

# 直流基体偏压对 Al-Cr-Si-N 涂层 结构和力学性能的影响

张姣姣<sup>1</sup>, 王铁钢<sup>1</sup>, 阎兵<sup>1</sup>, 刘源<sup>1</sup>, 姜肃猛<sup>2</sup>, 董玉<sup>1</sup>

(1. 天津职业技术师范大学 天津市高速切削与精密加工重点实验室, 天津 300222)

(2. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

**摘 要:** 采用电弧离子镀技术在不同直流偏压下沉积 Al-Cr-Si-N 涂层, 研究基体偏压对涂层成分、微观结构和性能的影响。结果表明: Al-Cr-Si-N 涂层以密排六方结构和面心立方结构的 AlN 相为主, 随着基体负偏压增加, 涂层的衍射峰整体向小角度方向偏移; 涂层内残余压应力逐渐增加, 最大值为 -0.77 GPa; 涂层硬度和摩擦系数变化不明显。当基体负偏压为 -40 V 时, Al-Cr-Si-N 涂层的特征参数  $H/E$  和  $H^3/E^2$  均达最大值, 分别为 0.15 和 0.37 GPa, 此时涂层具有最佳的耐磨性能, 摩擦系数亦最低。

**关键词:** Al-Cr-Si-N 涂层; 微观结构; 显微硬度; 残余应力; 摩擦磨损

**中图法分类号:** TB43

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2018)07-2232-08

硬质薄膜材料作为耐磨涂层正广泛应用于汽车、航空航天和机械加工等行业, 极大地提高了零部件的硬度、耐磨、耐蚀和耐热能力, 以及使用寿命<sup>[1-4]</sup>。CrN 涂层作为典型的硬质薄膜, 具有较高的硬度和耐磨性, 不仅可用于模具和切削刀具的表面强化, 在表面防腐和装饰等领域也有重要应用<sup>[5,6]</sup>。但随着机械制造业的迅速发展, 对涂层性能的要求越来越高, 特别是抗磨减摩性能和耐热能力, 传统的耐磨涂层已无法满足实际需要<sup>[5-7]</sup>。

新型多组元复合涂层的研发, 可极大改善涂层使用性能, 如在 CrN 涂层中掺杂 Al 元素后, 使用中涂层表面形成了致密的  $Al_2O_3$  薄膜, 可阻挡外界氧向涂层内扩散, 提高了涂层的抗氧化、抗磨损性能和耐热能力<sup>[8,9]</sup>。在三元 Al-Cr-N 涂层中常存在立方结构和六方结构的 AlN、CrN 相, 2 种晶体结构硬度相差较大<sup>[10-12]</sup>, 通过调控金属离子的能量和优化沉积工艺, 以利于形成立方结构的氮化物相, 能改善涂层硬度和耐磨性能<sup>[13-15]</sup>。另外, 再掺杂 Si 元素后, Si 易与 N 反应形成  $SiN_x$  非晶层, 过渡族金属氮化物纳米晶镶嵌在非晶层中能形成纳米复合结构<sup>[16]</sup>。纳米晶硬度高、非晶相塑性良好、两相界面内聚能高、晶体相和非晶相在热力学上呈分离趋势; 另外, 细小的纳米晶内无法形成位错, 晶粒间的薄非晶层能有效阻挡晶界滑移, 大量的两相界面增加了微裂纹扩展阻力<sup>[17,18]</sup>。因此, 具有多种混合功能, 如高

硬度、优异的耐热和耐磨性能的四元 Al-Cr-Si-N 涂层已引起越来越多的关注<sup>[19,20]</sup>。

C. Tritremmel 等<sup>[2]</sup>研究表明, Al-Cr-Si-N 涂层中以 fcc-AlN 和 fcc-CrN 相为主, 部分 Al 原子置换了晶格中的 Cr 原子, 导致了晶格畸变, 起到固溶强化作用。但当 Al 含量超过其在立方晶格中的溶解度时, 开始析出 hcp-AlN 相, 导致硬度下降、表面颗粒减少。高 Al 含量的 Al-Cr-Si-N 涂层, 在接触摩擦下 Al 原子易氧化生成具有自润滑特性的  $Al_2O_3$  薄膜, 可降低摩擦系数, 提高耐磨性能, 还可起到很好的热屏障作用<sup>[21]</sup>。当 Al 含量接近其在 CrN 晶格中的溶解度时, 涂层内应力也将发生显著变化。迄今为止, 针对高 Al 含量的 Al-Cr-Si-N 涂层尚缺少系统研究, 并且 Al-Cr-Si-N 涂层的微观结构和性能也受沉积参数如基体偏压、工作压力、沉积温度、反应气体流量等强烈影响<sup>[22]</sup>。尤其基体偏压对靶材溅射出的离子具有强吸附作用, 它通过改变金属离子的动能来调控涂层的微结构。随着基体偏压的变化, 由于选择性反溅射影响涂层内元素含量, 从而对涂层中晶体相, 非晶相和纳米复合结构都有影响<sup>[23,24]</sup>。本研究采用电弧离子镀技术, 在不同基体偏压下制备了一系列 Al-Cr-Si-N 涂层, 系统研究了基体偏压对涂层成分、微观结构、力学性能和摩擦学行为的影响, 并探讨了它们之间的内在联系。

收稿日期: 2017-07-16

基金项目: 国家自然科学基金项目(51301181); 天津市应用基础与前沿技术研究计划重点项目(15JCZDJC39700); 天津市科技特派员项目(16JCTPJC49500); 天津市高等学校创新团队培养计划项目(TD13-5096)

作者简介: 张姣姣, 女, 1990 年生, 硕士生, 天津职业技术师范大学, 天津 300222, 电话: 022-88181083, E-mail: henanjiaojiao@126.com

## 1 实验

采用 V-TECH AIP650/750 型电弧离子镀膜设备, 以单晶 Si 片 (100)、镜面抛光的 AISI 304 不锈钢片 (30 mm×25 mm×1 mm, Cr-18.5, Ni-9.4, Mn-0.8, Si-0.4, P-0.1, Fe 余量, 均为质量分数, %) 和玻璃试片 (40 mm×25 mm×0.7 mm) 为基体, 在不同基体偏压下分别沉积 Al-Cr-Si-N 涂层。镀膜前将基片分别用丙酮、无水乙醇超声清洗 15 min, 之后用高纯氮气吹干, 正对靶材放置于真空室内试样架上。阴极靶材分别选用金属 Cr(纯度为 99.9%), 和合金 Al-Cr-Si 靶 (原子比为 60:30:10), 前者用于沉积过渡层, 后者用于沉积 Al-Cr-Si-N 涂层, 靶基距均为 285 mm。镀膜时转架速度保持在 20 r/min, 工作气体和反应气体分别选用 Ar 和 N<sub>2</sub>(纯度均为 99.999%), 先沉积 5 min 的 Cr 过渡层, Cr 靶电流为 50 A, 然后通入反应气体 N<sub>2</sub> 并开启 Al-Cr-Si 合金靶, 电流为 60 A, 沉积 180 min。具体沉积参数如表 1 所示。

采用配有英国牛津 Oxford ISIS 型能谱 (EDS) 仪的日立 S-4800 型场发射扫描电子显微镜 (SEM) 观察涂层的表面和截面形貌, 利用电子探针显微分析仪 (EPMA, EPMA-1610, Shimadzu, Japan) 分析涂层中的元素含量。利用 X 射线衍射仪 (XRD, D8 ADVANCE) 测定涂层中的物相组成, 铜靶 X 射线管的最大电流为 80 mA, 最大电压 60 kV, 最大功率为 2.2 kW。扫描速度 0.02°/s, 步长 0.01°, 波长为 0.154 nm, 衍射角 (2 $\theta$ ) 扫描范围为 20°~80°。

采用 Hysitron T1950 型纳米压痕仪测试涂层的硬度 ( $H$ ) 和杨氏模量 ( $E_r$ ), 最大压入载荷为 5 mN, 每个样

品测试 10 点, 再计算平均值。利用公式  $1/E_r = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_i^2)/E_i$  和  $E^* = E/(1 - \nu^2)$  计算  $H/E$ 、 $H^3/E^{*2}$  值。其中,  $\nu$  为涂层的泊松比,  $\nu_i$  为金刚石压头的泊松比,  $E_i$  为金刚石压头的弹性模量。采用 SuPro FST150 型薄膜应力仪, 根据基片弯曲法原理, 结合 Stoney 公式, 计算不同偏压下制备的 Al-Cr-Si-N 涂层的残余应力。测试长度为 30 mm, 每个样品重复测试 5 次取平均值。Al-Cr-Si-N 涂层的摩擦学性能利用 Anton Paar THT 型销盘式摩擦磨损试验机在室温下进行测试, 摩擦副选用直径为 6 mm 的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 球, 转速 200 r/min, 法向载荷 2 N, 采集频率 50 Hz, 摩擦圈数 2000 r, 圆形磨痕直径为 16 mm。测试中摩擦系数由计算机实时记录, 平均摩擦系数由摩擦过程进入稳定阶段的算术平均值来确定。利用超景深显微镜观察涂层的磨损形貌, 根据涂层磨损体积计算磨损率。

## 2 结果与分析

### 2.1 涂层成分

图 1 为在不同直流偏压下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层中各元素含量的变化。由图可见, 开始施加负偏压后涂层中 N 含量有小幅变化, 从 37.23% 增加到 44.30%, 同时 Al、Si、Cr 含量均出现小幅度下降, 即分别从 35.26% 减少到 34.54%、7.92% 减少到 5.96%、20% 减少到 15.19%。一方面, 由于 N 原子质量比 Al、Si、Cr 原子质量小, 在基体上施加负偏压后, 对质量较小的 N 离子产生的加速效应显著, 导致涂层中 N 含量增加, Al、Si、Cr 含量略微下降<sup>[25,26]</sup>。另一方面, 负偏压的存在会产生不同程度的反溅射效应, 使得 Al、Si、Cr 元素的氮化物沉积速率降低, 也能引起涂层中 Al、Si、Cr 含量减少<sup>[9,27]</sup>。它们在涂层中的相对含量与靶材的成分趋势相似, 随着基体负偏压的进一步增加, 涂层成分未发生明显变化, N、Al、Si、Cr 的含量几乎保持恒定, 表明基体偏压的增加对涂层成分影响不大。

图 2 为在不同基体偏压下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的 XRD 谱图。可见, 所有涂层均含有 hcp-AlN 相, 局部伴有衍射峰宽化现象, 且随基体偏压的增加, 衍射峰整体向小角度方向偏移。未施加基体偏压时, 在 2 $\theta$ =33.216° 和 36.040° 处, 涂层中分别探测到沿 (10 $\bar{1}$ 0) 和 (0002) 晶面的 hcp-AlN 衍射峰, 在 2 $\theta$ =44.771° 的位置, 涂层中检测到 fcc-AlN 在 (200) 晶面的衍射峰。随着基体偏压的增加, 涂层中沿 (200) 晶面生长的 fcc-AlN 的衍射峰明显减弱, 且出现了沿 (220) 晶面生长的 fcc-AlN 相。当基体负偏压从 -10V 增加到 -40 V 时, 沿 (0002) 和 (10 $\bar{1}$ 0) 晶面生长的 hcp-AlN 衍射峰

表 1 电弧离子镀 Al-Cr-Si-N 涂层的沉积参数

Table 1 Detailed deposition parameters for the Al-Cr-Si-N coatings fabricated by arc ion plating

| Parameter                                       | Value                      |
|-------------------------------------------------|----------------------------|
| Base pressure/Pa                                | $2.0 \times 10^{-3}$       |
| Working pressure/Pa                             | $5.0 \times 10^{-1}$       |
| Deposition temperature/°C                       | 300                        |
| Arc current for Cr source/A                     | 50                         |
| Arc current for AlCrSi source/A                 | 60                         |
| DC bias voltage/V                               | 0, -10, -20, -30, -40, -50 |
| Ar:N <sub>2</sub> gas flow/mL·min <sup>-1</sup> | 50:50                      |
| Substrate rotation speed/r·min <sup>-1</sup>    | 20                         |
| Film thickness/ $\mu$ m                         | ~2                         |
| Distance between the target and substrate/mm    | 285                        |

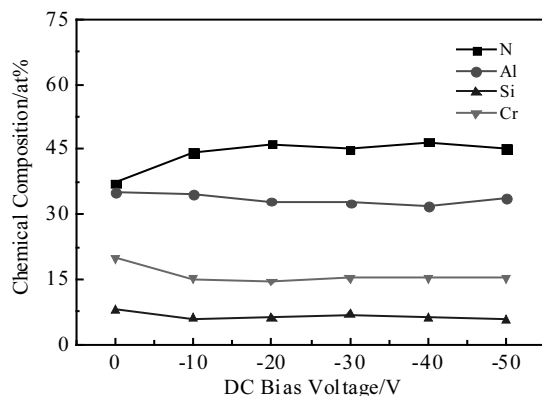


图1 不同基体偏压沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的化学成分

Fig.1 Chemical composition of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

逐渐减弱,而在 $2\theta=59.349^\circ$ 处的(11 $\bar{2}$ 0)晶面衍射峰逐渐增强,且出现宽化现象,由于非晶 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 相的形成,抑制了涂层中晶粒的生长<sup>[28]</sup>,同时较大的生长应力导致了衍射峰向小角度偏移。进一步增加基体负偏压到-50 V, (220)晶面衍射峰又变弱, (0002)晶面衍射峰增强。上述结果表明,施加基体偏压后 Al-Cr-Si-N 涂层具有择优生长的趋势。另外,随着基体负偏压的增加,氮化物的衍射峰增强且取向发生变化,这是因为在高偏压电场作用下从阴极蒸发的离子动能增大,且数量也增多,生成更多的氮化物相<sup>[29]</sup>。在 $2\theta=43.015^\circ$ 处出现了沿(511)晶面生长的 $\text{Cr}_4\text{Si}_4\text{Al}_4$ 相的弱衍射峰,由于飞行速度快,粒子流未完全发生氮化反应便形成涂层。在图2中,未发现氮化硅的衍射峰,它常以非晶的形式存在,从而形成纳米晶粒弥散分布于非晶层中的纳米

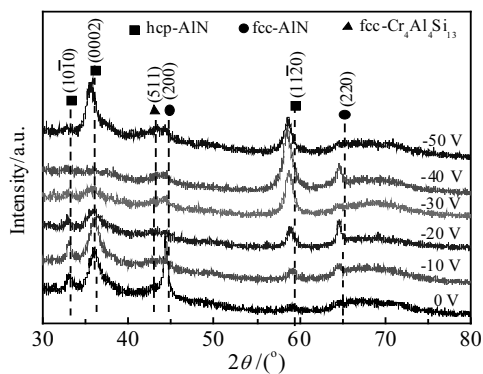


图2 不同基体偏压沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的XRD谱图

Fig.2 XRD patterns of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

复合结构;也未发现 CrN 相,由于部分 Cr 原子取代 Al 原子形成了固溶体<sup>[17,29,30]</sup>。原子半径小的 Al 原子被原子半径大的 Cr 原子取代,将引起 AlN 晶格畸变,晶格常数增大,故 AlN 相的衍射峰整体向小角度偏移<sup>[19,31]</sup>。

## 2.2 涂层形貌

图3a~3f是利用电弧离子镀技术在不同基体偏压下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的表面形貌。从图可见,涂层表面存在大颗粒、针孔、液滴等缺陷,因为高温弧斑在 AlCrSi 靶表面运动不稳定,导致能量在靶表面分散,引起等离子体密度的变化,在靶表面蒸发的颗粒直接沉积到涂层表面。由于颗粒与基体存在温差而迅速冷却,从而形成液滴、针孔及大颗粒等缺陷<sup>[32,33]</sup>。随着直流基体负偏压的增大,涂层表面大颗粒的数量减少和尺寸逐渐减小,涂层变得更加光滑致密,针孔、液滴等缺陷也明显减小,这归于两方面的原因。一方面,在高偏压电场作用下,入射离子动能增加,可轰击掉涂层表面结合较弱的大颗粒,且针孔能被细化的粒子所填覆,表面质量得到明显改善<sup>[32]</sup>。另一方面,在电弧离子镀膜过程中,大颗粒液滴随机地与电子、离子或中性原子相碰撞,并改变它们的电荷性质<sup>[34]</sup>。由于电子和离子质量的差异,大颗粒更易于吸附电子而带负电,因此基体附近的负偏压电场常对大颗粒产生排斥力,偏压越大排斥力越强,也导致涂层表面大颗粒数量减少和尺寸减小<sup>[35]</sup>。

## 2.3 微观结构

不同基体偏压下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的断面 SEM 形貌如图4所示。由图4a~4f可见,所有涂层结构致密,且与基体结合良好。当偏压为0~-30 V 时,可观察到镶嵌于涂层内部的颗粒,进一步增加基体偏压,涂层变得无明显结构特征。根据上一节分析,增大基体偏压减少了大颗粒等缺陷的尺寸与数量,从而涂层组织变得更加致密。原因可归纳为以下几点:(1)基体负偏压从0 V 逐渐增加到-50 V,入射离子的动能增加,利用轰击作用可获得结构更加致密、表面光滑的涂层<sup>[36]</sup>。(2)结合XRD分析结果,随着基体负偏压的增大,晶格畸变加剧,晶粒细化<sup>[34]</sup>。(3)基体负偏压的增大可产生反溅射效应,能轰击掉悬浮于涂层生长表面的大颗粒,细化涂层组织结构。另外,涂层中的非晶相抑制了晶粒生长,增加了晶界面积,阻挡晶界滑移和裂纹扩展,又能改善涂层韧性<sup>[15,37]</sup>。综上所述,在反应沉积 Al-Cr-Si-N 涂层时,随着基体负偏压的增大可减少内部缺陷,涂层组织更加致密,但负偏压不宜过大,因为过大的负偏压将增强反溅射效应,产生较大的内应力,导致涂层开裂甚至剥落。

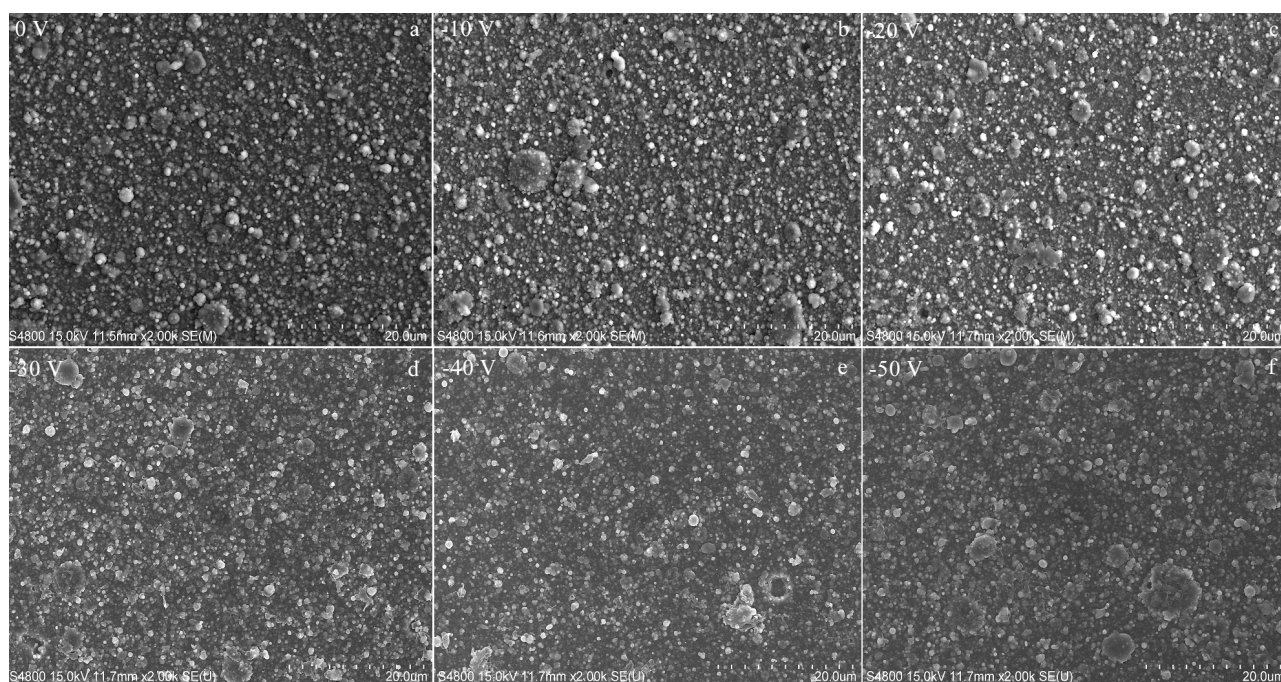


图 3 不同基体偏压沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的表面形貌

Fig.3 Surface morphologies of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages:

(a) 0 V, (b) -10 V, (c) -20 V, (d) -30 V, (e) -40 V, and (f) -50 V

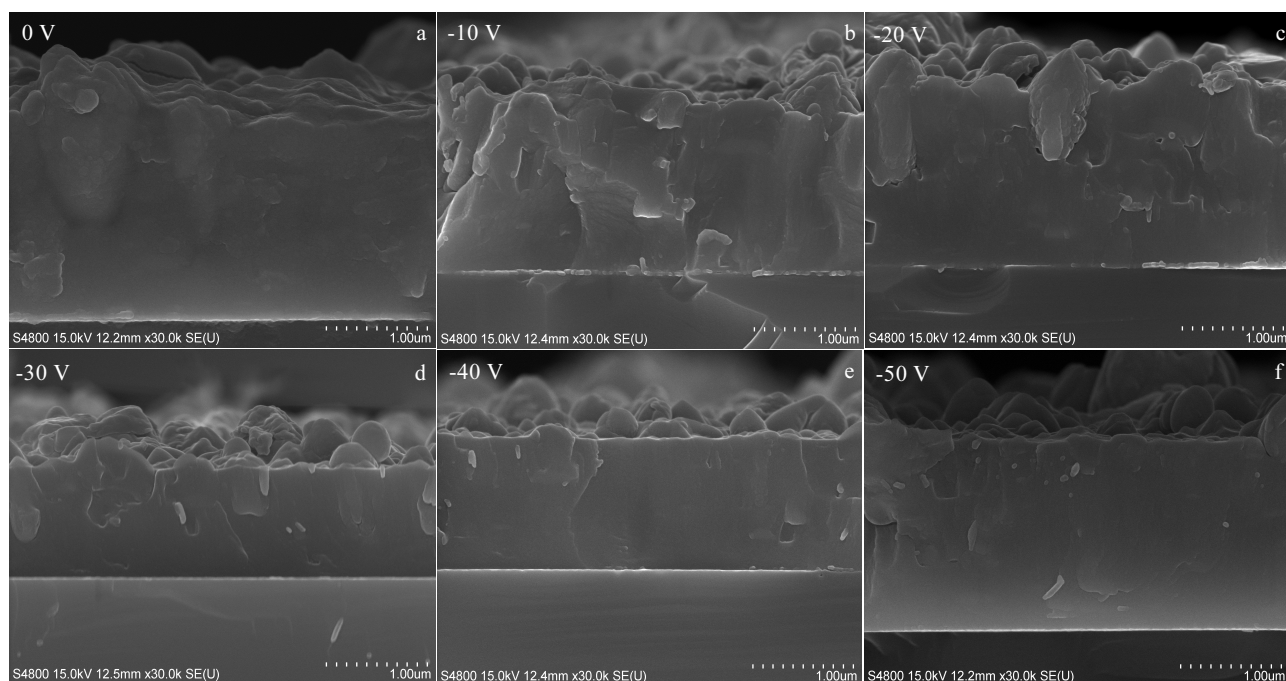


图 4 不同基体偏压沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的断面形貌

Fig.4 Fractured cross-sectional morphologies of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages: (a) 0 V, (b) -10 V, (c) -20 V, (d) -30 V, (e) -40 V, and (f) -50 V

## 2.4 涂层硬度与弹性模量

图5为在不同基体偏压下沉积的Al-Cr-Si-N涂层的硬度( $H$ )和弹性模量( $E$ )、以及 $H/E$ 和 $H^3/E^{*2}$ 数值的变化趋势。根据图5a, 当偏压在0~-30 V范围时, 涂层硬度与弹性模量均先增大后减小, 未施加基体偏压时, 涂层硬度和弹性模量分别为17.5 GPa和144.6 GPa; 当偏压为-20 V时, 涂层硬度与弹性模量达最大值, 分别为19.89 GPa和207.8 GPa; 当基体负偏压从-30 V增加到-50 V时, 涂层硬度略微波动, 但弹性模量先急剧下降而后又增加, 当基体偏压为-40 V时, 涂层弹性模量达最小值约135.2 GPa。

在图5b中, 随着基体偏压增加,  $H/E$ 和 $H^3/E^{*2}$ 数值先逐渐增加, 当偏压为-40 V时达最大值, 分别为0.15和0.37 GPa, 此时, Al-Cr-Si-N涂层具有较高的抗弹性和塑性变形力, 由于延展性可减少弹性应变积累, 因此涂层具有较高的韧性与抗断裂能力<sup>[38,39]</sup>。进一步增加前基体偏压到-50 V,  $H/E$ 和 $H^3/E^{*2}$ 的数值又有所下降。结合XRD分析结果, 随着基体负偏压的增大, 生成了多种取向的陶瓷AlN相, 非晶氮化硅相造成的晶粒细化和形成纳米复合结构, 以及(Al,Cr)N相的固溶强化作用等都有助于提高涂层硬度与弹性模量<sup>[40]</sup>。但过高的基体负偏压可能丧失了对Al-Cr-Si-N涂层中fcc-(Al,Cr)N相的调幅分解作用, 从而又降低了涂层的硬度与弹性模量<sup>[22]</sup>。再根据Koehler的模量差理论, 由模量差所引起的强化作用有限, 故整体上涂层硬度变化不大<sup>[41]</sup>。综上所述, 基体偏压对涂层硬度影响不大, 但对弹性模量影响较大。

## 2.5 残余应力

残余应力是指没有外力作用的条件下, 涂层内部为保持平衡而残留的应力, 主要分为残余压应力与残余拉应力。本研究采用基片弯曲法测试Al-Cr-Si-N涂层的残余应力, 利用激光扫描测试涂层沉积前后试样的曲率半径, 再根据Stoney公式计算涂层内的平均残余应力。图6为Al-Cr-Si-N涂层的残余应力随基体偏压的变化。可见, 所有涂层内均存在残余压应力, 并随基体负偏压增大涂层内应力逐渐增加, 最大为-0.77 GPa。Al-Cr-Si-N涂层的残余应力受涂层厚度、微观结构(包括缺陷)、化学成分和物相等诸多因素影响。

当基体负偏压从0 V增加到-40 V时, 涂层的残余压应力逐渐增大, 主要有以下几点原因。首先, 在涂层沉积过程中, 入射颗粒以高速撞击基体或涂层生长表面, 这种喷丸效应不断积累诱发了压应力, 应力值的大小取决于颗粒的撞击速度和质量, 速度越快质量越大产生的压应力也越大<sup>[42]</sup>。其次, 涂层材料和基体的热膨胀系数存在差异, 通常前者远大于后者, 待涂层沉积结束冷却至室温后, 基体的收缩变形量较大,

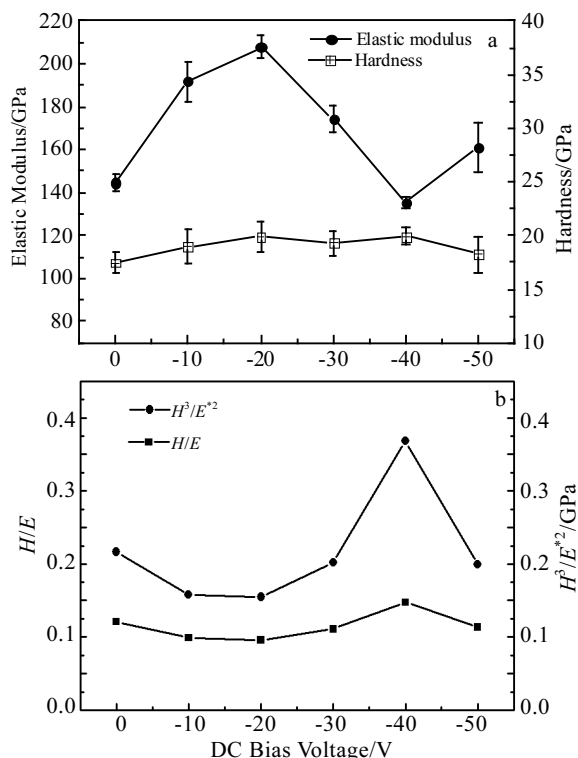


图5 不同基体偏压沉积Al-Cr-Si-N涂层的硬度、弹性模量、 $H/E$ 及 $H^3/E^{*2}$

Fig.5 Hardness, elastic modulus, and  $H/E$  and  $H^3/E^{*2}$  values of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

涂层内也将诱发压应力<sup>[43]</sup>。最后, 结合XRD、显微结构分析结果, 随着基体负偏压增大, 不同择优取向的AlN相生成, 晶粒尺寸减小, 晶界数量增加, 以及因原子置换导致的晶格畸变, 这些都在不同程度地影响着残余应力的状态<sup>[44]</sup>。当基体负偏压为-50 V时, 由于涂层局部开裂并从基体上剥落, 间接表明残余应力进一步增大, 此时基片弯曲法无法准确测量涂层残余应力。综上, 反应沉积时直流基体偏压对Al-Cr-Si-N涂层的残余应力影响较大。

## 2.6 摩擦磨损性能

图7为摩擦测试后Al-Cr-Si-N涂层的磨损率随基体偏压的变化情况。可见, 当基体偏压为-20 V时, 涂层的磨损率最高约为 $6.81 \times 10^{-12} \text{ m}^3 \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$ ; 基体偏压为-40 V时, 磨损率最低约为 $1.35 \times 10^{-12} \text{ m}^3 \cdot (\text{N} \cdot \text{m})^{-1}$ 。上述现象与图5中 $H/E$ 和 $H^3/E^{*2}$ 数值的变化趋势相一致, 表明涂层的特征参数 $H/E$ 和 $H^3/E^{*2}$ 在一定程度上可用来衡量其耐磨性能, 并非涂层硬度越高耐磨性能越好, 在有冲击载荷和腐蚀介质等条件下, 许多低硬度、低

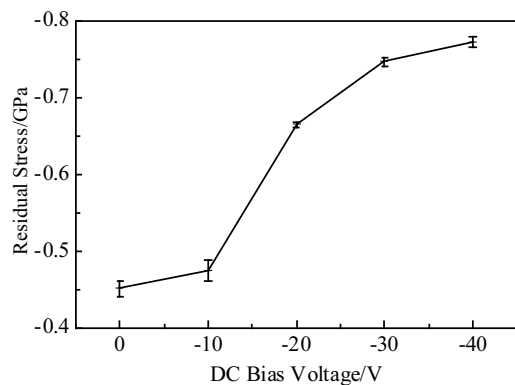


图6 不同基体偏压沉积的Al-Cr-Si-N涂层的残余应力

Fig.6 Residual stress of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

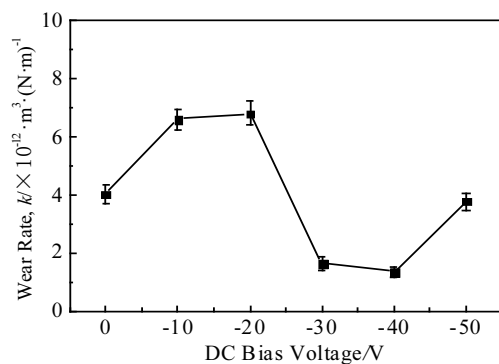


图7 不同基体偏压沉积 Al-Cr-Si-N 涂层的磨损率

Fig.7 Wear rate of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

弹性模量的涂层也具有很好的耐磨性能<sup>[39]</sup>。另外,当基体负偏压为-40 V时,结合图2中XRD分析结果,多晶型(hcp-AlN和fcc-AlN)AlN相的出现,也进一步提高了其耐磨性能<sup>[14]</sup>。图8是基体负偏压分别为-20、-40、-50 V时Al-Cr-Si-N涂层的典型磨损形貌,由于在初期磨损阶段不断有剥落的磨损颗粒参与摩擦过程,并转移到涂层与摩擦副的接触界面,导致了微型沟槽机制的磨损<sup>[45]</sup>。当基体偏压为-20 V时,磨痕最宽;基体偏压为-40 V时,磨痕宽度最小;当偏压增加至-50 V,磨痕宽度又略有增加,这与图7中涂层磨损率的结果相一致,可归因于此时涂层中fcc-AlN相的减少导致了 $H/E$ 和 $H^3/E^2$ 数值的下降。

图9为在304不锈钢基体上沉积Al-Cr-Si-N涂层的平均摩擦系数随基体偏压的变化,所有涂层的摩擦系数均在0.706~0.786的范围内。由于平均摩擦系数是根

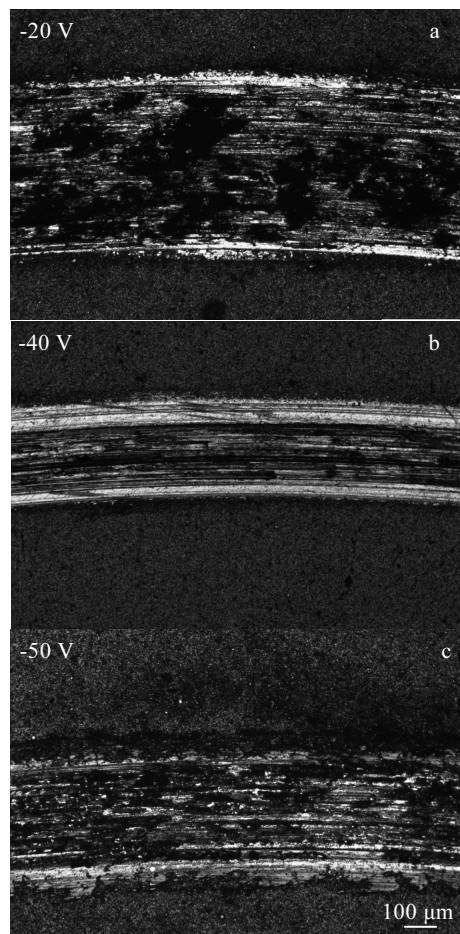


图8 不同基体负偏压沉积 Al-Cr-Si-N 涂层的磨损形貌

Fig.8 Typical worn morphologies of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages: (a) -20 V, (c) -40 V, and (c) -50 V

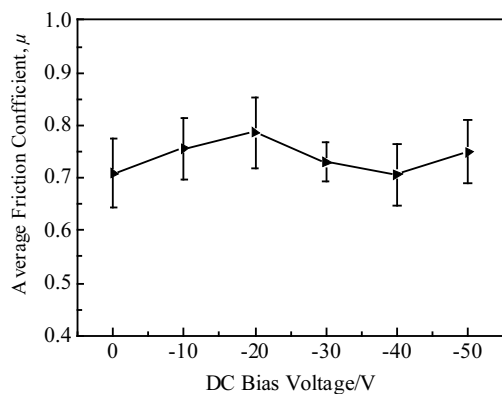


图9 不同基体偏压沉积 Al-Cr-Si-N 涂层的平均摩擦系数

Fig.9 Average friction coefficient of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different DC bias voltages

据摩擦过程进入稳定阶段的算术平均值来确定, 所以与涂层的微观组织结构和界面接触状况密切相关。由图8中的磨损形貌可知, 当基体偏压为-40 V时, 磨痕宽度最小, 此时摩擦副与涂层的界面接触面积也最小, 导致了较低的摩擦系数<sup>[46]</sup>; 另外, 多晶型AlN相的存在、致密的微观结构和光滑的表面也有利于降低摩擦系数<sup>[47]</sup>。而当基体偏压为-20 V时, 磨痕宽度最大, 涂层表面较多的大颗粒参与了摩擦过程, 使得磨损加剧, 较大的界面接触面积导致了摩擦系数增加。

### 3 结 论

1) 利用电弧离子镀技术在不同基体偏压下沉积 Al-Cr-Si-N 纳米复合涂层, 随着基体偏压增大, 涂层表面大颗粒的数量逐渐减少、尺寸逐渐减小, 涂层变得更加光滑致密, 针孔、液滴等缺陷也明显减少。

2) 基体偏压对 Al-Cr-Si-N 涂层硬度影响较小, 但对弹性模量影响较大, 当偏压为-20 V 时, 涂层弹性模量达最大值约为 207.8 GPa; 当偏压为-40 V 时, 涂层弹性模量达最小值约 135.2 GPa。随着基体偏压增加, 涂层内残余压应力逐渐增大。

3) 当基体偏压为-40 V 时, Al-Cr-Si-N 涂层的特征参数  $H/E$  和  $H^3/E^2$  均达最大值, 分别为 0.15 和 0.37 GPa, 此时涂层具有最佳的耐磨性能, 摩擦系数也最低。

#### 参考文献 References

- [1] Chen L, Liu Z Q, Xu Y X *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 275: 289
- [2] Tritremmel C, Daniel R, Lechthaler M *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2013, 534: 403
- [3] Podgornik B, Sedlaček M, Mandrino D. *Tribology International* [J], 2016, 96: 247
- [4] Lee J D, Wang Q M, Kim S H *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2012, 206(18): 3721
- [5] Li Z C, Guan X Y, Wang Y X *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2017, 321: 350
- [6] Ferreira F, Oliveira J C, Cavaleiro A. *Surface and Coatings Technology*[J], 2016, 291: 365
- [7] Wang Q M, Kim K H. *Journal of Vacuum Science & Technology A*[J], 2008, 26(5): 1258
- [8] Li W Z, Chen Q Z, Polcar T *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2014, 317: 269
- [9] Wang L, Zhang S H, Chen Z *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(8): 3629
- [10] Tlili B, Mustapha N, Nouveau C *et al.* *Vacuum*[J], 2010, 84(9): 1067
- [11] Yang B, Chen L, Chang K K *et al.* *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2012, 35: 235
- [12] Yang Y S, Cho T P, Lin J H *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2013, 544: 612
- [13] Bourhis E L, Goudeau P, Staia M H *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2009, 203(19): 2961
- [14] Mo J L, Zhu M H, Leyland A *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 215: 170
- [15] Sabitzer C, Paulitsch J, Kolozsvári S *et al.* *Vacuum*[J], 2014, 106: 49
- [16] Sun S Q, Ye Y W, Wang Y X *et al.* *Tribology International*[J], 2017, 115: 591
- [17] Polcar T, Cavaleiro A. *Surface and Coatings Technology*[J], 2011, 206(6): 1244
- [18] Nanj Y, Okazaki K, Sentoku E *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2016, 291: 172
- [19] Chen M, Chen W L, Cai F *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2016, 296: 33
- [20] Kang M S, Wang T G, Shin J G *et al.* *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22(S3): 729
- [21] Li D K, Chen J F, Zou C W *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 609(6): 239
- [22] Cai F, Chen M H, Li M X *et al.* *Ceramics International*[J], 2017, 43(4): 3774
- [23] Elmkhah H, Zhang T F, Abdollah-Zadeh A *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 688(A): 820
- [24] Chang C L, Huang C S. *Thin Solid Films*[J], 2011, 519(15): 4923
- [25] Zhao P P, Shen M L, Gu Y *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 281: 44
- [26] Zhang L, Ma G J, Ma H *et al.* *Nuclear Inst & Methods in Physics Research B*[J], 2014, 333(333): 1
- [27] Schmitt T, Steyer P, Fontaine J *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2012, 213: 117
- [28] Parlinska-Wojtan M, Pélişson-Schecker A, Hug H J *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 261: 418
- [29] Martin P J, Bendavid A. *Thin Solid Films*[J], 2010, 518(18): 5078
- [30] Wang Y X, Zhang S, Lee J W *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 231: 346
- [31] Karimi A, Morstein M, Cselle T. *Surface and Coatings Technology*[J], 2010, 204(16-17): 2716
- [32] Zhang S H, Wang L, Wang Q M *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 214: 160
- [33] Zhang J, Lv H M, Cui G Y *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2011,

- 519(15): 4818
- [34] Wang T G, Jeong D W, Liu Y M *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2012, 206(10): 2638
- [35] Jao J Y, Han S, Chang L S *et al. Applied Surface Science*[J], 2010, 256(24): 7490
- [36] Ye Y W, Wang Y X, Chen H *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 270: 305
- [37] Qiu Y X, Zhang S, Lee J W *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 618: 132
- [38] Chen J, Li H, Beake B. *Surface and Coatings Technology*[J], 2016, 308: 289
- [39] Wu Z L, Li Y G, Wu B *et al. Thin Solid Films*[J], 2015, 597: 197
- [40] Cai F, Zhang S H, Li J L *et al. Applied Surface Science*[J], 2011, 258(5): 1819
- [41] Dai W, Gao X, Liu J M *et al. Diamond and Related Materials*[J], 2016, 70: 98
- [42] Xi Y T, Gao K W, Pang X L *et al. Ceramics International*[J], 2017, 43(15): 11992
- [43] Wang T G, Zhao S S, Hua W G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(3): 454
- [44] Fang X, Gao X, Cui X F *et al. Surface and Coatings Technology* [J], 2016, 305: 208
- [45] Wang T G, Dong Y, Gebrekidan B A *et al. Acta Metallurgica Sinica*[J], 2017, 30(7): 688
- [46] Wang T G, Zhao S S, Hua W G *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2009, 203(12): 1637
- [47] Miyake T, Kishimoto A, Hasegawa H. *Surface and Coatings Technology*[J], 2010, 205(S1): 290

## Influence of DC Bias Voltage on Structure and Performance of the Al-Cr-Si-N Coatings Prepared by Arc Ion Plating Technique

Zhang Jiaojiao<sup>1</sup>, Wang Tiegang<sup>1</sup>, Yan Bing<sup>1</sup>, Liu Yuan<sup>1</sup>, Jiang Sumeng<sup>2</sup>, Dong Yu<sup>1</sup>

(1. Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Manufacturing,  
Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** Al-Cr-Si-N coatings were deposited by an arc ion plating (AIP) technique at various DC bias voltages. The effects of bias voltage on the microstructure, phase composition, mechanical and wear properties of the Al-Cr-Si-N coatings were investigated. The results show that the Al-Cr-Si-N coating is mainly composed of the hexagonal structure and the face-centered cubic structure of AlN phase. With the increase of substrate bias, the diffraction peak of the coating shifts to the small angle, and compressive stress gradually increases, whose maximum value is  $-0.77$  GPa; however, the hardness and friction coefficient of the coating do not change significantly. When the negative bias of the substrate is  $-40$  V, the characteristic parameters  $H/E$  and  $H^3/E^{*2}$  of the Al-Cr-Si-N coating reach the maximum values of  $0.15$  and  $0.37$  GPa, respectively. At the same time, the coating has the best wear resistance and the lowest friction coefficient.

**Key words:** Al-Cr-Si-N coating; microstructure; microhardness; residual stress; friction and wear

---

Corresponding author: Wang Tiegang, Ph. D., Professor, Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Manufacturing, Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, P. R. China, Tel: 0086-22-88181083, E-mail: sytgwang@163.com