

doi:10.12068/j.issn.1005-3026.2025.20230286

## TiAlSiN 涂层结构对涂层力学性能的影响

刘兴龙<sup>1,2</sup>, 李晨<sup>1</sup>, 蔺增<sup>1</sup>

(1. 东北大学 机械工程与自动化学院, 辽宁 沈阳 110819; 2. 泰安东大新材表面技术有限公司, 山东 泰安 271024)

**摘要:** 采用真空电弧离子镀技术, 使用 TiSi (原子比 80:20) 和 AlTi (原子比 67:33) 合金作为靶材, 在 WC-Co 基体上沉积双层及多层 TiAlSiN 涂层. 研究了涂层结构对微观结构、力学特性、摩擦学性能的影响. 采用 TEM, SEM, EDS, XRD、纳米压痕仪、显微硬度仪、结合力测试仪分别对涂层的截面及磨痕形貌、磨痕成分、微观结构、弹性模量、显微硬度、结合力等进行了分析; 采用摩擦磨损试验机对涂层的摩擦学性能进行了分析. 结果表明: 多层结构涂层的结合力 (>200 N) 优于双层结构涂层, 双层结构涂层具有较强的抵抗塑性变形能力, 而多层结构涂层抵抗弹性变形的能力较强. 在小载荷下涂层的摩擦系数受涂层表面形貌影响较大, 而在大载荷下涂层的表面形貌对摩擦系数影响较小. 氧化磨损仅出现在双层结构涂层中, 而磨粒磨损在 2 种涂层摩擦过程均有出现, 多层结构涂层的耐磨性能优于双层结构涂层.

**关键词:** 电弧离子镀; TiAlSiN; 微观结构; 力学特性; 摩擦学性能

中图分类号: TB 43 文献标志码: A 文章编号: 1005-3026(2025)04-0033-10

## Effect of TiAlSiN Coating Structure on Its Mechanical Properties

LIU Xing-long<sup>1,2</sup>, LI Chen<sup>1</sup>, LIN Zeng<sup>1</sup>

(1. School of Mechanical Engineering & Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2. NEU Mat (Tai'an) Surface Technology Co., Ltd., Tai'an 271024, China. Corresponding author: LIN Zeng, E-mail: zlin@mail.neu.edu.cn)

**Abstract:** TiSi (atomic ratio 80:20) and AlTi (atomic ratio 67:33) alloys were used as target materials by the vacuum arc ion plating technique. Two layers and multiple layers of TiAlSiN coating were deposited on the WC-Co substrates to study the effects of the coating structure on the microstructure, mechanical properties, and tribological properties of the coatings. TEM, SEM, EDS, XRD, nano-indentation instrument, microhardness instrument and binding force tester were used to analyze the cross sections of the coatings and the morphologies, compositions, microstructures, elastic moduli, microhardness and binding force of the coating. The tribological properties of the coatings were analyzed by the friction and wear testing machine. The results showed that the binding force (greater than 200 N) of the multilayer coatings is higher than that of the double-layer coatings. The double-layer coatings exhibit stronger resistance to plastic deformation, while the multilayer coatings show stronger resistance to elastic deformation. The friction coefficient of the coatings under low loads is greatly affected by the surface topography of the coating, while the surface topography of the coating under large load has little effect on the friction coefficient. Oxidation wear occurs only in the double-layer coatings, while abrasive wear occurs in the friction wear process of both coatings. The wear resistance of the multi-layer coatings is higher than that of the double-layer coatings.

**Key words:** arc ion plating; TiAlSiN; microstructure; mechanical property; tribological property

TiN 涂层由于其优异的硬度、较低的摩擦系数和较好的化学稳定性, 被广泛应用于各种工

收稿日期: 2023-10-09

作者简介: 刘兴龙(1990—), 男, 山东临朐人, 东北大学博士研究生; 蔺增(1975—), 男, 山东莱芜人, 东北大学教授, 博士生导师.

具、模具和机械零件的防护涂层中<sup>[1-3]</sup>.然而,由于其抗氧化性较差,不能在高温下使用<sup>[4-5]</sup>.为了提高涂层的抗氧化性及力学性能,文献[6-10]通过物理气相沉积(PVD)和化学气相沉积(CVD)技术制备了多层结构涂层,并研究了如 Ti-Al-N, Ti-Si-N, Ti-Al-Si-N, Ti-B-N 和 Ti-Cr-N 体系的涂层.这些新型纳米多层结构涂层还显示出更高的硬度(30~60 GPa)和耐高温性能优势.与 TiN 涂层相比,AlTiN 和 TiSiN 具有抗氧化性和机械性能,因此 AlTiN 和 TiSiN 引起了科研工作者的极大兴趣<sup>[11-16]</sup>.目前科研工作者大多只对 TiAlSiN 多层结构涂层的性能进行了详细分析与研究,并没有将双层结构与多层结构的 TiAlSiN 涂层进行对比研究.

本文采用电弧离子镀膜技术,在硬质合金试样上沉积 TiAlSiN 多层结构及双层结构涂层.2种结构涂层均采用 AlTiN 作为黏附层.多层结构以 TiSiN/AlTiN 交替层作为中间层,增强韧性和抗裂性;外层为 AlTiN,用以降低硬度并增强韧性.在双层结构涂层中,AlTiN 作为黏附层, TiSiN 作为外层,用于增强抗氧化性.本文研究了2种涂层的力学性能、耐磨性能,并对2种涂层的磨损机理进行了研究.

## 1 试验材料和方法

### 1.1 样品制备

试验使用自主研发的 T-300 生产型真空电弧离子镀膜机,其结构示意图如图 1 所示.

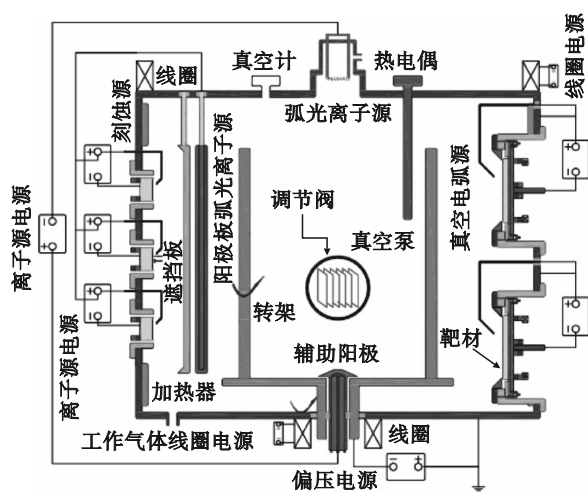


图 1 真空电弧离子镀膜机

Fig. 1 Vacuum arc ion plating machine

该真空电弧离子镀膜机为八角型结构,装架转架尺寸为  $\phi 650 \text{ mm} \times 700 \text{ mm}$ ,炉腔有效高度为 670 mm.炉腔内壁配有 8 个 160 型真空电弧源,炉门上配有 3 个 100 型刻蚀源,炉腔内壁装有 8 个盘式辐射加热器,炉腔内按垂直方向均匀布置了 3 个热电偶.抽气系统由 2 台螺杆泵、1 台分子泵、1 台罗茨泵组成.真空测量系统由 1 个全量程真空硅规、2 个皮拉尼规、1 个薄膜规组成.工作环境温度为  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,湿度为  $(35 \pm 5)\%$ .

试验所用靶材为:Ti(纯度 99.99%,作为刻蚀源靶材),尺寸为  $\phi 100 \text{ mm}$ .TiSi(Ti 和 Si 原子比 80:20),AlTi(Al 和 Ti 原子比 67:33),靶材尺寸均为  $\phi 160 \text{ mm}$ .选用 Ar 气(纯度  $\geq 99.999\%$ )与  $\text{H}_2$ (纯度  $\geq 99.999\%$ )作为刻蚀气体, $\text{N}_2$ (纯度  $\geq 99.999\%$ )作为反应气体.选用硬质合金作为基体材料.其试样尺寸为  $16 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ ,试样化学成分如表 1 所示.

表 1 试样化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of the sample (mass fraction) %

WC	Co	C	其他
9.85	6.0	5.57	0.15

### 1.2 沉积过程

将硬质合金试片抛光、清洗后放置在真空室内转架上.使硬质合金抛光面与靶材平行,与转架大盘垂直,靶材与试片之间的距离为 180 mm.将腔体抽真空至低于  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  后开启加热,加热过程中转架转速为 0.5 r/min,当温度达到  $480^\circ\text{C}$  并保温 60 min 后,将转架转速调整为 1 r/min.随后按照工艺流程对试片进行等离子体刻蚀清洗,刻蚀完成后向真空室内通入  $\text{N}_2$  进行涂层沉积.涂层沉积相关参数如表 2 所示.涂层结构如图 2 所示,2 种涂层均以 AlTiN 作为黏附层,其中双层结构涂层的外层为 TiSiN 涂层,多层结构涂层中间层为 AlTiN/TiSiN 叠层沉积,最外层为 AlTiN 涂层.

2 种涂层的工艺流程如表 2 所示.其中,a-x( $x=1\sim 7$ )代表双层结构涂层的工艺流程;b-x( $x=1\sim 22$ )代表多层结构涂层的工艺流程.

### 1.3 结构表征及力学性能测试

采用 Thermo Scientific 场发射扫描电子显微镜观察涂层表面及摩擦磨损形貌.并使用电子显微镜自带的能量色散 X 射线光谱仪(EDS)对涂层摩擦磨损痕迹进行点测及面扫描.采用纳米压痕

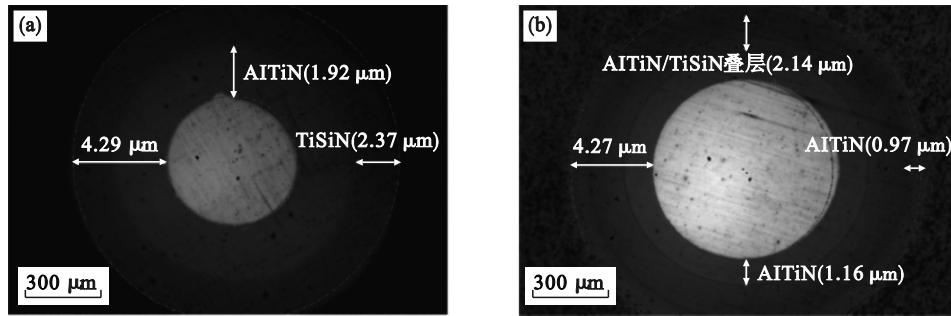


图 2 涂层的球坑磨痕及结构示意图

Fig. 2 Ball pit wear marks and structure diagram of the coating

(a)—双层结构涂层; (b)—多层结构涂层.

表 2 涂层的沉积参数

Table 2 Deposition parameters of the coatings

步骤	偏置 电压/V	Ar cm <sup>3</sup> ·min <sup>-1</sup>	H <sub>2</sub> cm <sup>3</sup> ·min <sup>-1</sup>	N <sub>2</sub> 稳 压/ Pa	弧电流/ A			沉积温度/°C	沉积时间/min
					Ti	AlTi	TiSi		
a-1	50	100	0	—	80	0	0	480	15
a-2	140	100	100	—	80	0	0	480	15
a-3	140	100	0	—	100	0	0	480	30
a-4	150	100	0	—	100	0	0	480	30
a-5	40	0	0	3.5	0	140	0	480	60
a-6	80	0	0	3.5	0	140	0	480	20
a-7	80	0	0	3.5	0	0	140	480	70
b-1	50	100	0	—	80	0	0	480	15
b-2	140	100	100	—	80	0	0	480	15
b-3	140	100	0	—	100	0	0	480	30
b-4	150	100	0	—	100	0	0	480	30
b-5	60	0	0	3.5	0	140	0	480	60
b-6	60	0	0	3.5	0	140	0	480	2
b-7	60	0	0	3.5	0	0	140	480	2
b-(8~21)	b-6与b-7往复叠层								
b-22	60	0	0	3.5	0	140	0	480	30

仪(MTS-NANO G200)测量样品的硬度和弹性模量.测试前需要将样品在球磨机上进行2~3 min的抛光,以避免因涂层中大颗粒与凹坑带来的测试误差.测试时选用连续刚度法,以 Berkovich 金刚石压头压入固定深度后卸载,通过压入-卸载关系曲线计算涂层的硬度和弹性模量,每个样品测量6个不同区域后取平均值作为最终结果.为避免表面硬度和基底硬度的干扰,将金刚石压头的压入深度设置为涂层厚度的15%.采用 Anton Paar 的 RST3 划痕测试系统(CSM Revetest)进行涂层与基底的结合强度分析.测试过程中选用尖端半径为 200 μm,锥角 α=120°的金刚石压头.加载力为 200 N,划痕长度为 5 mm.测试完成后通过设备记录的声发射信号曲线与拍摄的划痕形貌来判断涂层与基底的结合情况.其中将涂层划

痕边界首次出现局部破裂时的载荷定义为 Lc1,将涂层出现连续破裂时的载荷定义为 Lc2,将涂层完全剥落开始暴露出基体时的载荷定义为 Lc3.Lc2 与 Lc3 广泛用于表征 PVD 涂层的结合强度<sup>[17-18]</sup>,每个样品在不同位置测量3次,以减小试验误差并提高精度.采用直线往复摩擦磨损试验机(UMT)评估摩擦学性能,选择直径为 6 mm 的 SiN 球作为对偶球,单次往复行程设置为 5 mm,分别设置载荷为 1, 3, 5, 7 N,往复频率为 2 Hz,每次摩擦试验持续 30 min.在频率为 5 Hz,载荷为 20 N,单次往复行程为 5 mm 时,对涂层进行磨穿测试,并对涂层的磨损机理进行研究.用 3D 光学轮廓仪(RTEC,UP-Lambda)观察磨痕轮廓,随后随机选取摩擦路径上的3个点测量磨痕面积,根据其平均值并通过式(1)计算涂层样品的磨损率.

$$K = V / (Fs) \quad (1)$$

其中:  $V$  为磨痕体积;  $F$  为载荷;  $s$  为总滑动距离. 使用日本理学(ZSX PRIMUS IV) X射线衍射光谱(X-ray diffraction, XRD)仪对涂层的相结构进行分析. 该仪器由 X 射线发生器、X 射线探测器、测角仪、X 射线系统控制装置组成. 其原理是一束单色 X 射线照射到晶体上会发生衍射现象, X 射线穿过不同的晶体时会出现不同的衍射纹理, 因此可以通过不同的衍射纹理来确定物相的组成物质.

## 2 结果与讨论

### 2.1 涂层的特性表征

图 3 为在硬质合金基体上制备的 TiAlSiN 涂层的 XRD 图谱. 其中 1 为双层结构涂层, 2 为多层结构涂层. 从图谱中可以发现, 2 种涂层均具有多晶结构, 但是 2 种涂层的晶体结构有一定的不同. 双层结构涂层(图 3 中 1)在  $44.31^\circ$  处有面心立方晶格(fcc)TiN(200)峰出现, 这与 TiN 在  $45.96^\circ$  标准峰(PDF#38-1420)相比, 其峰位置向低角度偏移, 这可能是应力导致的晶格畸变造成的. 而多层结构涂层(图 3 中 2)在  $43.46^\circ$  处观察到 fcc-(Ti, Al)N(200)特征峰. 在 2 种涂层的 XRD 图谱中均未观察到 Si 及其化合物的衍射峰, 说明 Si 元素可能以非晶形式存在或固溶于 TiN 或 AlTiN 相的晶格中.

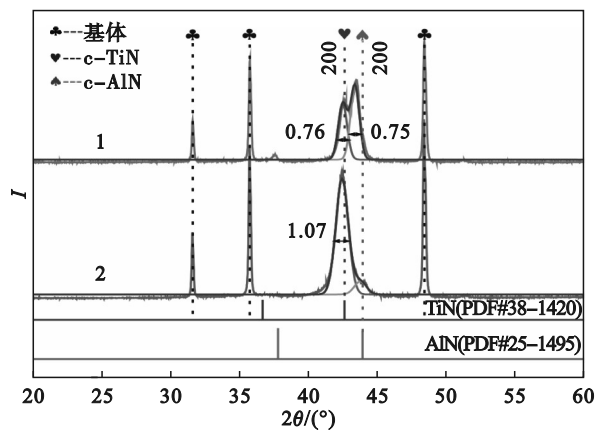


图 3 TiAlSiN 涂层的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD pattern of the TiAlSiN coating

由图 3 可知, 双层结构涂层中的 fcc-TiN(200)峰来自涂层结构中的 TiSiN 或 AlTiN 层, 但双层结构涂层 XRD 图谱中并未发现 Al 元素, 说明此峰来自最外层的 TiSiN 涂层. 无定形  $\text{SiN}_x$  组织与 fcc-TiN 纳米颗粒的混合构成典型的纳米复

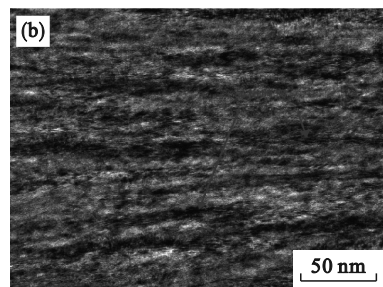
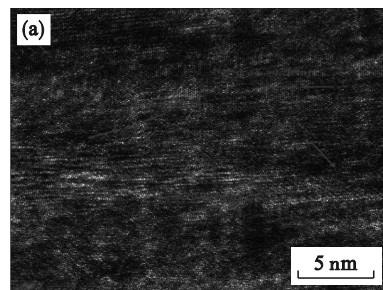
合涂层特征. 而多层结构涂层中的 fcc-(Ti, Al)N(200)峰来自多层结构中的 AlTiN 层, 且在  $4.5^\circ$  附近的 fcc-TiN(200)峰信号来自 TiSiN 涂层<sup>[19]</sup>及外层的 AlTiN 层. 根据 Scherrer 公式(2)计算 2 种涂层的晶粒尺寸,

$$D = K\lambda / (\beta \cos \theta) \quad (2)$$

式中:  $D$  为晶粒尺寸, nm;  $\lambda = 0.154\ 056\ \text{nm}$  为 X 射线波长;  $\beta$  为衍射峰的半高宽, rad;  $K$  为常数(0.89);  $\theta$  为布拉格衍射角,  $(^\circ)$ . 双层结构涂层中 TiN 的晶粒尺寸平均值为  $7.83\ \text{nm}$ , 多层结构涂层中 TiN 的晶粒尺寸平均值为  $11.08\ \text{nm}$ , (Ti, Al)N 的晶粒尺寸平均值为  $11.23\ \text{nm}$ . 双层结构涂层的晶粒尺寸明显小于多层结构涂层的晶粒尺寸, 这可能与无定形氮化硅化合物( $\text{SiN}_x$ )组织和 fcc-TiN 纳米颗粒的混合构成典型的纳米复合涂层有关.

图 4 为双层与多层结构涂层的 TEM 形貌及其 EDS 面扫描结果. 其中, 图 4a、图 4b 为双层结构涂层中 SiTiN 层的 TEM 形貌; 图 4c 为 SiTiN 层的 EDS 面扫描图像, 图 4d~图 4g 分别为多层结构涂层最外层 AlTiN 涂层与 AlTiN/SiTiN 叠层的 TEM 形貌和 EDS 面扫描图像.

从图 4a、4b 可以发现, 无定形的  $\text{SiN}_x$  以非晶态的形式掺杂在双层结构涂层的 SiTiN 层中, 进一步验证了 XRD 检测中无 Si 元素特征峰的结果. 从图中的 TEM 图像可以发现晶格间距为  $0.212\ \text{nm}$ , 取向为(200)的 TiN 晶体. 从图 4b 可以发现, 晶格条纹发生了畸变, 这可能与非晶态的  $\text{SiN}_x$  掺杂在双层结构涂层的 SiTiN 层中造成的应力有关, 使双层结构涂层 XRD 中 TiN 峰位置向低角度偏移. 从图 4b 中的多层结构涂层最外层 AlTiN 的 TEM



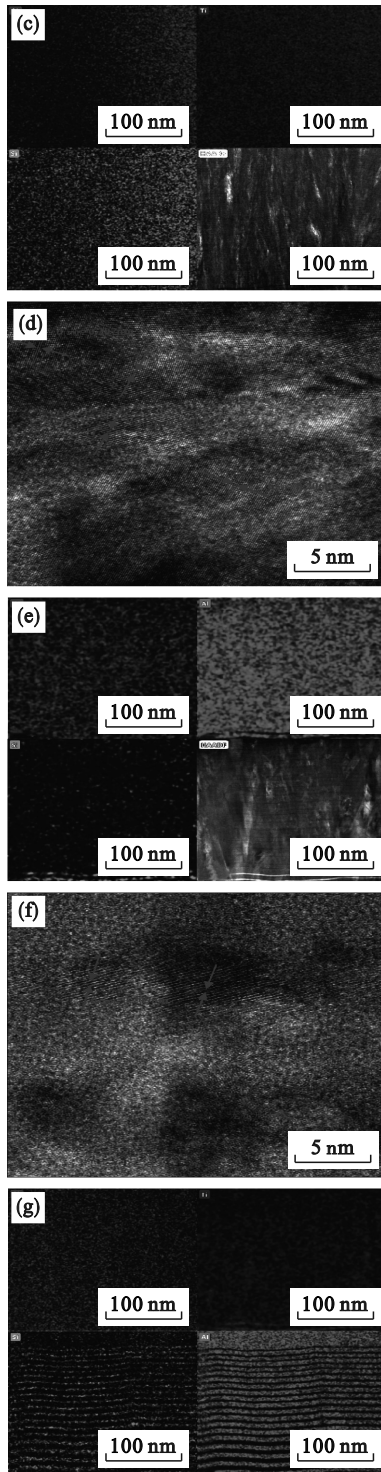


图 4 双层及多层结构涂层高分辨截面 TEM 显微图像及 EDS 面扫描图像

Fig. 4 TEM micrograph and EDS scanning image of high-resolution cross-section of the double and multilayer structural coatings

- (a)—SiTiN 层, TEM 形貌; (b)—SiTiN 层, TEM 形貌(放大);
- (c)—SiTiN 层, EDS 面扫描; (d)—AlTiN 层, TEM 形貌;
- (e)—AlTiN 层, EDS 面扫描; (f)—AlTiN/SiTiN 层, TEM 形貌;
- (g)—AlTiN/SiTiN 层, EDS 面扫描.

图像可以发现 TiN(200), AlN(200) 晶体存在, 虽然有 TiN(111) 晶体出现, 但是在其 XRD 图谱中并未发现对应的峰, 这可能是由于含量较少而

被其他峰掩盖. 从多层结构涂层 AlTiN/SiTiN 叠层的 TEM 图像及其 EDS 面扫描(图 4f, 图 4g) 可以发现, 在 AlTiN/SiTiN 叠层中有 TiN(200) 及大面积的无定形 SiN<sub>x</sub>, 并且无定形的 SiN<sub>x</sub> 以非晶态的形式存在于叠层中.

涂层表面形貌如图 5 所示. 2 种涂层表面均有颗粒及凹坑出现, 但颗粒和凹坑的尺寸与数量存在一定差异.

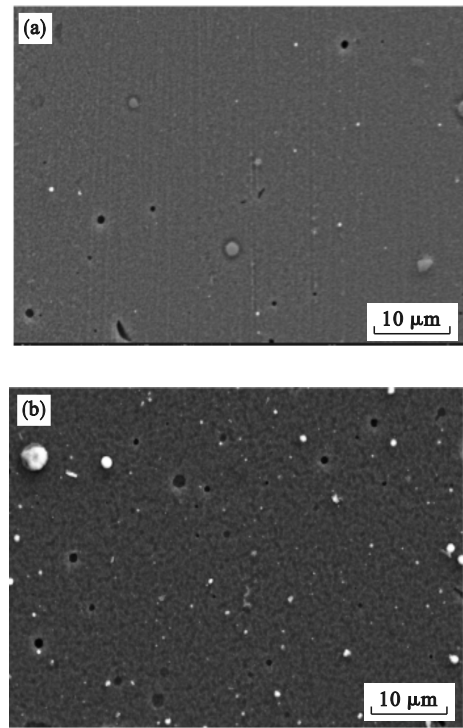


图 5 涂层的表面形貌

Fig. 5 Surface morphology of the coating

- (a)—双层结构涂层; (b)—多层结构涂层.

涂层表面的颗粒及凹坑数量经 ImageJ 处理后如图 6 所示. 从图中可以看出, 多层结构涂层表面的大颗粒及凹坑数量明显多于双层结构涂层的数量, 这与涂层最外层成分有关.

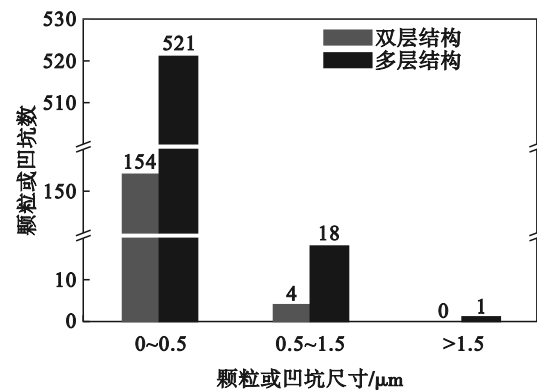


图 6 大颗粒与凹坑的尺寸与数量分布

Fig. 6 Size and number distribution of large particles and pits

## 2.2 涂层力学性能

图7为不同涂层的弹性模量、纳米硬度、 $H/E$ 、 $H^3/E^2$ 的值.从图2可以发现,双层结构涂层最外层的厚度约为 $2\ \mu\text{m}$ ,多层结构涂层厚度约为 $4\ \mu\text{m}$ .纳米压痕测量仅为表层 $\text{TiSiN}$ 的数值.如图4b所示,无定形 $\text{SiN}_x$ 组织与 $\text{fcc-TiN}$ 纳米颗粒的混合构成了典型的纳米复合无定形结构,进而使涂层具备超高硬度,使得双层结构涂层的硬度与弹性模量要远高于多层结构涂层<sup>[20-21]</sup>.双层结构涂层硬度高于文献[22]的记载,这可能是由于本文用于沉积 $\text{TiSiN}$ 层的弧电流增加,使得 $\text{Si}$ 的固溶强化作用提高,因而获得了更高的硬度及弹性模量.多层结构涂层的硬度与弹性模量与文献[23]

记载的结果相当,这可能是由于利用纳米压痕仪所测量的为其顶层 $\text{AlTiN}$ 的硬度与弹性模量,而对 $\text{AlTiN/TiSiN}$ 软硬复合中间层没有很好的表征.Shtansky等<sup>[24-25]</sup>认为,硬度与弹性模量之比( $H/E$ )反映了涂层材料抵抗弹性变形失效的能力,适合评价涂层在弹性变形阶段的性能;而 $H^3/E^2$ 反映了涂层材料抵抗塑性变形失效的能力,适合评价涂层在塑性变形阶段的性能<sup>[26-27]</sup>.双层结构涂层 $H/E$ 比值大于多层结构涂层,说明双层结构涂层比多层结构涂层有更强的抵抗塑性变形的能力;多层结构涂层 $H^3/E^2$ 比值大于双层结构涂层,说明多层结构涂层比双层结构涂层有更强的抵抗弹性变形的能力.

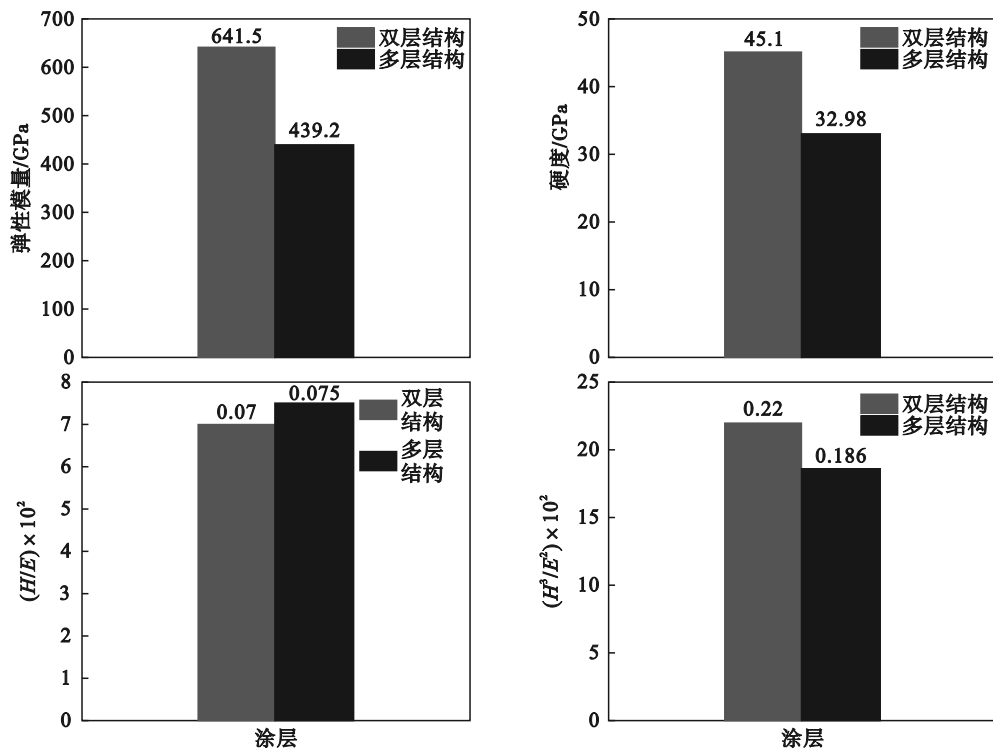


图7 不同涂层的弹性模量、硬度、 $H/E$ 与 $H^3/E^2$

Fig. 7 Modulus, hardness,  $H/E$ , and  $H^3/E^2$  of different coatings

图8为2种涂层的结合力;图9为双层结构涂层在划痕试验过程中声发射信号、加载力与穿透深度的变化曲线,以及划痕形貌;图10为多层结构涂层在划痕试验过程中声发射信号、加载力与穿透深度的变化曲线,以及划痕形貌.通过分析声发射信号、加载力、穿透深度与划痕形貌,可以确定涂层的破坏情况及其结合力的大小.

在200 N载荷下,从图9与图10中的划痕形貌可以发现:双层结构涂层在 $\text{Lc3}$ (14.4 N)时出现断崖式的完全脱落现象,而多层结构涂层未观测到涂层完全脱落的 $\text{Lc3}$ .

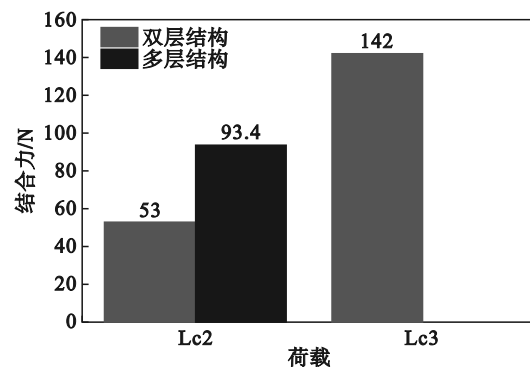


图8 2种涂层结合力对比

Fig. 8 Comparison of bonding force between two coatings

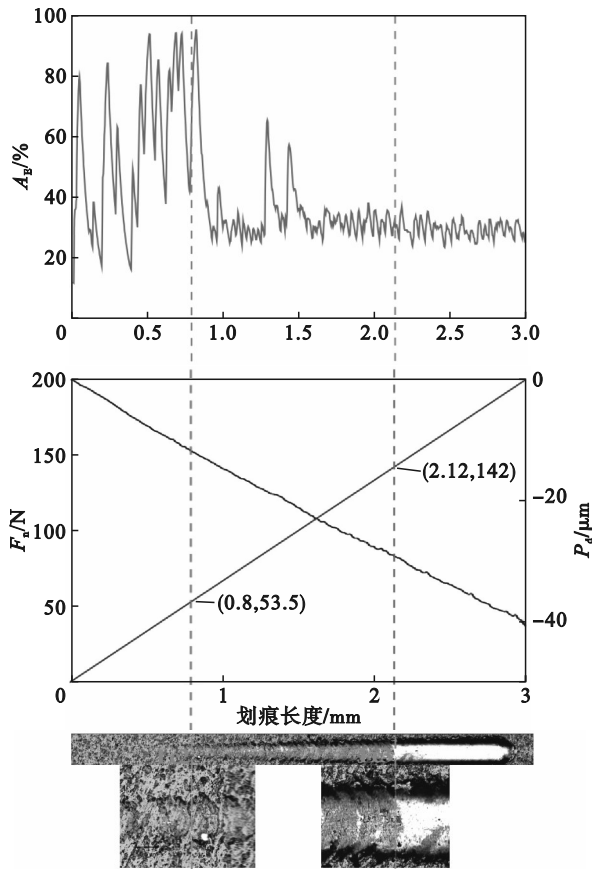


图9 划痕试验中双层结构涂层的声发射信号  $A_E$ 、加载力  $F_n$ 、穿透深度  $P_d$ 、划痕形貌

Fig. 9 AE signal ( $A_E$ ), loading force ( $F_n$ ), penetration depth ( $P_d$ ), and scratch morphology of the dual-layer coating measured in the scratch test

从图9、图10可以发现,2种涂层的破裂方式有明显区别.在53N的载荷下,双层结构涂层在划痕边界处出现连续鱼鳞状褶皱,且在鱼鳞状褶皱之间出现涂层脱落现象,这与Pu等<sup>[28]</sup>的结果相似.从Lc2开始至加载结束,双层结构涂层在鱼鳞状褶皱之间出现脱落现象,但多层结构涂层并未出现,这可能与多层结构涂层具有较强的抗弹性变形能力有关(图7).此外,2种涂层的褶皱痕迹是不同的:双层结构涂层褶皱中间破坏严重,而多层结构涂层两侧破坏严重.上述现象说明多层结构涂层的结合力优于双层结构涂层.

图11与图12分别为涂层在不同载荷下的摩擦系数和摩擦形貌.A组分别为双层结构涂层在1,3,5,7N下的磨损形貌,B组分别为多层结构涂层在1,3,5,7N下的磨损形貌.受涂层表面的大颗粒及凹坑尺寸(图5)影响,在不同载荷下摩擦磨损初期,多层结构涂层的摩擦系数均大于双层结构涂层.在小载荷下(图12中A(1N),A

(3N),B(1N),B(3N)),多层结构涂层的摩擦系数均大于双层结构涂层.在大载荷下(图12中A(5N),A(7N),B(5N),B(7N)),2种涂层的摩擦系数基本保持一致.

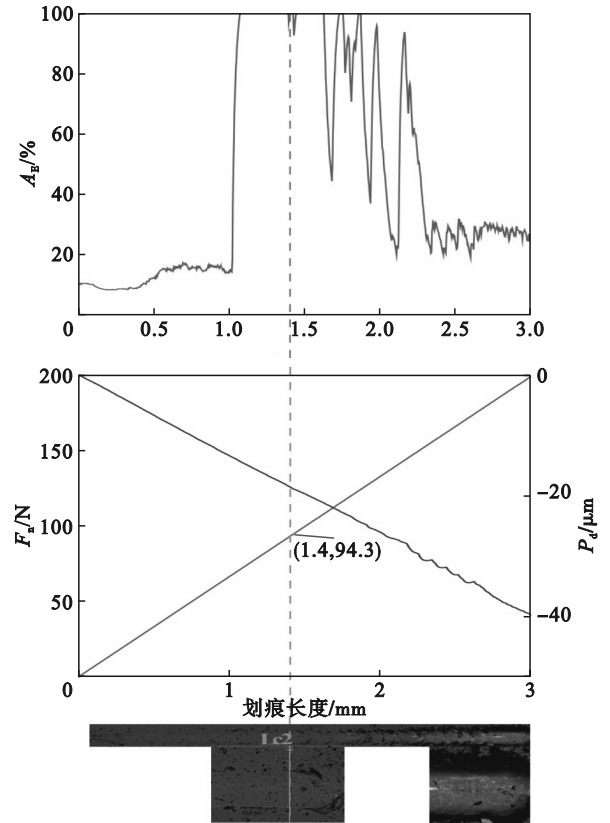


图10 划痕试验中多层结构涂层的声发射信号  $A_E$ 、加载力  $F_n$ 、穿透深度  $P_d$ 、划痕形貌

Fig. 10 AE signal ( $A_E$ ), loading force ( $F_n$ ), penetration depth ( $P_d$ ), and scratch morphology of the multi-layer structured coating measured in the scratch test

从图12中可以发现,在小载荷(1N,3N)下,涂层的磨痕较浅,摩擦系数受涂层表面形貌的影响较大,导致多层结构涂层的摩擦系数大于双层结构涂层.而在大载荷(5N,7N)下,涂层的磨痕较深,摩擦系数受涂层表面形貌的影响较小,使得2种涂层的摩擦系数接近.

2种涂层在不同载荷下的磨损率变化情况如图13所示.总体上,2种涂层具有相似的变化规律,并且磨损率并未出现数量级的差别.当载荷为1N时,2种涂层的磨损率最大;当载荷为7N时,2种涂层的磨损率最小.这可能与涂层表面的形貌有关,在小载荷下,涂层磨损率受表面形貌的影响较大;而在大载荷下,涂层表面形貌对涂层的磨损率影响较小.

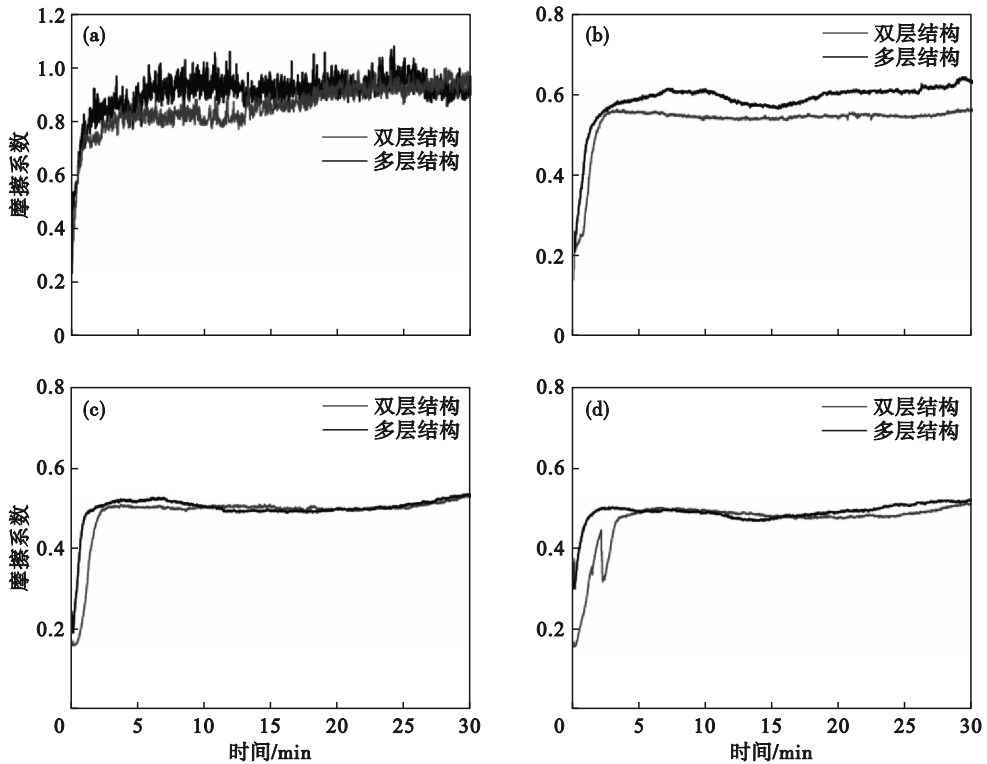


图 11 涂层在不同载荷下的摩擦系数

Fig. 11 Friction coefficient of the coating under different loads

(a)—1 N; (b)—1 N; (c)—1 N; (d)—1 N.

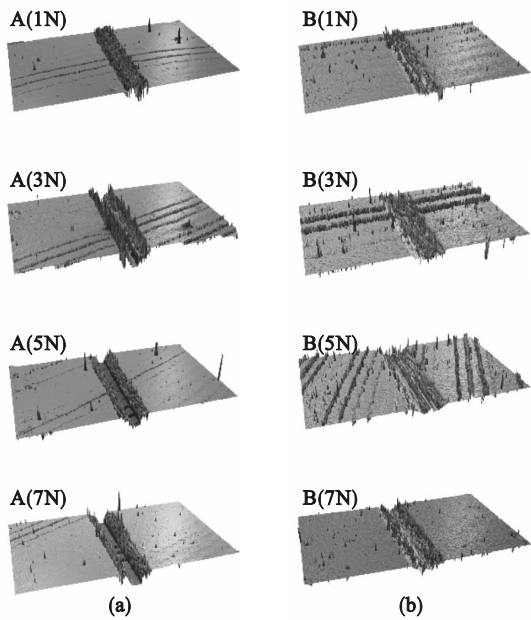


图 12 涂层在不同载荷下的摩擦系数及磨损形貌

Fig. 12 Friction coefficient and wear morphology of the coating under different loads

(a)—双层结构; (b)—多层结构.

随着载荷的增加,2种涂层的磨损率均出现下降趋势,并且2种涂层的磨损率随载荷变化的趋势与摩擦系数的变化趋势规律相同.在不同载

荷下,多层结构涂层的磨损率均小于双层结构涂层的磨损率.结合2种涂层的磨损率(图13)与摩擦系数(图11),可以发现在所有载荷(1,3,5,7 N)下,多层结构涂层的磨损率低于双层结构涂层,但是双层结构涂层的摩擦系数却不小于多层结构涂层,这说明磨损率并不完全由摩擦系数决定.

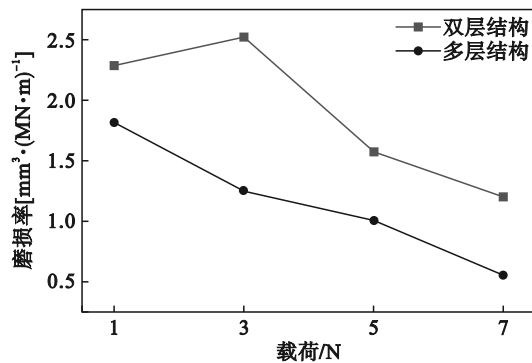


图 13 涂层在不同载荷下磨损率

Fig. 13 Coating wear rate under different loads

为了进一步对涂层的磨损性能进行研究,在频率为5 Hz,载荷为20 N条件下,使用SiN( $\phi 6$ )球对2种涂层进行30 min摩擦磨损试验,使用扫描电镜对其摩擦磨损形貌进行分析,如图14所示.

图14为2种涂层磨痕的扫描电子显微镜(SEM)及EDS面扫描图像.因W, Si元素谱图位置相互干扰,利用基体中的Co元素对W, Si元素进行校正.因涂层中不含W, Co元素,因此可以利用这2种元素对基体与涂层进行区分.

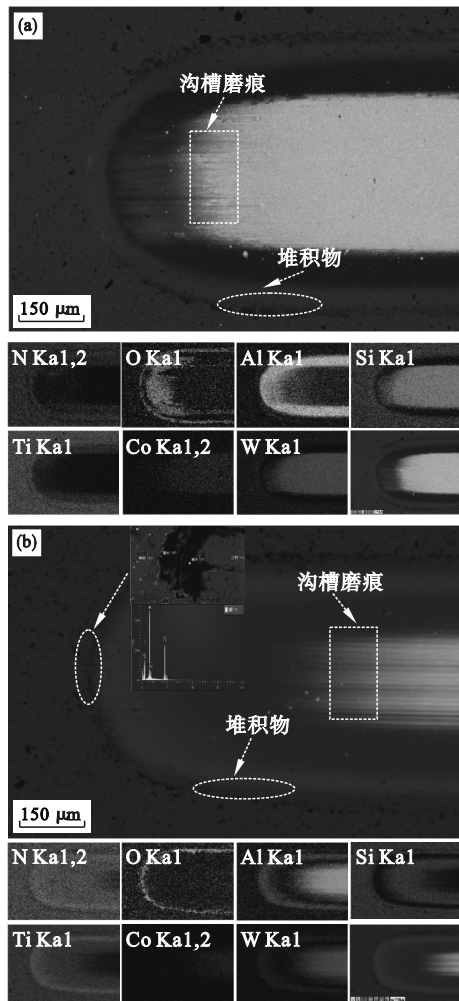


图14 涂层磨痕的SEM及EDS面扫描图像

Fig. 14 SEM and EDS elemental mapping images of coating wear marks

(a)—双层结构涂层; (b)—多层结构涂层.

结合图14中的SEM图像及EDS面扫描结果,可以发现2种涂层与基体结合处均出现了典型的磨粒磨损形成的沟槽磨痕<sup>[29]</sup>.

从图14可以发现,在磨痕的边缘存在一定含量的O元素,对磨痕边缘堆积物进行EDS分析如图14b所示.从EDS分析中可以发现Ti, Al, Si的氧化物,这可能是摩擦磨损过程中堆积物发生氧化所致.尽管双层结构涂层的晶粒尺寸明显小于多层结构涂层,但是在SiTiN涂层失效后,从图14a中双层结构涂层的EDS面扫描中可以发现,在磨痕边缘与基体之间有大量的O, Al元素,这

是由于在摩擦磨损过程中打底层(AITiN)发生氧化所致.而在多层结构中,此位置处并未出现上述现象.通过摩擦磨损的形貌及面扫描结果可以判断出2种涂层在磨损过程中均出现了磨粒磨损现象,而双层结果涂层在外层(SiTiN)涂层失效后,打底层出现了氧化磨损现象,而多层结构涂层由于其特殊的多层复合结构,抗氧化性能优于双层结构涂层.

### 3 结 论

1) 双层结构涂层具有较强的抵抗塑性变形的能力,而多层结构涂层抵抗弹性变形的能力较强.

2) 在小载荷下,涂层的摩擦系数受涂层表面形貌影响较大;而在大载荷下,涂层的表面形貌对摩擦系数影响较小.

3) 多层结构涂层的耐磨性能优于双层结构涂层,但其显微硬度较低.

4) 氧化磨损只出现在双层结构涂层中,而磨粒磨损在2种涂层的摩擦磨损过程中均有出现.

#### 参 考 文 献:

- [1] Makabe R, Nakajima S, Tabata O, et al. Dependence of the hardness of titanium nitride prepared by plasma chemical vapour deposition on the gas flow rate and the r.f. power[J]. *Thin Solid Films*, 1986, 137(1): 49-50.
- [2] Chang C L, Chen W C, Tsai P C, et al. Characteristics and performance of TiSiN/TiAlN multilayers coating synthesized by cathodic arc plasma evaporation[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2007, 202(4/5/6/7): 987-992.
- [3] Boelens S, Veltrop H. Hard coatings of TiN, (TiHf)N and (TiNb)N deposited by random and steered arc evaporation [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1987, 33: 63-71.
- [4] Cho C W, Lee Y Z. Effects of the oxide layer formed on TiN coated silicon wafer on the friction and wear characteristics in dry sliding [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2003, 168(1): 84-90.
- [5] Rebouta L, Vaz F, Andritschky M, et al. Oxidation resistance of (Ti, Al, Zr, Si)N coatings in air[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1995, 76: 70-74.
- [6] Palmier S, Rullier J L, Capoulade J, et al. Effect of laser irradiation on silica substrate contaminated by aluminum particles[J]. *Applied Optics*, 2008, 47(8): 1164-1170.
- [7] Artur R S, Evgenii D K, Yuriy A G, et al. Improvement of mechanical properties and adhesion of Ti-Al-Si-N coatings by alloying with Ta[J]. *Lubricants*, 2020, 10(178): 178.
- [8] Ramazanov K N, Vardanyan E L, Mukhamadeev V R, et al. Change in the chemical composition of a carbide tool with Ti-Al-N coating surface layers during machining[J]. *Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2022, 16(3): 412-415.
- [9] Kehal A, Saoula N, Abaidia S E H, et al. Effect of Ar/N<sub>2</sub> flow ratio on the microstructure and mechanical properties of Ti-Cr-N coatings deposited by DC magnetron sputtering

- on AISI D2 tool steels [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2021, 421: 127444.
- [10] Kiryukhantsev-Korneev P V, Shtansky D V, Petrzhih M I, et al. Thermal stability and oxidation resistance of Ti-B-N, Ti-Cr-B-N, Ti-Si-B-N and Ti-Al-Si-B-N films [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2007, 201(13): 6143-6147.
- [11] Zhang C, Qiu J T, Kong F, et al. Plasma surface treatment of Cu by nanosecond-pulse diffuse discharges in atmospheric air [J]. *Plasma Science and Technology*, 2018, 20(1): 014011.
- [12] Tanaka Y, Ichimiya N, Onishi Y, et al. Structure and properties of Al-Ti-Si-N coatings prepared by the cathodic arc ion plating method for high speed cutting applications [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2001, 146: 215-221.
- [13] Hörling A, Hultman L, Odén M, et al. Mechanical properties and machining performance of  $Ti_{1-x}Al_xN$ -coated cutting tools [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 191(2/3): 384-392.
- [14] 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.
- [15] Liu A H, Deng J X, Cui H B. Friction and wear properties of TiN, AlTiN, AlTiN and CrAlN PVD nitride coatings [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2012, 31: 82-88.
- [16] Fukumoto N, Ezura H, Suzuki T. Synthesis and oxidation resistance of TiAlSiN and multilayer TiAlSiN/CrAlN coating [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2009, 204(6/7): 902-906.
- [17] Li W Z, Yuan Z W, Zhu Y B, et al. Influence of nitrogen partial pressure on structure, mechanical and tribological properties of TaCN coatings [J]. *Ceramics International*, 2021, 47(18): 26233-26241.
- [18] Xia B, Zhou S G, Wang Y X, et al. Multilayer architecture design to enhance load-bearing capacity and tribological behavior of CrAlN coatings in seawater [J]. *Ceramics International*, 2021, 47(19): 27430-27440.
- [19] Geng D S, Zeng R K, Wu Z T, et al. An investigation on microstructure and milling performance of arc-evaporated TiSiN/AlTiN film [J]. *Thin Solid Films*, 2020, 709: 138243.
- [20] Wan Q, Yang B, Chen Y M, et al. Effect of bilayer period on microstructure and mechanical properties of TiSiN/TiN coatings [J]. *Materialia*, 2018, 3: 260-264.
- [21] Yao Y R, Li J L, Wang Y X, et al. Influence of the negative bias in ion plating on the microstructural and tribological performances of Ti-Si-N coatings in seawater [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2015, 280: 154-162.
- [22] Kowalski S, Cygnar M. The application of TiSiN/TiAlN coatings in the mitigation of fretting wear in push fit joints [J]. *Wear*, 2019, 426: 725-734.
- [23] 费加喜. 电弧离子镀 TiAlN 基涂层的制备及其性能研究 [D]. 广州: 广东工业大学, 2018.  
(Fei Jia-xi. Preparation and properties of TiAlN-based coating by arc ion plating [D]. Guangzhou: Guangdong University of Technology, 2018.)
- [24] Shtansky D V, Kiryukhantsev-Korneev P V, Bashkova I A, et al. Multicomponent nanostructured films for various tribological applications [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2010, 28(1): 32-39.
- [25] 查旭明. 双层与纳米多层结构 TiSiN/TiAlN 涂层的力学及切削性能研究 [D]. 泉州: 华侨大学, 2020.  
(Zha Xu-ming. Study on mechanical and cutting properties of TiSiN/TiAlN coatings with double-layer and nanomultilayer structures [D]. Quanzhou: Huaqiao University, 2020.)
- [26] 程正.  $Ti_6Al_4V$  切削过程热力学耦合作用下刀具磨损研究 [D]. 昆明: 昆明理工大学, 2019.  
(Cheng Zheng. Study on tool wear under thermal-mechanical coupling in  $Ti_6Al_4V$  cutting process [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2019.)
- [27] Stewart V A, Brown R H. The interrelationship of shear and friction processes in machining under regenerative chatter conditions [M]//Proceedings of the Thirteenth International Machine Tool Design and Research Conference. London: Macmillan Education UK, 1973: 13-18.
- [28] Pu R, Yu Z G, Hao X Q, et al. Effect of Si content on microstructure, mechanical properties, and cutting performance of TiSiN/AlTiN dual-layer coating [J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, 88: 134-144.
- [29] Zhang H D, Mei F S, Yu Y, et al. Improvement on the mechanical, tribological properties and cutting performance of AlTiN-based coatings by compositional and structural design [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2021, 422: 127503.