

沉积温度对高功率脉冲磁控溅射 AlCrSiN 涂层结构和性能的影响

王铁钢¹, 李柏松¹, 张姣姣¹, 唐宽瑜¹, 刘艳梅¹, 姜肃猛²

(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: 采用高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 技术在不同沉积温度下制备了 Al-Cr-Si-N 涂层。系统研究了沉积温度对涂层结构、成分、显微形貌、力学和摩擦学性能的影响。结果表明: 随着沉积温度由 100 °C 升至 350 °C, 涂层内部开始由非晶向纳米晶转化, 300 °C 时出现 fcc-AlN 相; 涂层平整性和致密性逐步改善, 膜/基结合强度逐渐提高, 在 300 °C 达到最大值 77 N, 但温度继续升高至 350 °C 时, 严重的轰击刻蚀作用使临界载荷骤降至 25 N; 涂层硬度逐渐增加, 在 350 °C 达到最大值 19.4 GPa; 涂层内应力整体呈下降趋势, 由 -0.8 GPa 逐渐降低至 -0.4 GPa 左右。

关键词: HiPIMS; AlCrSiN 涂层; 沉积温度; 力学性能; 摩擦系数

中图分类号: TH117.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)08-2578-07

随着制造业的快速发展, 具有高硬度、良好耐磨性、抗腐蚀性、高温抗氧化性能、良好热稳定性的涂层材料在高速切削刀具上的作用日渐突出。刀具涂层的服役环境非常苛刻和复杂, 通常涂层表面要承受 900~1000 °C 以上的高温 and 超过 1 GPa 的应力载荷。故涂层的设计要综合考虑其结合强度、硬度、韧性、热稳定性和化学稳定性、摩擦系数、导热和热膨胀系数等因素^[1-4]。刀具涂层的制备技术包括化学气相沉积 (CVD) 和物理气相沉积 (PVD), 电弧离子镀和磁控溅射是 PVD 技术的 2 个典型代表。前者具有离化率高、沉积速率快等优点, 但大颗粒影响了涂层表面质量。而磁控溅射可以沉积各种化合物涂层, 沉积温度低, 涂层表面质量好, 但离化率较低。高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 充分结合了上述 2 种技术的优点, 是一种极具发展潜力的新型 PVD 技术, 可沉积结构致密、无颗粒缺陷、内应力可调的高性能涂层^[5-8]。

纳米复合涂层是由孤立的纳米晶粒镶嵌在很薄的非晶层中形成的一种复合结构涂层。纳米晶硬度高, 非晶相塑性好, 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; 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。故这种涂层具有高硬度 (>40 GPa)、高韧性、优异的耐磨性能和高温热稳定性^[9-12]。近年来, 研究人员利用 HiPIMS 技术相继研发了 TiSiN、

CrSiN、TiAlSiN、CrAlSiN 等纳米复合涂层, 获得了超高硬度、良好的高温强度和抗氧化性能。Greczynski 等^[13]利用高功率脉冲和直流共溅射技术制备了 $Ti_{1-x}Si_xN$ 涂层, 经对比研究发现当 Ti 靶接高功率脉冲电源、Si 靶接直流电源时, 涂层形成了纳米复合结构, 在 $0.13 \leq x \leq 0.26$ 的范围内涂层硬度高达 42 GPa, 内应力为 -6.7~-8.5 GPa; 当 Si 靶接高功率脉冲电源、Ti 靶接直流电源时, 涂层形成了 $Ti_{1-x}Si_xN$ 固溶体 ($x \leq 0.24$), 硬度仅为 14 GPa, 应力较小约 0.5 GPa。Ma 等^[7]利用 HiPIMS 合成了 TiAlSiN 纳米复合涂层, 研究了基体偏压对涂层结构、形貌和力学性能的影响, 随着偏压的增加涂层变得更加光滑致密, 组织逐渐由柱状晶演变成等轴晶、再到精细结构, 同时硬度也逐渐增大到 42 GPa。Kang 等^[14]也利用 HiPIMS 和脉冲直流共溅射技术沉积了 AlCrSiN 涂层, 通过改变脉冲直流 AlSi 合金靶的溅射电流来调节涂层结构和成分, 并研究其对力学性能和抗氧化能力的影响, 结果表明涂层具有典型的纳米复合结构, 硬度约 30 GPa, 具有高达 1000 °C 的抗高温氧化能力。

最近, 高 Al 含量的 AlCrSiN 纳米复合涂层已引起研究人员的极大兴趣, 因为 Al 在高温下易被氧化, 生成致密的高硬度的 Al_2O_3 薄膜, 可阻止外界氧向涂层内扩散, 同时具有很好的热稳定性和高温强度, 特别适用于高速切削刀具表面^[15]。利用 HiPIMS 技术制备高 Al 含量

收稿日期: 2017-08-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51301181); 天津市应用基础与前沿技术研究计划重点项目 (15JCZDJC39700); 天津职业技术师范大学研究生创新基金项目 (YC17-18); 天津市高等学校创新团队培养计划项目 (TD12-5043)

作者简介: 王铁钢, 男, 1978 年生, 博士, 教授, 天津职业技术师范大学, 天津 300222, 电话: 022-88181083, E-mail: sytgwang@163.com

AlCrSiN 涂层的研究少有报导，尤其是沉积温度对 HiPIMS 涂层生长过程的影响鲜有人研究。尽管已有研究表明沉积温度决定入射离子的扩散能力，对含 Si 涂层的结构、形貌和性能有显著影响^[16-18]，但根据 Wang 等^[19]提出的通过改变离子能量可代替温度实现对涂层微观结构的控制。由于 HiPIMS 离子化率高，在负偏压电场作用下入射离子能量较高，故沉积温度将对涂层组织结构演变起更加重要的作用，尚需系统研究。鉴于以上，本研究采用 HiPIMS 技术在不同温度下分别沉积高 Al 含量的 AlCrSiN 纳米复合涂层，系统研究了沉积温度对涂层化学成分、结构和形貌、沉积速率、硬度、结合强度、内应力和摩擦系数的影响，并进一步探讨了 AlCrSiN 涂层的生长机理和强化机制。

1 实验

利用 V-TECH HiPIMS 610/610 型高功率脉冲磁控溅射系统沉积 AlCrSiN 涂层，阴极连接 AlCrSi 合金靶 (Al:Cr:Si=6:3:1, at%)，工作气体和反应气体分别选用 Ar 和 N₂ (纯度均为 99.999%)，图 1 为高功率脉冲磁控溅射系统示意图。反应沉积时，N₂ 通入到基片附近，Ar 从阴极靶背部通入真空室，以缓解通入反应气后阴极靶材出现中毒现象。基片选用镜面抛光的 304 不锈钢和单晶硅片(100)，先在脱脂剂和乙醇溶液中分别超声清洗 20 min，然后用高纯氮气吹干，用压片固定于钢板上正对靶材悬挂于真空室内转架上，靶基距 100 mm。将真空室加热至真空度高于 2.0×10⁻³ Pa 时开始实验，通入 Ar 使工作气压保持在 1.5 Pa，施加-800 V 偏压，辉光清洗基片 10 min。再将工作气压调至 0.7 Pa，开启 HiPIMS 电源，利用离子轰击清洗基片 5 min，去除表面污物。之后，降低偏压至-30 V，沉积 AlCrSi 过渡层 30 min，以改善膜基结合。再通入反应气体 N₂，开始沉积 AlCrSiN

涂层，Ar 和 N₂ 总流量为 140 mL/min，通过喉阀调节使工作气压仍保持在 0.7 Pa，在不同沉积温度下制备一系列 AlCrSiN 涂层，具体沉积参数详见表 1。

采用 SEM 观察涂层截面和表面形貌并测量涂层截面厚度；采用 X 射线衍射仪 (XRD) 和 EDS 分析涂层相组成和成分；采用纳米压痕仪动态连续加载卸载模式测试涂层的纳米硬度及弹性模量，为了消除基体对测量结果的影响，压痕深度不超过涂层厚度的 1/10，每个样品测量 24 个点取平均值；采用纳米划痕仪测量涂层与不锈钢基体的结合强度，金刚石划头的针尖半径为 200 μm，法向载荷以 1 N/s 的速率由 0 逐渐增加到 100 N，划痕长度为 15 mm，测试速度 0.5 mm/s。

采用高温摩擦试验机在室温下测试 Al-Cr-Si-N 涂层的摩擦系数，对磨副选用直径为 6 mm 的氧化铝陶瓷球，法向载荷为 2 N，采用旋转式运动，速度为 150 r/min，滑动距离 70 m，磨痕轨道半径为 8 mm。采用 SuPro Instruments 生产的 Film Stress tester FST-150 型薄膜应力仪测量涂层的残余应力，利用光杠杆曲率放大原理测试单晶硅片镀膜前后表面曲率半径，通过 Stoney 公式计算薄膜应力。

2 结果与分析

2.1 Al-Cr-Si-N 涂层相组成及成分

图 2 为在不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的 XRD 图谱，可见，在 100 和 200 °C 时，未检测到明显的 (Al, Cr)N 衍射峰，涂层成分以非晶相为主。原因在于温度较低时靶材溅射出的粒子动能较低，在涂层表面扩散能力差，且通入真空室内氮气较少，溅射出的粒子未能与氮气充分反应。沉积温度升高至 300 °C 时，涂层内部开始氮化结晶，生成单一的 fcc-AlN 相。而沉积温度进一步升高至 350 °C 时，在 2θ=38.5°和 44.7°时，分别检测到了 fcc-AlN 相的(111)和(200)晶面衍射峰，且 fcc-(Al, Cr)N

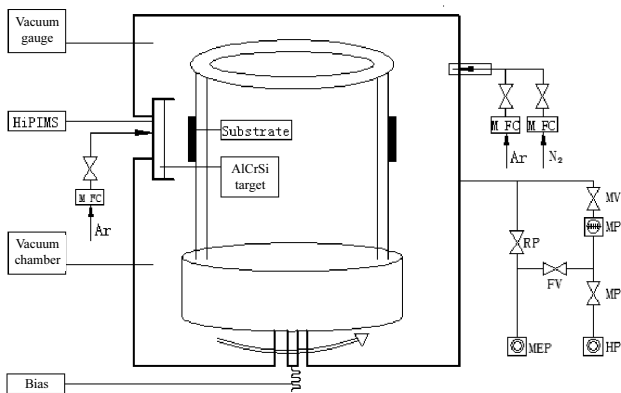


图 1 高功率脉冲磁控溅射系统示意图

Fig.1 Schematic diagram of the high power impulse magnetron sputtering (HiPIMS) system

表 1 HiPIMS 制备 Al-Cr-Si-N 涂层的沉积参数
Table 1 Detailed deposition parameters of the Al-Cr-Si-N coatings deposited by HiPIMS

Parameter	Value
Base pressure/Pa	2.0×10 ⁻³
Working pressure/Pa	7.0×10 ⁻¹
Bias voltage/V	-30
Nitrogen flow/mL·min ⁻¹	35
Argon flow/mL·min ⁻¹	105
Deposition temperature/°C	100, 200, 300, 350
HiPIMS average sputtering power/kW	0.9
HiPIMS average sputtering voltage/V	~540
HiPIMS pulse width/μs	160
HiPIMS frequency/Hz	180
Substrate rotation speed/r·min ⁻¹	20
Distance between target and substrate/mm	100
Deposition time/min	330

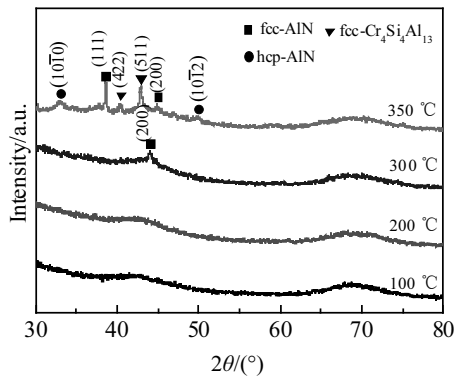


图 2 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的 XRD 图谱

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

仍为涂层的主要相，但图谱中也观察到力学性能较差的 hcp-AlN 相和 fcc-Cr₄Si₄Al₁₃ 相的衍射峰。350 °C 时 AlN 的 (200) 晶面衍射峰较 300 °C 时向大角度偏移，这是由于 Al 原子半径(0.143 nm)大于 Cr 原子半径(0.127 nm)，少量 Cr 固溶于 AlN 晶格中，引起晶格畸变，晶格常数减小^[20-23]。

图 3 为不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的成分。可以看出涂层中 Al 含量较高，涂层成分与靶材成分基本一致，沉积温度对涂层中各元素的分布影响并不显著。随着沉积温度的升高，氮元素比例略微下降之后再次回升，这归因于沉积温度的升高使沉积粒子获得更大的动能，粒子运动的增强使其参与反应的时间缩短，导致反应沉积到基体上的氮化物减少。沉积温度继续升高至 350 °C 时，会加剧沉积粒子参与反应的速率反而使氮含量有所回升。

2.2 Al-Cr-Si-N 涂层沉积速率

图 4 为不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的沉积速

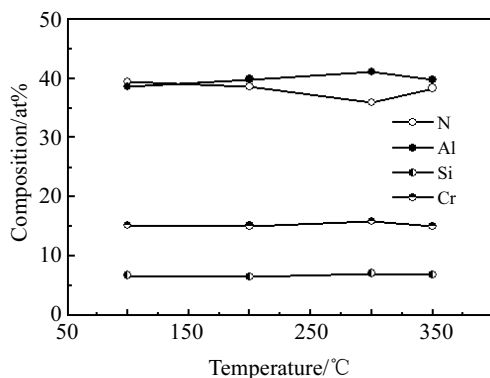


图 3 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的成分

Fig.3 Composition of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

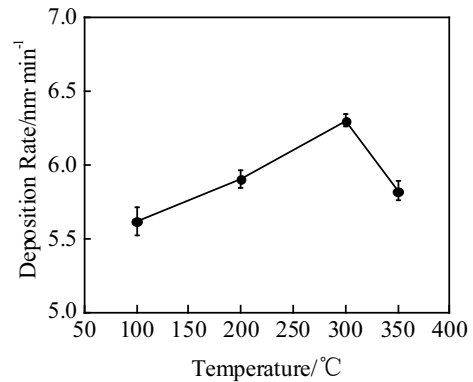


图 4 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的沉积速率

Fig.4 Deposition rate of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

率。所有涂层镀膜时间控制在 5 h，由图可知沉积温度对涂层沉积速率影响较为明显。随着沉积温度增加，沉积速率逐渐增大后减小。原因在于沉积温度的升高使反应粒子动能增加，粒子加速沉积到基片表面，并在 300 °C 时达到沉积速率最大值 6.3 nm/min。沉积温度继续增加至 350 °C，沉积速率突然减小，这归因于沉积粒子受热后，在较大动能作用下撞击基体表面将已沉积的粒子剥离基体表面，使溅射速率忽然降低。此时涂层厚度约 1.9 μm，其中 AlCrSi 过渡层厚约 300 nm (见图 5)。值得注意的是，HiPIMS 较低的沉积速率还与负高电位的阴极靶对离子的回吸效应有关。Christie^[24]等人研究分析出 HiPIMS 沉积速率低的原因是接近靶表面高离化率的溅射金属离子被阴极靶所吸回。当溅射发生时，靶材金属原子(M)被输运到等离子体中并发生碰撞离化(M⁺)，但由于靶电位较低，其中一部分在靶附近且没有足够动能的金属离子(M⁺)被阴极靶表面吸回，因此导致了到达基体的溅射金属粒子减少^[25-28]。

2.3 Al-Cr-Si-N 涂层显微结构

图 5 为在不同温度下沉积在单晶硅片上的 Al-Cr-Si-N 涂层的表面、截面形貌。可以看出随着沉积温度增加，涂层表面纹理更加明显，涂层内部元素由非晶向纳米晶转化，300 °C 时涂层表面平滑无较大颗粒，且较为致密。沉积温度较低时，形核速率慢，晶粒较小，表面有较多细小颗粒，随着沉积温度的升高，晶粒逐渐长大，涂层内部结晶度也在增加。而高功率脉冲电源产生的高能离子束流能够轰击基片表面促进沉积粒子的重复形核和再结晶，从而抑制在涂层中贯穿性的柱状晶晶粒生长，促进晶粒细化，改善沉积粒子表面扩散能力，改善涂层的致密性和均匀性。本实验所采用的 HiPIMS 技术独特的优势会使涂层中产生二次形核，柱状晶会向微细纳米

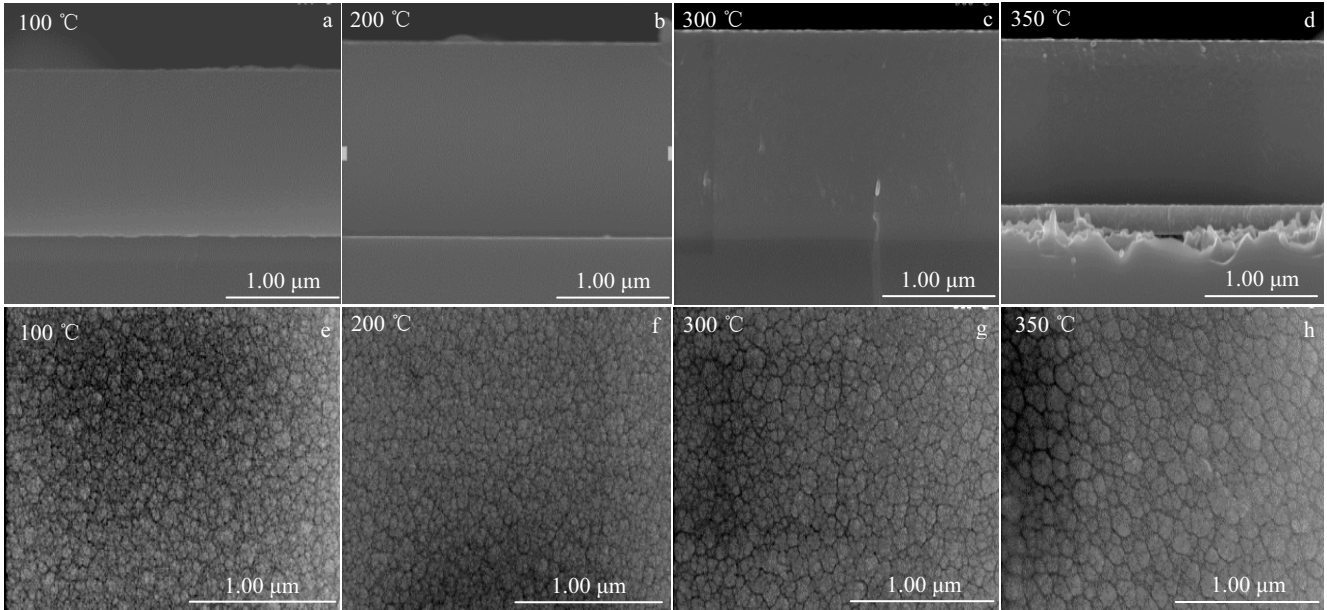


图 5 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的截面和表面形貌

Fig.5 SEM images of cross-section (a~d) and surface (e~h) for the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures: (a, e) 100 °C, (b, f) 200 °C, (c, g) 300 °C, and (d, h) 350 °C

晶转化，倾向于形成由非晶 Si_3N_4 相包裹的纳米复合结构，因而在涂层的截面形貌图中未发现柱状晶。然而在沉积温度为 350 °C 的截面形貌图中观察到膜基界面处有狭小缝隙且 Si 片表面相对粗糙，这源于较为严重的辉光刻蚀作用，也将严重影响涂层与基体的结合强度^[29,30]。

2.4 Al-Cr-Si-N 涂层的力学性能

图 6 显示了不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的临界载荷。由于界面性质的差异，膜基结合强度、薄膜和基体的硬度、膜的结构和厚度都会影响对临界载荷的判定。可以综合考虑声发射信号、切向力、划痕形貌的变化，判定划痕试验时的临界载荷。本实验中所制备涂层膜/基结合力随着沉积温度的升高显著增大，300 °C 所沉积涂层的划痕测试结果表明此时涂层的临界载荷高达 77 N，从划痕形貌图中可以看出基片表面已产生横向裂纹并有大量剥落现象。沉积温度继续升高至 350 °C 时，由于严重的辉光轰击刻蚀作用，涂层与基体间存在较大缝隙，结合力骤然下降至 25 N。另一个原因可能是随着温度升高，高功率电源产生的等离子体浓度较高但不稳定，炉内易产生异常放电导致膜/基结合力突然变差。本研究中，采用 HiPIMS 技术制备的 Al-Cr-Si-N 涂层结合强度高达 77 N 的，归因于在偏压电场加速作用下，伴随着沉积温度的升高，沉积粒子获得更大的动能，高密度的离子束流冲击基体表面，辉光放电去除基体表面污染物，同时刻蚀基体表面并注入至涂层和基体界面，改变

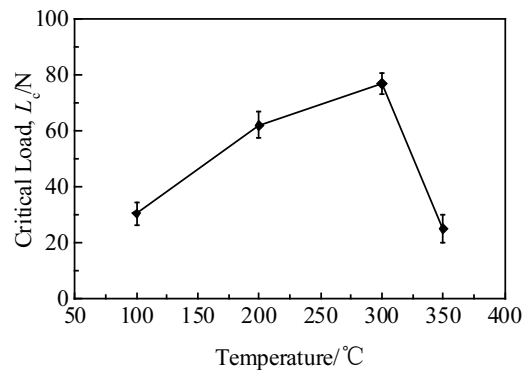


图 6 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的临界载荷

Fig.6 Critical load of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

基体表面结构，使涂层局部外延生长，获得化学键结合界面，大大增强了涂层与基体的结合力^[31,32]。

图 7 中载荷箭头的位置展示了薄膜完全脱离基体时的形貌。经分析，载荷箭头左侧灰色区域为残余的 Al-Cr-Si-N 薄膜，右侧白色区域为 304 不锈钢基体。膜/基结合的失效有 2 种不同的机制：一是薄膜与基体的分离；二是薄膜在外载荷作用下自身的断裂。在本划痕测试中，上述 2 种机制同时发挥作用。

图 8 为不同温度下沉积在单晶硅片上的 Al-Cr-Si-N

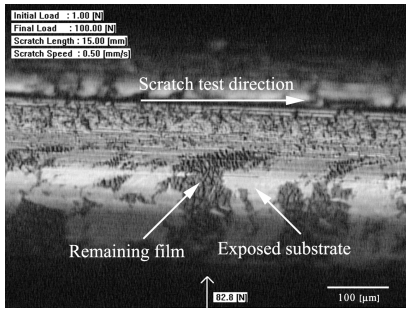


图 7 300 °C 时沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层划痕测试后的形貌
Fig.7 Morphology after scratch test for the Al-Cr-Si-N coating deposited at 300 °C

涂层的硬度及弹性模量，可以看出随着沉积温度升高涂层硬度逐渐增加，沉积温度为 350 °C 时涂层硬度显著增加到 19.4 GPa 左右。此时涂层组织已形成多种纳米晶，少许 Cr 原子固溶于 AlN 晶格中，细晶强化作用及非晶氮化硅包裹的纳米复合结构致使硬度显著提高。值得注意的是，本实验所制备涂层硬度普遍偏低，结合 XRD 分析结果可知，在较低温度下制备的涂层呈非晶态，当沉积温度达 300 °C 时，涂层内开始出现纳米晶，并随着温度升高结晶率增加，晶界数量也在增多。晶界强化理论指出晶界对位错运动的阻碍会使位错发生存储、增殖、移动等现象，位错运动在晶界处受阻产生塞积，涂层中大量的晶界能阻碍位错运动，故随沉积温度升高，涂层硬度逐渐增加。纳米复合涂层的强化机制归因于两点：一是纳米晶粒内无法形成位错；二是晶体相和非晶相在热力学上呈分离趋势，晶粒间的薄非晶层能有效阻挡晶界滑移和位错运动。但当非晶层增厚、纳米晶粒尺寸过小，也将导致涂层硬度下降，也有研究表明晶粒转动和晶界迁移能吸收大部分变形能，使材料强度降低^[33]。

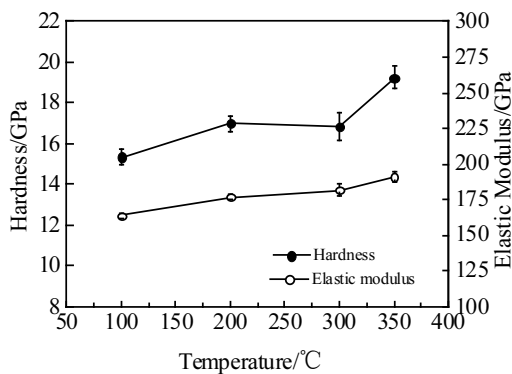


图 8 在不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的硬度及弹性模量
Fig.8 Hardness and elastic modulus of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

图 9 所示为在不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的残余应力变化情况。从图中可以看出随着沉积温度增加，涂层内部残余应力有明显降低趋势，由 -0.8 GPa 下降到 -0.4 GPa 附近，并且都表现为压应力，而压应力的产生也使涂层与基体不易脱落，并在一定范围内能提高涂层的硬度测试值。薄膜生长过程中会受离子轰击的影响产生压应力，另一方面沉积过程中产生的缺陷如堆垛、错位，会使晶格发生畸变，产生生长应力。然而随着沉积温度的升高结合 HiPIMS 技术特有的优势，沉积粒子获得更高的动能，对已沉积的粒子有一定的夯实作用，促进涂层内部的再结晶，消除部分缺陷。所以在较高的沉积温度下获得的涂层残余压应力将减小。沉积温度为 300 °C 时，涂层残余应力最低为 -0.4 GPa。

图 10 为不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的摩擦系数曲线，从图中可以看出，当沉积温度较低时涂层平均摩擦系数在 0.65~0.70 的范围内变化，沉积温度进一

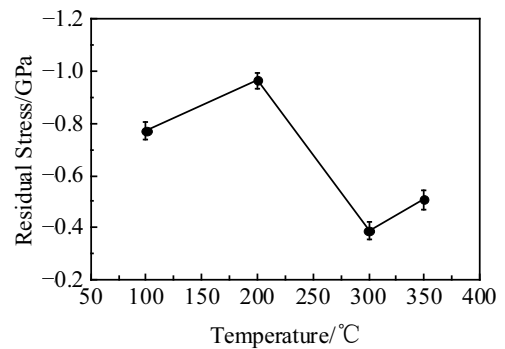


图 9 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的残余应力
Fig.9 Residual stress of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

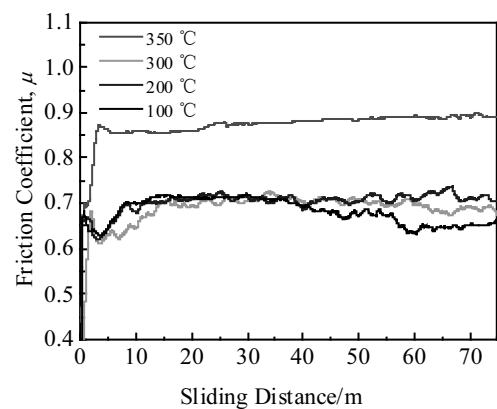


图 10 不同温度下沉积的 Al-Cr-Si-N 涂层的摩擦系数曲线
Fig.10 Friction coefficient curves of the Al-Cr-Si-N coatings deposited at different temperatures

步升高至 350 °C 时涂层平均摩擦系数陡增至 0.87 左右, 此时摩擦系数较大但磨痕宽度最小。研究表明^[34], 涂层摩擦系数和磨损率的变化趋势并非总是一致的, 耐磨性不仅与摩擦系数有关, 还强烈依赖于 H^3/E^{*2} 值。350 °C 时制备的涂层摩擦系数和 H^3/E^{*2} 值均较大, 表现出较好的耐磨损性能。摩擦过程中涂层表面与对磨副氧化铝球之间的接触面易与空气中氧气反应生成较硬的摩擦介质 Cr_2O_3 、 Al_2O_3 , 而缺少 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 的润滑作用, 导致摩擦系数偏大, 即出现“高摩擦, 低磨损”现象^[35-37]。

3 结 论

1) 采用 HiPIMS 技术在 100~350 °C 的温度范围制备 Al-Cr-Si-N 涂层。随着沉积温度升高, 涂层微观结构由非晶向纳米晶转变, 300 °C 时涂层内开始形成 fcc-AlN 纳米晶, 350 °C 时出现 fcc-AlN、hcp-AlN 和 fcc- $\text{Cr}_4\text{Si}_4\text{Al}_{13}$ 混合纳米晶。同时, 少量 Cr 原子固溶于 AlN 晶格中, 引起晶格畸变。

2) 随着沉积温度升高, 涂层硬度逐渐增加, 由 15.4 GPa 增加到 19.4 GPa, 由于在高温下溅射离子动能增加, 在负偏压电场作用下对涂层生长表面产生夯实作用, 减少内部缺陷; 涂层内应力呈下降趋势, 在 300 °C 时达到最低值约为 -0.4 GPa。

3) 随着沉积温度增加, 膜/基结合强度逐渐增加, 在 300 °C 时达最大值约 77 N, 归因于沉积粒子动能、扩散能力的增强, 以及 HiPIMS 技术较高的离化率和高能离子对基体表面轰击注入; 而 350 °C 时临界载荷又降至 25 N, 由于高温下溅射离子动能显著增加, 对基体表面强烈轰击刻蚀, 导致膜/基界面粗化、结合变差。

参考文献 References

- [1] Koseki S, Inoue K, Usuki H. *Precision Engineering*[J], 2016, 44: 41
- [2] Wu Weiwei, Chen Wanglin, Yang Shubao *et al. Applied Surface Science*[J], 2015, 351: 803
- [3] Köpf A, Keckes J, Todt J *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2017, 62: 219
- [4] Sui Xudong(隋旭东), Li Guojian(李国建), Wang Qiang(王 强) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2016, 52(6): 741
- [5] Belosludtsev A, Houška J, Vlček J *et al. Ceramics International*[J], 2017, 43(7): 5661
- [6] Souček P, Daniel J, Hnilica J *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2017, 311: 257
- [7] Ma Quansheng, Li Liuhe, Xu Ye *et al. Applied Surface Science*[J], 2017, 392: 826
- [8] Zhou Hui, Zheng Jun, Gui Binhua *et al. Vacuum*[J], 2017, 136: 129
- [9] Vepřek S, Vepřek-Heijman M G J. *Thin Solid Films*[J], 2012, 522: 274
- [10] Vepřek S, Zhang R F, Vepřek-Heijman M G J *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2010, 204(12-13): 1898
- [11] Lawal J, Kiryukhantsev-Korneev P, Matthews A *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2017, 310: 59
- [12] Wang Zhenyu(王振玉), Xu Sheng(徐 胜), Zhang Dong(张 栋) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2014, 50(5): 540
- [13] Greczynski G, Patscheider J, Lu J *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 280: 174
- [14] Kang M S, Wang T G, Shin J H *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22(S3): 729
- [15] Geng Dongsun, Li Haixu, Zhang Quan *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2017, 310: 223
- [16] Choi S R, Park I W, Kim S H *et al. Thin Solid Films*[J], 2004, 447-448: 371
- [17] Sandu C S, Sanjinés R, Medjani F. *Surface and Coatings Technology*[J], 2008, 202(11): 2278
- [18] Vaz F, Rebouta L, Goudeau P *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2001, 146-147: 274
- [19] Wang Q M, Kim K H. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(17): 4974
- [20] Lee J D, Wang Q M, Kim S H *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2012, 206(18): 3721
- [21] Zhang Shihong, Wang Lei, Wang Qimin *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 214: 160
- [22] Zhao Yanhui, Li Xu, Guo Chaoqian *et al. Acta Metallurgica Sinica*[J], 2016, 29(6): 546
- [23] Al-Salman H S, Abdullah M J. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2015, 28(2): 230
- [24] Christie D J. *Journal of Vacuum Science & Technology A*[J], 2005, 23(2): 330
- [25] Emmerlich J, Mráz S, Snyders R *et al. Vacuum*[J], 2008, 82(8): 867
- [26] Lazar J, Vlček J, Rezek J. *Journal of Applied Physics*[J], 2010, 108(6): 063 307
- [27] Mishra A, Kelly P J, Bradley J W. *Plasma Sources Science & Technology*[J], 2010, 19(4): 045 014
- [28] Brenning N, Huo C, Lundin D *et al. Plasma Sources Science and Technology*[J], 2012, 21(2): 025 005
- [29] Zhang Shihong, Wang Lei, Wang Qimin *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2013, 214: 160
- [30] Qi Dongli, Lei Hao, Wang Tiegang *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2015, 31(1): 55
- [31] Kim S K, Pham V H, Kim C H. *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(18): 7202

- [32] Tritremmel C, Daniel R, Lechthaler M *et al. Thin Solid Films*[J], 2013, 534: 403
- [33] Chen Yun, Du Hao, Chen Ming *et al. Applied Surface Science*[J], 2016, 370: 176
- [34] Chang C C, Chen H W, Lee J W *et al. Thin Solid Films*[J], 2015, 584: 46
- [35] Huang Lingling, Zou Changwei, Xie Wei *et al. Ceramics International*[J], 2016, 42(4): 5062
- [36] Wang Qimin(王启民), Wu Yingna(武颖娜), Ji Ailing(纪爱玲) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2004, 40(1): 83
- [37] Chang C C, Chen H W, Lee J W *et al. Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 284: 273

Influence of Deposition Temperature on Microstructures and Mechanical Properties of the Al-Cr-Si-N Coatings Deposited by HiPIMS Technique

Wang Tiegang¹, Li Baisong¹, Zhang Jiaojiao¹, Tang Kuanyu¹, Liu Yanmei¹, Jiang Sumeng²

(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 coating was prepared by high power pulsed magnetron sputtering (HiPIMS) technique at different deposition temperatures. The effects of deposition temperature on the composition, microstructure, mechanical properties and tribological properties of the coatings were investigated. The results show that as the deposition temperature rises from 100 °C to 350 °C, the microstructure of the coating begins to evolve from amorphous to nanocrystals, and the fcc-AlN phase appears at 300 °C. The smoothness and compactness of the coating are progressively improved. The adhesive strength increases gradually, reaches the maximum value of 77 N at 300 °C and sharply decreases to 25 N at 350 °C due to the serious glow etching effect. The hardness of the coating increases gradually and reaches a maximum of 19.4 GPa at 350 °C. No columnar crystals are found and the residual stress decreases from -0.8 GPa to about -0.4 GPa.

Key words: HiPIMS; Al-Cr-Si-N coating; deposition temperature; mechanical property; friction coefficient

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