冲磁控溅射和脉冲直流磁控溅射复合技术, 在不同 N_2 流量比下沉积一系列 AlCrMoSiN 涂层。随着 N_2 流量比增加, 涂层结晶度升高, 涂层中 fcc-CrN、fcc-AlN 相沿(111)晶面择优生长。因掺入的间隙原子使晶格发生畸变, 晶格尺寸变大, (111)、(200)晶面衍射峰向小角度偏移。

2) 随着 N_2 流量比增大, 涂层硬度与临界载荷先升高、后降低。当 N_2 流量比为 16% 时, 硬度达到最大值 17.56 GPa。当 N_2 流量比为 18% 时, 临界载荷达到最大值 70.9 N。

3) 随着 N_2 流量逐渐增大, 涂层的平均摩擦系数先降低、后升高, 磨损率先升高、后降低、再缓慢升高。当 N_2 流量比为 18% 时, 制备涂层的摩擦系数和磨损率均最低, 分别为 0.54 和 $1.3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/(\text{N} \cdot \mu\text{m})$ 。

参考文献:

- [1] 赵晓燕. 对我国刀具涂层技术现状及发展趋势的认识[J]. 科技经济市场, 2009(9): 28-29.
ZHAO Xiao-yan. Understanding of the Present Situation and Development Trend of Tool Coating Technology in China[J]. Science & Technology Economy Market, 2009(9): 28-29.
- [2] 岳启斌. 多元氮化物涂层的摩擦磨损特性及其涂层刀具性能研究[D]. 重庆: 西南大学, 2019.
YUE Qi-bin. Research on Friction and Wear Characteristics of Multicomponent Nitride Coatings and Properties of Coated Tools[D]. Chongqing: Southwest University, 2019.
- [3] 张权, 耿东森, 许雨翔, 等. 电弧/溅射复合沉积技术的

- 发展及其在刀具涂层中的应用[J]. 表面技术, 2021, 50(5): 20-35.
- ZHANG Quan, GENG Dong-sen, XU Yu-xiang, et al. Development of Hybrid Arc/Sputtering Deposition Techniques for Tool Coatings[J]. Surface Technology, 2021, 50(5): 20-35.
- [4] 侯翔, 王铁钢, 刘源, 等. 电弧离子镀 TiN 涂层沉积工艺研究[J]. 装备环境工程, 2019, 16(5): 72-77.
- HOU Xiang, WANG Tie-gang, LIU Yuan, et al. Deposition Technology of TiN Coatings Prepared by Arc Ion Plating[J]. Equipment Environmental Engineering, 2019, 16(5): 72-77.
- [5] HENDERER W, XU F. Hybrid TiSiN, CrC/C PVD Coatings Applied to Cutting Tools[J]. Surface and Coatings Technology, 2013, 215: 381-385.
- [6] 林子皓, 熊计, 郭智兴, 等. 高温合金切削刀具的研究现状及进展[J]. 硬质合金, 2013, 30(6): 351-358.
- LIN Zi-hao, XIONG Ji, GUO Zhi-xing, et al. Research Status and Progress of Cutting Tools on Superalloy[J]. Cemented Carbide, 2013, 30(6): 351-358.
- [7] MITAL A, PENNATHUR A. Advanced Technologies and Humans in Manufacturing Workplaces: An Interdependent Relationship[J]. International Journal of Industrial Ergonomics, 2004, 33(4): 295-313.
- [8] 张海瑜, 王芙蓉, 王志东, 等. Mo 元素对热喷涂铁基涂层组织和摩擦性能的影响[J]. 车用发动机, 2021(4): 57-63.
- ZHANG Hai-yu, WANG Fu-rong, WANG Zhi-dong, et al. Effects of Mo Element on Microstructure and Friction Properties of Thermal Spraying Iron-Based Coating[J]. Vehicle Engine, 2021(4): 57-63.
- [9] 蒙德强. AlCrSiN 基自润滑刀具涂层的结构和性能研究[D]. 天津: 天津职业技术师范大学, 2020.
- MENG De-qiang. Study on the Structure and Properties of AlCrSiN-Based Self-Lubricating Tool Coatings[D]. Tianjin: Tianjin University of Technology and Education, 2020.
- [10] KIM K H, CHOI E Y, HONG S G, et al. Syntheses and Mechanical Properties of Cr-Mo-N Coatings by a Hybrid Coating System[J]. Surface and Coatings Technology, 2006, 201(7): 4068-4072.
- [11] LU Yu-chu, CHEN H W, CHANG Chun-chi, et al. Tribological Properties of Nanocomposite Cr-Mo-Si-N Coatings at Elevated Temperature through Silicon Content Modification[J]. Surface and Coatings Technology, 2018, 338: 69-74.
- [12] 李壮. 复合磁控溅射 AlCr(Ti)SiN/Mo 自润滑刀具涂层的研制及性能研究[D]. 天津: 天津职业技术师范大学, 2022.
- LI Zhuang. Preparation and Properties of AlCr(Ti)SiN/Mo Self-Lubricating Tool Coating by Composite Magnetron Sputtering[D]. Tianjin: Tianjin University of Technology and Education, 2022.
- [13] 马元远, 王德苗, 金浩, 等. 工艺参数对磁控溅射金属化薄膜性能的影响[J]. 真空, 2008, 45(4): 70-74.
- MA Yuan-yuan, WANG De-miao, JIN Hao, et al. Effects of Technological Parameters in Magnetron Sputtering Process on Properties of Metallized Films[J]. Vacuum, 2008, 45(4): 70-74.
- [14] 赵彦辉, 史文博, 刘忠海, 等. 电弧离子镀沉积工艺参数的影响[J]. 真空, 2018, 55(6): 49-59.
- ZHAO Yan-hui, SHI Wen-bo, LIU Zhong-hai, et al. Effect of Deposition Process Parameters on Arc Ion Plating[J]. Vacuum, 2018, 55(6): 49-59.
- [15] QI Dong-li, LEI Hao, WANG Tie-gang, et al. Mechanical, Microstructural and Tribological Properties of Reactive Magnetron Sputtered Cr-Mo-N Films[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2015, 31(1): 55-64.
- [16] DU Hao, ZHAO Hai-bo, XIONG Ji, et al. Effect of Ar/N₂ Flow Ratio on Oxidation Resistance and Properties of TiAl(La)N Coatings[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014, 46: 173-180.
- [17] GOLDFARB I, PELLEGGI J, ZEVIN L, et al. Lattice Distortion in Thin Films of IVB Metal (Ti, Zr, Hf) Nitrides[J]. Thin Solid Films, 1991, 200(1): 117-127.
- [18] HE X M, BAKER N, KEHLER B A, et al. Structure, Hardness, and Tribological Properties of Reactive Magnetron Sputtered Chromium Nitride Films[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2000, 18(1): 30-36.
- [19] GONG Man-feng, CHEN Jian, DENG Xin, et al. Sliding Wear Behavior of TiAlN and AlCrN Coatings on a Unique Cemented Carbide Substrate[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2017, 69: 209-214.
- [20] HIROHATA Y, SHIMAMOTO N, HINO T, et al. Properties of Silicon Nitride Films Prepared by Magnetron Sputtering[J]. Thin Solid Films, 1994, 253(1-2): 425-429.
- [21] 郭金保, 马付良, 曾志翔. 氮气流量对反应磁控溅射制备 CrN_x 涂层性能的影响[J]. 机械工程材料, 2020, 44(4): 25-29.
- GUO Jin-bao, MA Fu-liang, ZENG Zhi-xiang. Effect of Nitrogen Flow Rate on Properties of CrN_x Coatings Prepared by Reactive Magnetron Sputtering[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2020, 44(4): 25-29.
- [22] 卢帅, 王砚军, 孟德章, 等. 氮气流量比对 CrN 涂层结构及摩擦磨损性能的影响[J]. 润滑与密封, 2020, 45(6): 90-94.
- LU Shuai, WANG Yan-jun, MENG De-zhang, et al. Effect of Nitrogen Flow Rate on Structure and Tribological Properties of CrN Coatings[J]. Lubrication Engineering, 2020, 45(6): 90-94.
- [23] KONG Qing-hua, JI Li, LI Hong-xuan, et al. Composition, Microstructure, and Properties of CrN_x Films Deposited Using Medium Frequency Magnetron Sputtering[J]. Applied Surface Science, 2011, 257(6): 2269-2274.
- [24] YAO Xiao-ming, LING Xiao-ming, JIN Qi, et al. Technology and Properties of CrN Films Deposited by Multi-

- Arc Ion Plating[C]//2007 International Nano-Optoelectronics Workshop. Beijing: IEEE, 2007.
- [25] FAN Qi-xiang, WANG Tie-gang, LIU Yan-mei, et al. Microstructure and Corrosion Resistance of the AlTiN Coating Deposited by Arc Ion Plating[J]. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2016, 29(12): 1119-1126.
- [26] LIU Y M, JIANG C L, PEI Z L, et al. Microstructure and Properties of AlB₂-Type WB₂ Thin Films Deposited by Direct-Current Magnetron Sputtering[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2014, 245: 108-116.
- [27] WANG Tie-gang, JEONG D, KIM S H, et al. Study on Nanocrystalline Cr₂O₃ Films Deposited by Arc Ion Plating: I. Composition, Morphology, and Microstructure Analysis[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2012, 206(10): 2629-2637.
- [28] CHENG C H, LEE J W, HO L W, et al. Microstructure and Mechanical Property Evaluation of Pulsed DC Magnetron Sputtered Cr-B and Cr-B-N Films[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2011, 206(7): 1711-1719.
- [29] 白懿心, 王全胜, 宁先进. YSZ-W 复合涂层的制备及抗烧蚀性能研究[J]. *装备环境工程*, 2021, 18(2): 83-89.
- BAI Yi-xin, WANG Quan-sheng, NING Xian-jin. Preparation and Ablation Resistance of YSZ-W Composite Coating[J]. *Equipment Environmental Engineering*, 2021, 18(2): 83-89.

责任编辑: 刘世忠