

# 轴承钢磁控溅射 TiN 涂层工艺参数对其性能的影响

熊晓晨<sup>1,2</sup>, 燕怒<sup>1,2</sup>, 韩晓琪<sup>1,2</sup>

(1. 三峡大学 水电机械设备设计与维护湖北省重点实验室, 湖北 宜昌 443002;  
2. 三峡区域能源装备三峡大学协同创新中心, 湖北 宜昌 443002)

**摘要:** **目的** 研究磁控溅射工艺参数,包括溅射功率、溅射时间,对 TiN 涂层轴承钢表面性能的影响。**方法** 采用磁控溅射技术,固定其他工艺参数不变,分别以溅射功率和溅射时间为变量,在轴承钢 GCr15 表面镀制 TiN 膜层,并测定硬度,进行摩擦磨损试验。**结果** 固定溅射功率为 200 W,随镀膜时间的延长,硬度和耐磨性呈递减趋势,镀膜时间为 5~10 min 时,硬度值达 345.23~353.88HV,摩擦磨损量为 2.9~3.4 mg。固定镀膜时间为 30 min,随着溅射功率从 70 W 增大至 200 W,硬度与耐磨性也呈递减趋势,溅射功率为 100 W 时,硬度值可达 577.91HV,摩擦磨损量为 0.9 mg。**结论** 溅射功率的影响占主导地位,且溅射功率不宜偏高。欲提升材料表面硬度和耐磨性能,溅射功率取 100 W,镀膜时间取 30 min 最为适宜。

**关键词:** 磁控溅射; TiN 涂层; 轴承钢; 硬度; 耐磨性

**中图分类号:** TG174.444      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1001-3660(2014)01-0067-04

## Influence of Magnetron Sputtering Parameters on Surface Properties of TiN-coated Bearing Steel

XIONG Xiao-chen<sup>1,2</sup>, YAN Nu<sup>1,2</sup>, HAN Xiao-qi<sup>1,2</sup>

(1. Hubei Key Laboratory of Hydroelectric Machinery Design & Maintenance, China Three Gorges University, Yichang 443002, China; 2. Collaborative Innovation Center for Energy Equipment of Three Gorges Region, China Three Gorges University, Yichang 443002, China)

**ABSTRACT:** **Objective** To investigate the influence of magnetron sputtering parameters including sputtering power and sputtering time on surface properties. **Methods** The hardness tests and friction tests were carried out for TiN-coated bearing steel. **Results** Tests showed that hardness and wear resistance declined with the increase of deposition time, and when the sputtering power was 200 W, with a deposition time of 5~10 minutes, the hardness value reached 345.23~353.88 HV, and the wearing capacity was 2.9~3.4 mg; The hardness and wear resistance declined with the increase of sputtering power in the range of 70~200 W, the

收稿日期: 2013-10-29; 修订日期: 2013-11-02

Received: 2013-10-29; Revised: 2013-11-02

基金项目: 国家自然科学基金(51175298);教育部留学回国人员科研启动基金(教外司留[2011]15);三峡大学研究生创新基金(2013CX031)

Fund: Supported by the Natural Science Foundation of China(51175298), The Ministry of Education Scientific Research Returned People Start Fund Projects([2011]15), and The Innovation Fund of Graduate Student of The Three Gorges University(2013CX031)

作者简介: 熊晓晨(1989—),男,硕士生,主要研究方向为机械强度与可靠性设计。

Biography: XIONG Xiao-chen (1989—), Male, Master graduate student, research focus: Mechanical strength and reliability design

通讯作者: 燕怒(1970—),男,博士,教授,硕士生导师,主要研究方向为零件与结构的失效与安全服役。

Corresponding author: YAN Nu(1970—), Male, Ph. D., Professor, Research focus: failure and security service of the parts and structure.

hardness value reached up to 577.91 HV, and the wearing capacity was 0.9 mg, when the deposition time was 30 minutes. **Conclusion** It was concluded from the testing results that the sputtering power was the predominant influencing factor. In order to improve the surface friction properties and hardness for bearing steels, the sputtering power should not be too high, and a sputtering power of 100 W and a deposition time of 30 minutes was the most suitable sputtering condition.

**KEY WORDS:** magnetron sputtering; TiN film; bearing Steel; hardness; wearing resistance

轴承钢是重要的冶金产品,被广泛用于制造滚动轴承的滚珠、滚柱和套筒、精密量具、冷冲模、机床丝杠及柴油机油泵的精密部件<sup>[1]</sup>。轴承经常工作在恶劣的环境下,作为原材料的轴承钢是特殊钢中质量要求最严格的钢类之一<sup>[2]</sup>。轴承的失效形式较多,摩擦磨损是主要的失效形式之一<sup>[3]</sup>。磁控溅射技术以溅射率高、基片温升低、膜基结合力好、装置性能稳定、操作控制方便等优点,成为镀膜工业应用领域的首选之一<sup>[4-13]</sup>。有研究表明,磁控溅射镀膜技术对材料表面的性能有较大改善<sup>[11-15]</sup>。磁控溅射参数——镀膜时间和溅射功率对硬质合金、高速钢材料表面的性能有影响,但人们对影响机理未进行过多研究<sup>[14-15]</sup>。文中则主要研究镀制 TiN 涂层对轴承钢材料表面性能的影响,拟延长轴承钢的服役寿命,同时为高性能轴承钢的研发提供参考。

## 1 实验

### 1.1 磁控溅射镀 TiN 薄膜

轴承钢材为 GCr15,将其线切割成 12 件  $\phi 30$  mm $\times 4$  mm 的试样和 12 件  $\phi 30$  mm $\times 10$  mm 的试样,前者作为溅射镀膜基片,后者作为完成镀膜实验后粘接成摩擦试验片的基台,如图 1 所示。试样经打磨、抛光、超声波清洗去油脂后,进行磁控溅射镀 TiN 薄膜。取 2 件试样作为不镀膜组,其他的分成 10 组,每组 2 件试样。



图 1 试样

Fig. 1 sample

磁控溅射采用 JGP-560 型磁控溅射仪,所用靶材为纯度 4N 级 Ti 靶。基本工艺参数为:工作气压 0.5

Pa,氩气流量 30 mL/min,氮气流量 2 mL/min,靶基距  $(60\pm 10)$  mm,溅射温度 400  $^{\circ}\text{C}$ ,本底真空度  $2.0\times 10^{-3}$  Pa。取 5 组试样,固定溅射功率为 200 W,以镀膜时间为变量镀膜,镀膜时间依次设为 5, 10, 15, 20, 30 min。其余 5 组试样以溅射功率为变量镀膜,功率依次设为 70, 100, 130, 165, 200 W。

### 1.2 硬度测试及摩擦磨损实验

用显微维氏硬度计测定镀膜试样的硬度。

摩擦磨损实验在 MMW-1 立式万能摩擦磨损试验机上进行。对磨材料为不锈钢钢球,加载载荷为 20 N,转速为 200 r/min,对磨时间为 10 min。实验完成后,在 JSM-7500 扫描电子显微镜下测定磨损量,观测磨痕尺寸和磨痕微观形貌,作为耐磨性能的评价依据。

## 2 结果与分析

图 2、图 3 为工艺参数变量为镀膜时间时,镀膜试样的表面显微维氏硬度和摩擦磨损量测试结果图。如图所示,溅射功率较大(200 W)时,随着镀膜时间延长至 30 min,试样表面硬度大致呈下降趋势,摩擦磨损量呈增长趋势。镀膜时间为 5~10 min 时,硬度为 345.23~353.88HV,相比于未镀膜组,硬度值有所提高,摩擦磨损量有所降低。随镀膜时间的延长,硬度值始终高于未镀膜组,当镀膜时间达到 30 min 时,硬度值与未镀膜组持平;而对于摩擦磨损量,镀膜时

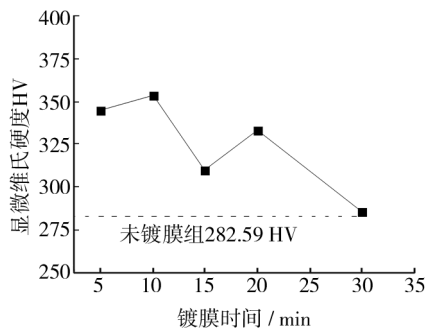


图 2 硬度随镀膜时间的变化

Fig. 2 Relations of hardness and deposition time

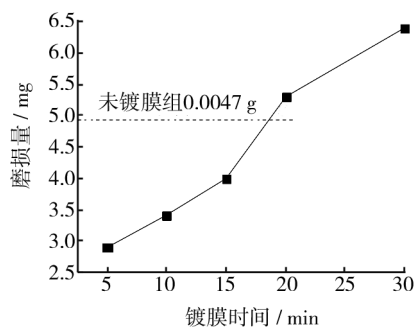


图 3 磨损量随镀膜时间的变化

Fig.3 Relations of wear quality and deposition time

间增加到 15 ~ 20 min 时,与未镀膜组已经接近同一水平。实验中观察到,镀膜时间为 15 ~ 20 min 时,试样表面就已出现脱落现象,时间增加到 30 min 时,脱落现象加重,摩擦磨损量达到 6.4 mg,比未镀膜组的磨损量还高。以上分析表明,采用 200 W 的较大溅射功率时,材料表面的硬度和耐磨性能随镀膜时间的延长而降低。此外从大体上看,在大功率下镀膜,镀膜时间对材料硬度和耐磨性能的影响并不是太大。

根据前面的分析,认为选取的 200 W 功率偏大,进一步研究功率的影响时,拟将功率降低,欲获得较理想的溅射层,应将镀膜时间相应延长,因此后面固定镀膜时间 30 min,以溅射功率为变量进行镀膜,镀膜试样表面显微维氏硬度和摩擦磨损量的测试结果如图 4 和图 5 所示,溅射功率为 70 W 时,由于溅射功率过低,导致辉光放电强度不够,钛原子活性降低,不能生成 TiN 薄膜。功率为 100 W 时,镀膜试样的硬度为 577.91HV,是未镀膜组 (282.59HV) 的两倍,摩擦磨损量与之相比也大幅度降低;随着溅射功率增加至 200 W,镀膜试样表面的硬度值大致呈下降趋势,摩擦磨损量呈增长趋势。此外,根据本组实验结果获得的最优参数组合为:溅射功率 100 W,镀膜时间 30 min。

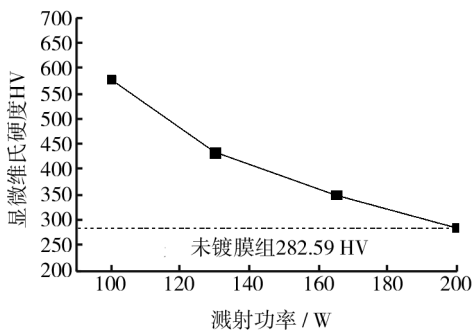


图 4 硬度随溅射功率的变化

Fig.4 Relations of hardness and sputtering power

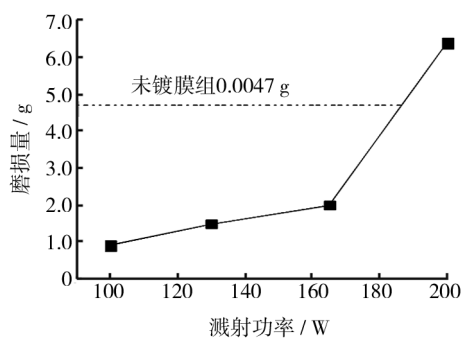


图 5 磨损量随溅射功率的变化

Fig.5 Relations of wear quality and sputtering power

相比于以镀膜时间为变量获得的最优参数组合,硬度和耐磨性能也有大幅度的提高。

图 6 为在 100 W 功率下镀膜 30 min 所得试样与未镀膜试样的表面磨痕 SEM 图。可以看出,镀膜试样磨痕的宽度和密集程度都要低于未镀膜试样,表明其耐磨性更好。

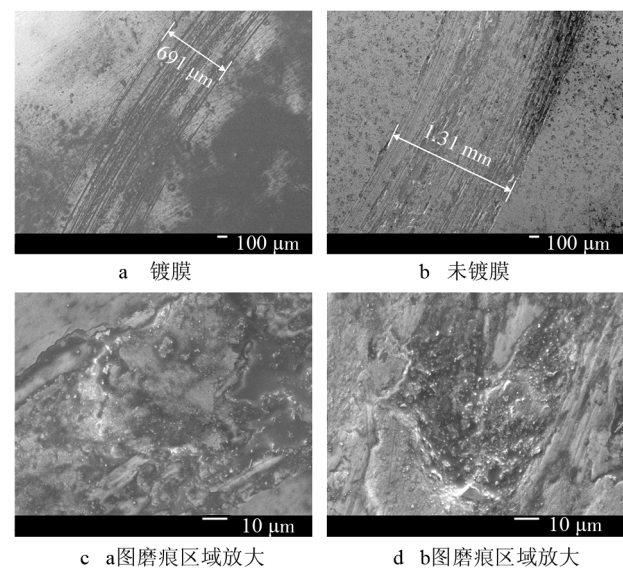


图 6 镀膜试样与未镀膜试样的表面磨痕形貌

Fig.6 The grinding crack morphology on the surface of coated group and uncoated group

总的来说,磁控溅射镀膜可以有效提高轴承钢表面硬度和耐磨性能,在一定范围内,镀膜时间和溅射功率对镀膜硬度、耐磨性能的影响相比较,以溅射功率的影响更为突出。镀膜时间较长时,随着溅射功率的增大,材料表面硬度和耐磨性能呈下降趋势;采用大功率进行溅射时,随镀膜时间的延长,材料表面硬度和耐磨性能逐渐下降。若以提高材料表面硬度和耐磨性能为目的,则采用 100 W 溅射功率镀膜 30 min 可得到理想的溅射层。镀膜时间较长时,采用高溅射

功率效果不明显,甚至会起到相反的作用。分析原因如下:低于100 W,因为溅射功率不足,从而导致辉光放电强度不够,原子活性降低,未能反应生成 TiN 薄膜而失效。高于100 W,甚至达到200 W时,随着溅射功率的增加,溅射靶与基片之间的原子或原子团浓度增加,它们之间相互碰撞的几率增大,到达基片的能量降低,在基片表面迁移的能力减弱,溅射出的沉积粒子参与晶粒的生长占主导机制,所以大功率下制备的薄膜晶粒尺寸较大,晶粒较少,薄膜较为疏松;同时,大功率下溅射的高能原子会对已镀膜层产生冲击破坏,导致镀膜层与基片结合不良而出现脱离,膜层致密度降低,硬度值降低,摩擦磨损量增大。

### 3 结论

1) 磁控溅射镀膜可以有效提升轴承钢 GCr15 材料表面硬度和耐磨性能,在一定范围内,镀膜时间和溅射功率相比,以后者对镀膜硬度和耐磨性能的影响更为突出。

2) 溅射功率主要影响原子活性、浓度和原子间的碰撞几率,镀膜时间主要影响膜层的厚度。为获得较理想的镀层,在保证正常辉光放电的情况下,溅射功率不宜过高,过高反而会损坏镀层,以100 W最为适宜,此时可以保证膜层与基材的结合强度和膜层的致密性。与此同时,可适当延长镀膜时间,增加膜层厚度,获得较理想的镀层。

### 参考文献

- [1] 虞明全. 轴承钢钢种系列的发展状况[J]. 上海金属, 2008,30(4):49—54.
- [2] 唐佩绵. 日本弹簧钢和轴承钢发展变化[J]. 世界金属导报,2011,21(5). 余不详
- [3] HOU Guo-an, CUI Yan-hong. Rolling Bearing Failure Forms and Preventive Measures[J]. Petroleum and Chemical Equipments,2010,13(12):54—56.
- [4] MUSIL J. Reactive Magnetron Sputtering of Thin Films: Present Status and Trends[J]. Thin Solid Films,2005,475(1/2):208—218.
- [5] LIEVENS H. Wide Web Coatings of Complex Materials[J]. Surface & Coatings Technology,1995,744:76—77.
- [6] SAFI I. Recent Aspects Concerning DC Magnetron Sputtering of Thin Films: a Review[J]. Surface & Coatings Technology,2000,127:203—219.
- [7] KIRCHOFF V, KOPTE T, WINKLER T, et al. Dual Magnetron Sputtering (DMS) System with Sine-wave Power Supply for Large-area Coating[J]. Surface & Coatings Technology,1998,98:828—833.
- [8] 曹德峰, 万小波, 邢丕峰, 等. 工作气压对直流磁控溅射 Mo 薄膜的影响[J]. 表面技术,2013,42(1):71—74.
- [9] 霍红英, 邹敏, 马光强, 等. 本底真空度对磁控溅射法制备 AZO 薄膜的影响[J]. 表面技术,2013,42(1):75—77.
- [10] 田颖萍, 范洪远, 成靖文, 等. 氮氩流量比对磁控溅射 TiN 薄膜生长织构的影响[J]. 表面技术,2012,41(3):19—21,25.
- [11] 廖国, 何智兵, 陈太红, 等. 溅射功率对磁控溅射制备 Bi 薄膜结构和性能的影响[J]. 原子能科学技术,2012,46(6):749—753.
- [12] 李学超, 李长生, 晋跃, 等. 磁控溅射 TiAlN 和 WTiN 薄膜的制备与摩擦性能研究[J]. 真空,2011,48(1):43—45.
- [13] 刘敏, 许晓静, 张体峰, 等. TiNi 表面磁控溅射 DLC 薄膜的纳米压痕与摩擦性能[J]. 润滑与密封,2012,37(3):42—44.

## 参考文献

- [1] 唐静, 张国福, 张云霞. 镀液 pH 值对化学镀镍磷镀层耐垢性的影响[J]. 腐蚀与防护, 2010, 31(8): 28—30.  
TANG Jing, ZHANG Guo-fu, ZHANG Yun-xia. Effect of pH Value on the Scale of Resistance to Chemical Plating Nickel Phosphorus Coatings[J]. Corrosion and Protection, 2010, 31(8): 28—30.
- [2] 胡浩, 邓昭平, 杨敬义. 碳钢化学镀 Ni-P 合金的制备与镀层增厚的研究[J]. 热加工工艺, 2013, 42(8): 151—153.  
HU Hao, DENG Zhao-ping, YANG Jing-yi. Study on Preparation and Coating of Carbon Steel Chemical Plating Ni-P Alloy System[J]. Heat Processing, 2013, 42(8): 151—153.
- [3] 黄林, 徐想娥, 汪万强. 低温化学镀镍磷合金工艺研究[J]. 电镀与涂饰, 2013, 32(4): 21—23.  
HUANG Lin, XU Xiang-e, WANG Wan-qiang. Study on the Technology of Low Temperature Chemical Nickel Phosphorus Alloy[J]. Electroplating & Finishing, 2013, 32(4): 21—23.
- [4] 张忆凡. 活化时间对镁合金化学镀镍层性能影响[J]. 电镀与环保, 2012, 32(3): 30—32.  
ZHANG Yi-fan. The Activation Time of Magnesium Alloy Chemical Nickel Plating Layer Performance[J]. Electroplating and Environmental Protection, 2012, 32(3): 30—32.
- [5] 熊涛. 化学镀 Ni-P-PTFE 复合镀层的研究与进展[J]. 腐蚀与防护, 2010, 31(8): 636—638.  
XIONG Tao. Research and Development of Chemical Plated Ni-P-PTFE Composite Coating[J]. Corrosion and Protection, 2010, 31(8): 636—638.
- [6] 何旭, 付传起, 王宙, 等. 稀土铈对化学镀复合镀 Ni-P-PTFE 镀层耐蚀性能的影响[J]. 表面技术, 2013, 42(2): 23—25.  
HE Xu, FU Chuan-qi, WANG Zhou, et al. Effect of Cerium on Chemical Plating Composite Coating Corrosion Resistance of Ni-P-PTFE Coating[J]. Surface Technology, 2013, 42(2): 23—25.
- [7] 付传起, 王宙, 李斌. 表面活性剂和纳米 PTFE 对 Ni-P-PTFE 镀层力学和摩擦学性能的影响[J]. 表面技术, 2010, 39(6): 13—15.  
FU Chuan-qi, WANG Zhou, LI Bin. Effect of Surface Active Agent and Nano PTFE on Mechanical and Tribological Properties of Ni-P-PTFE Coatings[J]. Surface Technology, 2010, 39(6): 13—15.
- [8] DONG D, CHEN X H, XIAO W T. Preparation and Properties of Electroless Ni-P-SiO<sub>2</sub> Composite Coatings[J]. Appl Surf Sci, 2009, 255: 7051—7055.
- [9] 陈实. 油水井结垢防治方法综述[J]. 西部探矿工程, 2011(6): 28—29.  
CHEN Shi. Oil Wells in Scale Control Methods[J]. West China Exploration Engineering, 2011(6): 28—29.
- [10] 刘学忠, 李超, 王建飞, 等. 碳钢表面化学镀 Ni-P 及 Ni-P-PTFE 纳米非晶镀层研究[J]. 中国腐蚀与防护学报, 2010, 30(5): 379—382.  
LIU Xue-zhong, LI Chao, WANG Jian-fei, et al. Chemical Carbon Steel Surfaces of Ni-P and Ni-P-PTFE Amorphous Coatings Research[J]. Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection, 2010, 30(5): 379—382.
- [11] 黄磊, 汪伟, 英汪亚. 结垢预测方法研究[J]. 断块油气田, 2009, 16(5): 94—96.  
HUANG Lei, WANG Wei, YING Wang-ya. Study on Scaling Prediction Methods[J]. Fault Block Oil and Gas Field, 2009, 16(5): 94—96.
- [12] GU C, LIAN J, LI G, et al. High Corrosion-resistant Ni-P/Ni/Ni-P Multilayer Coatings on Steel[J]. Surface & Coatings Technology, 2010, 197(1): 61—67.
- [13] BALARAJU J N, EZHILSELVI V, WILLIAM V K. Electrochemical Studies on Electroless Ternary and Quaternary Ni-P Based Alloy[J]. Electrochim Acta, 2006, 52: 1064—1074.
- [14] ASHASSI-SORKHABI H, MORADI-HAGHIGHI M, HOSSEINI M G. Effect of Rare Earth (Ce, La) Compounds in the Electroless Bath on the Plating Rate, Bath Stability and Microstructure of the Nickel-phosphorous Deposits[J]. Surface & Coating Technology, 2008, 202: 1615—1620.
- [15] 盛家利. 油井防垢机理研究[J]. 内江科技, 2008(6): 86—87.  
Sheng Jia-li. Study on Mechanism of Scale Control Well[J]. Neijiang Science and Technology, 2008(6): 86—87.
- (上接第 70 页)
- [14] 陈俊杰, 刘利国. 硬质合金刀具表面磁控溅射 TiN 涂层的摩擦磨损性能的研究[J]. 润滑与密封, 2008, 33(8): 41—43.  
CHEN Jun-jie, LIU Li-guo. Study on the Friction Properties on the Surface of Hard Alloy Cutters by Magnetron Sputtering Coating TiN Thin Films[J]. Lubrication Engineering, 2008, 33(8): 41—43.
- [15] 张宁. 高速钢磁控溅射原子镀 TiN 涂层的性能研究[J]. 材料热处理技术, 2009, 38(16): 104—106.  
ZHANG Ning. Study on the Properties of High Speed Steel by Magnetron Sputtering Ion Plating TiN Thin Films[J]. Material & Heat Treatment, 2009, 38(16): 104—106.