

# 负偏压对电弧离子镀 CrAlN 涂层组织和性能的影响

蔺增<sup>1</sup>, 陈彬<sup>1</sup>, 乔宏<sup>1</sup>, 赵晓波<sup>2</sup>  
(1. 东北大学 机械工程与自动化学院, 辽宁 沈阳 110819; 2. 重庆新恒基真空镀膜有限公司, 重庆 402760)

**摘 要:** 采用电弧离子镀技术在高速钢基底上沉积 CrAlN 涂层. 对 CrAlN 涂层的表面形貌、微观组织、显微硬度、结合强度、摩擦学性能进行了分析, 研究了负偏压对 CrAlN 涂层组织和性能的影响. 结果表明: 在一定范围内随着负偏压的增加, 涂层表面大颗粒数量逐渐减少, 涂层变得更加致密; 但过大的负偏压导致离子轰击作用过强, 使涂层表面再次出现缺陷. 当负偏压为 -200 V 时, 涂层的晶粒尺寸最小, 并具有良好的结晶度. 涂层的显微硬度和结合强度均随负偏压的增加呈现出先增加后减小的趋势. 当负偏压为 -200 V 时, 显微硬度达到最大值, 为 28.6 GPa, 同时具有最好的摩擦学性能.

**关 键 词:** 负偏压; 表面形貌; 微观结构; 机械性能; 摩擦学性能

**中图分类号:** TB 43      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1005-3026(2018)07-0981-05

## Influence of Negative Bias Voltage on Microstructure and Properties of CrAlN Coatings by Arc Ion Plating

LIN Zeng<sup>1</sup>, CHEN Bin<sup>1</sup>, QIAO Hong<sup>1</sup>, ZHAO Xiao-bo<sup>2</sup>  
(1. School of Mechanical Engineering & Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China;  
2. Chongqing Xinhengji Vacuum Coating Co., Ltd., Chongqing 402760, China. Corresponding author: LIN Zeng, E-mail: zlin@mail.neu.edu.cn)

**Abstract:** Using arc ion plating, CrAlN coatings were deposited on high speed steels. The effects of the negative bias voltage on microstructure and properties of the CrAlN coatings were investigated through analyzing surface morphologies, microstructure, microhardness, adhesion strength and tribological properties. The results showed that with the increase of the negative bias voltage, the surface macroparticles reduced gradually and the coating became denser. However, further increasing the negative bias voltage over -200 V, the ion bombarding was so strong that many defects reappeared on the coating surface. Therefore, the grain size reached a minimum value and the coating was well crystallized at the bias voltage of -200 V. Moreover, it was found that the microhardness and adhesion strength firstly increased and then decreased with the increase of the negative bias voltage. When the voltage was -200 V, the microhardness reached the maximum value of 28.6 GPa and the coating performed the best tribological properties.

**Key words:** negative bias voltage; surface morphology; microstructure; mechanical properties; tribological properties

CrN 涂层具有高硬度、高耐磨性和良好的抗氧化性<sup>[1]</sup>, 已经在合金刀具、成型模具等的表面改性方面得到了十分广泛的应用. 但是 CrN 涂层的热稳定性较差<sup>[2]</sup>, 使其不能满足高速切削对涂层高热稳定性的要求. 为了进一步提高涂层的综合性能, 往 CrN 涂层中添加其他元素形成三元涂层, 如 CrAlN<sup>[3]</sup>, CrSiN, CrCN 等. 与 CrN 涂层相比, CrAlN 涂层具有更高的硬度, 特别是良好的热稳定性, 这是由于加入铝元素在表面形成致密的氧化铝薄膜<sup>[4]</sup>.

目前 CrAlN 涂层的制备方法主要有: 阴极电弧蒸发镀、电弧离子镀、磁控溅射法等, 与其他沉积方

法相比,电弧离子镀具有高离化率、沉积速率快、膜基之间结合力强等优点<sup>[5]</sup>,在工业上得到了广泛的运用.在电弧离子镀众多工艺参数中,负偏压<sup>[6]</sup>作为一个重要的参数对涂层的组织结构、表面形貌、硬度、结合强度、摩擦学性能等有着很大的影响.

本文采用电弧离子镀技术,以不同的负偏压在高速钢表面沉积 CrAlN 涂层,通过一系列表征与检测手段,研究了负偏压对 CrAlN 涂层表面形貌、微观结构、机械性能和摩擦学性能的影响.

1 实验材料和实验方法

1.1 实验材料

实验中选用的基材为 M2 高速钢,样品尺寸为 15 mm × 15 mm × 4 mm,靶材采用质量分数为 99.99 % 的 Cr 靶与 Cr<sub>30</sub>Al<sub>70</sub> (原子分数)靶,直径为 100 mm;以质量分数为 99.99 % 的氩气作为工作气体,以质量分数为 99.99 % 的氮气作为反应气体,采用 PVD18 型电弧离子镀设备制备涂层.

1.2 实验方法

对基体表面进行抛光后,用清洗剂和去离子水进行超声清洗,再用无水乙醇脱水,烘干后装入真空室内,靶基距为 325 mm.

抽真空至 5 × 10<sup>-3</sup> Pa 以下,将真空室内加热到 420 ℃,通入氩气至 3.0 Pa,采用 -800 V 的负偏压对基材清洗 30 min;将负偏压调整至 -400 V,Cr 靶弧电流为 80 A,通入氩气至 2 × 10<sup>-1</sup> Pa,沉积 Cr 层 40 s 作为过渡层;将 CrAl 靶弧电流调整至 100 A,通入氮气至 1.0 Pa,采用

-30, -50, -100, -200, -300 V 的负偏压制备 5 种 CrAlN 涂层,沉积时间为 60 min.

涂层样品的表面形貌观察在 ULTRA PLUS 型场发射扫描电子显微镜上完成;采用 MPDDY2094 型 X 射线衍射仪对涂层样品进行物相分析;显微硬度采用 AMH43 型全自动显微硬度仪进行测试;膜基结合性能采用 MFT-4000 型多功能材料表面性能试验仪进行测试;摩擦磨损性能采用 MS-T3000 型球盘式旋转摩擦磨损试验机进行测试.

2 结果与讨论

2.1 表面形貌

图 1 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的表面形貌.由图 1 可知,涂层表面存在许多大颗粒,对比发现,负偏压较小时,涂层表面大颗粒数量较多且存在一些凹坑.随着负偏压的增加,大颗粒数量逐渐减少,涂层变得更加致密.但过大的负偏压使得表面再次出现缺陷.这是由于轰击效应<sup>[7-8]</sup>和“反作用力”<sup>[9]</sup>的共同作用,随着负偏压的增加,等离子体在外电场作用下获得更多能量并伴随着强烈的轰击作用,进而减少了大颗粒的数量,但过高的负偏压带来过强的离子轰击使涂层表面再次出现缺陷(凹坑);另外施加负偏压后会在基底附近形成一个带负电的鞘层,会对带负电的大颗粒产生一个反作用力,负偏压越高,反作用力越大,消除大颗粒的效果也越明显.

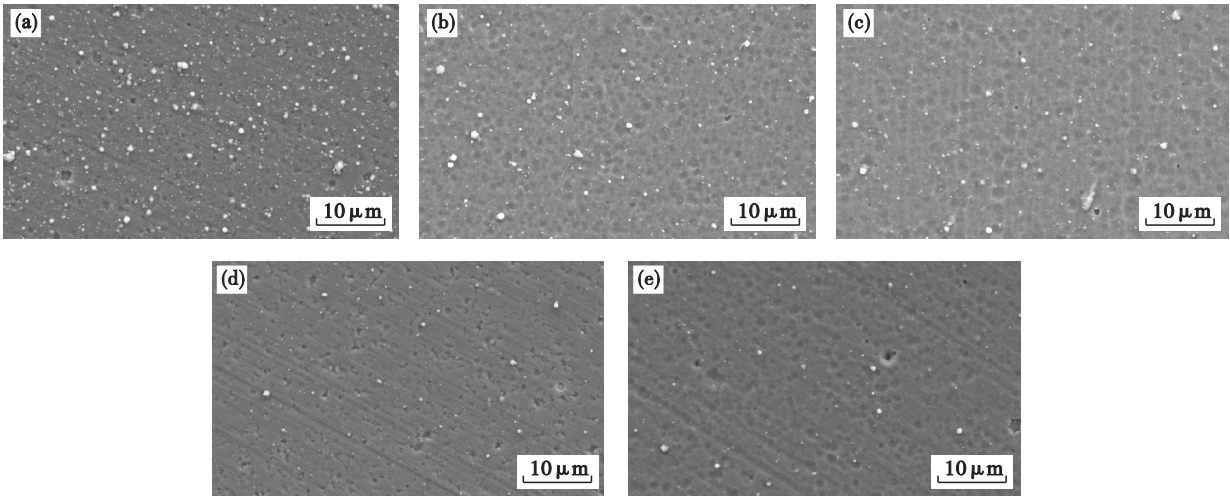


图 1 不同负偏压下 CrAlN 涂层的表面形貌  
Fig. 1 Typical surface morphologies of CrAlN coatings under different negative bias voltages  
(a)— -30 V; (b)— -50 V; (c)— -100 V; (d)— -200 V; (e)— -300 V.

2.2 微观结构

图 2 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的 XRD 图谱. 由图 2 可知, CrAlN 涂层中主要是六方 AlN 晶体相, 有 (111), (200), (220), (311) 几种择优取向, 此外还存在基底的衍射峰. CrAlN 随 Al 含量的不同表现出不同的晶体结构<sup>[10]</sup>, 当 Al 含量达到一定值, 涂层将由面心立方晶格向六方晶格转变. 同时由图 2 可知, 当负偏压适中时, AlN 相的衍射峰强度较高, 这表明涂层结晶效果比较好.

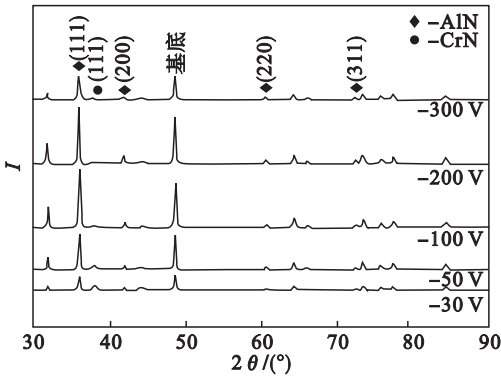


图 2 不同负偏压下 CrAlN 涂层的 XRD 图谱  
Fig. 2 XRD patterns of CrAlN coatings under different negative bias voltages

图 3 为不同负偏压下 CrAlN 涂层晶粒尺寸和晶格常数的变化曲线. 由图 3 可知, 随着负偏压的增加, 晶粒尺寸先减小后增加, 适当地增加负偏压给涂层结晶提供了足够的能量, 细化粗大的晶粒, 使涂层变得致密, 但过高的能量会造成等轴晶消失, 并使涂层产生缺陷. 负偏压的增加使衍射峰向小角度偏移, 因此晶格常数逐渐增大.

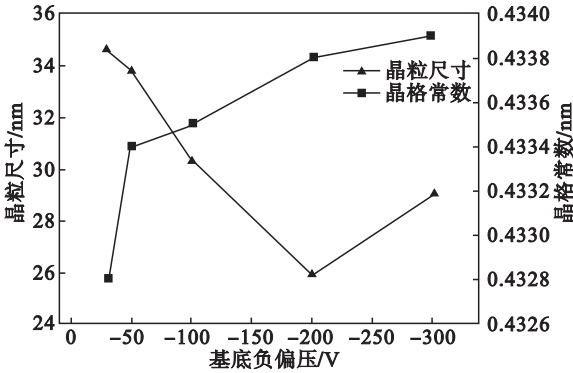


图 3 晶粒尺寸和晶格常数随负偏压的变化曲线  
Fig. 3 Influence of negative bias voltage on the grain size and lattice constant

2.3 机械性能

图 4 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的显微硬度. 由图 4 可知, 涂层的显微硬度随负偏压的增加呈现出先增加后减小的趋势, 当负偏压为 -200 V 时, 涂层的显微硬度达到最大值, 为 28.6 GPa.

CrAlN 涂层的硬度很大程度上依赖于涂层的微观结构. 当负偏压适中时, 涂层中 AlN 晶体相的结晶情况较好, 涂层组织致密性好, 同时表面大颗粒数量较少, 这些都有助于涂层硬度的提高. 但当负偏压过大时, 过强的轰击作用可能会使 AlN 相的等轴晶消失, 同时造成晶格弛豫, 导致硬度降低.

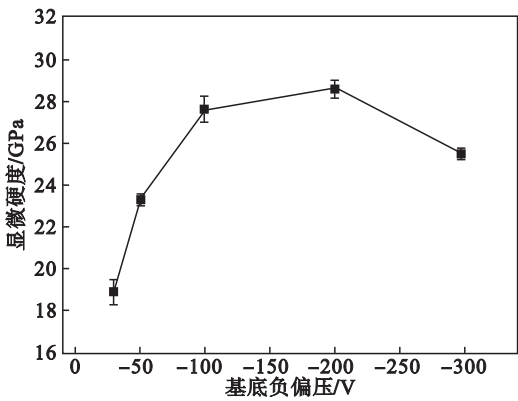


图 4 不同负偏压下 CrAlN 涂层的显微硬度  
Fig. 4 Microhardness of CrAlN coatings under different negative bias voltages

图 5 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的临界载荷. 由图 5 可知, 当负偏压为 -100 V 时, 涂层的临界载荷达到最大值, 为 31.8 N. 适当地增加负偏压, 拥有更高能量的离子轰击生长的涂层表面, 导致基片温度上升, 细化晶粒同时减少涂层中存在的残余应力, 从而提高涂层的结合性能. 过大的负偏压导致结合性能下降的原因可能是负偏压使涂层中 Cr 原子的含量产生了变化. 由此引起的晶格畸变程度增加, 导致了涂层应力上升, 使膜层的结合性能下降.

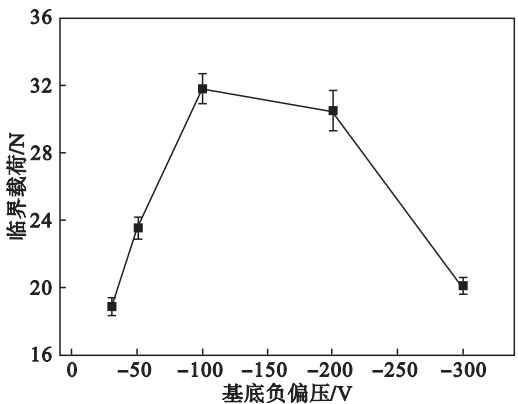


图 5 不同负偏压下 CrAlN 涂层的临界载荷  
Fig. 5 Changes of the critical load of CrAlN coatings under different negative bias voltage

2.4 摩擦学性能

图 6 为不同负偏压条件下 CrAlN 涂层的摩擦曲线. 图 7 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的平均

摩擦系数. 由图 6,图 7 可知,所制备的涂层具有良好的摩擦学性能. 在实验 2 min 过后样品的摩擦系数趋于平稳状态,摩擦曲线前期出现波动可能与涂层表面存在的大颗粒以及凹坑有关. 平均摩擦系数随负偏压的增加呈现出先减小后增加的趋势,当负偏压为 -200 V 时,平均摩擦系数最小,为 0.5. 摩擦系数的变化趋势与表面形貌变化规律相一致,当负偏压较小时,涂层表面存在的大颗粒数量较多,同时涂层中也存在较多的缺陷,因此摩擦系数最大;随着负偏压的增加,大颗粒数量逐渐减少,晶粒细化,粗糙度降低,因此涂层的摩擦系数逐渐减小. 另外,由于大量铝元素的存在,在实验过程中可能会形成致密  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,也可以起到减摩的作用. 过大的负偏压导致涂层再次出现缺陷,所以当负偏压超过 -200 V 时,涂层的摩擦系数有所增加.

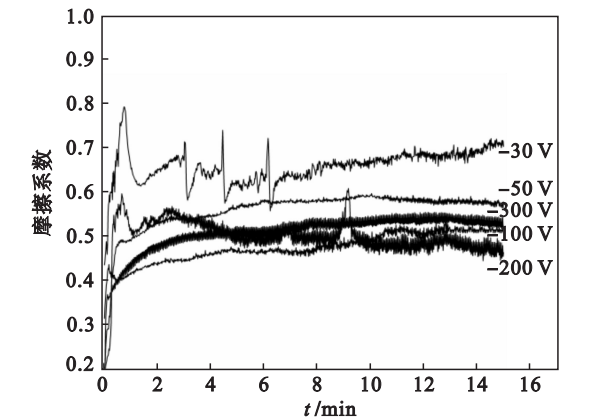


图 6 不同负偏压条件下 CrAlN 涂层的摩擦曲线  
Fig. 6 Friction coefficient curves of CrAlN coatings under different negative bias voltages

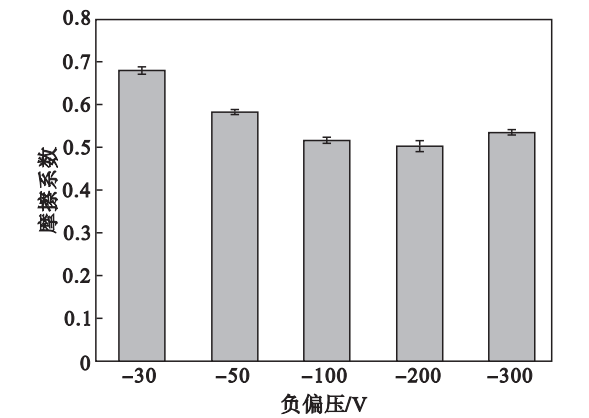


图 7 不同负偏压下 CrAlN 涂层的平均摩擦系数  
Fig. 7 Average friction coefficient of CrAlN coatings under different negative bias voltages

图 8 为不同负偏压下 CrAlN 涂层的磨损率. 由图 8 可知,涂层磨损率的变化趋势与摩擦系数的变化趋势是一致的. 当负偏压为 -200 V 时,涂

层的磨损率最小为  $2.77 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ ; 当负偏压为 -30 V 时,涂层的磨损率最大为  $9.42 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ . 磨损率减小与微观结构的变化和机械性能的改善有很大的关系. 当负偏压为 -200 V 时,涂层具有最高的硬度,结合力也达到 30.5 N,因此认为结合力和硬度是影响涂层磨损率的两个重要因素.

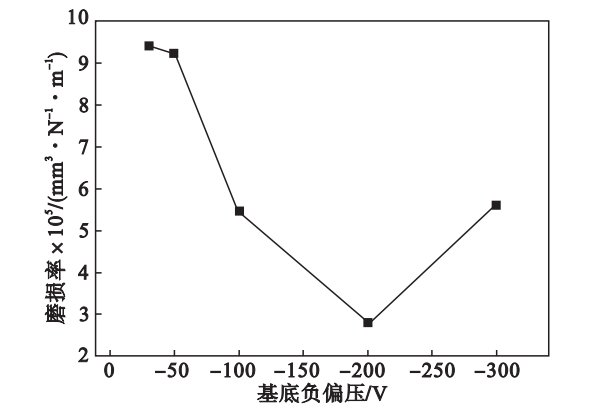


图 8 不同负偏压下 CrAlN 涂层的磨损率  
Fig. 8 Wear rate of CrAlN coatings under different negative bias voltages

### 3 结 论

- 1) 负偏压较低时,涂层表面大颗粒数量多且存在很多缺陷. 随着负偏压的增加,涂层表面大颗粒数量逐渐减少,涂层变得更加致密;但负偏压过大会导致涂层再次出现凹坑等缺陷.
- 2) 涂层中的晶体相主要为固溶铬的六方 AlN 相;负偏压适中时,涂层的结晶效果较好. 适当地提高负偏压,晶粒可以得到细化,当负偏压为 -200 V 时,涂层的晶粒尺寸最小.
- 3) 负偏压为 -200 V 时,涂层的显微硬度达到最大值,为 28.6 GPa,同时具有较好的膜基结合强度,结合力为 30.5 N. 涂层的摩擦学性能由表面形貌、微观结构和机械性能共同决定,当负偏压为 -200 V 时,涂层具有最好的摩擦学性能.

#### 参考文献:

[1] Wang L,Zhang S H,Chen Z,et al. Influence of deposition parameters on hard Cr-Al-N coatings deposited by multi-arc ion plating [J]. *Applied Surface Science*, 2012, 258 (8): 3629-3636.

[2] 金浩,张莹莹,时卓,等. 磁控溅射技术制备 CrAlN 涂层的研究进展[J]. *材料导报*, 2016, 30(3): 54-59.

( Jin Hao, Zhang Ying-ying, Shi Zhuo, et al. Recent developments on magnetron sputtering of CrAlN coating[J]. *Materials Review*, 2016, 30(3): 54-59. )