

阴极离子镀 TiAlSiN 涂层高温摩擦与磨损性能

汤成建¹, 孔德军^{1,2}

(1. 常州大学机械工程学院, 江苏 常州 213164;
2. 江苏省材料表面科学与技术重点实验室, 江苏 常州 213164)

摘要: 采用阴极离子镀在 H13 钢表面制备了 TiAlSiN 涂层。通过扫描电镜、X 射线衍射仪、原子力显微镜分析了涂层表面-界面形貌、物相和三维表面微观形貌。利用 EDS 面扫描分析了磨痕表面化学元素分布, 讨论了高温对涂层摩擦磨损性能的影响。结果表明, TiAlSiN 涂层表面主要元素由 Ti、Al、Si 和 N 组成, 主要物相为 (Ti, Al)N, 未发现 Si₃N₄ 相; 高温氧化后生成的致密氧化膜 Al₂O₃ 提高了涂层高温抗氧化性, SiO₂ 降低了涂层表面摩擦因数, 结构疏松的 TiO₂ 易导致涂层破裂和剥落; TiAlSiN 涂层表面粗糙度高于基体表面粗糙度, 磨痕表面 Ti 和 Al 元素出现贫集区, 表明涂层被磨穿; 在 700、800 和 900 °C 下, 涂层表面摩擦因数均在 0.3 左右, 在 700 °C 时磨损机制主要为氧化磨损和粘着磨损, 在 800 °C 和 900 °C 时主要为氧化磨损, 伴随着少量粘着磨损和磨粒磨损。

关键词: 阴极离子镀; TiAlSiN 涂层; 高温摩擦; 磨损机制

中图分类号: TG174.44 **文献标志码:** A **文章编号:** 1009-6264(2016)02-0172-07

Friction and wear properties of TiAlSiN coatings by cathode arc ion plating at high temperatures

TANG Cheng-jian¹, KONG De-jun^{1,2}

(1. College of Mechanical Engineering, Changzhou University, Changzhou 213164, China; 2. Jiangsu Key Laboratory of Materials Surface Science and Technology, Changzhou University, Changzhou 213164, China)

Abstract: A TiAlSiN coating was deposited on the H13 steel by cathodic arc ion plating (CAIP), the surface and interface morphology, phase composition, 3D morphology of the coating were analyzed by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and atomic force microscopy (AFM), respectively. The chemical element distributions of the worn trace were analyzed with EDS analysis. The effects of elevated temperature on friction and wear of the coating were discussed. The results show that the coating is mainly composed of Ti, Al, Si and N elements with the main phase of (Ti, Al)N, the phase of Si₃N₄ was not found. The high temperature oxidation resistance of the coating is improved by the dense oxidation film of Al₂O₃, the SiO₂ reduces the coating friction coefficient, and the loose structure of TiO₂ leads to cracking and spalling of the coating. The surface roughness of the coating is higher than that of the substrate. The Ti and Al poor concentration zones are observed on the worn trace, indicating that the coating is worn out. The average friction coefficient of the coating is about 0.3 at 700, 800 and 900 °C, the main wear mechanism is mainly oxidation wear and adhesive wear at 700 °C, while that is mainly oxidation wear with a small amount of adhesive wear and abrasive wear at 800 and 900 °C.

Key words: cathodic arc ion plating; TiAlSiN coating; high temperature friction; wear mechanism

H13 钢(4Cr5MoSiV)是目前国内外广泛使用的热作模具钢之一,具有良好热强性、较高韧性和抗热疲劳性能。但热作模具钢的工作条件非常苛刻,在压铸有色金属时温度为 400~800 °C,而压铸黑色金属

时温度达到 1000 °C 以上,且承受很高的压力(20~120 MPa)^[1-2]。同时,热作模具钢还受到反复加热和冷却,以及金属液流动的高速冲刷而产生的磨损和腐蚀。其主要失效形式为热磨损(熔损)和热疲劳^[3],因此,要求表面具有高温抗氧化、抗粘附、摩擦因数小等性能。由于模具失效大都由表面开始,对 H13 钢模具进行表面改性处理,是改善模具使用寿命的关键。目前 H13 钢表面改性处理主要有表面化学热处理(离子渗氮、N-C 共渗和多元共渗等)、表面冶金强化(激光溶覆、热喷涂、激光合金化等)、表面薄膜强

收稿日期: 2015-05-11; 修订日期: 2015-09-24

基金项目: 江苏省科技支撑计划(工业)(BE2014818)

作者简介: 汤成建(1991—),男,从事材料表面改性研究, E-mail: 350728725@qq.com。

通讯作者: 孔德军(1966—),男,博士,教授,电话: 0519-81169810, E-mail: kong-dejun@163.com。

化(物理气相沉积、化学气相沉积、等离子体化学气相沉积等)^[4]。利用离子镀、PCVD 等技术在 H13 钢表面得到 TiN^[5]、CrN^[6]、TiAlN^[7] 等硬质涂层,使模具的减摩抗磨性能、高温稳定性、耐腐蚀能力等得到了显著提高。氮化物 TiN 晶体的稳定结构为 NaCl 型,显微硬度为 2200 HV,最高使用温度 500 °C,与钢的摩擦因数为 0.6 左右。但高温下 TiN 涂层在空气中极易氧化,导致磨损性能下降^[8-9]。采用 Al 原子置换 TiN 中 Ti 原子,可以得到 NaCl 结构的 TiAlN,其显微硬度可以达到 3300 HV,最高使用温度可达 800 °C,可满足较高工作温度的要求。但由于 Al 元素加入,提高了 TiAlN 涂层的摩擦因数,与钢的摩擦因数上升至 0.7,加剧了涂层磨损^[10]。作者采用阴极离子镀法在 TiAlN 涂层中加入 Si 元素形成 TiAlSiN 涂层,通过 SEM、EDS、XRD 和 AFM 等分析手段对涂层表面-界面形貌、能谱、物相及三维形貌进行表征与分析,为 H13 钢表面改性处理提供实验依据。

1 实验材料与方法

基体材料为 H13 钢,其化学成分(质量分数,%)为: C 0.32~0.45, Si 0.80~1.20, Mn 0.20~0.50, Cr 4.75~5.50, Mo 1.10~1.75, V 0.80~1.20, P, S ≤ 0.030。试样经过除油喷砂、丙酮溶液超声波清洗、无水乙醇脱水和恒温炉烘干后装入真空室,在 PVT (Plasma und Vakuum Technik GmbH) 公司镀膜机上进行镀膜。采用 Ti、Al 和 Si 为阴极靶材,镀膜参数:

溅射功率 200 W,真空度 3×10^{-3} Pa,炉内温度 500 °C,反应气体为 N₂ 气,镀膜时间 120 min。试样经丙酮在 KQ2200DE 型数控超声波清洗机清洗后,采用去离子水超声波清洗,用吹风机烘干即可。利用 CSPM5500 型 AFM 分析基体与涂层表面粗糙度,磨损试验在 HT-4000 高温摩擦磨损试验机上进行,摩擦方式为旋转式,测试条件:温度分别为 700、800 和 900 °C,电机频率为 8.93 Hz,载荷为 5 N,转速为 500 r/min,对磨件为 $\phi 6$ mm 陶瓷球,时间为 30 min,旋转半径为 5 mm。磨损试验后采用 SUPRA55 型扫描电镜及其配置的能谱仪分析涂层高温磨损后表面形貌和化学元素分布,并用 D/max2500PC 型 X 射线衍射仪分析高温磨损前后涂层物相。

2 结果与讨论

2.1 表面-界面形貌与 EDS 分析

阴极离子镀 TiAlSiN 涂层表面较平整,无未涂覆部位和剥落缺陷,如图 1(a) 所示。涂层表面有明显的微孔和白色微粒,这是由于离子镀时离子轰击与反溅射效应产生的效果。如图 1(b) 所示,涂层厚度约为 1 μm ,涂层与基体结合紧密, Si 元素的加入使涂层晶粒得到细化^[11],无明显柱状晶。TiAlSiN 涂层表面 EDS 分析结果如图 1(c) 所示,涂层是由 Al、Si、Ti、N 等元素组成,其质量分数(%) : N 23.84, Al 15.30, Si 4.52, Ti 56.34; 原子分数(%) : N 47.20, Al 15.72, Si 4.46, Ti 32.62。

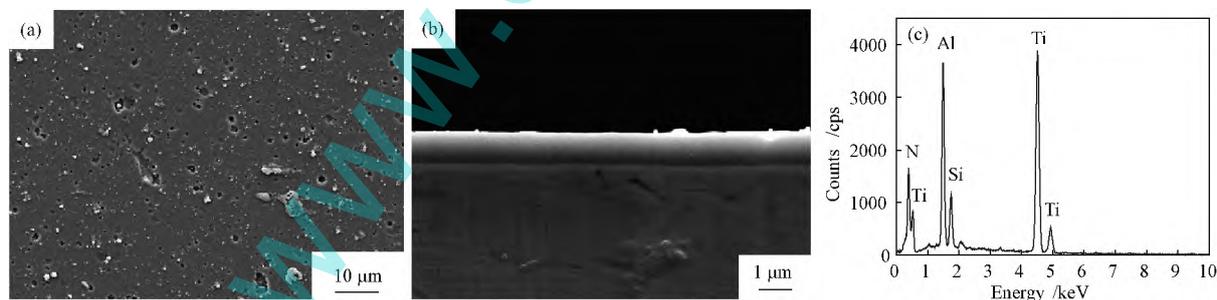


图 1 TiAlSiN 涂层表面-界面形貌和 EDS 分析 (a) 表面; (b) 界面; (c) EDS 分析

Fig. 1 Surface-interface morphology and EDS analysis of TiAlSiN coating (a) surface; (b) interface; (c) EDS spectrum

2.2 AFM 分析

基体和涂层的 AFM 表面三维形貌如图 2 所示,模式为轻敲模式,扫描尺度为 20 μm 。与 H13 基体表面相比, TiAlSiN 涂层表面存在凸凹不平现象。图 2 中数据经处理后如表 1 所示,由表 1 可知: 1) 基体表面平均粗糙度 S_a ^[12] 为 0.00744 nm,而 TiAlSiN 涂层

表面平均粗糙度 S_a 为 42.1 nm,为基体表面粗糙度的 5658 倍,这表明阴极离子镀对涂层表面粗糙度有影响; 2) 基体与 TiAlSiN 涂层表面均方根偏差 S_q ^[13] 分别为 0.0153 nm 和 79.7 nm,这表明 TiAlSiN 涂层表面形貌起伏较大,这是由于离子镀时离子轰击造成表面产生微观凹坑和凸峰,使得 S_q 增大的缘故; 3) 基体

与 TiAlSiN 涂层表面十点高度 $S_z^{[14]}$ 分别为 0.984 nm 和 1.5 nm,由此可见,基体表面相对平整。由上述分析可知,TiAlSiN 涂层表面粗糙度相对于基体表面较大,这是由于靶材喷射出的金属液滴直接溅射在试样表面,可以通过磁偏转装置控制涂层表面微粒数量和尺寸,达到降低涂层表面粗糙度的目的。

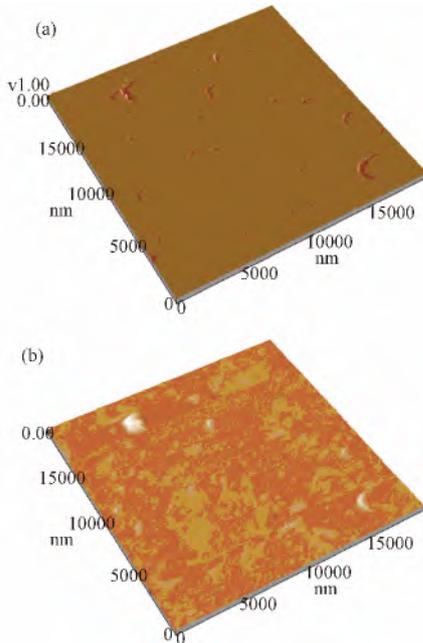


图2 基体-TiAlSiN 涂层 AFM 形貌

(a) 基体; (b) TiAlSiN 涂层

Fig.2 AFM images of substrate and TiAlSiN coating

(a) substrate; (b) TiAlSiN coating

表1 基体-TiAlSiN 涂层表面粗糙度

Table 1 Surface roughness of TiAlSiN coating and substrate

Roughness/nm	Substrate	TiAlSiN coating
Average roughness S_a	0.00744	42.1
Root mean square S_q	0.0153	79.7
Ten point height S_z	0.984	1.52×10^3

2.3 摩擦因数

不同温度时 TiAlSiN 涂层摩擦因数与时间的变化曲线如图 3 (a) 所示,磨损过程可分为 3 个阶段: (1) 初始阶段(0~1 min),三条曲线都发生了较大波动,这主要是由于表面微孔和微粒的影响。(2) 磨合阶段(1~8 min),由于涂层和陶瓷球表面吸附膜和污染的作用,摩擦因数在初期出现下降趋势,当涂层与陶瓷球发生磨粒磨损时,由磨粒产生的犁沟会使摩擦因数有所上升。(3) 稳定阶段(8~30 min),随磨损试验进行,涂层表面微孔和微粒被陶瓷球磨平,磨粒数达到动态平衡,摩擦因数趋于稳定,为 0.3 左右。

但随高温磨损试验继续进行,在 18~30 min 时,不同高温下摩擦因数出现完全不同的变化趋势:(a) 在 700 °C 时摩擦因数呈现平行走势;(b) 在 800 °C 时摩擦因数呈现下降走势;(c) 在 900 °C 时摩擦因数呈现上升走势。

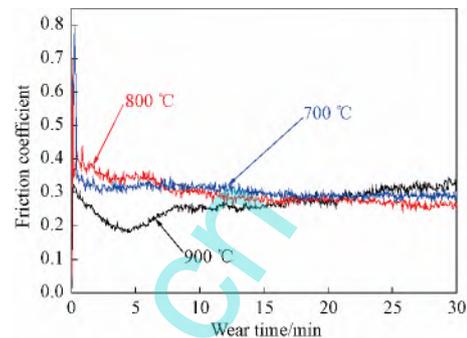


图3 摩擦因数与磨损时间关系

Fig.3 Friction coefficient vs. wear time

2.4 磨痕面扫描分析

2.4.1 700 °C 时磨痕面扫描分析

TiAlSiN 涂层在 700 °C 时磨痕形貌如图 4 (a) 所示,宽度约为 1000 μm 。磨痕表面无开裂和剥落现象,有明显的犁沟存在,在磨痕周围有明显的粘着现象,是涂层表面塑性变形所形成的表面原子间吸附力所造成的结果,发生了粘着磨损。对磨痕进行面扫描分析,结果如图 4 (b) 所示,化学元素质量分数(%): Ti 10.00, Al 4.91, Si 0.91, Fe 21.93, Cr 1.13, Ca 0.09, K 0.12, Na 0.16, O 46.44, C 14.32; 原子分数(%): Ti 4.22, Al 3.68, Si 0.66, Fe 7.94, Cr 0.44, Ca 0.04, K 0.06, Na 0.14, O 58.71, C 24.11。由于有 O 元素存在,且 O 元素来自于空气,由此可以推断此处发生了氧化反应,生成了氧化物。由图 4 (c) 和 4 (d) 可见, Ti、Al 元素出现了贫集区,在磨痕处 Ti、Al 元素几乎消失,这说明 Ti 和 Al 的氧化物在磨损试验中已被完全磨损。磨痕处 Si 原子未出现了贫集区,是由于基体中也含有该元素。由图 4 (f) 和 4 (g) 可见,在磨痕处基体中 Fe 和 Cr 元素产生富集区,这也表明涂层已被磨穿。磨痕处出现的 Na 和 Ca 为杂质元素,其分布如图 4 (h) 和 4 (i) 所示。

2.4.2 800 °C 时磨痕面扫描分析

TiAlSiN 涂层在 800 °C 时磨痕形貌如图 5 (a) 所示,宽度约为 1200 μm ,犁沟表面出现少许剥落。犁沟边缘有粘着现象,但相对于 700 °C 时有明显减轻。对磨痕处进行面扫描分析,结果如图 5 (b) 所示,化学元素质量分数(%): Ti 15.15, Al 7.49, Si 1.40,

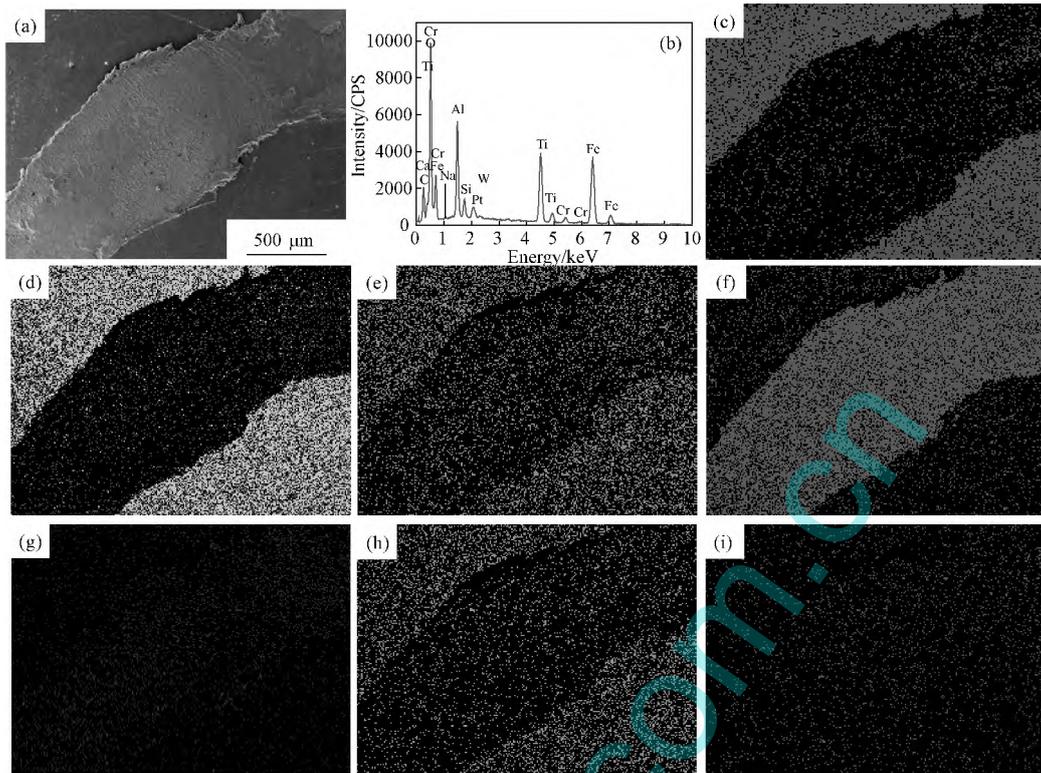


图 4 在 700 °C 时磨痕形貌和面扫描分析 (a) 磨痕形貌; (b) 面扫描结果; (c) Ti 含量; (d) Al 含量; (e) Si 含量; (f) Fe 含量; (g) Cr 含量; (h) Na 含量; (i) Ca 含量

Fig. 4 Morphology and EDS element mapping of worn trace at 700 °C (a) morphology of worn trace; (b) EDS spectrum; (c) to (i) EDS element mapping: (c) Ti map; (d) Al map; (e) Si map; (f) Fe map; (g) Cr map; (h) Na map; (i) Ca map

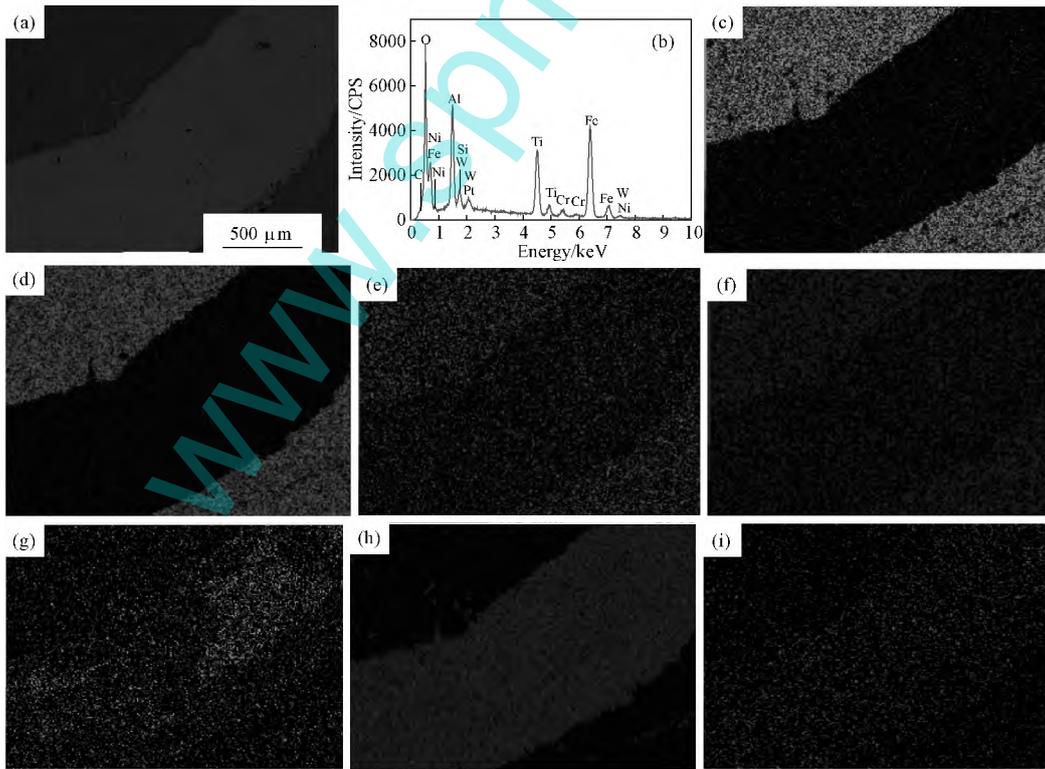


图 5 800 °C 时磨痕形貌和面扫描分析 (a) 磨痕形貌; (b) 面扫描结果; (c) Ti 含量; (d) Al 含量; (e) Si 含量; (f) Fe 含量; (g) Cr 含量; (h) W 含量; (i) Ni 含量

Fig. 5 Morphology and EDS element mapping of worn trace at 800 °C (a) morphology of worn trace; (b) EDS spectrum; (c) to (i) EDS element mapping: (c) Ti map; (d) Al map; (e) Si map; (f) Fe map; (g) Cr map; (h) W map; (i) Ni map

O 19.32 ,Fe 51.29 ,Cr 2.02 ,Ni 1.98 ,W 1.34; 原子分数(%) : Ti 11.10 ,Al 9.75 ,Si 1.74 ,O 42.38 ,Fe 32.23 ,Cr 1.37 ,Ni 1.18 ,W 0.28。与700℃时磨痕处元素质量分数相比 ,Ti、Al 和 Si 元素含量有所增加 ,而 O 元素含量有所降低 ,如图5(c)、5(d)和5(e)所示。这是由于涂层表面生成了致密的 Al_2O_3 ,阻碍了空气中 O 原子进入 ,从而减少了 Ti、Al 和 Si 元素的氧化 ,提高了涂层高温抗氧化能力。由图5(f)和5(g)可知 ,磨痕处含有大量的基体中 Fe 和 Cr 元素 ,这表明涂层已被磨穿。磨痕处出现的 W 和 Ni 为杂质元素 ,如图5(h)和5(i)所示。

2.4.3 900℃时磨痕面扫描分析

TiAlSiN 涂层在900℃时磨损形貌如图6(a)所示 ,宽度约为1200 μm 。与800℃时磨痕表面对比 ,犁沟中存在严重的剥落现象 ,这是由于涂层与陶瓷球在对磨过程中发生氧化膜剥落 ,增加了磨痕的摩擦因数。磨痕边缘粘着现象有所减缓 ,仍有少量磨粒存在。对磨痕处进行面扫描分析 ,结果如图6(b)所示 ,化学元素质量分数(%) : Ti 22.48 ,Al 10.30 ,Si 1.88 ,O 21.34 ,Fe 38.73 ,Cr 2.20 ,Ni 1.24 ,W 1.83 ,原子分数(%) : Ti 15.55 ,Al 12.64 ,Si 2.22 ,O 44.18 ,Fe

22.97 ,Cr 1.40 ,Ni 0.70 ,W 0.33。未检测到 N 元素 ,这表明涂层中氮化物已转化为氧化物 ,涂层已被完全氧化。在900℃时 ,磨痕处产生了大量的氧化物 ,表现为氧化磨损 ,同时伴随着少量的磨粒磨损和粘着磨损。如图6(c)、6(d)和6(e)所示 ,Ti、Al 和 Si 元素与700℃和800℃下情况一样。图6(f)和6(g)中含有 Fe、Cr 元素 ,说明 TiAlSiN 涂层部分已经磨损破裂导致基体裸露出来。磨痕处出现的 W 和 Ni 为杂质元素 ,如图6(h)和6(i)所示。

2.5 XRD 分析

常温时 TiAlSiN 涂层 XRD 分析结果如图7(a)所示 ,出现了 (Ti ,Al) N、AlN、TiN 等衍射峰 ,未发现 Si_3N_4 和 Ti_2Si 相的衍射峰。涂层物相以 (Ti ,Al) N 为主 ,说明 Al 原子是以置换方式溶于 TiN 晶格中形成 (Ti ,Al) N 方式存在。其中 AlN 和 TiN 晶粒能产生细化作用 ,形成较致密的结构 ,有利于提高涂层表面显微硬度。X 射线衍射谱线中出现 $AlSi_x$ 和 Al_xTi 衍射峰 ,说明涂层形成了 $AlSi_x$ 和 Al_xTi 化合物。经700℃氧化后 ,TiAlSiN 涂层中出现 SiO_2 和 TiO_2 物相 ,但未出现 Al_2O_3 物相 ,如图7(b)所示。 SiO_2 和 TiO_2 都具有润滑作用 ,但 TiO_2 强度低易破碎 ,不仅造成涂层表

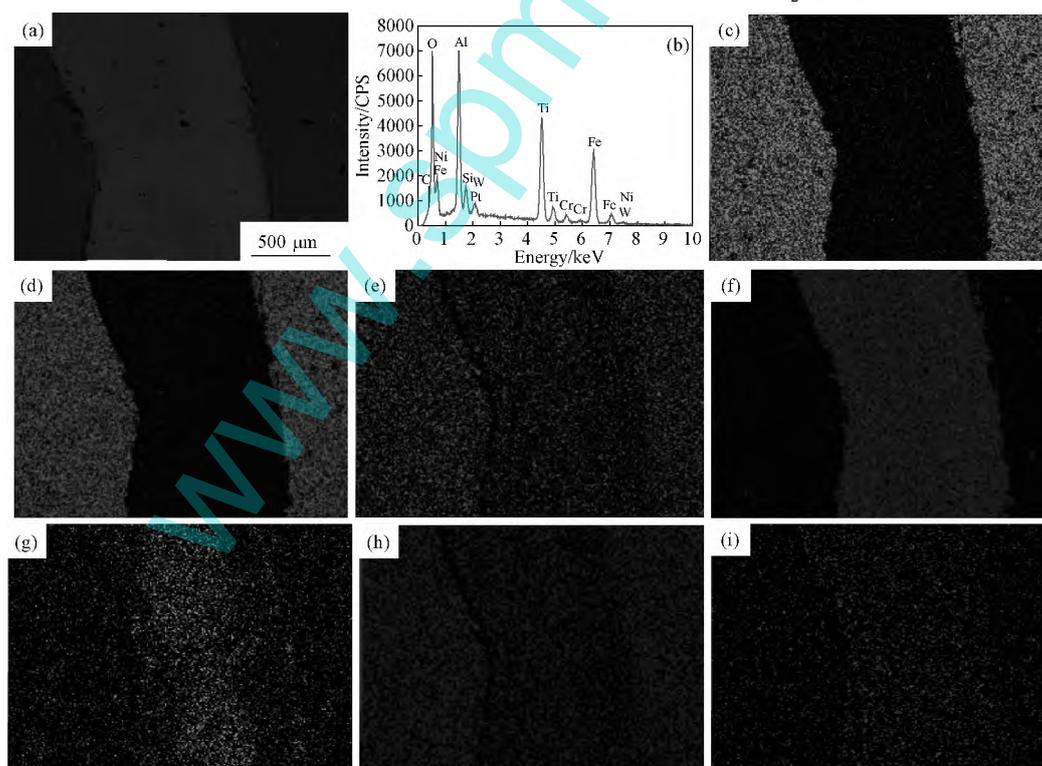


图6 在900℃时磨痕形貌和面扫描分析 (a) 磨痕形貌; (b) 面扫描结果; (c) Ti含量; (d) Al含量; (e) Si含量; (f) Fe含量; (g) Cr含量; (h) W含量; (i) Ni含量

Fig.6 Morphology and EDS element mapping of worn trace at 900℃ (a) morphology of worn trace; (b) EDS spectrum; (c) to (i) EDS element mapping: (c) Ti map; (d) Al map; (e) Si map; (f) Fe map; (g) Cr map; (h) W map; (i) Ni map

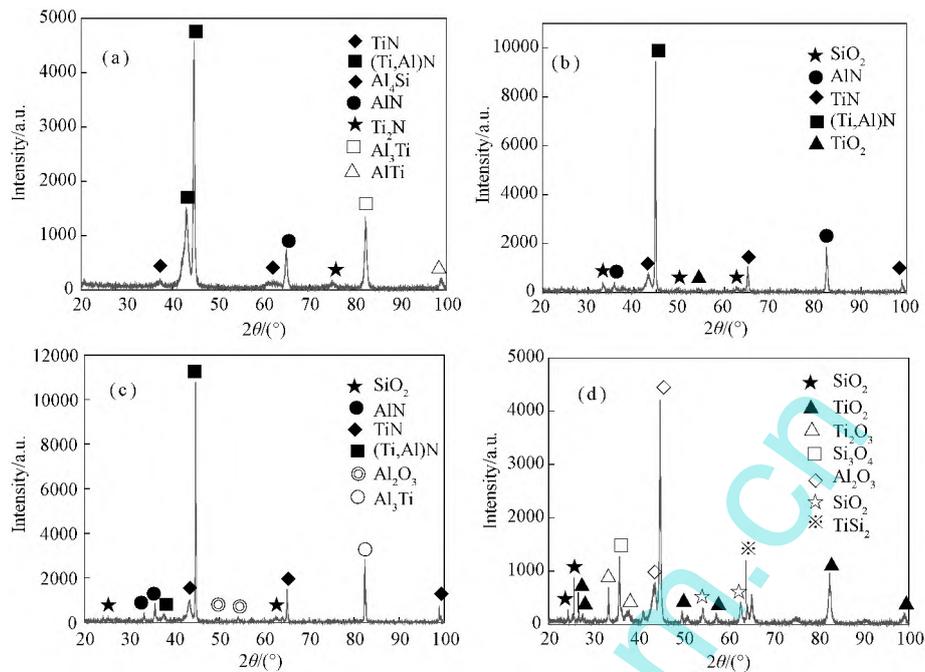


图 7 不同温度时 TiAlSiN 涂层 XRD 分析 (a) 常温; (b) 700 °C; (c) 800 °C; (d) 900 °C

Fig. 7 XRD spectra of TiAlSiN coating at different temperatures

(a) room temperature; (b) 700 °C; (c) 800 °C; (d) 900 °C

面粗糙度波动较大,且使空气中的 O 元素更易内渗到涂层内,降低了涂层抗氧化能力。在 800 °C 时高温氧化时,部分 AlN 生成了致密的 Al_2O_3 ,如图 7(c) 所示。 Al_2O_3 可以阻碍涂层进一步氧化,提高涂层的高温抗氧化能力。在此高温下 SiO_2 相对于 700 °C 时有所增加,其润滑作用进一步增强,磨痕表面摩擦因数呈现下降走势。而未出现 TiO_2 物相,表明涂层的抗氧化能力提高了。经 900 °C 高温氧化后,Ti、Al 向外扩散和 O 向内扩散,形成了连续的 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 等,如图 7(d) 所示。由于 TiO_2 结构疏松,Ti 和 O 通过氧化层扩散较快, TiO_2 生长速率很快,氧化膜内产生较大的压应力,容易发生了破裂和剥落。氧化膜的破裂和剥落不仅导致涂层进一步氧化,而且增大了磨

痕表面粗糙度,使磨痕表面摩擦因数上升。

3 结论

1) TiAlSiN 涂层由 Ti、Al、Si 和 N 等元素组成,主要物相为 (Ti,Al)N,另有部分 AlN 和 TiN 物相存在,未发现 Si_3N_4 和 Ti_2Si 衍射峰;

2) 在 700、800 和 900 °C 时,TiAlSiN 涂层摩擦因数均在 0.3 左右,在 700 °C 时磨损机制主要为氧化磨损和粘着磨损,而在 800 °C 和 900 °C 时主要为氧化磨损,伴随着少量粘着磨损和磨粒磨损;

3) 高温氧化后生成的致密氧化膜 Al_2O_3 提高了涂层高温抗氧化性, SiO_2 降低了涂层表面摩擦因数,结构疏松的 TiO_2 易导致涂层破裂和剥落。

参 考 文 献

- [1] Azadi M, Rouhghadam A S, Ahangarani S, et al. Mechanical behavior of TiN/TiC multilayer coatings fabricated by plasma assisted chemical vapor deposition on AISI H13 hot work tool steel[J]. Surface and Coatings Technology 2014 245: 156 - 166.
- [2] Zhou J, Ma D S, Chi H X, et al. Microstructure and properties of hot working die steel H13 MOD[J]. Journal of Iron and Steel Research 2013 20(9): 117 - 125.
- [3] Xu W J, Li W H, Wang Y S. Experimental and theoretical analysis of wear mechanism in hot-forging die and optimal design of die geometry[J]. Wear 2014 318(1/2): 78 - 88.
- [4] Wang D, Li H, Yang H, et al. Tribological evaluation of surface modified H13 tool steel in warm forming of Ti-6Al-4V titanium alloy sheet[J]. Chinese Journal of Aeronautics 2014 27(4): 1002 - 1009.

- [5] Ma S L, Li Y H, Xu K W. The composite of nitrated steel of H13 and TiN coatings by plasma duplex treatment and the effect of pre-nitriding[J]. *Surface and Coatings Technology* 2001, 137(2/3): 116–121.
- [6] Erdem A, Zgür A, Zgür E. Tribological properties of CrN coated H13 grade tool steel[J]. *Journal of Iron and Steel* 2014, 21(2): 240–245.
- [7] 张民权, 刘海彬, 杨灵华, 等. H13 钢-TiAlN 渗/镀复合层承载能力研究[J]. *真空科学与技术学报* 2014, 34(9): 943–949.
ZHANG Min-quan, LIU Hai-bin, YANG Ling-hua, et al. Microstructures and mechanical properties of nitrated TiAlN coatings on H13 steel[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology* 2014, 34(9): 943–949.
- [8] Erdem A, Özgür A, Özgür Ç, et al. Tribological properties of CrN coated H13 grade tool steel[J]. *Journal of Iron and Steel Research* 2014, 21(2): 240–245.
- [9] 杨发展, 王世庆, 唐德礼, 等. 直管磁过滤弧离子镀 CrN 涂层改善 304 不锈钢表面性能研究[J]. *真空科学与技术学报* 2011, 31(1): 67–70.
YANG Fa-zhan, WANG Shi-qing, TANG De-li, et al. Surface modification of 304 steel by CrN film deposition[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology* 2011, 31(1): 67–70.
- [10] Tu J S, Duan H T, Xu J H, et al. Tribological performance of TiAlSiN and TiAlCrN/TiAlN coating blades[J]. *Science China (Technological Sciences)* 2014, 57(2): 345–350.
- [11] 孔德军, 付贵忠, 张垒, 等. 阴极弧离子镀 TiAlSiN 涂层摩擦与磨损行为[J]. *北京科技大学学报* 2013, 35(12): 1622–1627.
KONG De-jun, FU Gui-zhong, ZHANG Lei, et al. Friction-wear behaviors of TiAlSiN coatings prepared by cathodic arc ion plating[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing* 2013, 35(12): 1622–1627.
- [12] Gadelmawla E S, Koura M M, Maksoud T M A, et al. Roughness parameters[J]. *Journal of Materials Processing Technology* 2002, 123: 133–145.
- [13] Maurizio M M, Massimo I, Maria L F. Relation between the photoreaction of p-nitrobenzoic acid onto silver-coated filters and the surface roughness as detected by SERS and AFM[J]. *Surface Science* 2006, 600(10): 2096–2102.
- [14] 刘宪芳. 超精密加工表面的功率谱密度与分形表征技术研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2007.
LIU Xian-fang. Characterization of ultra-precision machined surfaces using spectral density and fractal analysis[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology 2007.

(上接第158页)

- [9] 李士燕, 刘天佐, 李钢. 在深冷条件下残留奥氏体转变的研究[J]. *材料导报* 2003, 17(8): 480–81.
LI Shi-yan, LIU Tian-zuo, LI Gang. A study of transformation of retained austenite under cryogenic conditions[J]. *Material Review* 2003, 17(8): 480–81.
- [10] 康沫狂, 朱明. 淬火合金钢中的奥氏体稳定化[J]. *金属学报* 2005, 41(7): 673–679.
KANG Mo-Kuang, ZHU Ming. Stabilization of austenite in quenched alloy steel[J]. *Acta Metallurgica Sinica* 2005, 41(7): 673–679.
- [11] Villa M, Pantleon K, Somers M A J. Evolution of compressive strains in retained austenite during sub-zero Celsius martensite formation and tempering[J]. *Acta Materialia* 2014, 65: 383–392.
- [12] 段春争, 王敏杰. 深冷处理后 W18Cr4V 高速钢的显微组织[J]. *钢铁研究学报* 2008, 20(8): 38–41.
DUAN Chun-zheng, WANG Min-jie. Microstructure of W18Cr4V high speed steel after cryogenic treatment[J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 2008, 20(8): 38–41.
- [13] Xie Z J, Ren Y Q, Zhou W H, et al. Stability of retained austenite in multi-phase microstructure during austempering and its effect on the ductility of a low carbon steel[J]. *Materials Science and Engineering A* 2014, 603(A): 69–75.
- [14] 周玉, 武高辉. 材料分析测试技术: 材料 X 射线衍射与电子显微分析[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1998: 25.
- [15] 邓黎辉, 汪宏斌, 李绍宏, 等. 高强韧冷作模具钢深冷处理性能及组织[J]. *材料热处理学报* 2011, 32(4): 76–81.
DENG Li-hui, WANG Hong-bin, LI Shao-hong, et al. Microstructure and properties of a high strength tool steel after cryogenic treatment[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment* 2011, 32(4): 76–81.
- [16] 谢尘, 吴晓春, 闵娜, 等. 3DAP 研究高碳高合金钢深冷处理过程的 C 偏聚行为[J]. *金属学报* 2015, 51(3): 315–324.
XIE Chen, WU Xiao-chun, MIN Na, et al. Carbon segregation behavior of high carbon high alloy steel during deep cryogenic treatment using 3DAP[J]. *Acta Metallurgica Sinica* 2015, 51(3): 315–324.
- [17] Gavriljuk V G, Theisen W, Sirosh V V, et al. Low-temperature martensitic transformation in tool steels in relation to their deep cryogenic treatment[J]. *Acta Materialia* 2013, 61(5): 1705–1715.