

doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.20180611001

脉冲电弧沉积 TiAlSiN 涂层及其干式切削性能

刘辞海, 李季飞, 吴正涛, 许雨翔, 王启民

(广东工业大学 机电工程学院, 广州 510006)

摘要: 为开发适于切削镍基高温合金的刀具涂层, 采用脉冲电弧离子镀沉积 TiAlSiN 涂层, 研究 Si 添加对 TiAlN 涂层耐磨性、抗氧化性及车削性能的影响。结果表明: $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层具有最高的结合力 (100 N) 和硬度 (35 GPa)。800 °C 高温下, $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 涂层已经磨穿, 而 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 和 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 的磨损率分别为 4.48×10^{-6} 和 $2.65 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$; 3 种涂层都存在粘着磨损, 其中, $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 和 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层分别还发生了磨粒磨损。此外, Si 的合金化显著提高了 TiAlN 涂层的抗氧化性。使用涂层刀具车削镍基高温合金时的寿命长短依次为 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N} < \text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N} < \text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 。3 种涂层刀具磨损形式以粘着磨损、氧化磨损及磨粒磨损为主。综上, 因其优异的力学和耐磨抗氧化性能, $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层具有更好车削性能。

关键词: 脉冲电弧离子镀; TiAlN; TiAlSiN; 高温摩擦磨损; 干式车削加工

中图分类号: TG174.444

文献标志码: A

文章编号: 1007-9289(2018)06-0044-11

Preparation and Cutting Performance of TiAlSiN Coatings by Pulsed Arc Ion Plating

LIU Cihai, LI Jifei, WU Zhengtao, XU Yuxiang, WANG Qimin

(School of Electromechanical Engineering, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China)

Abstract: To develop cutting coatings for machining Ni-based superalloys, TiAlSiN coatings with various Si contents were deposited by pulsed arc ion plating. The effect of Si addition on the mechanical tribological and oxidation properties and turning performances of the coating were investigated, respectively. The $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ has the highest adhesion strength of 100 N and hardness of 35 GPa. Due to poor mechanical properties, $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ is worn out after the high temperature tribological test at 800 °C. The wear rates of $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ and $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ are 4.48×10^{-6} and $2.65 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$, respectively. Adhesive wear is observed in all coatings. Abrasive wear occurred in $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ and $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$, respectively. Alloying with Si significantly improved the oxidation resistance of TiAlN coatings. Furthermore, the lifetimes of coated inserts during turning In718 are listed as $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N} < \text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N} < \text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$. The primary wear mechanisms of the three coating tools are adhesive, oxidation and abrasive wear. The $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ coating shows a superior cutting performance owing to its excellent mechanical properties and outstanding wear and oxidation resistance.

Keywords: pulsed arc ion plating; TiAlN; TiAlSiN; high temperature frictional wear; dry turning

收稿日期: 2018-06-11; 修回日期: 2018-09-19

网络出版日期: 2018-11-30 11:01; 网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20181130.1101.008.html>

通信作者: 王启民 (1977—), 男 (汉), 教授, 博士; 研究方向: 先进 PVD 涂层刀具; **E-mail:** qmwang@gdut.edu.cn

基金项目: 国家自然科学基金 (51522502, 51875109, 51801032); 广东省科学计划项目 (201704030129)

Fund: Supported by National Natural Science Foundation of China (51522502, 51875109, 51801032) and Science and Technology Plan of Guangzhou (201704030129)

引用格式: 刘辞海, 李季飞, 吴正涛, 等. 脉冲电弧沉积 TiAlSiN 涂层及其干式切削性能[J]. 中国表面工程, 2018, 31(6): 44-54.

LIU C H, LI J F, WU Z T, et al. Preparation and cutting performance of TiAlSiN coatings by pulsed arc ion plating[J]. China Surface Engineering, 2018, 31(6): 44-54.

0 引言

镍基高温合金在高温下具有良好的抗氧化性和耐腐蚀性,且强度高、抗冲击性能强,被广泛运用于航空航天、航海以及核反应堆与化学工业上。然而,高温合金是当今公认的典型难加工材料,其主要表现在加工时切削力大、切削温度高,在高速切削下的切削力超过 1 GPa,温度高达 1000 °C 以上。另一方面,高温合金导热率低,使得在切削过程中所产生的热量不易被切屑带走,导致工件极易与刀具表面发生化学反应,从而加速刀具的扩散磨损和氧化磨损。由于面心立方 $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ 结构的存在,使高温合金具有良好的高温稳定性,加工时工件表面硬化严重。随着如今对高效与高速切削的要求越来越高,对刀具涂层材料和切削性能的研究,已逐渐成为解决高温合金切削难题的重要方法^[1-2]。

目前,切削刀具材料主要有钨钢、高速钢、陶瓷和硬质合金等,其中硬质合金具有良好的韧性和红硬性,在涂层刀具中应用最为广泛^[3]。TiN 最早运用于刀具上的保护涂层,CHRISTOPHE M 和 MICHEL H^[4]研究了 TiN 涂层在切削时与基体的传热性,发现 TiN 涂层能够提高刀具的热稳定性。然而,当温度超过 500 °C 时,TiN 涂层开始氧化生成疏松多孔的 TiO_2 氧化膜,刀具寿命急剧下降^[5]。因此,Devillez 和 Jindal^[6]等人采用 TiAlN 涂层切削 In718 实验,由于 TiAlN 涂层具有较低的导热率,切削热随切屑带走,不损伤刀具。而且在高温下涂层表面生成致密的 Al_2O_3 薄膜,进而提高了涂层的抗氧化性^[7-8]。但随着切削热量的增加,由于 TiAlN 涂层与刀具基体热膨胀系数相差较大,导致涂层产生微裂纹,从而加快了刀具切削时涂层的剥落。合金化是一种行之有效的材料改性手段。近来多种合金化元素(如 Cr、Y、Ta、Si 等)被用来改进 TiAlN 涂层的结构和性能^[9-12]。其中,TiAlSiN 被认为是最有发展前景的先进切削刀具用耐磨防护涂层。在 TiAlN 中掺入 Si 元素,可以形成非晶 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 包裹纳米晶 nc-TiAlN 的纳米复合结构^[12],使其具有优异的力学性能,其硬度甚至可超过 40 GPa^[13-14]。因此 TiAlSiN 涂层在高速切削下具有更好的承载力。Ma 等人^[15]的研究表明 Si 的添加能够细化晶粒,使膜层组织结构更加致密。此外,TiAlSiN 的纳米复合结构还可

以抑制涂层高温下的 TiAlN 纳米晶的晶粒长大及其相分解,从而具有更高的热稳定性^[16]。Si 的添加还有助于涂层抗氧化性的提高,其快速氧化的起始温度高于 1000 °C^[17-19]。这是由于纳米复合结构中的非晶界面相可以阻碍氧气的侵入并减少 TiAlN 与空气的接触^[20]。另一方面,Si 还能促进 Al 的向外扩散从而更好的形成致密的 Al_2O_3 氧化层,从而有效延缓涂层的进一步氧化^[8]。

目前,离子镀膜技术主要包含磁控溅射和电弧离子镀,其中电弧离子镀离子化率更高,涂层的硬度和膜基结合力更强,更广泛的运用于加工难加工材料的刀具上。然而,传统的电弧离子镀薄膜表面不可避免的存在大颗粒,影响涂层的切削性能。采用脉冲电弧离子镀技术,能够有效减少薄膜表面的大颗粒数量,同时,膜层组织结构更加致密,膜基结合力显著提高^[21]。

因此,文中采用脉冲电弧离子镀技术制备 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层,分析 TiAlN 涂层掺入 Si 前后,对其结构、力学性能、摩擦氧化性和切削性能的影响,并阐述上述涂层切削高温合金(In718)时的刀具寿命与磨损机理。

1 试验

1.1 材料与试剂

所用试验设备为脉冲电弧复合离子镀涂层设备。试样选用大小 17 mm×17 mm×4 mm 的抛光 YG8 硬质合金块(面粗糙度约为 20 nm),40 mm×10 mm×0.2 mm 的硬质合金薄片,10 mm×20 mm×0.5 mm 的多晶氧化铝以及刀尖角为 0.4 mm 的硬质合金三角车刀片,牌号为(TNMG160404-MA,成分 WC-Co(Co 质量分数 8%))。硬质合金块用于纳米硬度、结合力以及高温摩擦学性能的测试,硬质合金薄片用于观察涂层表面与截面形貌,多晶氧化铝用于分析 TG 氧化升温增重曲线,车刀片用于车削高温合金的寿命和磨损机理分析。

镀膜前,把试样先、后置于丙酮与酒精中,超声波分别清洗 20 min,再经恒温炉烘干,最后装入真空室内。沉积膜层所用靶材有 Cr(99.99%)、 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}$ 、 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}$ 和 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}$ 合金靶。涂层由打底层 Cr、结合层 CrN 和功能层 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 、 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 或 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 组成。Cr 和 CrN 能更好的提高膜基结合力和涂层

受载能力。镀膜前将腔体加热到 450 ℃，本底真空抽至 4 MPa，进行气体离子源清洗，目的是对基体表面的氧化物和污渍进行轰击，包括脉冲刻蚀清洗和离子源刻蚀清洗。脉冲刻蚀基体偏压 -600 V，频率 240 kHz，占空比 30%，时间 15 min。离子源刻蚀时离子源电流 30 A，基体偏

压-200 V，时间 40 min。刻蚀完后，先通入 Ar 进行打底层 Cr 沉积、随后通入 N₂ 进行过渡层 CrN 和功能层 Ti_{0.50}Al_{0.50}N、Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 或 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 沉积。具体涂层沉积参数见表 1，其中，用示波器测出弧电源输出波形见图 1。

表 1 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的沉积参数
Table 1 Deposition parameters of TiAlN and TiAlSiN coatings

Coatings	Bias voltage / V	Current / A	Duty / %	Frequency / Hz	Time / min	Pressure / Pa	Rotation speed / (L·min ⁻¹)
Cr	-200	80-100	30	5	25	1.2	1.5
CrN	-90	80-100	30	5	40	1.2	1.5
Ti _{0.50} Al _{0.50} N	-90	70-90	30	5	180	1.2	1.5
Ti _{0.45} Al _{0.45} Si _{0.10} N	-90	70-90	30	5	180	1.2	1.5
Ti _{0.40} Al _{0.40} Si _{0.20} N	-90	70-90	30	5	180	1.2	1.5

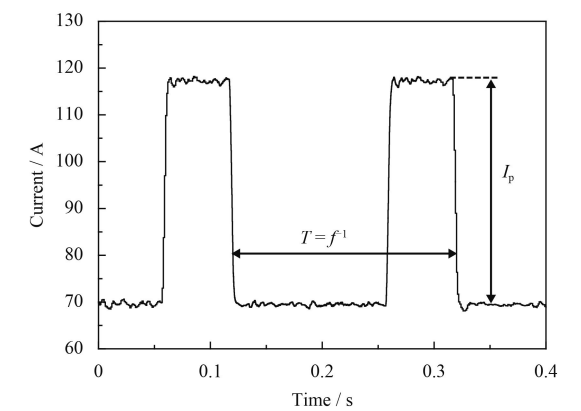


图 1 脉冲弧电源输出电流波形

Fig.1 Output current waveform of pulsed arc power

1.2 涂层表征

采用场发射扫描电镜观察涂层的表面和截面形貌；采用能谱仪和 X 射线光电子能谱对涂层进行成分分析，刻蚀深度为 30 nm；采用 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪进行物相分析来确定涂层相结构。其中 X 射线衍射波长 0.154 nm，扫描步长 0.1 s，每步 0.02°，扫描范围 20°~70°；采用瑞士 CSM Revetest 划痕仪检测涂层的膜基结合力，划痕长度 3 mm，从 0.1~100 N 线性加载；采用纳米压痕仪 (CSM TTX-HNT²) 测试涂层纳米硬度和弹性模量，每个样品测量 15 个点取平均值，载荷为 10 mN，确保压头压入涂层深度小于膜层厚度的 1/10；采用热重分析仪，以 10 ℃/min 的升温速度从常温加热到 1200 ℃，观察试样的氧化增重随时间的变化；在 CSM THT-1000 型高温摩擦机上进行摩擦磨损试验，摩擦温度设定为 800 ℃，以

Al₂O₃ 球作为摩擦副 (纯度 99.5%，Φ 6 mm)，摩擦痕半径 2 mm，线速度 10 cm/s，载荷 5 N，圈数 10 000 圈。使用台阶仪记录磨痕深度变化曲线。单位时间内单位载荷下涂层的磨损量用磨损率 *W* 来表示，其推导公式为：

$$W = W_r / (F \times S_d) = S \times 2\pi R / (L \times 2\pi R \times n) = S / (F \times n)$$

(1)

其中，*n* 为试验转速，*W_r* 为磨损体积，*S* 为磨痕横截面面积，*F* 为加载载荷，*R* 为磨痕半径。

1.3 切削试验材料及切削参数

切削刀具牌号为 TNMG160404-MA 的硬质合金车刀片。外形三角形轮廓，刀尖圆弧半径 0.4 mm。

被加工材料牌号为 In718 的高温合金，其中元素质量分数为 52.5% Ni、18% Fe、19% Cr、5.1% Nb、3% Mo 和少量的其它合金元素。工件尺寸为 Φ 105 mm×120 mm 的圆柱棒料。

车削高温合金试验在 ETC 3650 机床上进行，工件由三爪卡盘液压夹紧，刀片装夹在型号为 MTJNL-2525M16 的刀杆上。设定恒线速度切削 *V_c*=60 m/min，进给量 *f*=0.1 mm/r，背吃刀量 *a_p*=0.5 mm，采用外圆车削，润滑方式为干式切削。

2 结果与讨论

2.1 涂层形貌与成分

图 2 为涂层的表面和截面形貌。在弧光放电中，由于每一个弧斑都是个蒸发源，击穿面积小，加热功率大，熔池内金属来不及蒸发，导致

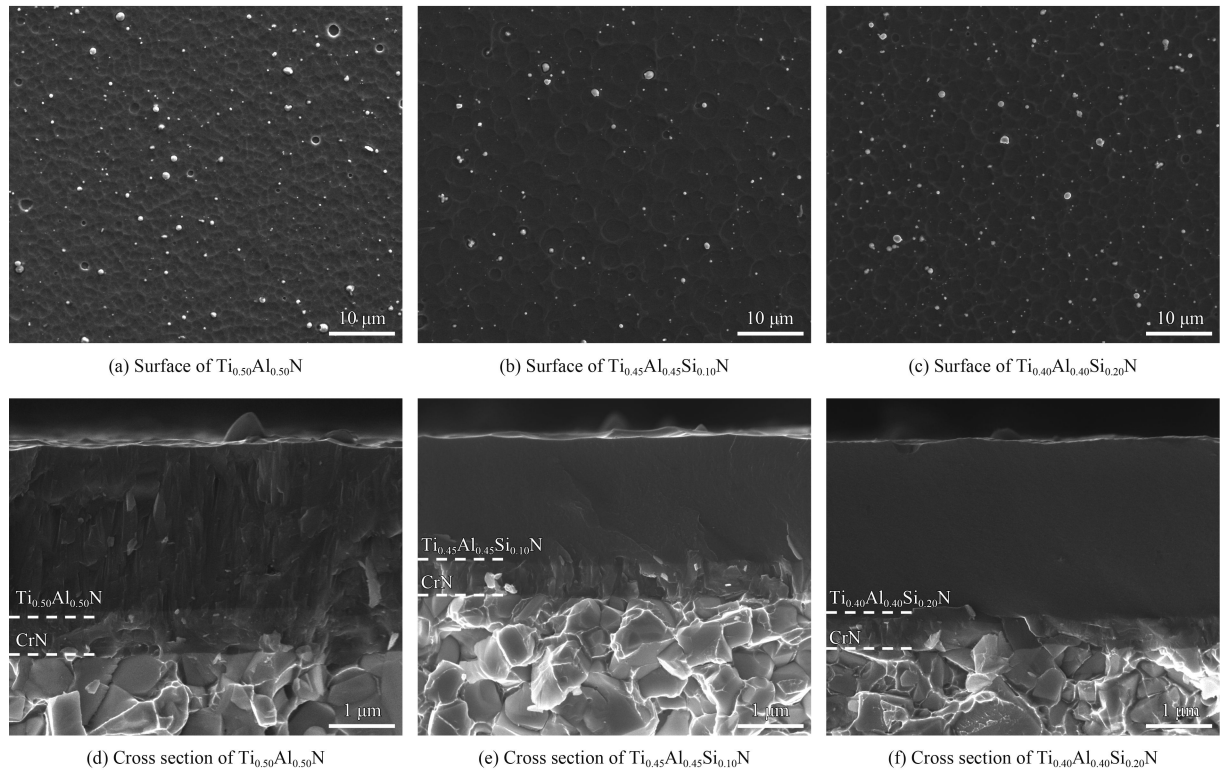


图 2 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的表面和断面截面的微观形貌

Fig.2 Surface and cross-sectional morphologies of TiAlN and TiAlSiN coatings

一些大的金属液滴飞溅出来。从图 2(a)~(c) 可以看出, 涂层表面不可避免的存在大颗粒^[22]。其中, Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层大颗粒较多, 表面粗糙度大, 涂层掺入 Si 后, 表面大颗粒有所改善。图 2(d)~(f) 是各涂层的截面形貌, Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层晶粒生长为明显的柱状晶结构, 随着 Si 元素的加入, 涂层的组织结构更为致密, 晶粒尺寸明显细化。由于打底层 Cr 沉积时间较短, 从各涂层的截面中没有看出明显的 Cr 层。CrN 和 TiAlN 晶粒均为柱状晶结构, 在 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 截面中 CrN 的分层现象不明显。

EDX 测得涂层中的化学元素原子数分数如表 2 所示。由于各靶材中 Ti、Al 含量的原子数分数一样, 从表格看出, 实际中各涂层的 Ti、Al 成分比例也接近于 1 : 1。此外, 由于 Al 和 Si 原子

质量较小, 在沉积过程中易受到反应气体的散射以及离子轰击引起的再溅射作用的影响, 涂层的 Al 和 Si 含量略小于靶材成分 (不计 N 元素后, Ti、Al 和 Si 三者进行归一化处理比较)。

2.2 涂层 XRD 和 XPS

图 3 为硬质合金基体表面 TiAlN、TiAlSiN 涂层的 XRD 图谱。主要是 c-TiN 的 (111) 和 (200) 衍射峰, 比标准峰位往高角度偏移, 原因是 Al 原

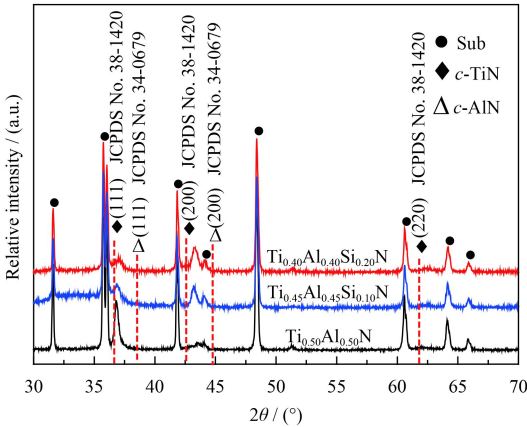


图 3 沉积态 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of TiAlN and TiAlSiN coatings under the as-deposited state

表 2 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层表面 EDS 分析结果

Table 2 Top-view EDS results of TiAlN and TiAlSiN coatings

Coatings	Ti	Al	Si	N
Ti _{0.50} Al _{0.50} N	22.77	20.44		56.78
Ti _{0.45} Al _{0.45} Si _{0.10} N	27.12	24.49	5.91	42.47
Ti _{0.40} Al _{0.40} Si _{0.20} N	23.30	23.18	10.12	43.40

子的加入,取代了Ti原子,形成了TiAlN的固溶结构。Al原子半径比Ti原子小,导致晶面间距减小,由布拉格方程可知,峰位衍射角增大。TiAlN涂层随着Si元素的增加,*c*-TiN择优取向由(111)转变为(200)。图中没有出现Si或者Si₃N₄的衍射峰,说明在涂层中Si元素是以非晶态形式存在。

图4是Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N和Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N的XPS图谱。以C 1s 284.8 eV为标准峰进行校正和分峰拟合。Ti 2p光电子拟合图谱(图4(a))的两个峰为TiO_x和TiAlN^[23-24],Al 2p光电子拟合图谱(图4(b))中含有Al₂O₃和AlN两个峰^[23-24]。

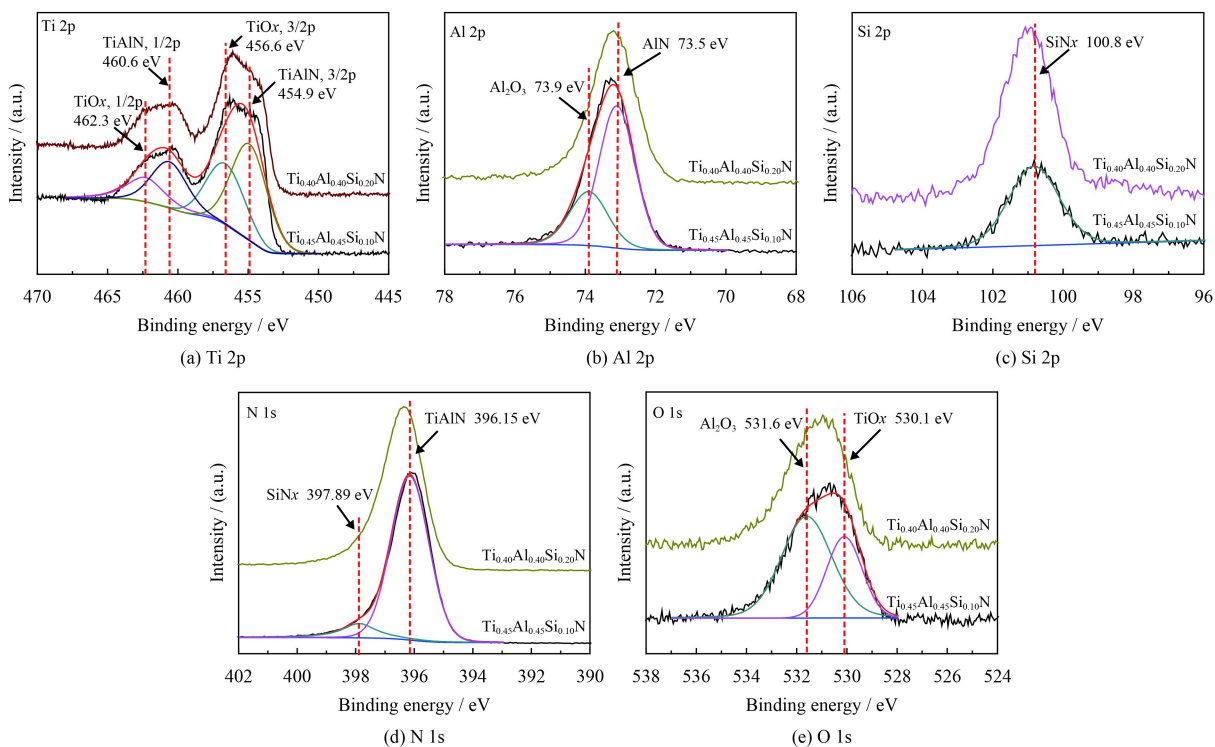


图4 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N和Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N涂层的XPS图谱

Fig.4 XPS spectra of Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N and Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N coatings

2.3 涂层力学性能

图5所示为TiAlN、TiAlSiN涂层的硬度和弹性模量。其中Ti_{0.50}Al_{0.50}N涂层硬度为30 GPa,弹性模量为353 GPa,当靶材中的Si原子数分数为10%时,涂层的硬度增加到35 GPa,同时,弹性模量也增加到428 GPa,这与膜层组织中的晶粒细化和纳米复合结构的形成有关。这种非晶结构强化晶界从而抑制位错的延伸,使涂层能够承受更大的载荷。同时,含Si涂层的断裂韧性比TiAlN要高,在涂层刀具高速切削下,能有效保

从图谱的峰面积来看,N 1s分峰拟合后,涂层中以TiAlN固溶成分为主,含有少量的SiN_x^[23-24],当涂层中Si含量增加时,整体峰位往高结合能偏移,说明涂层中SiN_x含量增加。Si 2p光电子图谱(图4(c))拟合后只有一个SiN_x峰^[23-24],可知涂层中Si只以氮化物的形式存在,当Si含量增加,峰面积增加,说明SiN_x的含量也随之增多,这与N 1s(图4(d))中的Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N整体峰位偏移的结果相吻合。O 1s光电子图谱(图4(e))拟合后为Al₂O₃和TiO_x峰^[23-24],检测出了涂层表层含有氧化物,可能是镀膜时炉腔中残余少量氧气或是样品置于空气中所致。

护刀具。然而,随着靶材中Si原子数分数进一步增加到20%时,涂层的硬度和弹性模量分别下降到26 GPa和304 GPa。在图3的XRD图谱中,Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N没有出现*h*-AlN相,排除了涂层中含有*h*-AlN使涂层软化的可能性。研究表明当过多Si含量时,非晶相SiN_x的晶粒尺寸会超过临界值,导致涂层晶界的阻隔效应减弱,从而力学性能下降^[25]。

图6为TiAlN、TiAlSiN涂层的划痕形貌。图中方框所标的位置为涂层从基体上连续剥落的起

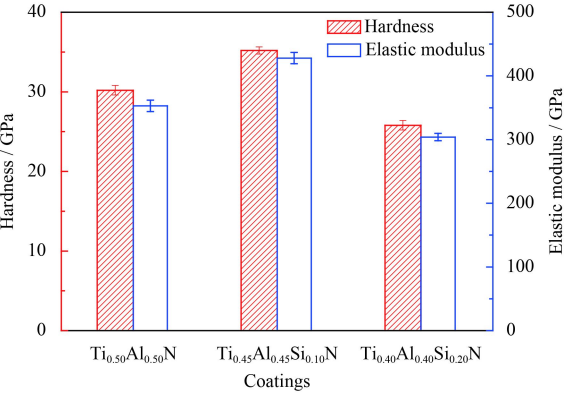


图 5 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的硬度和弹性模量

Fig.5 Hardness and elastic modulus of TiAlN and TiAlSiN coatings

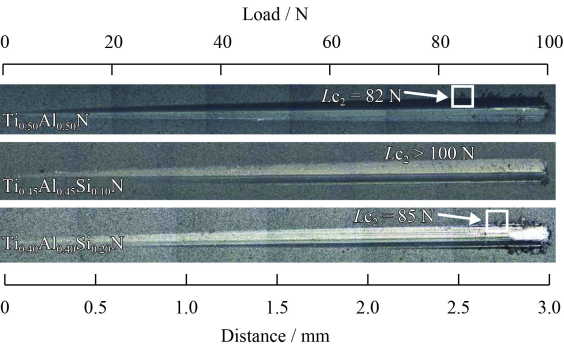


图 6 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的划痕光学显微形貌

Fig.6 Optical micrographs of scratch tracks on TiAlN and TiAlSiN coatings

始点 (L_{c2}), 以该点所承受的载荷作为涂层的膜基结合力。从图中看出, $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 涂层的结合力为 82 N, $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 涂层的结合力为 85 N。在 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层的划痕形貌中并没有明显的涂层剥落现象, 推测出其结合力已大于 100 N, 膜基结合力最好。原因可能是 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层纳米硬度最高且又在晶界处存在非晶相。好的膜基结合力, 能在切削时更好的保护刀具涂层不被过早剥落, 延长刀具寿命。

2.4 涂层摩擦氧化性能

图 7 所示为 TiAlN、TiAlSiN 涂层在 800 °C 下摩擦因数。在前 2000 圈内摩擦因数随圈数的增加而增加, 属于跑和阶段, 随后稳定。 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 、 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 和 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 的平均摩擦因数分别为 0.60、0.43 和 0.52, 各涂层在高温下的摩擦因数都较低。同时, 在高温下, 含 Si 涂层比 TiAlN 涂层摩擦因数更低, 这与高温摩擦下涂层表面生成的少量 SiO_2 等氧化物有关^[26]。

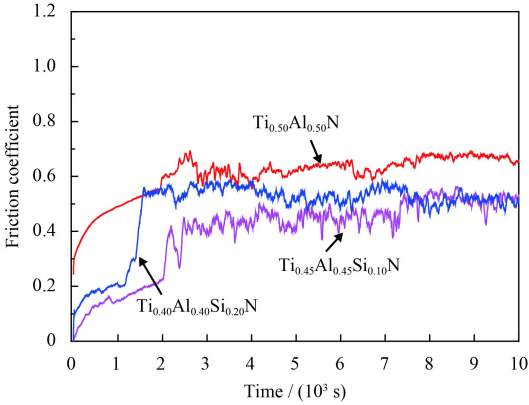


图 7 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层在 800 °C 下的摩擦因数

Fig.7 Friction coefficients of TiAlN and TiAlSiN coatings at 800 °C

图 8 是 800 °C 下 TiAlN、TiAlSiN 涂层的磨痕二维形轮廓, 发现 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层磨痕最浅, 大约 500 nm, 其次是 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 涂层的磨痕深度为 2 μm 左右。而 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 的磨痕深度超过了涂层的厚度, 且磨痕底部较宽, 可见 800 °C 下 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 相比于其它两涂层磨损更严重, 此时涂层已经完全失效, 无法计算磨损率。在 800 °C 下 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 和 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 的磨损率分别为 4.48×10^{-6} 和 $2.65 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ 。

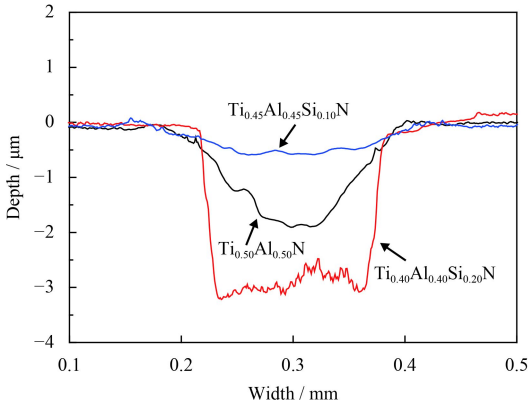


图 8 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层在 800 °C 下的二维磨痕轮廓曲线

Fig.8 Two-dimensional profiles of wear tracks on TiAlN and TiAlSiN coatings at 800 °C

图 9 是 800 °C 下 TiAlN、TiAlSiN 涂层磨痕的 SEM 形貌, 与表 3 的元素成分相对应。图 9(a)(d) 中 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 磨痕出现明显犁沟, 是由于涂层表面原子键断裂后或 Al_2O_3 磨球的磨损所产生的磨粒对涂层进行摩擦造成, 属于典型的磨粒磨损^[27]。然而, 图 9(b) $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 磨痕很浅且表面光滑, 观察放大后的图 9(e) 发现涂层产生了疲劳微

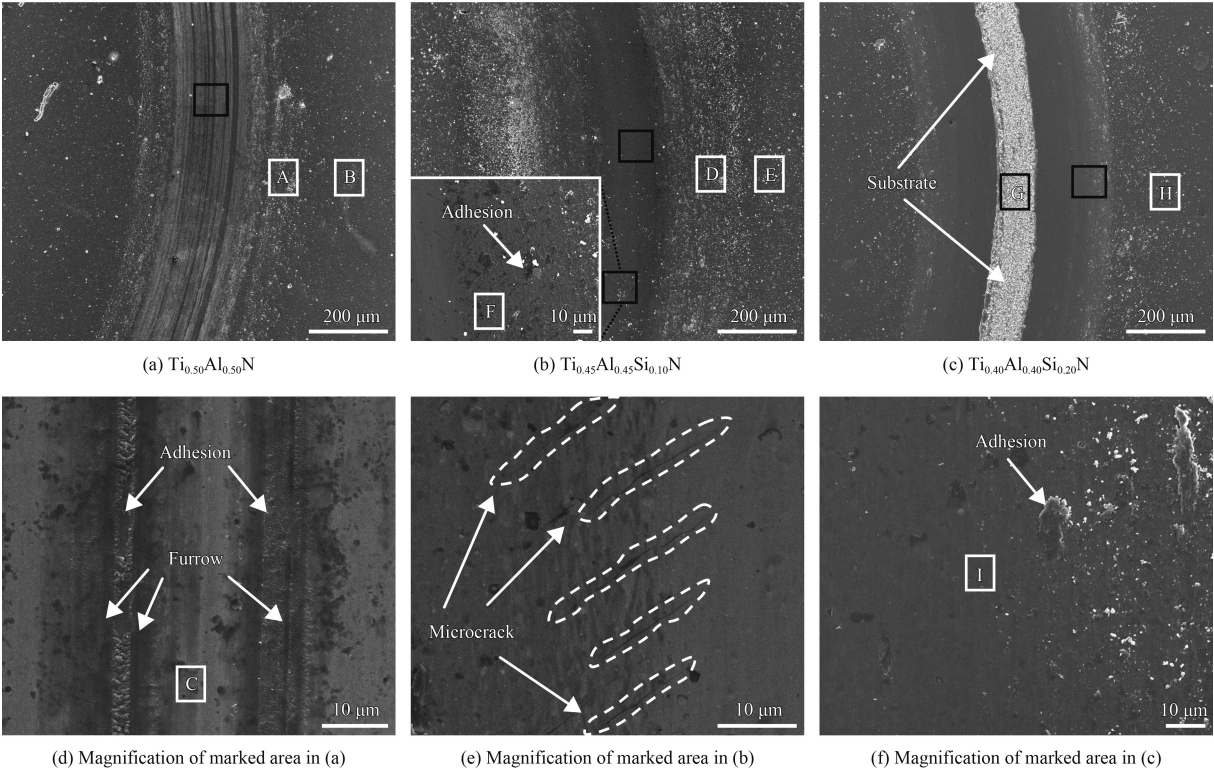


图 9 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层在 800 °C 下的磨损形貌

Fig.9 Worn morphologies of TiAlN and TiAlSiN coatings at 800 °C

表 3 图 9 中指定区域的 EDS 元素分析

Table 3 EDS analysis results of indicated areas in Fig. 9

Zone	(a/%)							
	Ti	Al	Si	N	O	W	C	Co
A	20.35	18.80		32.35	28.50			
B	20.80	17.29		38.25	23.66			
C	22.80	18.75		46.03	12.42			
D	22.38	18.48	3.17	33.55	22.41			
E	19.28	18.45	3.20	46.86	12.20			
F	21.61	17.83	3.19	42.78	14.59			
G	10.58				30.40	18.24	36.62	4.16
H	20.81	15.02	7.36	40.18	16.63			
I	16.11	15.62	7.75	50.70	9.82			

裂纹。图 9(c) Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 磨痕中部已经磨穿，G 区域经能谱分析，主要是硬质合金基体的氧化成分，这与 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 中过多的 Si 含量导致涂层硬度低、韧性差以及高温下组织结构软化严重有关^[28]。在图 9 中，磨痕放大区域 C、F、I 的成分中氧含量较高，且有大量磨屑和氧化物粘着，可知在 800 °C 下，各涂层在一定程度上都发生了氧化磨损和粘着磨损。区域 A、D 中的氧和铝的成分明显高于区域 C、F，说明在摩擦磨

损过程中，氧化铝磨球也出现了磨损。区域 B、E、H 是 800 °C 下各涂层未磨损的部分，其中 E、H 含氧量较低，可推测在加入 Si 后涂层的抗氧化性能有所提升。

图 10 是 TiAlN、TiAlSiN 的 TG 氧化增重曲线。对比发现 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层增重最为明显，1200 °C 时增重达到了 0.29 mg/cm²，从曲线的斜率可以推断，该涂层在 900 °C 左右就开始迅速氧化，一直到 1200 °C 才趋近于平稳。相反，

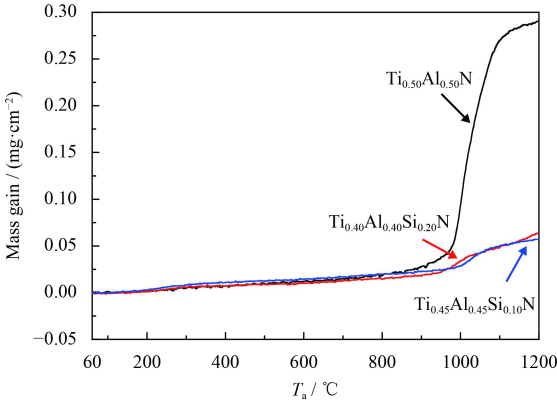


图 10 合成空气下 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层的 TG 曲线
Fig.10 TG curves of TiAlN and TiAlSiN coatings in synthetic air

Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 和 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 涂层直到 1000 °C 左右才开始氧化, 而且氧化增重较少, 到 1200 °C 时增重只有 0.06 mg/cm² 左右。对比可知, 引入 Si 元素对 TiAlN 涂层的抗氧化性能具有增强作用。

2.5 涂层切削性能

图 11 为 TiAlN、TiAlSiN 和未涂层刀具切削 In718 的切削寿命。以刀具后刀面磨损量达 300 μm 为失效标准来评估刀具寿命。随着切削长度的增加, 刀具后刀面的磨损越来越剧烈。其中, 未涂层的刀磨损最为严重, 当切削长度到 180 m 时已达失效。Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 和 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层刀具其切削长度分别为 275 和 250 m, Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层的切削寿命最长, 达到了 350 m。因为 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层表面的大颗粒较多, 粗糙度大, 在切削加工中, 刀具接触工件表面摩擦力增

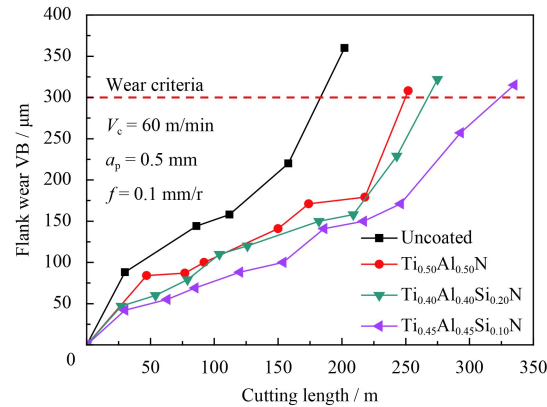


图 11 TiAlN、TiAlSiN 和未涂层刀具切削 In718 的切削寿命
Fig.11 Cutting length of the uncoated, TiAlN and TiAlSiN-coated tools during In718 alloy machining

加, 切削产热增多。另一方面, Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层的抗氧化性和膜基结合力也较差, 相比于含 Si 涂层刀具磨损更加严重, 涂层最先失效。由于 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 具有优异力学性能、高温抗氧化性能以及高温下耐磨低摩特性, 表现出了更好的切削性能。

图 12 为 TiAlN、TiAlSiN 涂层刀具切削 In718 失效后的前刀面 SEM 形貌。表 4 为图 12 中指定区域的能谱分析。从图 12(a)~(c) 看出, 刀尖和主切削刃上都有被加工材料的粘结现象, 其中 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 涂层刀具的刀尖出现了崩刀缺口, 这是导致该涂层刀具失效的主要原因。对指定区域放大后进行能谱元素分析, 区域 A、D、E 都含有工件材料氧化后的元素, 说明 3 种涂层前刀面上都有粘刀, 刀具存在粘着磨损。同时, 在切削过程中, 切屑从刀具的排屑槽排走, 不断挤压前刀面, 导致切屑对前刀面不断的粘着和摩擦, 从图 12(e) 中粘着材料的磨损压痕可以明显看出切屑的流动方向。

图 12(d) 为 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 主切削刃靠近刀尖处的局部放大, 对区域 C 进行 EDS 分析后为涂层氧化后的成分, 同时看到 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 主切削刃上不仅有工件材料的粘着, 涂层还产生了裂纹。产生裂纹的原因可能是涂层表面大颗粒导致的涂层缺陷或是刀具与工件切削接触时产生的剪切应力所造成。区域 B 的 EDS 元素检出为 Cr、N、O 以及少量的 W、C, 此区域为涂层的打底层 CrN 部分, 此时功能层 TiAlN 已经剥落, 且涂层已发生不完全氧化。图 12(f) 为 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 的主切削刃局部放大, 发现区域 F 有比较稀疏的蜂窝状物质, EDS 显示主要为 W、C 和 O 元素, 表明在高速切削下, Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 切削刃上的涂层发生了磨损, 露出基体后在高温下与空气中的氧气反应并形成了少量氧化物。

图 13 为 TiAlN、TiAlSiN 涂层刀具切削 In718 失效后的后刀面 SEM 形貌。表 5 为图 13 中指定区域的能谱分析成分。从图 13(a)~(c) 可以看出各涂层的切削刃上都有积削瘤的产生, 其中 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 涂层最为严重。积削瘤的产生, 虽然可以代替切削刃的切削, 使刀具的实际前角变大, 刀具更加锋利。但是积削瘤是一个形成, 脱落, 再形成, 再脱落的过程, 使得加工过程中不

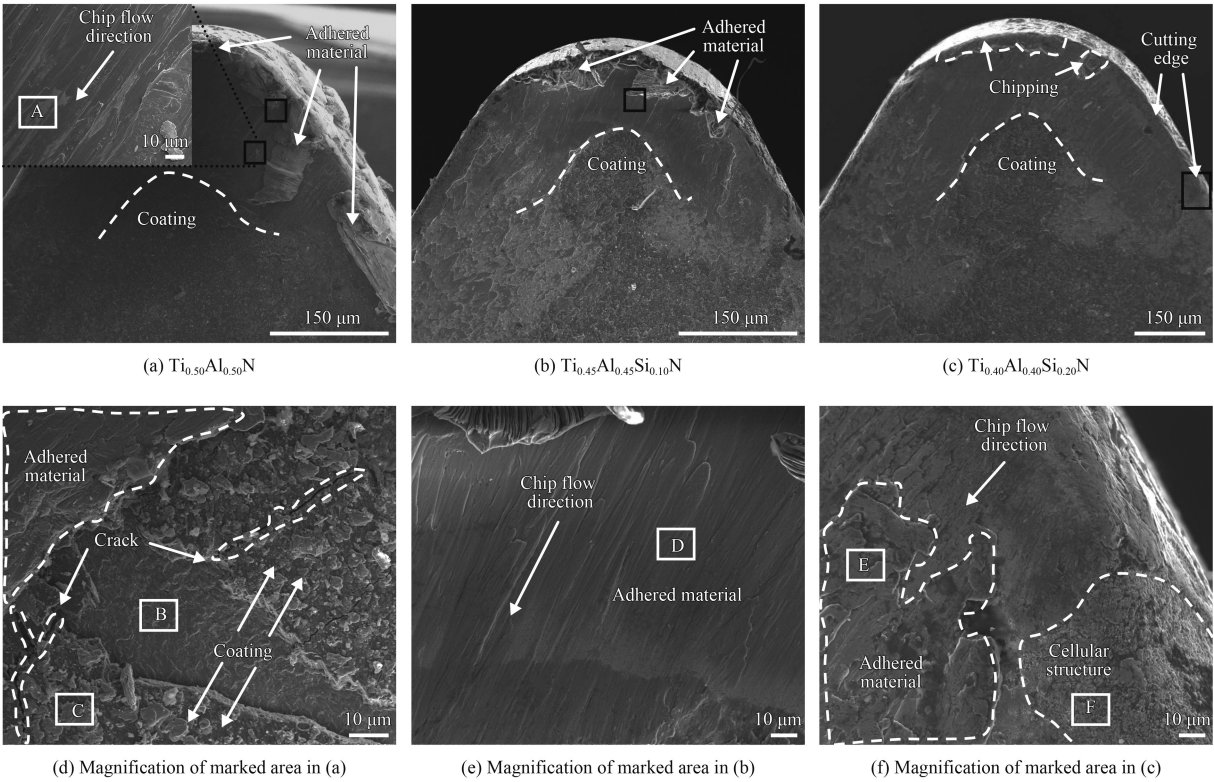


图 12 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层刀具切削 In718 失效后的前刀面 SEM 形貌

Fig. 12 SEM images of the rake face of TiAlN and TiAlSiN coatings after failure in the turning In718 alloy

表 4 图 12 中指定区域的 EDS 元素分析结果

Table 4 Elemental contents measured by EDS of outlined areas in Fig. 12

Zone	(a/%)										
	Ti	Al	N	O	Ni	Nb	Cr	Fe	C	W	Co
A		0.74		8.25	50.39	2.54	18.62	19.19			
B	1.00		33.62	19.23			41.66		3.95	0.54	
C	25.90	14.05	28.84	19.29	1.25		9.29	1.31			
D	1.22	1.40		4.78	50.97	2.91	18.60	20.12			
E	1.59	1.31		7.40	54.04	0.93	18.49	16.24			
F				19.58	3.86		2.41	1.82	50.92	17.45	3.95

断产生振动，会影响工件的尺寸精度。图 13(b)~(d)中可以清楚的看到 3 种涂层刀具磨粒磨损的划痕，这是由于切削过程中温度高、切削力大而导致的 In718 工件表面发生了硬化。各涂层在刀具的后刀面靠近切削刃的位置，都发现有大量的工件材料粘结，故与前刀面的磨损机理一致，也存在严重的粘着磨损。

同时发现，在图 13(b)(c) 中 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 和 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 涂层的后刀面上，粘着材料与涂层之间出现了明显的涂层磨损的过渡带区域，且 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 面积更大，说明 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 涂层磨损更为严重。局部放大后图 13(e)(f) 所示，

磨损的涂层呈现出鱼鳞状，对区域 B、C 进行 EDS 元素分析，主要为涂层的氧化物以及少量的材料粘着，另外 $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 还发生了边界磨损。综合区域 A、B、C 的 EDS 分析，涂层中都含有氧元素，说明在切削过程中，氧化磨损也是这 3 种涂层的失效形式之一，其中 $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 氧化更为严重，可知掺 Si 后的 TiAlSiN 涂层的抗氧化性有明显提升。综上，结合前刀面与后刀面的 SEM 磨损形貌， $\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}\text{N}$ 、 $\text{Ti}_{0.45}\text{Al}_{0.45}\text{Si}_{0.10}\text{N}$ 涂层切削 In718 的磨损形式为粘着磨损、磨粒磨损以及氧化磨损， $\text{Ti}_{0.40}\text{Al}_{0.40}\text{Si}_{0.20}\text{N}$ 涂层的磨损形式为粘着磨损、磨粒磨损、氧化磨损以及边界磨损。

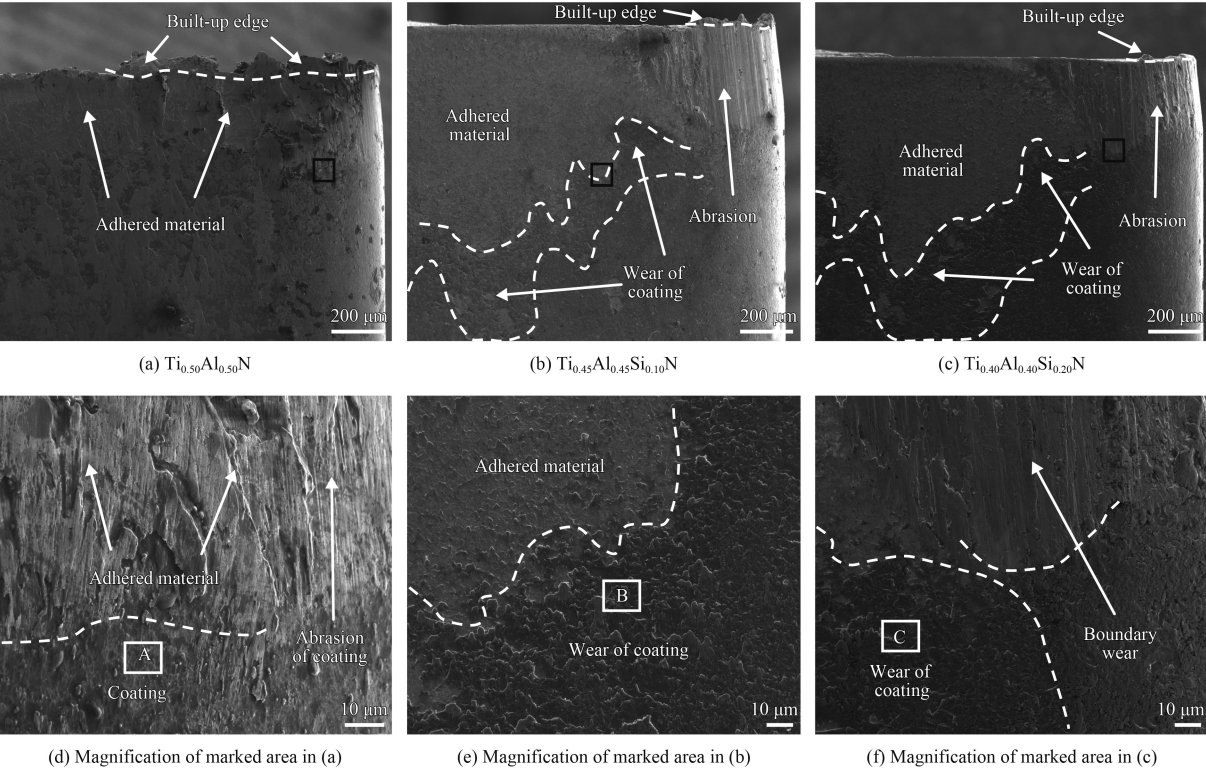


图 13 TiAlN 和 TiAlSiN 涂层刀具切削 In718 失效后的后刀面 SEM 形貌

Fig.13 SEM images of the flank face of TiAlN and TiAlSiN coatings after failure in turning In718 alloy

表 5 图 13 中指定区域的 EDS 元素分析结果

Table 5 EDS element results of indicated areas in Fig.13

Zone	(a/%)						
	Ti	Al	Si	N	O	Cr	Fe
A	18.83	16.43		44.10	20.64		
B	19.04	17.04	3.01	47.70	9.63	1.90	1.68
C	14.6	14.27	6.89	51.13	11.91	0.65	0.55

3 结 论

(1) TiAlN 涂层掺 Si 后表面大颗粒减少、组织结构更加致密。随着涂层 Si 含量增加，*c*-TiN 的择优取向从 (111) 转变为 (200)。涂层的结合力和硬度也先增加后减少，其中 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层的结合力超过 100 N，硬度达 35 GPa。

(2) 热重试验结果表明，Ti_{0.50}Al_{0.50}N 在 1200 ℃ 下氧化增重 0.29 mg/cm²，而 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 和 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 涂层的氧化增重只有 0.06 mg/cm²。

(3) 在 800 ℃ 摩擦磨损试验中，Ti_{0.50}Al_{0.50}N、Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 和 Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 涂层的摩擦因数分别为 0.60、0.43 和 0.52，磨损形式都有粘着磨损和氧化磨损，同时 Ti_{0.50}Al_{0.50}N 和 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层还分别存在磨粒磨损。Ti_{0.50}Al_{0.50}N 和

Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层的磨损率分别为 4.48×10^{-6} 和 2.65×10^{-6} mm³·N⁻¹·m⁻¹。

(4) 3 种涂层刀具车削镍基高温合金 (In718) 寿命长短依次为 Ti_{0.50}Al_{0.50}N<Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N<Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N。Ti_{0.50}Al_{0.50}N 和 Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层刀具磨损形式以粘着磨损、氧化磨损及磨粒磨损为主，Ti_{0.40}Al_{0.40}Si_{0.20}N 涂层刀具磨损形式为粘着磨损、氧化磨损、磨粒磨损和边界磨损。Ti_{0.45}Al_{0.45}Si_{0.10}N 涂层的力学性能和摩擦抗氧化性最好且高温下磨损率最低，使其在切削高温合金过程中刀具寿命最长。

参考文献

[1] THAKUR A, GANGOPADHYAY S. State-of-the-art in surface integrity in machining of nickel-based super alloys[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2016, 100: 25-54.

[2] ULUTAN D, OZEL T. Machining induced surface integrity in titanium and nickel alloys: a review[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2011, 51(3): 250-280.

[3] BOBZIN K. High-performance coatings for cutting tools[J]. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*,

- 2017, 18: 1-9.
- [4] CHRISTOPHE M, MICHEL H. Recent progress in the measurement of the thermal properties of hard coatings[J]. *Thin Solid Film*, 1998, 317: 455-457.
 - [5] CHIM Y C, DING X Z, ZENG X T, et al. Oxidation resistance of TiN, CrN, TiAlN and CrAlN coatings deposited by lateral rotating cathode arc[J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517: 4845-4849.
 - [6] DEVILLEZ A, SCHNEIDER F, DUDZINSKI D, et al. Cutting forces and wear in dry machining of Inconel 718 with coated carbide tools[J]. *Wear*, 2007, 262: 931-942.
 - [7] DING X Z, BUI C T, ZENG X T. Abrasive wear resistance of $Ti_{1-x}Al_xN$ hard coatings deposited by a vacuum arc system with lateral rotating cathodes[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2008, 203(5-7): 680-684.
 - [8] ZHU L H, HU M M, NI W Y, et al. High temperature oxidation behavior of $Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ coating and $Ti_{0.5}Al_{0.4}Si_{0.1}N$ coating[J]. *Vacuum*, 2012, 86(12): 1795-1799.
 - [9] ZHOU H, ZHENG J, GUI BINHUA, et al. AlTiCrN coatings deposited by hybrid HIPIMS/DC magnetron co-sputtering[J]. *Vacuum*, 2017, 136: 129-136.
 - [10] RIEDL H, HOLEC D, RACHBAUER R, et al. Phase stability, mechanical properties and thermal stability of Y alloyed Ti-Al-N coatings[J]. *Surface & Coating Technology*, 2013, 25: 174-180.
 - [11] SEIDL W M, BARTOSIK M, KOLOZSVARI S, et al. Mechanical properties and oxidation resistance of Al-Cr-N/Ti-Al-Ta-N multilayer coatings[J]. *Surface & Coating Technology*, 2018, 347: 427-433.
 - [12] ZHANG K, WANG L S, YUE G H, et al. Structure and mechanical properties of TiAlSiN/ Si_3N_4 multilayer coatings[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2011, 205(12): 3588-3595.
 - [13] SU K, LIU D M, SHAO T M. Microstructure and mechanical properties of TiAlSiN nano-composite coatings deposited by ion beam assisted deposition[J]. *Science China Technological Sciences*, 2015, 58(10): 1682-1688.
 - [14] VEPREK S, VEPREK-HEIJMAN M G J. The formation and role of interfaces in superhard nc-MenN/a- Si_3N_4 nanocomposites[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2007, 201(13): 6064-6070.
 - [15] MA Q, LI L, XU Y, et al. Effect of bias voltage on TiAlSiN nanocomposite coatings deposited by HiPIMS[J]. *Applied Surface Science*, 2017, 392: 826-833.
 - [16] VEPREK S, MANNING H D, JILEK M, et al. Avoiding the high-temperature decomposition and softening of $(Al_{1-x}Ti_x)N$ coatings by the formation of stable superhard nc- $(Al_{1-x}Ti_x)N/a-Si_3N_4$ nanocomposite[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 366(1): 202-205.
 - [17] CARVAHO S, REBOUTA L, CAVALEIRO A, et al. Microstructure and mechanical properties of nanocomposite (Ti, Si, Al)N coatings[J]. *Thin Solid Films*, 2001, 398-399: 391-396.
 - [18] BOUZAKIS K D, SKORDARIS G, GERARDIS S, et al. Ambient and elevated temperature properties of TiN, TiAlN and TiSiN PVD films and their impact on the cutting performance of coated carbide tools[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2009, 204(6-7): 1061-1065.
 - [19] LI Y S, SHIMADA S, KIYONO H, et al. Synthesis of Ti-Al-Si-N nanocomposite films using liquid injection PECVD from alkoxide precursors[J]. *Acta Materialia*, 2006, 54(8): 2041-2048.
 - [20] STEYER P, PILLOUD D, PIERSON J F, et al. Oxidation resistance improvement of arc-evaporated TiN hard coatings by silicon addition[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2006, 201(7): 4158-4162.
 - [21] HUANG M D, LIN G Q, ZHAO Y H, et al. Macro-particle reduction mechanism in biased arc ion plating of TiN[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2003, 176(1): 109-114.
 - [22] KOLLER C M, RAMM J, KOLOZSVARI S, et al. Role of droplets and iron on the phase formation of arc evaporated Al-Cr-oxide coatings[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2015, 276: 735-742.
 - [23] WU Z T, SUN P, QI Z B, et al. High temperature oxidation behavior and wear resistance of $Ti_{0.53}Al_{0.47}N$ coating by cathodic arc evaporation[J]. *Vacuum*, 2017, 135: 34-43.
 - [24] MAHBUBUR RAHMAN M, JIANG Z T, ZHOU Z F, et al. Effects of annealing temperatures on the morphological, mechanical, surface chemical bonding, and solar selectivity properties of sputtered TiAlSiN thin films[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 671: 254-266.
 - [25] YU D H, WANG C Y, CHENG X L, et al. Microstructure and properties of TiAlSiN coatings prepared by hybrid PVD technology[J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517(17): 4950-4955.
 - [26] TILLMANN W, DILDROP M. Influence of Si content on mechanical and tribological properties of TiAlSiN PVD coatings at elevated temperatures[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2017, 321: 448-454.
 - [27] FUENTES G G, ALMANDOZ E, PIERRUGUES R, et al. High temperature tribological characterisation of TiAlSiN coatings produced by cathodic arc evaporation[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2010, 205(5): 1368-1373.
 - [28] KOSEKI S, INOUE K, USUKI H. Damage of physical vapor deposition coatings of cutting tools during alloy 718 turning[J]. *Precision Engineering*, 2016, 44: 41-54.