

溅射功率对 TiAlN 涂层组织结构与性能的影响

左伟峰,赵广彬,程玺儒

西华大学

摘要: 采用钛铝合金比为 7:3 的靶,通过非平衡磁控溅射离子镀制备 TiAlN 涂层。采用 X 射线衍射仪、扫描电子显微镜和 MFT-4000 多功能材料表面性能试验机对膜层形貌成分、组织结构及硬度进行测试分析,分析溅射功率对 TiAlN 涂层组织和结构的影响。测试结果表明:随着溅射功率的减小,膜层晶粒结构变得更稀疏,结合力减弱,Al/Ti 比值变小。

关键词: TiAlN 涂层;离子镀;溅射功率;断口形貌

中图分类号: TG174.4; TH140.7

文献标志码: A

Effect of Sputtering Power on Micro Structure and Structure of TiAlN Coating

Zuo Weifeng, Zhao Guangbin, Cheng Xiru

Abstract: TiAlN coatings are fabricated by unbalanced magnetron sputtering ion plating by using target which is composed of titanium aluminum alloy ratio 7:3. The micro structure and hardness of TiAlN coating are analyzed by X-ray diffractometer, scanning electron microscope and MFT-4000 multifunctional material surface testing machine. The influence of sputtering power on the structure and microstructure of TiAlN coating is analyzed. The results show that with the decrease of the sputtering power, the grain structure of the film becomes more sparse, binding force is weakened, Al/Ti ratio decreases.

Keywords: TiAlN coating; ion plating; sputtering power; fracture surface

DOI:10.16567/j.cnki.1000-7008.2018.04.015

1 引言

TiAlN 涂层属于新型多元复合涂层,具有高硬度、高抗氧化温度、高热硬性,附着力强、摩擦系数小、导热率低等特性,已成为高温高速切削、干切削、微润滑切削、模具等机械加工领域广泛使用的刀具涂层^[1,2]。

陈利等^[3]对 TiAlN 涂层热稳定性的研究表明,涂层会在高温下发生调幅分解:先析出介稳态面心立方 AlN,而后逐渐转变为稳定的体心立方相。由于涂层表面的形貌决定于成核、生长及外来原子迁移率等,因此可构建一个有利于薄膜中晶体形核和生长的最佳溅射功率,从而确定最佳辅助能量轰击能量范围^[4,5],加速原子在涂层表面运动,提高晶体完整性,合成具有高硬度和优良力学性能的纳米多层膜至关重要^[6,7]。

除使用 Ti/Al 合金靶制备外,还可使用双靶磁控共溅射制备涂层,调节溅射功率控制涂层元素含量^[8-11]。实验采用两个单靶直流溅射源和两个孪生靶中频溅射源,引入高强度离子源^[12],通过非平

衡离子镀方法制备 TiAlN 涂层,并研究溅射功率对涂层的微观组织结构影响。

2 实验方法

将硬质合金基体固定在夹具上,往超声波机里添加洗涤剂;加热到 60℃ 左右,将基体放入其中清洗 10min,拿出后用高压氮气吹干;用烘干机烘 20min,待其完全干燥后,装入镀膜机;开电源、机械泵、扩散泵加热 60min,抽真空度至粗真空 4-5Pa;再开前级和高阀对真空室抽至 5×10^{-3} Pa;加热灯丝后,在负偏压 -850V 时通入氩离子进行轰击 15min;开启钛靶和铝靶,按表 1 工艺参数进行 TiAlN 涂层沉积;镀膜结束后,冷却 90min 后出炉。

表 1 实验方案

实验号	离子率(W)	偏压(V)	溅射功率(A)	时间(h)
1	150	30	16	5
2	150	30	14	5
3	150	30	12	5
4	150	30	10	5

采用 MFT-4000 多功能材料表面性能试验机,通过划痕法测定结合力来判断涂层结合强度大小。利用荷兰 FEI 公司 Inspect F 型场发射扫描电子显微镜和 Oxford INCA Petafetx3 的 X 射线能谱分析仪分析表面形貌和结构组成。

基金项目:“高档数控机床与基础制造装备”科技部重大专项(2009zx04012-23);四川省特种材料及制备技术重点实验室项目
收稿日期:2017年1月

3 实验结果与分析

3.1 涂层能谱分析

分别将四组样品机械打碎,作 EDS 能谱分析(见图 1-图 4),并计算其原子和重量百分比(见表 2-表 5)。

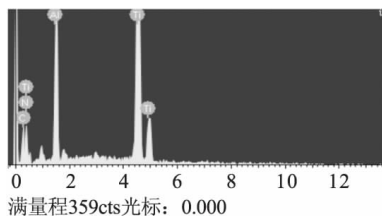


图 1 1号样品能谱

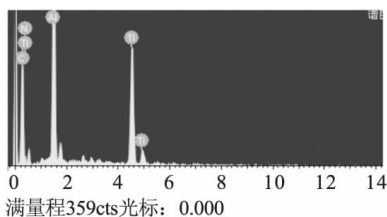


图 2 2号样品能谱

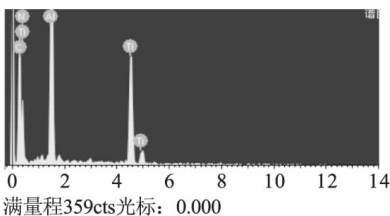


图 3 3号样品能谱

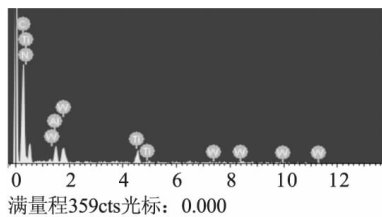


图 4 4号样品能谱

表 2 1号样品元素百分比

元素	N K	Al K	Ti K	总量
重量百分比 (%)	31.57	28.97	37.59	100.00
原子百分比 (%)	52.81	25.16	18.39	

表 3 3号样品元素百分比

元素	C K	N K	Al K	Ti K	总量
重量百分比 (%)	2.63	14.85	33.52	49.00	100.00
原子百分比 (%)	6.19	29.91	35.05	28.86	

表 4 3号样品元素百分比

元素	N K	Al K	Ti K	W M	总量
重量百分比 (%)	48.44	7.25	18.14	21.62	100.00
原子百分比 (%)	75.15	5.84	8.23	2.56	

表 5 4号样品元素百分比

元素	C K	N K	Al K	Ti K	总量
重量百分比 (%)	0.25	11.35	12.97	75.43	100.00
原子百分比 (%)	0.72	28.08	16.65	54.56	

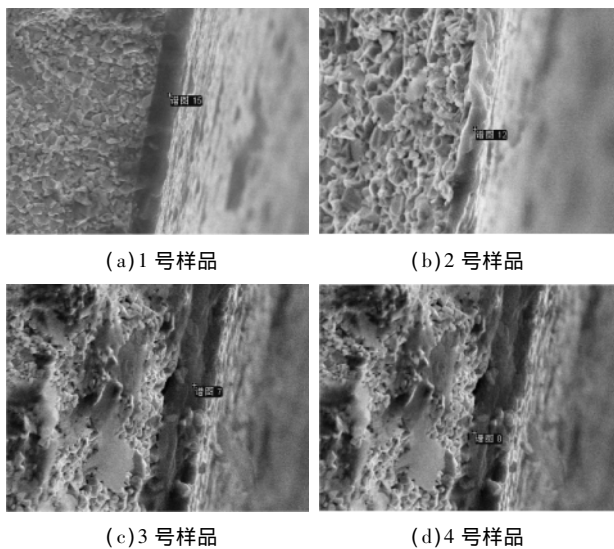
为了比较 4 组样品各元素的百分含量变化,将其按 Al/Ti 的升高进行整理。如表 6 所示,样品中的 Al/Ti 比值随着溅射功率的降低而降低。样品中 N 原子和 Al 原子的百分比一直在降低,可以看出溅射功率降低导致靶材中 Al 溅射功率减小。Al 原子百分比降低,导致 Ti 原子百分比上升。N 原子在 TiAlN 涂层中比例降低,总体上使用双靶磁控溅射制备的 TiAlN 涂层中 Al/Ti 原子百分比和功率变化总趋势一致。原因是靶溅射功率降低,导致铝靶溅射功率降低。铝原子的动能和原子的迁移率降低,使整个制备过程中原子迁移率减少,从而导致铝原子含量降低,同时由于铝原子和钛原子的溅射额不同,也会导致原子百分比变化。

表 6 四组样品各元素的原子百分比

试样编号	N 原子百分比 (%)	Al 原子百分比 (%)	Ti 原子百分比 (%)	Al/Ti
1	52.81	25.16	18.39	1.37
2	29.91	35.05	28.86	1.23
3	75.15	5.84	8.23	0.71
4	28.08	16.65	54.56	0.31

3.2 涂层断口形貌分析

由图 5 的断口形貌可以看出,涂层厚度较薄时,分界面比较模糊。随着厚度增加,界面变清晰。涂层断口形貌整体呈现高低不平的状态,这是晶粒的择优取向引起的。高的地方,说明其生长方向与择优取向晶面一致;反之,则是与择优取向晶面呈现一定角度,出现凹凸现象。



(a)1号样品 (b)2号样品 (c)3号样品 (d)4号样品

图 5 断口形貌

随着溅射功率的降低,会在一定程度上降低基体温度,导致原子间的扩散速度减慢,使得基体与镀层之间界面不清晰。此外,Al元素含量的降低,不利于形成更多的核心,导致镀层表面的空隙和缺陷增多,阻碍晶粒的细化 and 生长,让断面形貌变得更粗糙。

3.3 划痕形貌结合力分析

采用划痕法测定涂层与基体间的结合强度。由图6可知,随着溅射功率的变化,划痕形貌也随之变化。在溅射功率最大时划痕更清晰,同样的力,划痕越浅,结合力越高。原因可能是溅射功率增加时,铝原子含量增加,其晶体结构从面心立方转化为六方结构。晶格常数发生变化,硬度也随之发生变化。溅射功率最大时,晶粒细化程度最高,组织结构更致密,表面粗糙度最低,涂层的硬度值最高,从而膜基结合强度也高。也可能因为沉积涂层中的等离子体相应增多,增大了沉积能量密度,细化晶粒,涂层的晶界强化作用加强,涂层硬度提高,从而提高结合力。

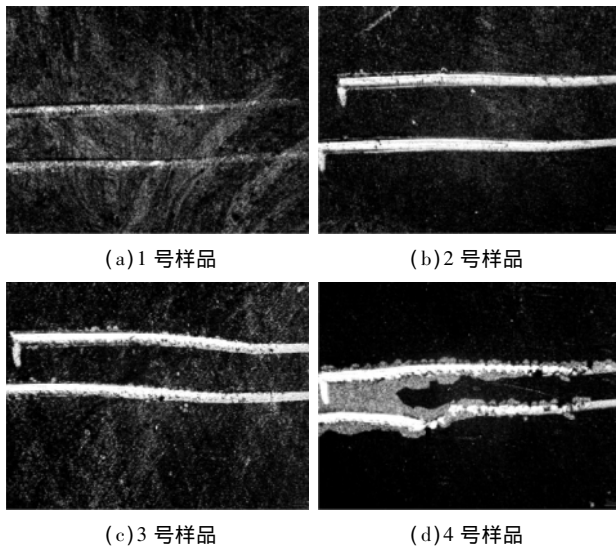


图6 划痕形貌

4 结语

(1) 采用非平衡磁控溅射设备在硬质合金表面沉积氮化铝钛涂层,确定最佳沉积溅射功率为16A。

(2) SEM和EDS能谱结果显示,膜厚分布均匀,无过于粗大的柱状晶和孔洞,硬度逐渐下降。

(3) 溅射功率的减小导致Al原子百分比降低,使涂层的结合强度降低和厚度减小。

参考文献

- [1] 陈利, 吴恩熙, 尹飞, 等. (Ti, Al)N涂层的微观组织和性能[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(2): 279-283.
- [2] 张雨萌. Al含量对TiAlN涂层热稳定性能的影响[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2013, 44(7): 2696-2701.
- [3] 陈利. Ti-Al-N基硬质涂层的热稳定性、微结构及其力学、切削性能的研究[D]. 长沙: 中南大学粉末冶金研究所, 2009.
- [4] 曹猛. 离子轰击能量对ZrN/TiAlN纳米多层膜性能的影响[J]. 材料研究学报, 2007, 22(6): 627-631.
- [5] 社会静, 田永君. 超硬纳米多层膜致硬机理研究[J]. 无机材料学报, 2006(21): 769-776.
- [6] 薛增泉. 薄膜物理(第1版)[M]. 北京: 电子工业出版社, 1991.
- [7] 胡晓萍, 李戈扬, 顾明元. C-AlN的生长对AlN/(Ti, Al)N纳米多层膜力学性能的影响[J]. 材料研究学报, 2003, 17(3): 326-331.
- [8] A Madan, J W Kim, S C Cheng, et al. Stabilization of cubic AlN in epitaxial AlN/TiN superlattice[J]. Physical Review Letters, 1997, 78: 1743-1746.
- [9] 曹守娟. 双靶直流反应磁控溅射沉积TiAlN薄膜及其性能研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2009.
- [10] 王福贞, 马文存. 气相沉积应用技术[M]. 北京: 机械工业出版社, 2006.
- [11] 李国芳, 王顺花, 石宗利. Al含量对(Ti, Al)N膜结构性能影响的研究进展[J]. 稀有金属与硬质合金, 2007, 35(2): 48-52.
- [12] 张馨元, 赵广彬. 非平衡磁控溅射TiAlN薄膜高温抗氧化性能研究[J]. 真空, 2011, 48(5): 61-63.

第一作者: 左伟峰, 西华大学材料科学与工程学院, 610039 成都市

通信作者: 赵广彬, 教授, 西华大学材料科学与工程学院, 610039 成都市

Corresponding Author: Zhao Guangbin, Professor, School of Materials Science and Engineering, Xihua University, Chengdu 610039, China