

# 电弧 - 磁控复合沉积 TiSiN 涂层及其切削性能研究\*

## Cutting Performance of TiSiN Coating Deposited With Combined Method of Arc Ion Plating and Magnetron Sputtering

山东大学高效洁净机械制造教育部重点实验室 李士鹏 邓建新 闫光远 程宏伟



李士鹏

山东大学机械工程学院博士研究生,研究方向为耐磨涂层刀具的开发与研究,现研究课题为 MeSiN 涂层刀具的制备与研究。

“硬涂层”是在韧性较好的基体上,如高速钢、硬质合金等涂覆一层或多层高硬度、高耐磨性的薄膜,实现里韧外硬,大大提高了刀具的寿命,扩展了使用范围。但随着切削速度的提高、绿色干切削技术的发展以

本文通过电弧离子镀 - 中频磁控溅射复合沉积的方法,采用独立的纯 Ti 靶和纯 Si 靶在 YS8 硬质合金基体上制备了 TiSiN 涂层。并研究了其化学含量、微观结构、硬度,以及切削 45 淬火钢时的切削性能,对 TiSiN 涂层刀具的市场应用具有积极的推动作用。

及难加工材料的广泛应用,刀具所处的切削环境越来越恶劣,如剧烈的摩擦、极高的温度等,诸如 TiN、ZrN 等二元涂层越来越无法满足市场要求,对刀具涂层材料提出了更高的要求。因此,三元和多元涂层得到广泛研究,并取得了很大成功,如 TiAlN、TiZrN、CrAlN 等<sup>[1-3]</sup>。

近年来,将 Si 元素添加到氮化物涂层中发现,其硬度可大幅度提升,并且耐高温氧化性、耐磨性也非常突出。Veprek 等人研究的 TiSiN 涂层纳米硬度在 50GPa 以上<sup>[4]</sup>, Kim 等学者研究 TiSiN 涂层耐高温氧化性发现, Si 元素的加入使涂层比 TiN 的耐高温氧化性提高 300~400℃<sup>[5]</sup>。这些优异的性能使 TiSiN 涂层在刀具涂层应用方面具有广泛前景。国

内外很多学者都成功制备了 TiSiN 涂层,其应用的制备方法主要有化学气相沉积(CVD)、磁控溅射及电弧镀等<sup>[6-8]</sup>。但化学气相沉积温度太高,大都在 500℃以上,对刀具基体会有不利影响;磁控溅射沉积效率偏低;电弧镀采用的靶材为硅钛合金靶,成本较高,且由于合金靶中组分固定,较难控制涂层中各元素含量。因此,多种方法复合沉积 TiSiN 涂层成为很多研究的热点。

本文通过电弧离子镀 - 中频磁控溅射复合沉积的方法,采用独立的纯 Ti 靶和纯 Si 靶在 YS8 硬质合金基体上制备了 TiSiN 涂层。并研究了其化学含量、微观结构、硬度,以及切削 45 淬火钢时的切削性能,对 TiSiN 涂层刀具的市场应用具有积极

\* 国家自然科学基金(51075237),山东大学自主创新基金(2011JC001),教育部博士点基金(20110131130002)资助。

的推动作用。

### 试验方法

#### 1 涂层制备

涂层采用电弧离子镀与磁控溅射复合工艺共沉积 TiSiN 涂层。基体为 YS8 硬质合金,靶材选用 1 个 Ti 靶(纯度 99.999%)和 2 个 Si 靶(纯度 99.999%)分别作为电弧离子镀靶材和中频磁控溅射靶材。基体在放入真空室前经过研磨、抛光等处理后用酒精及丙酮超声清洗 15min。抽真空,使沉积室真空度在  $7.0 \times 10^{-3}$  Pa 以上。在沉积开始之前,先加高偏压对基体进行辉光清洗,然后沉积 10min 的 Ti 过渡层,再通氮气、开 Si 靶。具体沉积参数见表 1。本试验中,分别在 Si 靶电流为 0A、4A、5A 时沉积了 3 种涂层,其标记为 TiN 涂层、TiSiN-4A 涂层、TiSiN-5A 涂层。

#### 2 性能检测

涂层的截面形貌采用扫描电子显微镜(SEM)进行观察分析;用 SEM 设备配套的能谱仪(EDS)分析涂层中的元素含量;采用 X 射线衍射仪(XRD)分析涂层相组分;涂层的显微硬度用硬度计(MH-6)测量,载荷为 50g,每个式样取 5 个点并取平均值。

#### 3 切削试验

切削试验在 CA6140 普通车床上进行,切削方式为干切削,工件材料选用 45 淬火钢,硬度在 HRC40-45 之间;切削速度  $v=150\text{m}/\text{min}$ ,进给量选用  $f=0.1\text{mm}/\text{r}$ ,切深  $a_p=0.2\text{mm}$ ;刀具几何参数:前角  $\gamma_0=8^\circ$ ,后角  $\alpha_0=5^\circ$ ,刃倾角  $\lambda_s=2^\circ$ ,主偏角  $K_r=45^\circ$ ,刀尖圆弧半径  $r_c=0.5\text{mm}$ 。采用 Kistler 9265A 型测力仪进行切削力的测量;切削后工件表面粗糙度  $R_a$  用时代 TR200 手持式粗糙度仪测得;切削温度则通过便携式高灵敏度红外热像仪(NEC, TH5104R)测量;后刀面磨损采用 JCD-2 型读数工具显微镜测得。

### 试验结果

#### 1 涂层性能

表 2 所示为不同 Si 靶电流下 TiSiN 涂层中的元素含量。随 Si 靶电流的升高, Si 含量增多,在 5A 时达到最大值的 13.34%;而 Ti 原子数含量则明显下降,由 TiN 中的 48.26% 下降为 TiSiN-5A 时的 33.35%;N 原子数含量有升高的趋势,但升高不明显,这是由于随着 Si 靶电流增大,涂层中化合物  $\text{Si}_3\text{N}_4$  增多,而  $\text{Si}_3\text{N}_4$  中比率 N:Si 比 TiN 中的 N:Ti 比率大所致。

图 1 所示为 3 种 Si 靶电流下涂层的 XRD 图谱。其中除 TiN 晶相衍射峰和基体的衍射峰外,并未发现硅化物的晶相。3 种涂层均呈现强烈的择优取向。TiN 涂层是以 TiN(111)晶面为择优取向, Si 的加入使涂层

峰峰强的减弱,除了 TiN 晶粒难以长大的原因外,还与涂层中非晶  $\text{Si}_3\text{N}_4$  增多的有关。此外, Si 靶电流 5A 时 TiSiN 涂层 TiN(200)衍射峰向大角度偏移,这是由于 Si 含量的增加,使 TiN 晶粒中 Ti 原子被 Si 原子置换的数量增多,而 Si 原子的原子半径小于 Ti 原子,引起 TiN 晶格常数减小,从而使衍射峰向高角度偏移。

图 2 为 3 种不同 Si 含量的涂层截面形貌的 SEM 图像。从中可以得到,3 种涂层厚度分别为  $1.92\mu\text{m}$ ,  $2.02\mu\text{m}$ ,  $2.16\mu\text{m}$ ,说明 Si 靶电流的升高使 TiSiN 涂层的沉积速率略有增大。图 2(a)图可以明显看到 TiN 涂层的柱状晶结构,随着 Si 含量的增多,涂层柱状晶逐渐消失,在 Si 原子数含量为 13.34% 时,涂层截面变得非常致密(图 2(c))。这是由于非晶  $\text{Si}_3\text{N}_4$  分布于 TiN 晶粒周围,

表1 基本工艺参数

| 本底真空 /Pa             | 工作气压 /Pa | 氮气流量 /scm | 负偏压 /V | 沉积温度 / (°C) | 沉积时间 /min | Ti 靶电流 /A | Si 靶电流 /A |
|----------------------|----------|-----------|--------|-------------|-----------|-----------|-----------|
| $7.0 \times 10^{-3}$ | 0.6      | 110       | 150    | 200         | 150       | 65        | 0,4,5     |

表2 不同Si靶电流的元素原子百分数

| 硅靶电流 /A | 硅含量 /% | 钛含量 /% | 氮含量 /% |
|---------|--------|--------|--------|
| 0       | 0      | 48.26  | 51.74  |
| 4       | 7.04   | 39.99  | 52.97  |
| 5       | 13.34  | 33.35  | 53.31  |

择优取向转变为 TiN(200)。且随着 Si 增多衍射峰明显变宽,峰强也变小,呈现非晶态趋势。衍射峰变宽主要由晶粒细化引起,根据 XRD 图谱和谢尔勒公式<sup>[9]</sup>的计算,得出以上 3 种涂层(Si 靶电流 0A、4A、5A)的晶粒大小分别为 35nm、9nm、7nm。而衍射

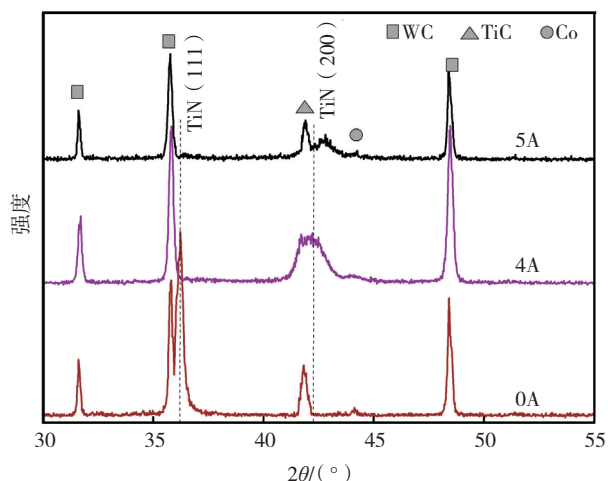


图1 不同Si靶电流下涂层的XRD图谱

阻碍了 TiN 柱状晶的生长,使晶粒细化,再加上晶粒周围非晶物的填充,涂层结构变得更加紧密。

图 3 为基体与 3 种涂层用维氏显微硬度计测得的硬度值,测量时载荷为 50g。3 种涂层硬度均高于基体。随着 Si 元素的加入,涂层硬度大幅度提升,在 Si 靶电流 4A 时硬度最高,为 3570HV。而 Si 靶电流增大到 5A 后,硬度出现下降。

Veprek 将 TiSiN 涂层硬度的强化归结于涂层中 nc-TiN/a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 的微观结构<sup>[4]</sup>,其纳米尺度的晶粒能阻止晶粒内位错的产生,而晶粒周围非晶层的存在又有效抑制了晶界滑移。但 Si 含量过多时,由于 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 过多,非晶物质内很容易产生变形或裂纹,从而降低涂层力学性能。

## 2 切削性能

图 4 所示为基体以及 3 种涂层的切削力对比。4 种刀具的径向切削力  $F_y$  均大于主切削力  $F_z$ ,这与淬硬钢高强度、高硬度、较大的单位面积切削力以及本实验中采用较小的进给量(0.1mm/r)有关<sup>[10-11]</sup>。从图中可以看出,与基体相比,TiN 涂层刀具和 Si 靶电流为 4A 时 TiSiN 涂层刀具的切削力明显升高,其中径向力  $F_y$  上升幅度最大;而 Si 靶电流 5A 时 TiSiN 涂层刀具切削力降低,且比未涂层刀具还要小。四种刀具的切削温度如图 5 所示。可以看出,未涂层刀具切削温度最高,而 Si 靶电流 5A 时 TiSiN 涂层切削温度最低。未涂层刀具的高切削温度与刀具的快速磨损有关。当磨损量较大后,刀刃钝化,与工件及切屑的接触面积增大,摩擦力及由此产生的摩擦热急

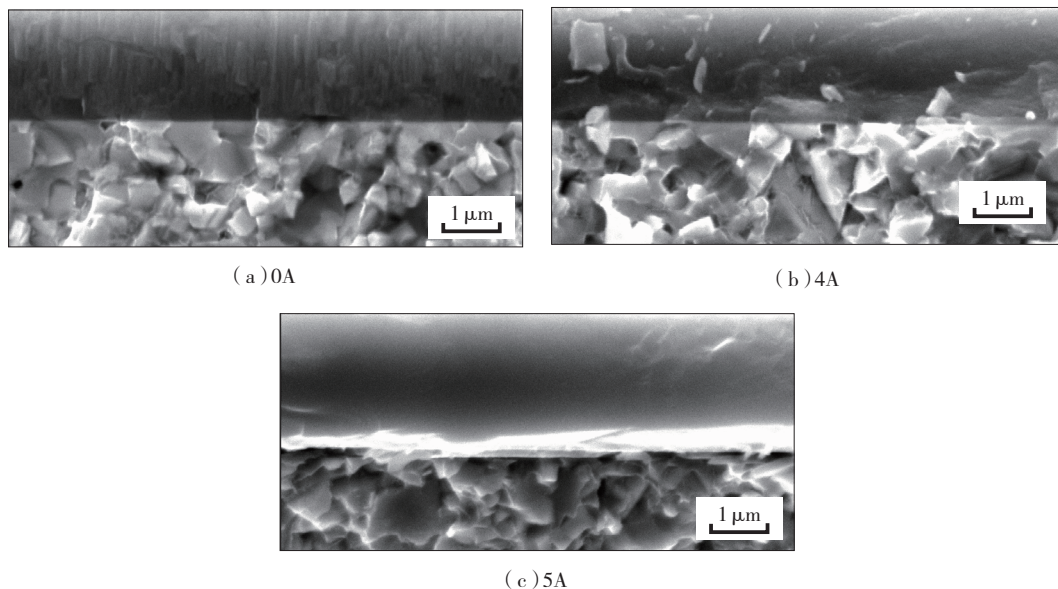


图2 不同Si靶电流下涂层的SEM截面形貌

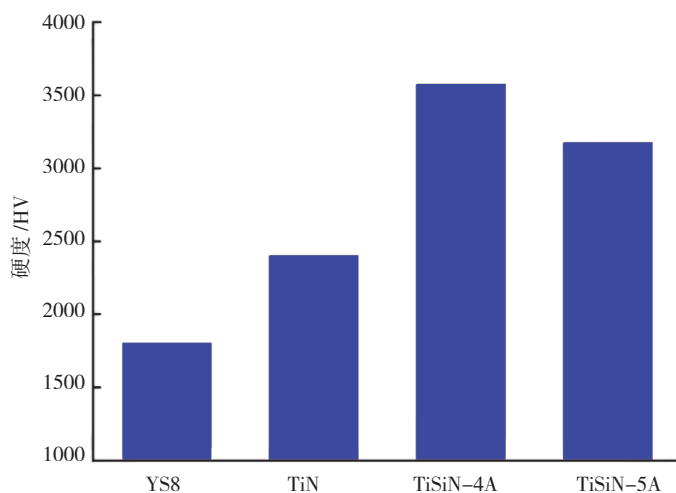


图3 YS8硬质合金以及3种涂层的维氏显微硬度

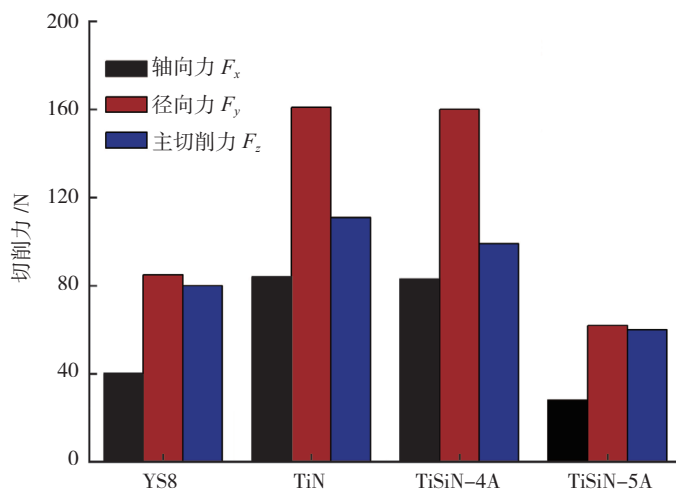


图4 YS8硬质合金以及3种涂层刀具的切削力  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

刷上升。但未涂层刀具切削力却很低,这主要与 400℃ 以上时淬硬钢的软化效应引起的硬度强度等下降有关<sup>[12]</sup>。而 TiSiN-5A 涂层刀具的切削力和切削温度都很低,主要由于涂层的高硬度、高耐高温氧化性,使刀具具有很高的耐磨性,切削过程中较好的保证刀尖完整性,大幅度减缓了刀具磨损,及由其带来急剧增大的摩擦力和摩擦热,从而获得低的切削力和切削热。此外,涂层刀具的热障作用也会大大降低切削温度。

被加工表面的粗糙度随切削距

离的变化如图 6 所示。由图可以看出,在切削的前期阶段,四种刀具加工后的表面粗糙度差距不明显。而随着切削距离的增大,刀具磨损增多,YS8 刀具加工表面粗糙度急剧增大,在 1200m 时粗糙度  $R_a$  就超出了量程,而此时 TiN 涂层刀具及 TiSiN-4A 涂层刀具粗糙度在  $8\mu\text{m}$  左右, TiSiN-5A 涂层刀具的粗糙度只有  $6\mu\text{m}$ 。切削后期加工表面粗糙度变的非常大,主要因为由于刀具的磨损刀刃钝化,再加上淬硬钢硬度大,容易引起震动,从而使加工表面质量恶

化。

图 7 所示为每车削 200m 距离所测量的刀具后刀面磨损量的变化。切削距离在 200m 时,四种刀具磨损量几乎相同;随着切削继续进行,YS8 刀具磨损最快,其次是 TiN 涂层刀具, TiSiN 涂层磨损量最小。在切削距离 1200m 时 YS8 刀具后刀面磨损量就达到 0.4mm,而 TiN 涂层刀具为 0.33mm, TiSiN-4A 涂层刀具 0.32mm, TiSiN-5A 涂层刀具磨损量最低,只有 0.28mm。以上充分说明 Si 的加入大大提升了刀具的耐磨损能力,尤其是 Si 靶电流 5A 时,在本实验条件下, TiSiN 涂层刀具比未涂层刀具寿命提高了 75% 以上,比 TiN 涂层刀具提高了 40% 以上。

### 3 刀具磨损机理

图 8 所示为切削距离 1200m 时 4 种刀具前刀面的磨损形貌 SEM 图。可以看出,前刀面磨损呈月牙洼形式,且在 TiN 及 TiSiN-4A 2 种刀具前刀面上出现大量工件粘结。4 种刀具磨损区域的面积由大到小顺序为: YS8>TiN>TiSiN-4A>TiSiN-5A。切削过程中,前刀面与切削产生剧烈摩擦,承受很大的应力和很高的切削温度。YS8 硬质合金及 TiN 涂层硬度较小,耐磨损性低,加之其高温抗氧化性能差,出现较严重磨损。而 TiSiN 涂层由于具有高硬度及优异的耐高温氧化性能<sup>[5]</sup>,高温下具有较好的耐磨性能。

后刀面磨损形貌如图 9 所示。可以看出,4 种刀具刀尖区域磨损均非常严重,涂层被磨透,露出基体。所有刀具后刀面均呈现出明显的磨粒磨损,且对于 TiN 和 TiSiN-4A 两种涂层刀具,后刀面出现了大量的工件粘结,这会引入切削力及切削温度偏高(图 4、图 5)。而 TiSiN-5A 涂层刀具出现轻微剥落。后刀面磨损量与前刀面磨损规律一致,由大到小依次为: YS8>TiN>TiSiN-4A>TiSiN-5A。刀具后刀面与切削工件的以加

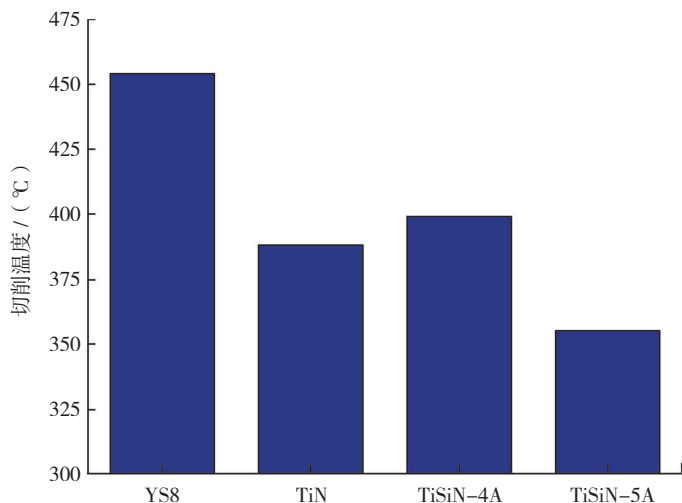


图5 YS8以及3种涂层刀具的切削温度  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

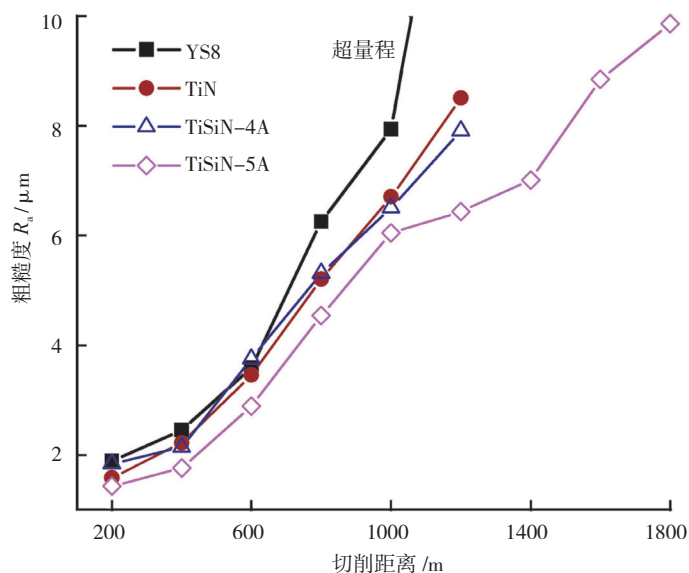


图6 4种刀具加工表面粗糙度随切削距离的变化  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

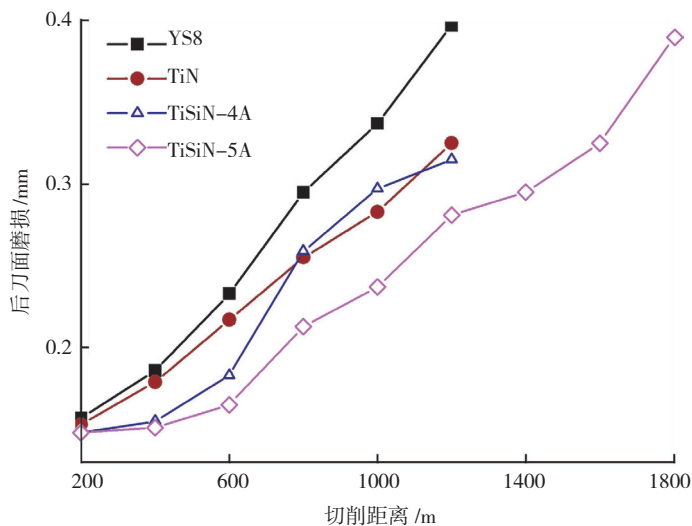


图7 后刀面平均磨损量随切削距离的变化  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

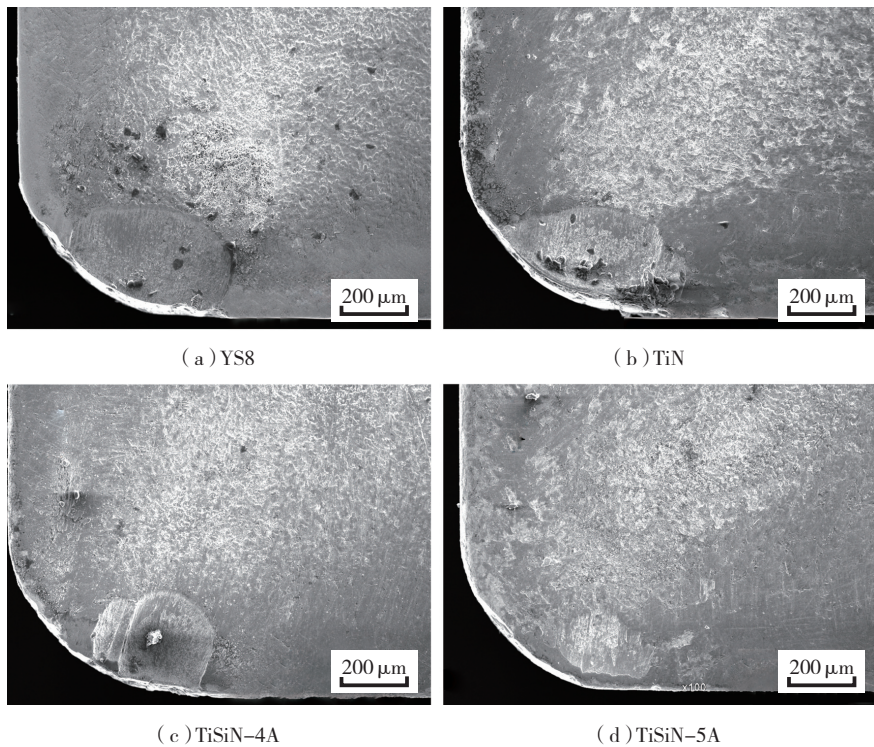


图8 4种刀具在切削距离1200m时前刀面磨损形貌  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

工表面接触,并发生挤压、摩擦,出现较大的应力和温度,尤其对于淬硬钢来说,由于硬度高,变形系数小,对后刀面的磨损更为严重。在摩擦力和高温的作用下,耐磨性较低的YS8刀具发生快速磨损,这在图6及图7中可以充分反映出来。而TiSiN涂层的较高硬度及高温稳定性提升了

其耐磨性,较好的保持了刀刃的锋利,减少了切削过程中由于钝化所产生的摩擦,从而降低了切削温度和切削力。

### 讨论

一般来说,硬度高的刀具耐磨性要优于硬度低的刀具。本试验中,

未涂层刀具的耐磨性明显低于涂层后刀具,符合此规律。但对比2种不同Si靶电流的TiSiN涂层不难发现,TiSiN-4A的涂层硬度较高(HV3570)(图3),但其表现出来的切削性能,尤其是耐磨性,比硬度较低的TiSiN-5A涂层(HV3200)低很多。这点与沉积过程中的边缘效应有关。

边缘效应,是指在沉积过程中,特别是施加偏压后,由于基体的几何形状发生突变,致使在尖锐处电场与平坦处不同,离子电流密度在边缘处较大<sup>[13-14]</sup>。在本实验中,TiSiN涂层的制备采用了两种方法的复合—电弧离子镀和中频磁控溅射。但由于电弧离子镀的离子化率远远高于磁控溅射,因此,沉积过程中真空室中的离子大部分为Ti离子,Si离子很少。而边缘效应引起的刀片边缘处(即切削刃附近)离子浓度较高,也就是说,在边缘处Ti离子所占比例要大于刀片中心区域的Ti离子比例;因此,相比于刀片中心区域边缘处Ti含量增多,Si含量下降。此外,在边缘区域,相对较重的Ti离子对已经沉积到基体上的Si原子的反溅射效应也会因为离子浓度的增大而增强,这也将引起边缘处Si元素的含量减少。图10为2种不同Si靶电流沉积的TiSiN涂层刀具在切削刃附近 $500\mu\text{m} \times 400\mu\text{m}$ 区域的Si含量与中心区域Si含量对比,可以明显看出,边缘处Si原子数含量下降很多,在4A时只有2.9%,5A时为5.1%。

Si原子数含量的减少可直接导致涂层硬度、耐磨性及耐高温性能的下<sup>[5,15]</sup>降,降低其切削性能。但是,由于太靠近边缘,显微硬度、微观结构等检测有很大难度,在研究涂层性能时一般选择离边缘一定距离的区域。可涂层刀具的切削性能恰恰取决于边缘处涂层的性能。因此,这就导致了所研究涂层的性能与涂层刀

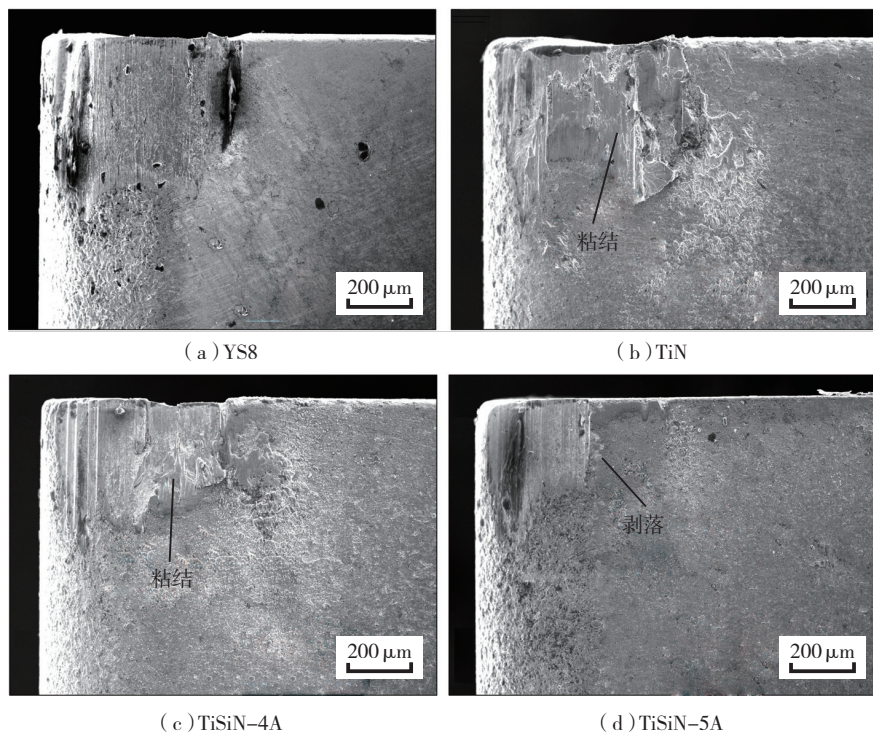


图9 4种刀具在切削距离1200m时的后刀面磨损形貌  
( $v=150\text{m/min}$ ,  $f=0.1\text{mm/r}$ ,  $a_p=0.2\text{mm}$ )

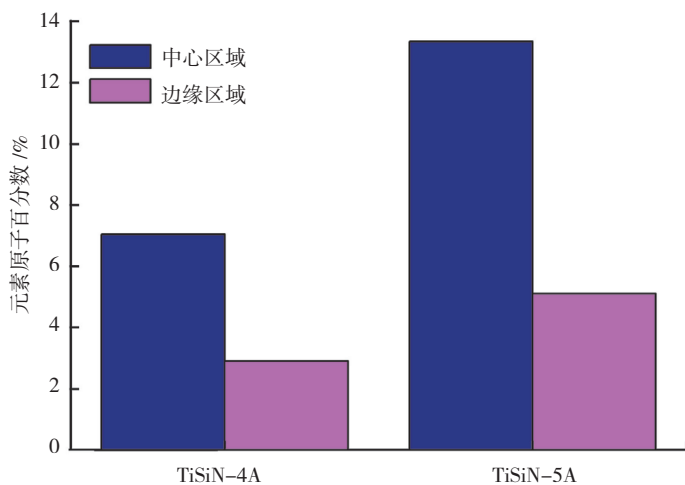


图10 TiSiN涂层刀具中心处Si含量与边缘处Si含量

具的切削性能具有一定的偏差。

电弧离子镀-中频磁控复合沉积TiSiN涂层,相比于其各自单方法沉积,在沉积速率、靶材制备成本等方面具有较大的优势,是比较适合工业化应用的。但其表现出来的边缘效应,对涂层刀具性能的均匀性、稳定性又是不利的,因此,在今后研究中应着重研究电弧离子镀-中频磁控复合沉积TiSiN各工艺参数对边

缘效应的影响,尽可能地减少甚至消除其带来的不利。

## 结束语

本试验用电弧离子镀-中频磁控溅射复合沉积的方法制备了TiSiN涂层,并将其与TiN、YS8硬质合金等作对比,研究了其元素含量、微观结构、截面形貌、硬度以及切削性能,从以上研究内容,可以得出:

(1) Si靶电流4A和5A时, Si原子数含量分别为7.04%和13.34%, Si的加入使涂层晶体择优取向由TiN(111)转变为(200),且衍射峰宽化,晶粒变小;随Si含量增多, TiSiN涂层越来越致密;在Si靶电流4A时硬度最大,为3570HV。

(2) TiSiN涂层刀具切削性能优于基体及TiN涂层刀具,尤其是Si靶电流5A时,切削力、切削温度都降低,刀具磨损程度明显减小。TiSiN涂层磨损机理主要为磨粒磨损、粘结磨损等。

(3) 刀具边缘处涂层的Si含量小于中心处的Si含量,这是由于电弧离子镀与磁控溅射两种方法不同的离子化率和边缘效应共同作用的结果,其导致涂层性能不均匀,对涂层切削性能有较大影响。应通过研究不同工艺参数,尽可能减小其带来的不利影响。

## 参考文献

- [1] Yan P, Deng J X, Lian Y S, et al. Effect of depositing parameters on microstructures and properties of multi arc ion plating ZrTiN films. Surface Engineering, 2012, 28:17-23.
- [2] Hiroyuki H, Ayako K, Tetsuya S. Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N, Ti<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub>N and Ti<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>N films synthesized by the AIP method. Surface and Coatings Technology, 2000, 132: 76-79.
- [3] Hiroyuki H, Masahiro K, Tetsuya S. Effects of Al contents on microstructures of Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N and Zr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N films synthesized by cathodic arc method. Surface and Coatings Technology, 2005, 200: 2409-2413.
- [4] Veprek S. Conventional and new approaches towards the design of novel super hard materials. Surface and Coatings Technology, 1997, 97: 15-22.
- [5] Kim K H, Park B H. Mechanical properties and oxidation behavior of Ti-Si-N films prepared by plasma assisted CVD. Advanced Materials, 1999, 11(17): 275-279.

本文共有参考文献15篇,因篇幅所限,未能一一列出,如有需要,请向本刊编辑部索取。

(责编 小城)