# 电弧离子镀(Ti,Nb)N 硬质薄膜断裂韧性对摩擦学性能的影响

陈  $\mathbf{z}^1$ , 高玉周 $^2$ , 林国强 $^1$ , 王富岗 $^1$ 

(1.大连理工大学 三東材料改性国家重点实验室, 辽宁 大连 116023 2.大连海事大学 材料及工艺研究所, 辽宁 大连 1106026)

**摘 要:**利用电弧离子镀方法,对独立的 Ti 靶和 Nb 靶的弧电流进行控制,在高速钢(HSS)基体上制备了不同成分配比的(Ti,Nb)N 薄膜。采用压痕试验和滑动摩擦磨损对(Ti,Nb)N 薄膜的断裂行为与摩擦学性能进行了研究。试验结果显示:在较小的载荷条件下(F=300N),膜层的显微硬度起主要作用;而在较高的载荷条件下(F=600N),膜层的断裂性能起主要作用。梯度薄膜在较大的载荷条件下,具有良好的滑动摩擦性能。

关键词:电弧离子镀;显微硬度;滑动摩;压痕试验

中图分类号: O485

文献标识码:A

文章编号:1007-9289(2006)05-0038-03

## Influence of Fracture Toughness of Hard Film by Arc Ion Plating on Tribological Properties

CHEN Jun<sup>1</sup>, GAO Yu-zhou<sup>2</sup>, LIN Guo-qiang<sup>1</sup>, WANG Fu-gang<sup>1</sup>

(1.State Key Laboratory of Material Modification, Dalian University of Technology, Dalian 116023; 2.Instittute of Material and Technology, Dalian Maritime University, Dalian 116026)

**Abstract:** Multi-component (Ti,Nb)N hard films have been synthesized on high-speed steel substrate using arc ion plating technique. The composition of films were adjusted by controlling the arc current of independent pure Ti and Nb cathodes. Fracture toughness of films was measured by Rocker's indentation. The tribological properties—were investigated as well. The experiment results showed that the hardness of film is not the main factor of tribological properties under lower loads (F=300N); while the fracture toughness shows bigger effect under higher load (F=600N). The gradient (Ti,Nb)N film possesses better sliding friction—property under higher loads.

Key words: arc ion plating; micro hardness; sliding friction; Rocker's indentation

## 0 引 言

膜层的显微硬度是评价膜层的摩擦磨损性能的一个重要参数,然而在进一步深入讨论材料的磨损与硬度的关系时发现,膜层的耐磨性并不随着硬度增加而增加,相反随着硬度的增加,使膜层的脆性增加,反而使膜层的抗磨损性能降低[1]。膜层中裂纹的萌生和扩展是膜层破坏的初级阶段,因此膜层的断裂性能对于表面膜层的耐磨性能来说至关重要。

文中采用电弧离子镀工艺制备了(Ti,Nb)N膜 层及其梯度膜层<sup>[2]</sup>,采用球形压头,在膜层上进 行压痕试验,比较压痕周围的裂纹形貌特征。采

收稿日期:2006-06-10;修回日期:2006-09-09

作者简介:陈军(1965-), 男(汉), 齐齐哈尔人, 副教授, 硕士生。

用裂纹密度函数 β 对压痕周围的裂纹进行统计分析, 比较膜层的抗断裂性能。在膜层磨损试验的基础上, 分析膜层的断裂行为对膜层摩擦磨损性能的影响。

#### 1 试验方法

利用俄罗斯生产的Bulat-6 型电弧离子镀设备制备 (Ti,Nb)N薄膜。试验中采用独立的纯Ti和纯Nb靶,通过控制Ti和Nb靶的弧电流,进行(Ti,Nb)N薄膜的成分控制。选用淬火后中温回火的高速钢作为基体,尺寸为  $10~\text{mm}\times10~\text{mm}\times15~\text{mm}$ 。在薄膜合成过程中,维持试样的偏压在-300~V,总弧流在 154~180~A,沉积温度在 400~450~C。(Ti,Nb)N薄膜的成分及性能如表 1~所示;在此基础上,制备  $Ti_xNb_{1-x}N$  梯度膜,梯度膜由表及里成分为

 $Ti_{0.45-0.35}Nb_{0.55-0.65}N_{\circ}$ 

表 1 (Ti,Nb)N 薄膜的成分及硬度

Table 1	Component and	l microhardness	of (	Ti.Nb`	N hard films

No.	1#	2#	3#	4#	5#	6#
成分	$Ti_{0.35}Nb_{0.65}N$	$Ti_{0.40}Nb_{0.60}N$	$Ti_{0.45}Nb_{0.55}N$	$Ti_{0.50}Nb_{0.50}N$	$Ti_{0.55}Nb_{0.45}N$	(Ti,Nb)N 梯度膜
硬度/ $K_p$	2400	2700	3450	3000	2900	3800

采用洛氏硬度计的球形压头,选用法向载荷为 600 N。在膜层上进行压痕试验,采用裂纹密度 函数  $\beta$  对压 痕 周围 的 裂纹进 行统计 分析 ( $\beta = \frac{1}{\pi} \times \Sigma \{L \times \delta^2 \times (1 - \frac{\delta}{L})\}$ , 其中 $\delta$  为膜层厚度,L为裂纹长度),从而比较膜层的抗断裂性能<sup>[3]</sup>。

摩擦磨损试验在 MM-200 试验机上进行。转速为 200 r/min, 润滑油为 20 #机油, 测试时间为 48 h。选用载荷 300 N 和 600 N, 比较不同载荷条件下, 膜层的断裂行为对其摩擦学性能的影响。

## 2 试验结果与讨论

## 2.1 (Ti,Nb)N 膜层的压痕试验:

**图 1 为**Ti<sub>0.45</sub>Nb<sub>0.55</sub>N膜层的压痕形貌,表 2 为(Ti,Nb)N膜层的裂纹统计数据。

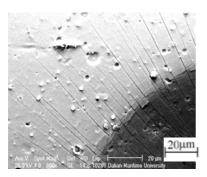


图 1 Ti<sub>0.45</sub>Nb<sub>0.55</sub>N膜层的压痕形貌 Fig.1 Indentation images of Ti<sub>0.45</sub>Nb<sub>0.55</sub>N film

表 2 (Ti,Nb)N 膜层的裂纹统计数据

Table 2 Crack statistics of (Ti,Nb)N hard films

14010 2 014011 5444155105 01 (1131 (0))1 (1444 1111115						
成分	厚度δ/μm	裂纹密度β				
$Ti_{0.35}Nb_{0.65}N\\$	2.6	8035				
$Ti_{0.40}Nb_{0.60}N$	2.5	10677				
$Ti_{0.45}Nb_{0.55}N$	2.5	15670				
$Ti_{0.50}Nb_{0.50}N$	2.7	12078				
$Ti_{0.55}Nb_{0.45}N$	2.8	10008				
(Ti,Nb)N 梯度膜	2.5	9381				

#### 2.2 (Ti,Nb)N 膜层的滑动磨损性能

图 2 为摩擦载荷与 (Ti,Nb)N膜层的滑动磨损体积的关系曲线。从图 2 可以看出,在较低的摩擦载荷作用下,即 F= 300 N时,(Ti,Nb)N均质膜层的滑动磨损量随膜层的显微硬度的提高而减小。膜层的显微硬度越大,其磨损量越小,符合Archard提出的粘着磨损方程表达的关系<sup>[4]</sup>。

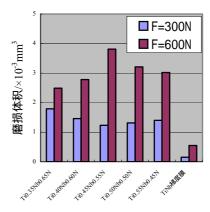


图 2 摩擦载荷对(Ti,Nb)N 膜层的滑动磨损性能的影响 Fig.2 Relationship between load and wear volume of the films

在较高的摩擦载荷作用下,即F=600 N时,Ti<sub>x</sub>Nb<sub>1-x</sub>N膜层随Ti含量的增加,(Ti,Nb)N膜层的显微硬度逐渐增加,膜层的磨损体积也逐渐增大;在Ti含量为 0.45 时,显微硬度达到极大值 3 450 HK,此时膜层的磨损量也达到最大,磨损最严重,显然,此时(Ti,Nb)N膜层的磨损并不遵循粘着磨损方程表达的规律。

之所以产生上述现象,是因为在不同的摩擦 载荷下,磨损的机制发生了变化。在较低的摩擦 载荷下,(Ti,Nb)N 膜层的摩擦磨损过程主要是磨 粒磨损,膜层的显微颗粒剥离以及摩擦副碳化物 颗粒的脱落,形成磨粒,对膜层起着显微切削作 用,显然,此时膜层的硬度越大,抗磨粒切削的 能力就越高,磨损量就越小;而在较大的摩擦载 荷作用下,摩擦磨损过程主要是粘着磨损,膜层的磨损特性不单单是由膜层的显微硬度值决定的,很大程度上还与磨损系数 *K* 有关。只有当 *K* 可以近似看作是常数时,磨损率才真正反比于膜层的硬度。在膜层的摩擦磨损中,磨损系数 *K* 与膜层的内在特征有关,如膜层晶粒尺寸、显微组织结构、膜层的断裂韧性等等。

在滑动摩擦磨损的过程中,决定膜层的磨损性能的因素,除了膜层的硬度之外,还必须考虑膜层的断裂韧性。在摩擦载荷较小的条件下,膜层的摩擦磨损主要由膜层的显微硬度决定。膜层的显微硬度越高,膜层的耐磨性越好。由于膜层的磨损是由裂纹的萌生、裂纹扩展、直至形成显微剥落过程所控制,所以,膜层的断裂韧性也是影响其摩擦磨损性能的重要因素,但只有在较大的载荷下,才能显示出其重要的作用。

根据N.P.Suh提出的剥层磨损理论<sup>[5]</sup>,磨损过程主要包括 3 个阶段:塑性变形积累、裂纹形核和裂纹扩展。原则上,任何一个阶段都会影响滑动磨损性能。而对于膜层,由于其硬度较高,脆性大,膜层能够产生的塑性很小,因此在滑动摩擦磨损过程中,能够产生的塑性积累对膜层磨损的控制作用的影响很小;同时,膜层在制备过程中形成很多缺陷,这些缺陷的存在对裂纹的形核萌生起很大的促进作用。因此对磨损过程起主要控制作用的阶段是裂纹的形核和裂纹的扩展。

Zum  $Gahr^{[6]}$ 在很大的范围内研究了材料的耐磨性与断裂韧性的关系,提出了材料的磨损率 $\omega$ 的表达式:

$$\omega = \frac{P}{\beta \times H \times \tan \alpha} + c \times \frac{h \times d}{\lambda^2} \times \frac{P^{3/2} \times D \times \mu^2 \times H^{1/2}}{K_{IC} \sin 2\alpha} \times \log \sqrt{\frac{P}{P_c}}$$

式中:P-载荷; $\beta$ -磨粒形成有关的参数;h-磨沟深度; $2\alpha$ -磨沟的侵入角;d、 $\lambda$ -组织参数;D-近似为磨粒的大小; $\mu$ -摩擦因数;H-磨损面的硬度; $K_{IC}$ -断裂韧性; $P_c$ 为某一临界值,与材料性质及磨损条件有关。当外加载荷P< $P_c$ 时,不会出现裂纹扩展产生的磨损剥离,磨损率由材料的硬度决定。硬度越高,耐磨性越好;只有在P> $P_c$ 时,式中的第二项才有显著作用,磨损量将受到材料的断裂韧性的影响。

对于(Ti,Nb)N梯度膜,在相同的润滑条件下,载荷F=300 N时,磨损量为  $0.15 \times 10^{-3}$  mm<sup>3</sup>;载荷F=600 N时,磨损量为  $0.55 \times 10^{-3}$  mm<sup>3</sup>,与均质膜

相比,在不同的载荷条件下其耐磨性能都较好。 主要原因是:① 在较低的载荷下, 膜层的摩擦磨 损性能取决于膜层的显微硬度。(Ti,Nb)N梯度膜的 硬度为3800 HK, 较所有的(Ti,Nb)N均质膜的硬度 都高,因而具有较好的抗磨损能力。② 在较高的 载荷下, 膜层的摩擦磨损性能不仅取决于膜层的 显微硬度, 而且膜层的断裂韧性起很大的作用。 (Ti,Nb)N梯度膜层的晶粒明显细化,提高了膜层的 断裂韧性, 梯度膜由于成分呈梯度连续变化, 膜 层中的残余应力得到了改善, 同时也提高了膜层 的断裂韧性。梯度膜层(Ti,Nb)N具有较好的断裂韧 性, 裂纹密度函数β较小, 降低和减缓了在摩擦载 荷的作用下裂纹萌生和裂纹扩展的速率;而 (Ti,Nb)N梯度膜具有最高的硬度, 膜层抵抗磨粒的 磨削性能提高,从而在膜层显微硬度最高的同时, 膜层具有良好的滑动磨损性能。图 3、图 4 所示分 别为Ti<sub>0.45</sub>Nb<sub>0.55</sub>N膜层和(Ti, Nb)N梯度膜磨损后的 表面形貌。从图中可以看出,(Ti,Nb)N梯度膜的磨 损表面没有明显的犁沟, 具有较好的抗磨粒磨损 的能力。

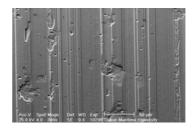


图 3  $Ti_{0.45}Nb_{0.55}N$  膜层的磨损形貌(F=600N) Fig.3 Worn surface morphology of  $Ti_{0.45}Nb_{0.55}N$  gradient film

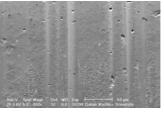


图 4 TiNbN 梯度膜层的磨损形貌(F=600N) Fig.3 Worn surface morphology of(Ti,Nb)N gradient film

#### 3 结 论

采用压痕试验和滑动摩擦磨损对(Ti,Nb)N薄膜的断裂性能与摩擦学性能进行了研究。试验结果显示:膜层的显微硬度不是决定膜层摩擦学性能的(下转第44页)

(上接第41页)

主要因素,在较小的载荷条件下(F=300 N), 膜层的显微硬度起主要作用;而在较高的载荷条件下(F=600 N), 膜层的断裂韧性起更大的作用。梯度薄膜在较大的载荷条件下,具有良好的滑动摩擦性能。

# 参考文献:

- [1] Su Y L, Kao W H. Optimum multilayer TiN-TiCN coatings for wear resistance and actual application [J]. Wear, 1998, 223: 119-130.
- [2] Lin Guoqiang, Gao Yuzhou, Zhang Qingyu, et al. Composition, structure and properties of (Ti, Nb)N gradient coating synthesized by multi-arc [C]. Composition, structure and properties of (Ti,Nb)N gradient coating synthesized by multi-arc plating [C]. Proceedings of 7<sup>th</sup> International Symposium on Trends and Applications of Thin Films, Nancy, France 2000: 233-235.
- [3] Laws N, Brockonbrough J R. The effect of microcrack systems on the loss of stiffness of brittle solids [J]. International Journal of Solids and Structure, 1987,123: 1247-1268.
- [4] 李建明. 磨损金属学 [M]. 北京:机械工业出版 社, 1987: 145.
- [5] Nam P Suh, H.-C.Sin. The genesis of friction [J]. Wear, 1981 (69): 91-114.
- [6] H.K.Zum Gahr. Wear of Materials [M]. ASME, 1979, 123-126.

**作者地址**:大连市大连理工大学材料学院 116024

Tel: (0411) 84706049, 13842628270

E-mail: chenjun@dlut.edu.cn