

低温磁控溅射与普通多弧离子镀TiN薄膜的摩擦学性能比较

白秀琴^{1,2}, 李 健¹

(1. 武汉材料保护研究所, 湖北 武汉 430030; 2. 武汉理工大学 可靠性工程研究所, 湖北 武汉 430063)

摘 要: 采用低温磁控溅射和普通多弧离子镀分别在冷作模具钢基体上制备了 TiN 薄膜, 用纳米压痕法测量了薄膜的表面硬度, 并比较了低温磁控溅射与普通多弧离子镀 TiN 薄膜的摩擦学性能。试验表明, 低温磁控溅射 TiN 薄膜具有与普通多弧离子镀 TiN 薄膜相近的表面硬度, 在多种试验条件下, 低温磁控溅射 TiN 薄膜都有较好的摩擦学性能, 摩擦副的磨损率低, 摩擦因数小且变化平稳, 磨损表面光滑。

关键词: 低温磁控溅射; 多弧离子镀; TiN 薄膜; 摩擦学性能

中图分类号: TG174.444

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289 (2006)01-0012-04

A Comparison of the Tribological Properties Between Low Temperature Magnetic Sputtering and Multi-arc Ion Plating TiN Films

BAI Xiu-qin^{1,2}, LI Jian¹,

(1. Wuhan Research Institute of Materials Protection, Wuhan 430030, China; 2. Reliability Engineering Institute, Wuhan University of Technology, Wuhan 430063, China)

Abstract: This paper focused on the preparation of TiN films on ASSAB DF-2 substrate using low-temperature magnetic sputtering technique and multi-arc ion plating technique respectively. Nano-indentation tests were performed to measure the surface hardness of the films using different techniques. A comparative analysis of tribological properties was made for the TiN films prepared by two techniques. The analysis results showed that the TiN films by different techniques had the similar surface hardness. Under different testing conditions, the TiN film prepared by low-temperature magnetic sputtering technique exhibited better tribological properties, lower wear rate, smaller and steadier friction coefficient and smoother wear surface than the TiN film using multi-arc ion plating technique.

Key words: low temperature magnetic sputtering; multi-arc ion plating; TiN films; tribological properties

0 引 言

传统的刀具材料已不能满足机械加工对刀具材料越来越高的要求, 自20 世纪60 年代后期, 在金属切削刀具表面真空沉积TiN 硬质薄膜取得成功, 不仅成倍地提高了刀具的切削寿命, 而且允许切削速度大幅度增加, 同时获得很好的加工精度和效率, 在机械加工行业获得了广泛的应用。其中, 多弧离子镀由于离子能量高、离化率高、膜层致密、附着力强等优点, 所制备的TiN 硬质膜广泛应用于材料表面装饰和各种工模具表面强化, 在出现初期受到人们的广泛欢迎。然而, 普通多弧离子镀制备的薄膜容易含有弧光放电过程所产生的显微喷溅颗粒, 不仅影响表面的粗糙度, 而且破坏膜的连续性。为了减少薄膜中

的喷溅颗粒, 改善薄膜的表面质量, 通常采用加磁过滤通道, 但必须附加额外的磁过滤设备^[1,2], 这使得薄膜的沉积效率大大降低。另一方面, 普通多弧离子镀是以直流负偏压为工艺基础的, 由于电弧等离子体具有很高的离化率, 因此偏压对基体的温度具有明显的影响。当直流偏压施加于基体上时, 离子在直流电场的作用下对基体表面进行轰击而使基体的温度升高, 达到500~600 的高温, 过高的基体温度会使所沉积的薄膜内应力增大, 使冷作模具钢、中低温回火结构钢及抗高温软化能力低的基体材料软化, 造成软基体上附着极硬外壳的大梯度硬度分布情况, 导致薄膜脆裂、脱落, 材料的综合性能反而下降, 这两个缺点严重限制了普通多弧离子镀技术的发展和运用范围。相比之下, 磁控溅射是一种“高速低温”溅射沉积技术, 它的沉积速率高、电子对基

收稿日期: 2005-12-02; 修回日期: 2005-12-28

作者简介: 白秀琴(1971-), 女(汉), 江西临川人, 讲师, 博士生。

体的轰击能量小, 容易实现薄膜的低温沉积, 使基体不产生回火软化, 避免了基体和所沉积的薄膜之间存在较大的硬度差, 不存在表面显微喷溅颗粒污染的问题。目前, 磁控溅射在低回火温度刀具基体上高速率沉积高质量耐磨薄膜方面已取得广泛应用, 推动了我国制造业技术的进步, 对提高工模具产品质量和核心竞争能力具有重要意义, 促进了机械加工技术的进步。

TiN 薄膜由于其具有高硬度、低摩擦因数等优良的综合力学性能, 被广泛用作工模具、刀具等的耐磨改性层, 是目前工业研究和应用最为广泛的薄膜材料之一。为分析低温磁控溅射与其它 PVD 方法制备的薄膜之间的差别, 文中以 TiN 耐磨薄膜为例, 分别采用磁控溅射法和普通多弧离子镀技术沉积 TiN, 并比较了低温磁控溅射与普通多弧离子镀 TiN 薄膜的摩擦学性能。

1 试验方法

试验用基体材料为 ASSAB DF-2 冷作模具钢 ($\phi 70.94 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$), 淬火回火处理, 硬度 740 HV。薄膜沉积之前, 将基体用乙醇超声波清洗 10 min, 烘干后分别送入真空室。TiN 薄膜的沉积工艺过程均为: 人工清洗、阳极刻蚀、沉积 Ti、沉积 TiN^[3]。

采用 Trobroscope 纳米硬度计测量薄膜的纳米硬度。薄膜的磨损表面形貌利用 JSM-820 型扫描电子显微镜来观察。

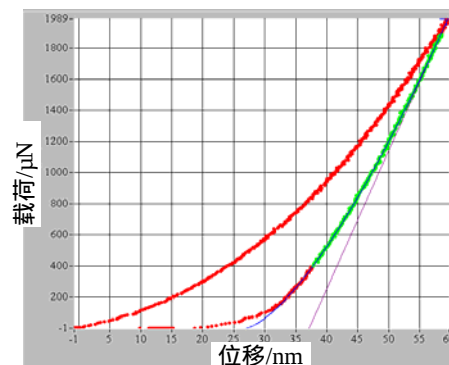
在香港城市大学的 Cameron-Plint TE67 销盘式摩擦磨损试验机上测定 TiN 薄膜的摩擦学性能。试验过程中, 转动速度、试验周期和施加载荷及摩擦力测量均由计算机自动控制完成, 测试数据由 TE67 Slim Compend 软件系统进行数据计算、存贮和图形处理。对偶件分别为 $\phi 9 \text{ mm}$ 的 440C 轴承钢球 (SKF R89 轴承标准件, 硬度 58 ~ 65 HRC) 和 AISI 4140 钢销 ($\phi 8 \text{ mm} \times 63 \text{ mm}$, 硬度 1 060 HV)。润滑剂选用 Shell 公司的 TELLUS 32 润滑油, 滴油润滑, 5 滴/min。摩擦因数由数据处理系统根据在线测定的摩擦力和正压力计算得出。用称重法测量试样磨损试验前后重量变化以确定磨损失重作为磨损量, 所用仪器为电子分析天平, 精度 0.1 mg。试验条件: 正压

力 150 ~ 1 000 N, 转速 200 ~ 800 r/min, 试验周期 120 ~ 420 min, 试验过程均在室温条件下完成。

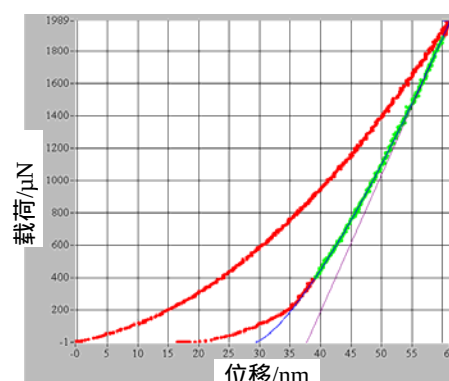
2 结果与结论

2.1 表面硬度测量

薄膜的硬度值是薄膜的一个重要性能参数, 它直接影响刀具薄膜在金属切削过程中的耐磨性。图1为 2 000 μN 载荷下, 用纳米硬度计测量的低温磁控溅射 TiN 与多弧离子镀 TiN 薄膜的载荷-位移曲线。从曲线图可以看出, 这两种方法所制备的 TiN 薄膜的硬度相当。经多次测定, 这两种方法所制备的 TiN 的硬度为 31.55 ~ 37.98 GPa^[4], 表明低温磁控溅射 TiN 不仅可以获得与多弧离子镀 TiN 相近的表面硬度, 而且避免了软基体上附着极硬外壳的大梯度硬度分布情况, 提高了所沉积薄膜的耐磨减摩效果, 使得薄膜沉积技术在低回火温度材料上的应用更加容易。



(a) 低温磁控溅射 TiN 薄膜



(b) 多弧离子镀 TiN 薄膜

图1 用纳米硬度计测量 TiN 薄膜的加载-卸载曲线
Fig.1 Loading-unloading curve of the nano-indentation test for the TiN film

2.2 薄膜摩擦磨损性能

由于磁控溅射 TiN 耐磨薄膜是在低温条件下沉积的，低温过程使得界面形核、晶粒长大、晶

体结构、镀层应力等都会发生变化，从而影响到 TiN 耐磨薄膜的摩擦学性能。表 1 为低温磁控溅射 TiN 与多弧离子镀 TiN 耐磨性比较结果。

表 1 低温磁控溅射 TiN 与多弧离子镀 TiN 耐磨性比较

Table 1 A Comparison of wear resistance between low temperature magnetic sputtering and multi-arc ion plating TiN films

配副 型式	转速n/ (r/min)	距离/ mm	时间/ h	加载/ N	低温磁控溅射TiN 摩擦副的磨损量/mg	多弧离子镀TiN 摩擦副的磨损量/mg	耐磨性提高/%
钉/盘	500	40	7	400	0.087	0.272	212.6
钉/盘	500	40	7	500	0.212	0.289	36.3
钉/盘	500	40	7	700	0.276	0.343	24.3
钉/盘	200	40	7	600	0.340	0.436	28.2
钉/盘	400	40	7	600	0.232	0.307	32.3
钉/盘	600	40	7	600	0.108	0.183	69.4
球/盘	500	40	2	450	0.106	0.117	10.4
球/盘	500	40	2	600	0.122	0.139	13.9
球/盘	800	40	2	800	0.027	0.107	296.3
球/盘	800	40	2	900	0.036	0.121	236.1
平均值					0.145	0.212	102.8

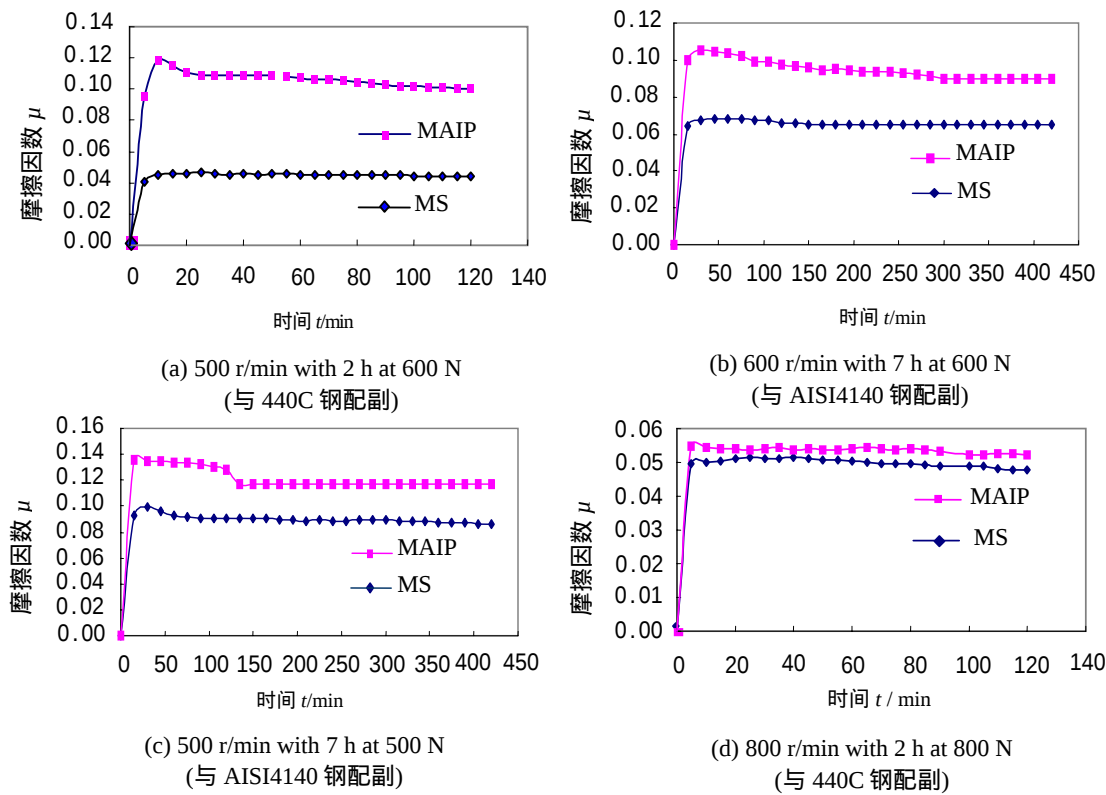


图 2 两种 TiN 的摩擦因数随时间的变化关系曲线

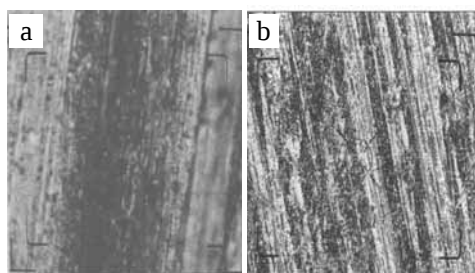
Fig.2 The variation of friction coefficient of low temperature magnetic sputtering and multi-arc ion plating TiN films with running time

由表 1 知,多种试验条件下,低温磁控溅射 TiN 薄膜摩擦副的磨损都比普通多弧离子镀 TiN 摩擦副的磨损量要小,摩擦副的耐磨性最少提高了 10.4 %,最大提高了 296.3 %,平均提高了 102.8 %。表明低温磁控溅射 TiN 薄膜的耐磨性要好于普通多弧离子镀 TiN。

图 2 为不同试验条件下 2 种 TiN 薄膜摩擦因数随运行时间变化的关系曲线图。由此关系曲线可见,在 4 种条件作用下,2 种 TiN 薄膜的摩擦因数均随运行时间的增加而增大,这是因为薄膜表面吸附了有机污染物薄层,导致初期摩擦因数较低,当该吸附层磨损脱落后,摩擦因数逐渐增大。摩擦曲线还表明,2 种 TiN 薄膜的摩擦因数随时间的延长很快趋于稳定,与多弧离子镀 TiN 工艺相比,低温磁控溅射 TiN 工艺在与低合金钢和轴承钢配副时,在多种试验条件下摩擦副的摩擦因数都有较明显的下降,摩擦因数小且变化平稳,稳定状态下的摩擦因数分别下降了 8.3 %~50 %。

图 3 示出了 2 种 TiN 薄膜在相同磨损试验条件下,磨损后 TiN 薄膜表面形貌的 SEM 照片。可以看出,相同条件下,磁控溅射沉积的 TiN 薄膜磨损表面较为光滑,仅出现轻微的划痕,无明显沟槽状磨痕,而多弧离子镀沉积的 TiN 薄膜经磨损试验后表面有明显沟槽。

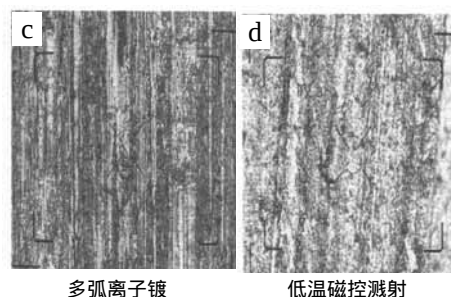
图 4 为 2 种 TiN 薄膜分别与 440C 轴承钢球对磨时,对磨钢球磨损表面的 SEM 照片。可以看出,与磁控溅射沉积的 TiN 相比,多弧离子镀沉积的 TiN 薄膜与 440C 轴承钢球对磨时,不仅薄膜自身磨损严重,同时使对磨钢球表面磨损也严重。



多弧离子镀

低温磁控溅射

(a) 500 rpm, 2 h, 600 N 时两种 TiN 薄膜的磨损表面形貌 SEM 照片 $\times 50$



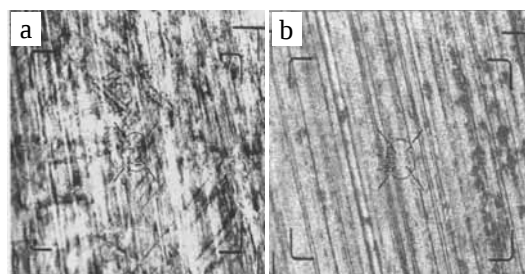
多弧离子镀

低温磁控溅射

(b) 800 rpm, 2 h, 800 N 时两种 TiN 薄膜的磨损表面形貌 SEM 照片 $\times 50$

图 3 两种 TiN 薄膜的磨损表面形貌对比

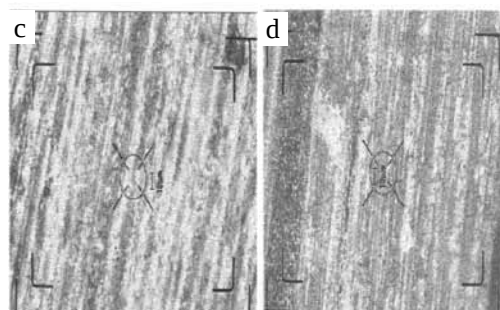
Fig.3 The comparison of wear surface morphology between low temperature magnetic sputtering and multi-arc ion plating TiN films



多弧离子镀

低温磁控溅射

(a) 500 r/min, 2 h, 600 N 时配副钢球的磨损表面 $\times 50$



多弧离子镀

低温磁控溅射

(b) 800 r/min, 2 h, 800 N 时配副钢球的磨损表面 $\times 50$

图 4 配副钢球的磨损表面形貌对比

Fig.4 The comparison of wear surface morphology of steel balls

3 结 论

(1) 低温磁控溅射所制备的 TiN 薄膜硬度高,具有和普通多弧离子镀制备的 TiN 薄膜相近的表面硬度。

(2) 与多弧离子镀 TiN 工艺相比,低温磁控溅射具有更好的沉积效果,所制备的 TiN 薄膜在多种

(下转第 20 页)

(上接第19页)

试验条件下都表现出摩擦因数小、耐磨性好的摩擦学性能,摩擦副的磨损表面也较为光滑,无明显沟槽状磨痕。表明低温磁控溅射代替普通高温多弧离子镀TiN薄膜用于金属切削刀具,使薄膜刀具的工业应用更加广泛,促进了机械加工技术的进步。

参考文献:

- [1] 张玉娟,吴志国,张伟伟,等. 多弧镀及过滤阴极弧沉积 TiN 薄膜的摩擦学性能对比 [J]. 摩擦学学报, 2004, 24(6): 498-502.
- [2] 黄美东,林国强,董闯,等. 负偏压在电弧离子镀沉积TiN/ TiCN多层薄膜中的作用 [J]. 金属热处理, 2001, 26(7): 17-20.
- [3] Tanabe Hiroataka, Miyoshi Yoshio, Takamatsu Tohru, *et al.* Effects of Ti interlayer on mechanical properties of TiN film [J]. Society of Materials Science Japan, 2004, 53(3):321-326.
- [4] J Li, M Hua, C Q Yuan, *et al.* Fractal characteristics of the surface topography of TiN coating [C]. Gao Wanzheng, Li Jian. Proceedings of International Symposium on Tribo-Fatigue, Changsha, China: Hunan University Press, 2000:309-314.

作者地址: 武汉理工大学可靠性工程研究所 430063

Tel: (027)86540357 E-mail: xqbai@mail.whut.edu.cn