

电磁场氮分压等对多弧离子镀 TiN 的影响^①

南昌航空工业学院材料系 周细应 付志强 万润根 陈凯旋

本文在不同工艺条件下,利用扫描电镜,X射线衍射仪,M-200 磨损试验机以及显微硬度计等,对多弧离子镀 TiN 涂层的表面形貌组织结构以及性能进行了分析研究,揭示了电磁场氮分压对 TiN 镀层的综合影响。

关键词:离子镀,电磁场,氮分压

Influence of Magnetic Field and N₂ Partial Pressure on TiN coating of Ion Plating with Multi-Arc Source

Zhou Xiying Fu Zhiqiang Wan Rengeng Chen Kaixuan
(Nanchang Institute of Aeronautical Technology)

In this paper, the TiN coating was plated by multi-arc source ion plating equipment. The surface morphology, structure and performance of film in different technological conditions were investigated by SEM, XRD, M-200 wearing machine, microhardometer. It was showed that TiN film was influenced by magnetic field and N₂ partial pressure.

Keywords: Ion plating, magnetic field. N₂ partial pressure

一、引言

多弧离子镀是 70 年代开始研究的物理气相沉积的新工艺,因其众多突出优点而应用日益广泛。它的基本原理是把金属蒸发源作为阴极,与作为阳极的真空室产生弧光放电,使阴极金属靶材蒸发并离化,然后再与通入室内的离化氮气合成 TiN 沉积在加有负偏压的工件表面^[1,2]。阴极蒸发源的工作机理是冷阴极自持弧光放电。多弧离子镀 TiN 有许多优点:(1) 阴极弧源不熔化,安放位置灵活;(2) 阴极弧源离化率和离子能量很高,故镀层的附着性能和均匀性较好;(3) 沉积速度快,绕镀性好;(4) 离子镀 TiN 工艺范围较宽,要求并不非常严格^[3,4,6]。目前对多弧离子镀 TiN 的研究^[1,2,3]较多,但对电磁场对阴极弧源的影响及其对 TiN 镀层的组织与性能的影响的研究还不够,且多个参数的综合影响研究更不够,本文通过扫描电镜、X 射线衍射仪、M-200 磨损试验机等研究电磁场氮分压等参数对 TiN 镀层的影响。

二、试验内容

1. 试验材料及离子镀工艺

选用材料为 3Cr2W8V,设备为 TG-4 型多弧离子镀膜机。离子镀工艺为:(1) 试样经磨平、抛光,并进行严格的清洗;(2) 离子轰击清洗:镀膜室抽高真空后,

充入氩气至 10^{-1} Pa,对带有 -800V 电压的工件表面进行加热和轰击;(3) TiN 沉积:轰击清洗后,停供氩气,通入氮气至工艺规定压力并将负偏压降至 250V,引弧钛靶进行 TiN 沉积;(4) 出炉与冷却:镀 TiN 结束后,工件随炉冷至 100℃ 以下出炉。

2. 主要工艺参数:

(1) 工件负偏压为 250V;(2) 靶源电流 80A;(3) 磁场强度分别为 180G, 30G, 10G 三个参数;(4) 氮气分压为 0.2Pa, 0.4Pa, 0.8Pa, 1.2Pa。

3. 分析仪器:

(1) EMP-810 型电子探针;(2) D/Max-3A 型 X 射线衍射仪;(3) 71 型显微硬度计;(4) M-200 型磨损试验机。

三、试验结果及分析

1. TiN 镀层表面形貌分析

图 1 为在不同磁场下沉积的 TiN 镀层表面形貌扫描照片。由图 1 可知,多弧离子镀 TiN 镀层弥散分布着许多颗粒,这些颗粒是由靶源放电时微小液滴和粒子产生的,并以固相形态附着在镀层表面。这些颗粒一般在 $1\sim 3\mu\text{m}$ 之间, $5\mu\text{m}$ 以上的颗粒很少。随着磁场强度的增加, Ti 靶蒸发出来的微小液滴和粒子颗粒度减小,亦即改善了 TiN 镀层的显微组织,提高了致密度。图 2 为不同磁场条件下沉积的 TiN 表面颗粒及平整部位上的 Ti 元素线扫描曲线。由图 2 可见:镀层中颗粒的 Ti 含量明显高于

^①江西省自然科学基金资助项目

平整部位。这与有的资料^[2]介绍有所不同。我们认为 Ti 靶蒸发 Ti 颗粒在沉积过程中并未与离化氮气完全反应, 形成这样的颗粒对 TiN 镀层的性能不利。比较图 2(a) 和图 2(b) 中两条曲线, 随着磁场的增加, 镀层中颗粒与其它部位 Ti 含量的差值减小。这表明蒸发的 Ti 颗粒随

着磁场的增加, 在沉积过程中与离化氮气反应相对充分, 亦即钛氮比下降。原因是磁场增加, 加快弧斑运动速度, 并细化了钛颗粒, 从而与离化氮气的结合机率增加了。

2. TiN 的结构分析

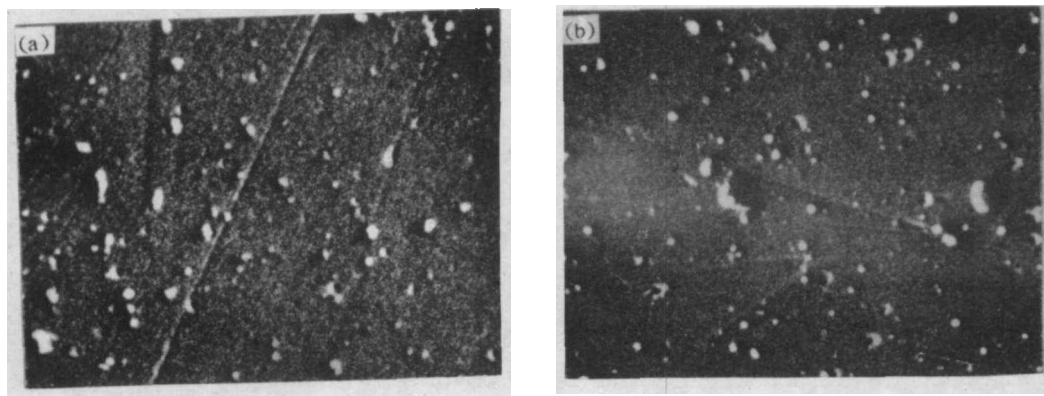


图1 不同磁场条件下 TiN 镀层表面形貌图
 $P_{N_2} = 1.2\text{Pa}$; a) 180G; b) 30G

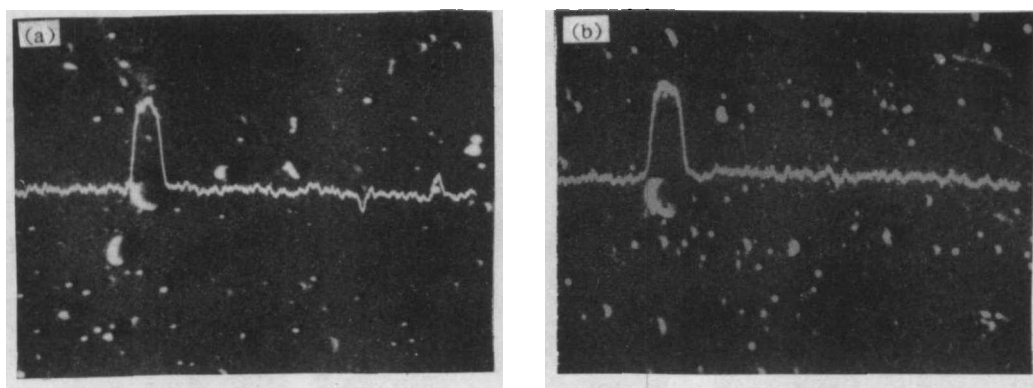


图2 不同磁场条件下 Ti 元素线扫描曲线
a) 180G; b) 30G

采用 X 射线衍射仪对 TiN 镀层的结构分析如图 3 所示。镀层由 TiN 和 Ti 两种相组成, TiN 为面心立方结构, Ti 为密排六方, 镀层中并未发现有 Ti_2N 相。由图 3a, b 可以看出: 在氮分压 $P_{N_2} = 1.2\text{Pa}$ 时, TiN 峰很强, 择优取向为 (111) 面, 在相同的氮分压下, 不同磁场下沉积的 TiN 晶体结构相同, 择优取向亦相同。由图 3c、d 可以看出: 在 $P_{N_2} = 0.2\text{Pa}$ 时, TiN 有 (111) 和 (200) 峰较强, Ti 峰 (010) 也较强, 这表 R 明当氮分压降低时, TiN 成分相对减少, Ti 的颗粒相对增多, 但是氮分压并没有完全影响 TiN 镀层的择优取向 (111), 只是随氮分压的降低, TiN (111) 峰有所减弱, 而 (200) 峰有所增强, 择优取向仍为 (111) 面。

3. 显微硬度分析

由于 TiN 镀层很薄, 一般只有几微米, 我们采用 71 型显微硬度计测定, 以比较不同工艺条件下的显微硬度值。载荷为 $9.81 \times 10^{-2}\text{N}$, 加载时间为 20s。表 1 为不同电磁场氮分压条件下的 TiN 镀层显微硬度值。硬度值为

五点测量取平均。在 $P_{N_2} = 1.2\text{Pa}$ 时, 序号 1、2, 显微硬度相差近 200; 在 $P_{N_2} = 0.8\text{Pa}$ 时, 序号 3、4、5 相差分别为 120 和 170; 在 $P_{N_2} = 0.4\text{Pa}$ 时, 序号 6、7 硬度相差为 143, 由此可知, 随着磁场强度的增加, TiN 的显微硬度有所提高; 它的提高程度与氮气分压有关, 随着氮气分压的下降, 磁场对显微硬度的影响有所减弱。这主要

表1 TiN 镀层显微硬度值

序号	工艺条件	显微硬度 (HV0.01)
1	$P_{N_2} = 1.2\text{Pa}$, 180G	1687
2	1.2Pa, 30G	1497
3	0.8Pa, 180G	1690
4	0.8Pa, 30G	1572
5	0.8Pa, 10G	1529
6	0.4Pa, 180G	1480
7	0.4Pa, 10G	1337

是由于磁场强度的增加, Ti 靶的高化率和离子能量均提高。并且减少了粗大颗粒, 细化了 Ti 蒸发颗粒, 使 TiN 镀层的显微硬度得到提高, 当氮气压下降时, 镀层中钛氮比提高, TiN 平整部分硬度下降, 所以使 TiN 镀层硬度提高程度有所减弱。由表我们还可以看到, 随着氮分

压的提高, 镀层的显微硬度显著提高, 这表明氮气压对 TiN 镀层的显微硬度影响最大。在试验中, 氮分压选择 $P_{N_2} = 1.2 \text{ Pa}$ 更佳。

4. TiN 镀层耐磨性分析

本文采用 M-200 磨损试验机, 测量磨痕宽度以比较

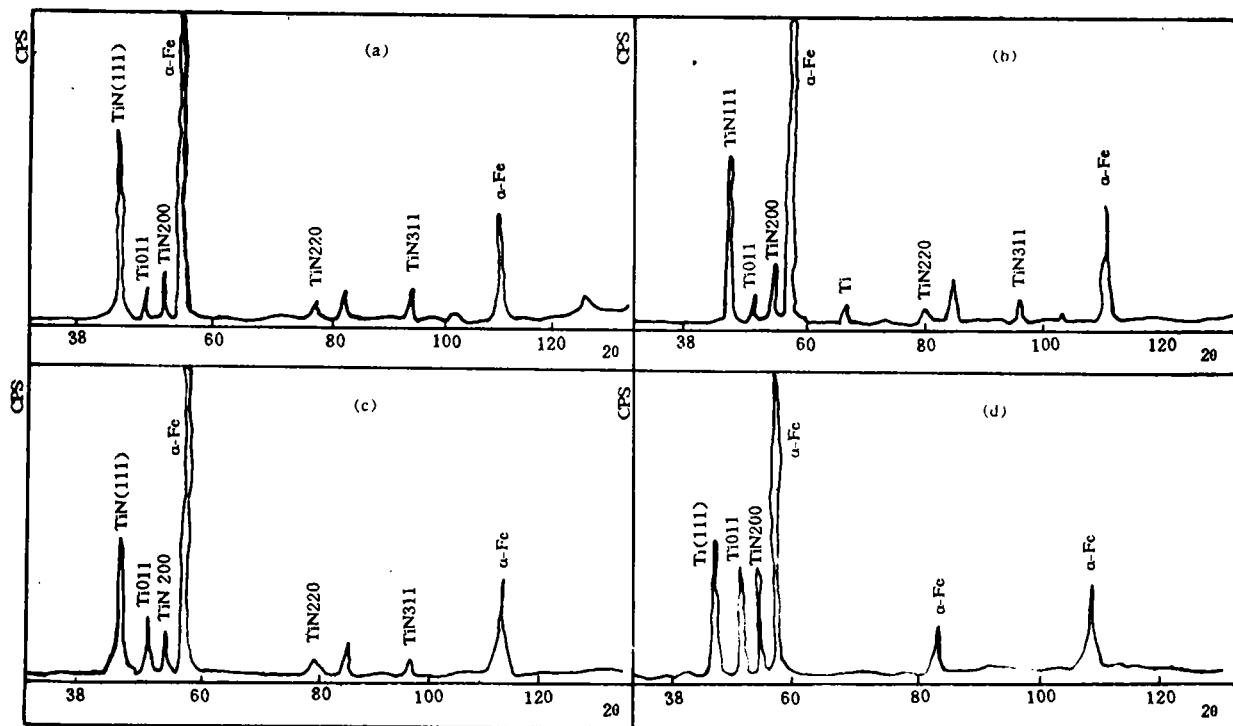


图 3 TiN 镀层的 X 射线衍射图谱

a) $P_{N_2} = 1.2 \text{ Pa}$, 180 G ;

b) $P_{N_2} = 1.2 \text{ Pa}$, 30 G ;

c) $P_{N_2} = 1.2 \text{ Pa}$, 180 G , 靶源电流 $I = 50 \text{ A}$;

d) $P_{N_2} = 0.2 \text{ Pa}$, 30 G , 靶源电流 $I = 50 \text{ A}$

其耐磨性。载荷为 9.81 N , 时间为 1 h , 对磨轮为经淬回火 GCr15 钢环, 表 2 和表 3 分别示出了磁场、氮分压对

压的提高有利于提高 TiN 镀层的耐磨性。耐磨性提高主要是由于 TiN 镀层显微组织的改善, 显微硬度提高所带来的。

表 2 磁场对 TiN 镀层的耐磨性影响

序号	工艺条件	磨痕宽度, mm
1	$P_{N_2} = 1.2$, 180 G	0.49
2	1.2, 30	0.62
3	$P_{N_2} = 0.2$, 180	0.54
4	0.2, 30	0.78

表 3 氮分压对 TiN 镀层的耐磨性影响

序号	工艺条件	磨痕宽度, mm
1	$P_{N_2} = 1.2$, 30 G	0.62
2	0.8, 30	0.68
3	0.2, 30	0.78

TiN 镀层耐磨性的影响。由表 2 可知, 在其它条件相同的情况下, 磁场强度增加, TiN 镀层的耐磨性显著提高。随着氮分压的降低, TiN 镀层的磨痕宽度增加, 这表明氮分

四、结 论

1. 磁场强度提高利于改善镀层的显微组织, 减少 Ti 颗粒, 但对 TiN 镀层相结构影响不明显。
2. 氮分压的提高对 TiN 镀层的择优取向无明显的影 响, 但能显著提高显微硬度和耐磨性。

参考文献

1. 王福贞等, 表面沉积技术, 北京机械工业出版社, 1989
2. 陈宝清等, 真空, 1990, (2), 49
3. 李晓青, 真空, 1990, (3), 1
4. 周细应等, 国外金属加工, 1993, (4)
5. 高汉三等, 真空, 1989, 46 (2)
6. 李云奈等, 真空, 1989, 7 (5)
7. 吴振华等, 真空, 1992, 9 (2)