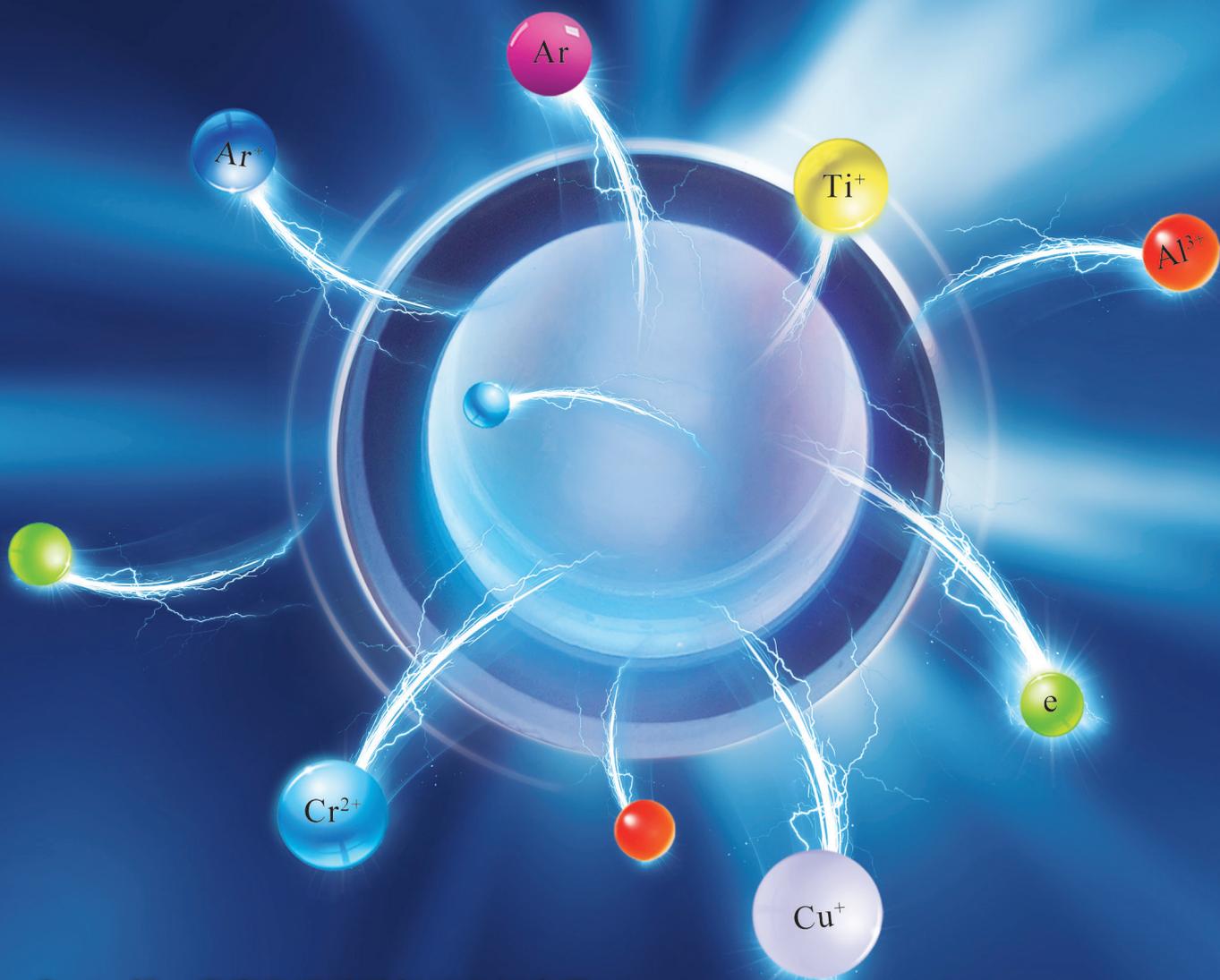


中国表面工程

CHINA SURFACE ENGINEERING



专 辑：高离化磁控溅射技术与应用

客座主编：吴忠振

客座编辑：崔岁寒 魏永强

35卷 **5** 期 双
2022年10月刊

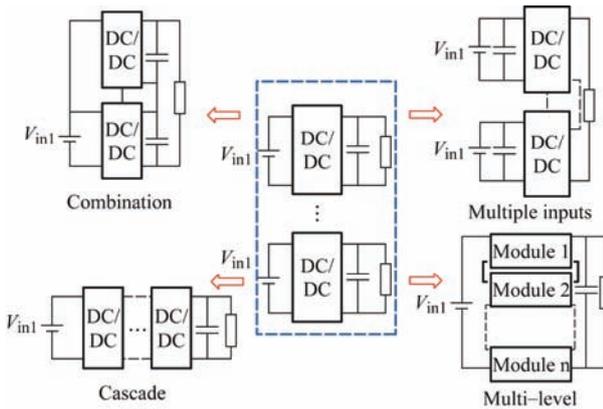
高离化磁控溅射技术与应用专辑

客座主编：吴忠振
客座编辑：崔岁寒 魏永强

高离化磁控溅射技术与应用专辑序言

1 HiPIMS 电源的设计基础及研究进展

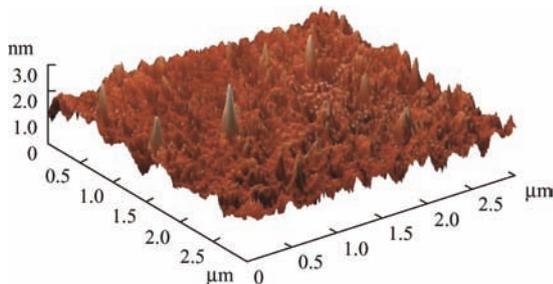
巩春志 吴厚朴 胡天时 田修波



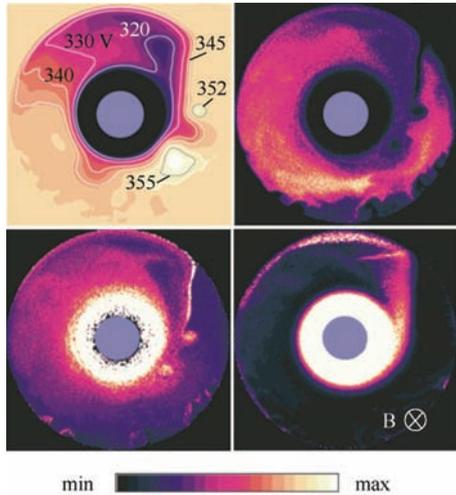
摘要：作为高功率脉冲磁控溅射（HiPIMS）技术的核心组成部分，HiPIMS 电源在很大程度上决定着 HiPIMS 技术的研究进展和应用潜能。关于 HiPIMS 电源的研究整体上可以分为三个部分，分别是 AC-DC 功率变换器的研究、DC-DC 功率变换器的研究以及 HiPIMS 功率负载的研究。其中，功率变换器是 HiPIMS 电源的直流供电端，技术特征依赖于脉冲电源共性技术，而功率负载部分则与 HiPIMS 放电模式相互影响。在综述脉冲电源的核心技术高动态响应、低输入电流纹波、高电压增益、高性能功率校正因数等研究现状的基础上，进一步总结基于 HiPIMS 放电特性的脉冲功率负载设计的研究现状，并展望 HiPIMS 电源亟待解决的关键问题，最终得出大功率 HiPIMS 电源需要从电力电子技术和等离子体物理技术两方面同步开展研究，指出基于真空等离子体物理特性的复合脉冲放电技术，将成为 HiPIMS 电源技术跳跃发展的必由之路。通过 HiPIMS 电源的设计基础及研究进展，为 HiPIMS 电源的进一步发展提供一定参考。

10 双极高功率脉冲磁控溅射技术薄膜制备研究进展

朱祥瑞 韩明月 冯蓬勃 孙玉强 李刘合



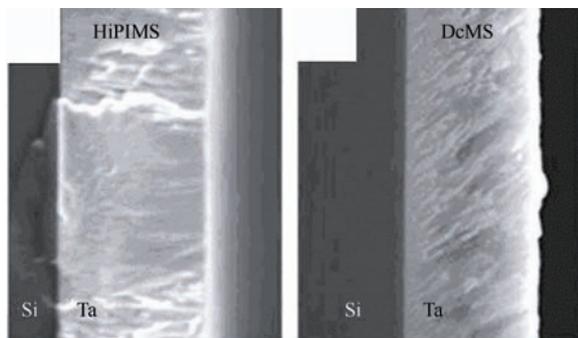
摘要：双极高功率脉冲磁控溅射技术（BP-HiPIMS）在保持靶材粒子高离化率的同时，通过调节“泵出”脉冲电压，控制离子能量和流量，从而改善薄膜的性能，正在得到工业界的广泛关注。在无法施加基体偏压的绝缘基体或薄膜的制备上，BP-HiPIMS 拥有更加显著的优势，同时基体接地可以克服悬浮基体快速充电的问题，从而有助于沉积离子向下游扩散增能。BP-HiPIMS 选择相对较短的正负脉冲间隔时间、负脉冲持续时间以及较高的正脉冲电压幅值，有利于优化薄膜的性能。近年来国内外学者应用 BP-HiPIMS 技术制备薄膜取得了显著的成果。相对于常规 HiPIMS，BP-HiPIMS 所制备的铜膜（Cu）、类金刚石碳基薄膜（DLC）、氮化钛薄膜（TiN）、氮化铬薄膜（CrN）等都表现出更加优异的力学性能，而不同工艺下薄膜沉积速率的变化在不同试验中存在分歧，其影响机制有待进一步探索。



摘要: 磁控溅射技术广泛用于制备多种功能涂层 / 薄膜材料, 随着材料加工的精密化和功能器件的微型化, 其已成为工业生产中必要环节。磁控溅射的发生基于等离子体放电, 但由于等离子体负载的非线性和不稳定性, 试验研究相对困难, 促使其仿真技术在过去的几十年快速发展, 并逐渐成为新型真空涂层装备开发和工艺验证的重要且高效的手段。尤其是随着高离化磁控溅射等新技术的提出, 等离子体的不确定性加强, 检测越来越难, 使仿真技术得到进一步的发展和推进。针对高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 技术, 对近年来等离子体仿真技术研究进展及其在 HiPIMS 放电机理和等离子体特性方面的应用进行综述。以多种等离子体仿真模型为切入点, 分别介绍检验电子 Monte Carlo 模型、流体模型、粒子网格 / 蒙特卡洛 (PIC / MCC) 模型、参数路径模型以及整体模型等仿真模型的原理、优缺点及其在 HiPIMS 技术研究中的贡献和不足。随着等离子体放电技术的进步, 等离子体特性越来越复杂, 等离子体仿真技术也相应地向更高维度、精度和自由度的方向不断升级, 最后总结等离子体仿真技术的研究方向, 并对其发展及其对 HiPIMS 可能的推动作用进行展望。

42 HiPIMS 的放电特性及其对薄膜结构和性能的调控

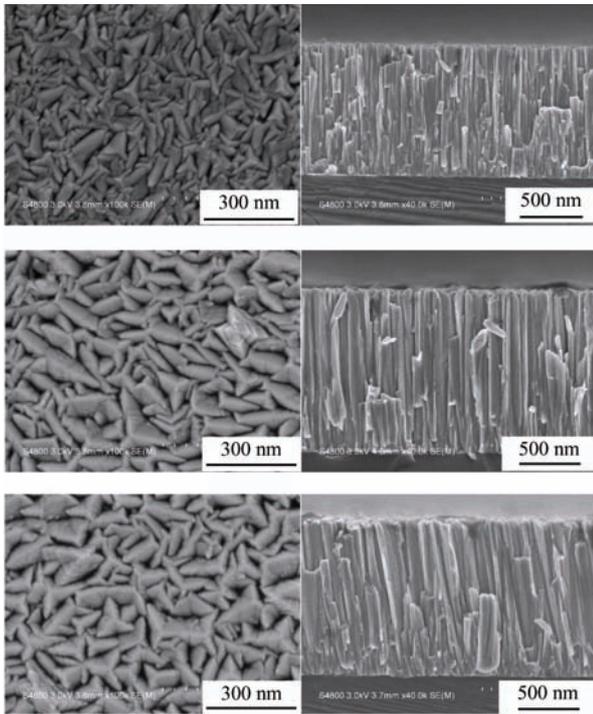
李坤 高岗 杨磊 夏菲 孙春强 滕祥青 张宇民 朱嘉琦



摘要: 磁控溅射过程中的等离子体密度和离化率这些等离子体微观放电特性强烈影响着沉积薄膜的微观结构和性能, 高功率脉冲磁控溅射技术 (HiPIMS) 凭借其较高的溅射粒子离化率的优势引起了广泛的研究和关注。为了探究 HiPIMS 的高离化率的产生原因和过程, 掌握高功率脉冲磁控溅射技术对薄膜微观结构和性能的调控规律, 从一般的磁控溅射技术原理出发, 分析 HiPIMS 高离化率的由来及其与 DC 磁控溅射相比的技术优势, 着重总结 HiPIMS 的宏观放电特点和微观等离子体特性; 总结梳理近几年 HiPIMS 在硬质膜和透明导电薄膜领域的应用研究, 明晰 HiPIMS 对薄膜微观晶体结构的影响及其对薄膜的力学、光电性能等的调控规律及其优势。HiPIMS 独特的等离子体-靶相互作用, 可以有效改善薄膜结晶特性, 实现对光电性能的可控调控。

56 基于高功率脉冲磁控溅射的 Cr 膜层研究进展

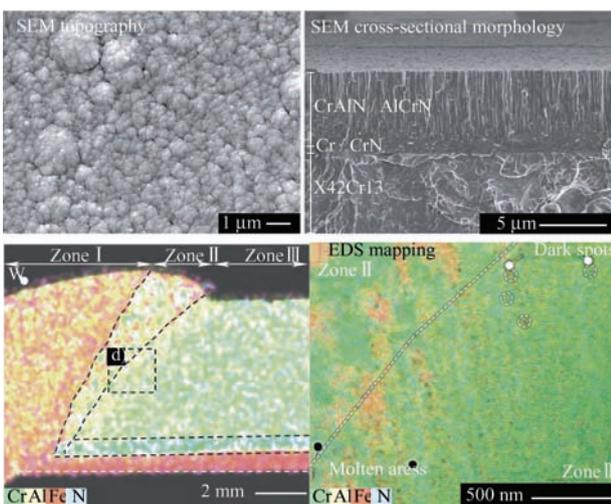
丁啸云 张津 田修波 吴忠振 连勇



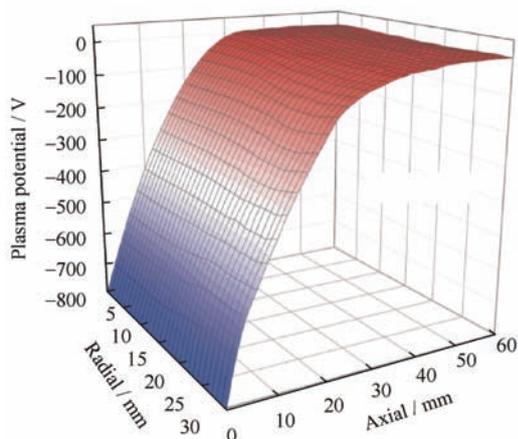
摘要: Cr 膜层因其优异的耐高温、耐腐蚀和耐磨损性能,在航空航天、武器装备和核电源等领域得到广泛应用。由于传统电镀硬铬技术具有一定的污染,人们多年来一直致力于寻找一种无污染的高性能 Cr 膜层制备方式。具备清洁特性的物理气相沉积技术,尤其是具有高离化率和高结合力特点的高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 技术现已成为膜层研究领域的热点。介绍 HiPIMS-Cr 靶的放电特性,指出在 Cr 膜沉积过程中获得高 Cr 离化率的条件;对比 HiPIMS-Cr 膜层与传统工艺(电镀硬铬、直流磁控沉积溅射、电弧混合溅射等)制备的 Cr 膜层在表面形貌、微观组织和力学性能等方面的差异,概述不同工艺组合对 Cr 膜层沉积速率的影响,探讨不同影响因素对 HiPIMS-Cr 膜层的微观组织、力学性能的影响及相关研究进展。最后对 HiPIMS-Cr 膜层制备及其应用研究的趋势进行展望。

70 高功率脉冲磁控溅射制备金属氮化物涂层

魏永强 顾艳阳 蒋志强

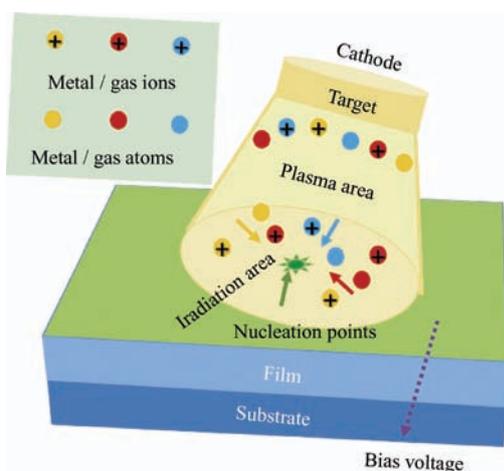


摘要: 高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 作为目前研究热门的物理气相沉积方法之一,已经在刀具材料、不锈钢、聚合物、复合材料等基体上实现硬质涂层、生物涂层、耐腐蚀涂层、耐高温氧化涂层、绝缘涂层等多种类型涂层制备。通过高功率脉冲磁控溅射与复合方法及后续热处理等工艺方法复合,调节高功率脉冲磁控溅射的脉冲频率、峰值功率、占空比、多脉冲和双极性实现对靶材离化率、等离子体空间分布、涂层沉积速率、相结构、微观结构、元素成分、内应力等等离子体参数和涂层物相结构的调整,以提高基体材料的硬度、耐磨损、耐腐蚀、耐高温氧化及生物相容性等综合使役性能。特别是在应用于金属氮化物涂层的制备及性能研究方面,具有巨大的工程应用价值。结合目前硬质涂层材料的应用现状,探讨高功率脉冲磁控溅射技术在制备单元单层、多元多层、纳米多层与多元复合、高熵合金及含 Si、O、C 等金属氮化物硬质涂层工艺及性能等方面应用的研究进展。

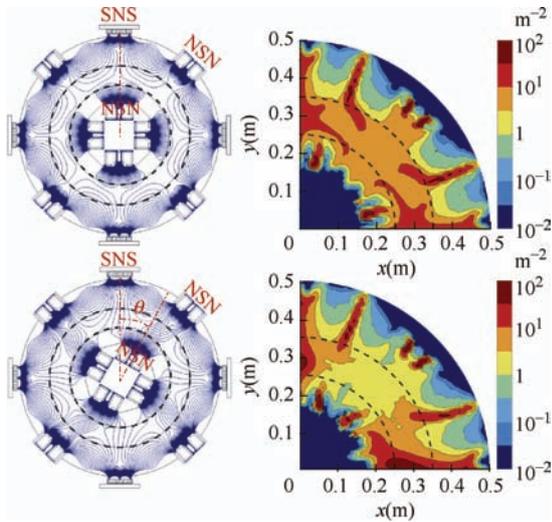


摘要：高功率脉冲磁控溅射（HiPIMS）技术具有离化率高、等离子体密度高、沉积温度低、薄膜结构致密等优点，与沉积超硬耐磨涂层相比，HiPIMS 技术在光电薄膜沉积中的应用相对较少，且 HiPIMS 镀膜过程中涉及工艺参数较多，工艺参数的选择直接影响着沉积薄膜的结构和性能。基于这两个问题，系统梳理 HiPIMS 在光电薄膜沉积中放电的时空演变特性，重点介绍 HiPIMS 技术在光电薄膜沉积过程中的关键工艺参数，包括峰值功率密度、衬底材料、掺杂、偏置电压等，对薄膜结构和性能的影响规律，最后展望 HiPIMS 技术在光电薄膜沉积中的应用前景与发展趋势。

105 高能脉冲磁控溅射低温制备晶态薄膜的研究进展



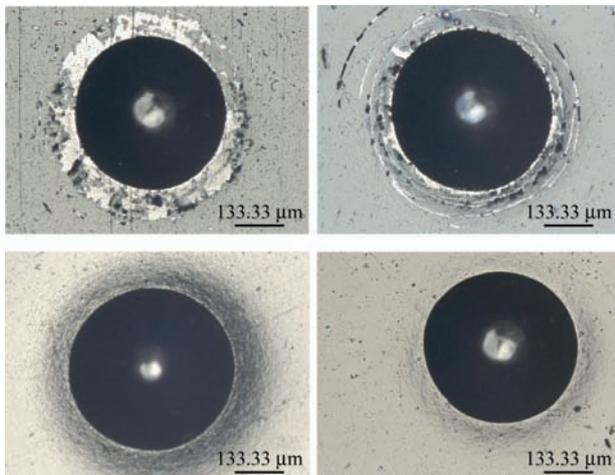
摘要：高能脉冲磁控溅射技术（HiPIMS）是一种新型的磁控溅射技术，以峰值功率密度高，金属离化率高为特点，与传统直流磁控溅射（DCMS）相比，表现出其独有的优势。晶态薄膜的制备以往通常采用高温沉积或者后续的热处理技术，不仅工艺复杂，而且容易造成能源损失。高度离化的脉冲等离子体使 HiPIMS 技术成功应用于晶态薄膜的沉积，极大地降低制备温度，简化制备工艺，扩展基底材料的选择范围，提升了薄膜的应用空间。然而，针对 HiPIMS 低温制备晶态薄膜的系统研究较为缺乏，因此亟需对现有的研究结果进行整理、归纳、总结，对其进一步研究提供理论参考。基于晶态薄膜的低温制备，在详细介绍 Al_2O_3 、 VO_2 、 TiO_2 为代表的晶态薄膜的 HiPIMS 低温沉积工艺及其结构性能的基础上，探讨薄膜低温结晶的机理，展望 HiPIMS 未来的研究方向和应用前景。



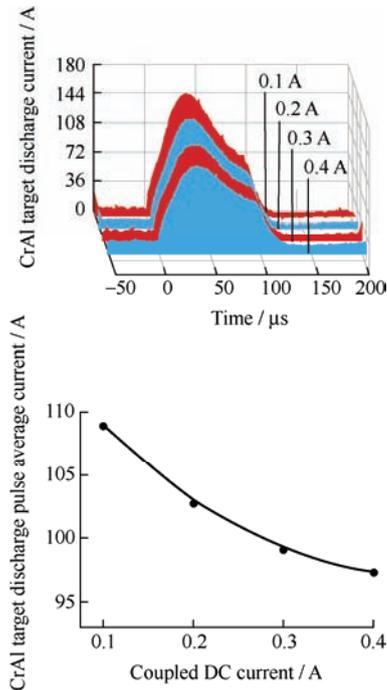
摘要: 磁控溅射技术发展至今已有 40 余年的历史, 广泛应用于航空航天、武器装备、电子器件等领域, 但较低离化率对磁控溅射的工艺可控性、深孔沉积能力甚至涂层质量等有很大限制, 高离化率一直是磁控溅射追寻的目标。从早期引入辅助增强装置, 到高功率脉冲磁控溅射的提出, 以及持续高功率技术的发展, 高离化磁控溅射技术受到广泛关注。以高离化磁控溅射技术的发展为切入点, 综述近年来该技术的发展迭代、应用现状以及面向各种应用的工业设备研发进程。高离化磁控溅射的发展可归纳为四个阶段, 即辅助增强的磁控溅射、高功率脉冲磁控溅射、改进型高功率脉冲磁控溅射以及持续高功率磁控溅射。分别阐述不同阶段的技术特点和存在的问题, 分析各技术的应用现状及其潜在的应用价值, 介绍各技术的工业设备及其应用现状。随着工业发展对涂层长寿命、高可靠性的要求, 以及市场对高效率制备的诉求, 高离化磁控溅射也在朝着可控、精确、高效的方向发展, 最后对高离化磁控溅射技术未来发展进行展望。

145 高引燃脉冲新 HiPIMS 模式对 TiN / CrN 多层膜结构和性能的影响

高凯晨 巩春志 徐啸尘 田修波



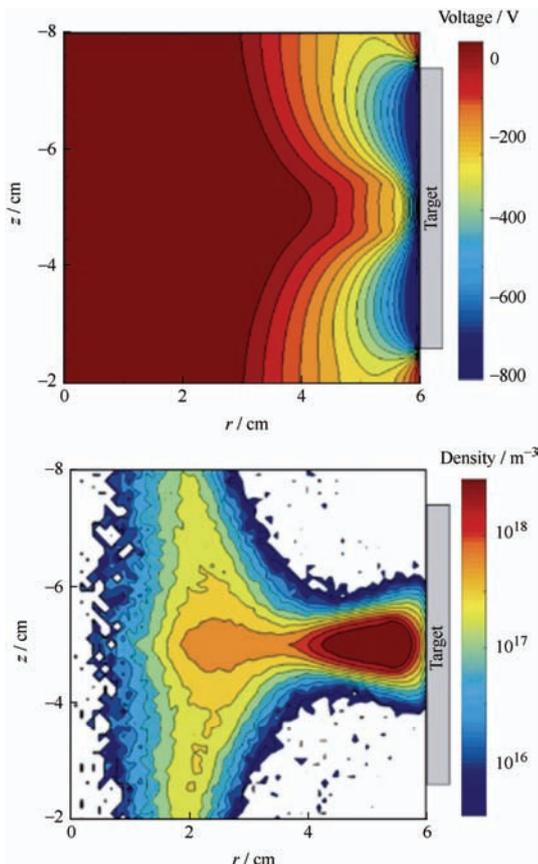
摘要: 多层 TiN / CrN 薄膜能显著改善复杂环境下部件的性能和寿命, 为获得性能良好的 TiN / CrN 多膜层, 提出一种高引燃脉冲新 HiPIMS 模式 (高功率脉冲磁控溅射技术) 的新放电技术, 在一到四引燃脉冲个数条件下制备 TiN / CrN 多层薄膜。结果表明, 随着引燃脉冲个数的增加, TiN / CrN 薄膜膜基结合力增加, 三引燃脉冲条件下结合力达到 HF1 (压痕法结合力指标, HF1 为性能良好) 压痕边缘膜层出现碎裂但膜层并未崩裂, 在四引燃脉冲条件下膜基结合力也为 HF1, 且相较三引燃脉冲膜层碎裂也消失, 膜基结合力最佳。同时, 随着引燃脉冲个数的增加, 膜层的粗糙度下降, 磨痕变窄, 硬度增强, 硬度的波动范围减小, 薄膜摩擦因数逐渐降低, 四引燃脉冲条件下摩擦因数为 0.25, 膜层厚度呈先增加后减小的趋势, 在三引燃脉冲个数条件下达到最大值 332.1 nm 试验结果表明引燃脉冲能够强化膜层与基体之间的结合力, 硬度以及摩擦磨损的性能, 细化晶粒。



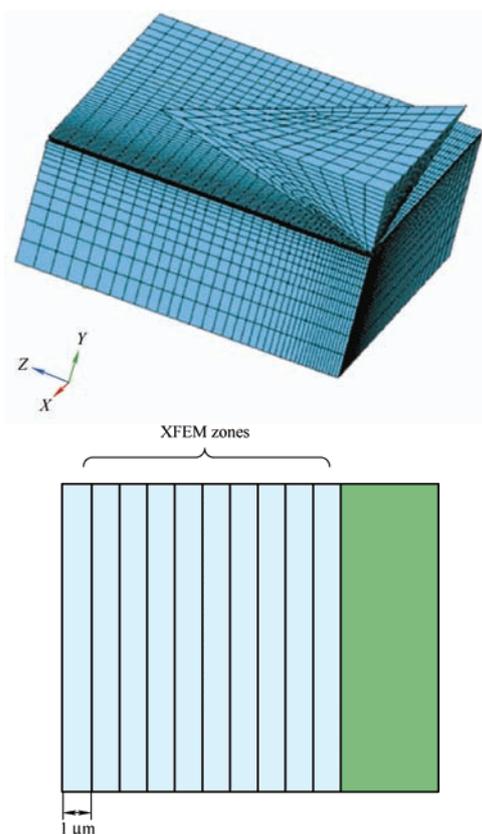
摘要: 基于常规高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 存在的问题, 发展了新型 HiPIMS 放电模式: 电-磁场协同增强高功率脉冲磁控溅射 ((E-MF) HiPIMS)。研究新型放电模式下 CrAl 靶的放电行为及 CrAlN 薄膜的沉积特性。结果表明, 不同工作气压下, CrAl 靶放电电流波形随靶脉冲电压的变化规律相似。随脉冲电压的增大, CrAl 靶脉冲峰值电流线性增加, 随着氦气流量的增大, CrAl 靶脉冲峰值电流线性增加, 随着复合直流的增大, CrAl 靶电流上升速度不变但靶脉冲峰值电流出现明显降低。与常规 HiPIMS 相比, (E-MF) HiPIMS 技术制备的 CrAlN 薄膜表面更加光滑、平整, 且表面粗糙度仅为 4.123 nm。CrAlN 薄膜的生长结构更加致密而紧凑, 晶粒也更加细小、均匀。此外, (E-MF) HiPIMS 技术制备的 CrAlN 薄膜样品的摩擦因数显著降低, 且磨损后的磨痕宽度小、磨损处仅出现间断型的表面磨损, 摩擦磨损性能更加优异。同时样品的腐蚀电位较大提高、腐蚀电流大幅减小, 表现出更优异的耐腐蚀性能。

163 筒内高功率脉冲磁控溅射放电等离子体的空间分布及输运行为

崔岁寒 李体军 李蕊 吴忠灿 马正永 吴忠振



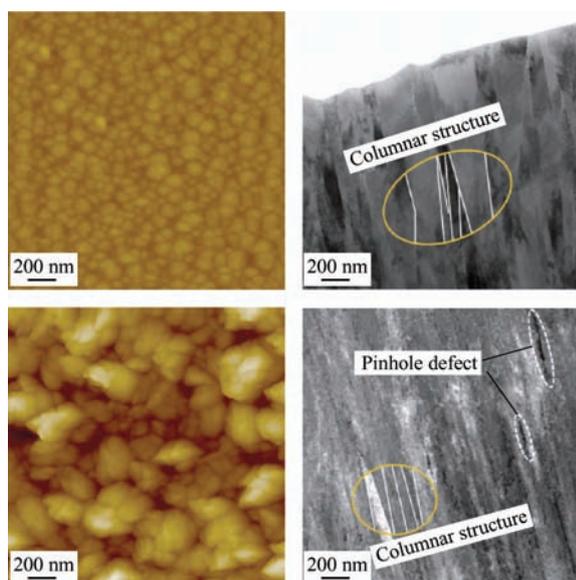
摘要: 增强对高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 过程中等离子体分布及输运行为的理解是控制涂层沉积过程并优化涂层性能的关键, 尤其是对于筒内放电, 等离子体分布与输运过程更加复杂, 影响粒子运动行为的因素更加多样。针对筒内 HiPIMS 放电, 并耦合电磁约束离子输出系统, 以 Ar / N₂ / Cr 磁控溅射体系中的主要组分及其相关反应和运动规律为研究对象, 利用检验粒子蒙特卡罗 (MC) 方法对 Ar、N₂ 和 Cr 三类主要演化粒子的空间演变过程进行仿真, 发现离子输出束流中的各粒子呈现出不同的空间分布。其中, 质量大、离子能量高的金属离子 Cr⁺ 的输出束流最窄; 而质量小、离子能量低的气体离子 N⁺ 的输出束流范围最宽。利用高精度光谱仪测出 Ar⁺、N⁺ 和 Cr⁺ 的特征光谱强度随空间的变化, 与仿真得到的离子空间分布吻合。同时, 利用该体系可在不同的沉积位置制备出不同 Cr / N 比的 Cr_xN 涂层, 实现多种成分的一次性制备或同一成分的可控制备。



摘要: 针对高性能表面层制造的薄膜断裂韧性检测, 采用扩展有限元法 (XFEM) 模拟 TiAlN 薄膜微米压痕行为, 基于数字孪生方法优化薄膜最大起始断裂应力 (σ_{\max}) 和相应的裂纹分离距离 (δ_c) 参数, 根据 Griffith-Irwin 关系测定薄膜断裂韧性。深振荡磁控溅射 (DOMS) 在 AISI 304 奥氏体不锈钢基体上沉积具有立方结构的 TiAlN 薄膜, 随着峰值功率由 58.7 kW 增至 129.9 kW, 薄膜的择优取向由 (111) 转变为 (200)。维氏微米压痕试验在载荷 500 mN 下压制, 聚焦离子束 (FIB) 结合扫描电子显微镜 (SEM) 观察薄膜平面和横截面开裂行为, 通过 3D XFEM 建模表征薄膜损伤过程, 将模拟的薄膜裂纹形态、数量、分布及总长度与试验值进行交互反馈和融合分析, 孪生匹配出薄膜平面开裂的 σ_{\max} 和 δ_c 参数, 计算出 AISI 304 奥氏体不锈钢上沉积 TiAlN 薄膜的断裂韧性。随着 DOMS 峰值功率提高, TiAlN 薄膜断裂韧性先增加后减小。峰值功率为 90.2 kW, 伴随最高纳米硬度 28.3 GPa, 断裂韧性最大值为 $1.88 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, DOMS 沉积 TiAlN 薄膜具有强韧性复合性能。XFEM 模拟微米压痕的数字孪生方法, 不仅发展薄膜断裂韧性的测量技术, 还为高性能表面层制造反问题提供一种求解方法。

184 高功率脉冲反应磁控溅射 CrN_x 涂层的放电特性与组分结构

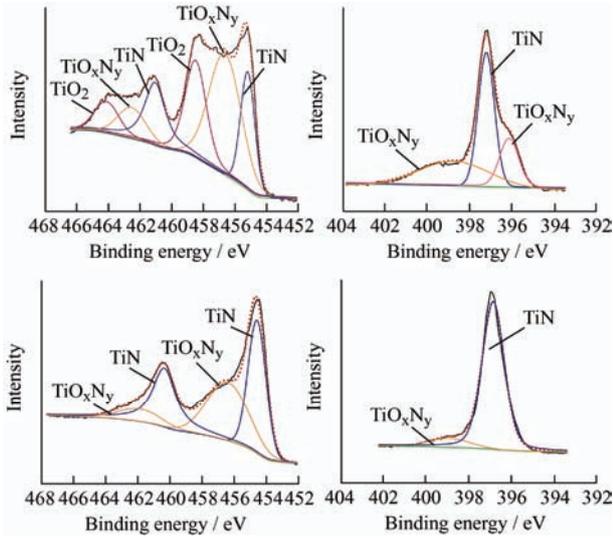
祁宇星 周广学 左 潇 都 宏 陈仁德 汪爱英



摘要: 高功率脉冲反应磁控溅射技术具有放电等离子体密度高、溅射材料离子化率高和绕镀性好的特点, 已被广泛用于金属氮化物强化涂层的设计制备, 但受沉积过程实时在线诊断困难, 决定涂层结构性能的关键等离子体特性尚不清晰。基于自主研发的高功率脉冲磁控溅射装备, 采用 Langmuir 探针研究不同 N_2 流量下 CrN_x 涂层的反应等离子体放电特性与组分结构变化。固定溅射功率为 3 kW, 随着 N_2 流量从 10 mL/min 增加至 75 mL/min, 放电峰值功率密度和电子能量分布函数中的高能电子比例均呈现先上升后降低趋势, 在 55 mL/min N_2 流量时达到最高值, 其峰值功率密度为 320 W/cm^2 。分析表明, 当通入过量 N_2 时, 靶中毒程度加剧, 因表面生成 CrN_x 化合物的二次电子发射系数低于 Cr, 近基体区电子密度从 $3.9 \times 10^{17} / \text{m}^3$ 逐渐下降至 $2.2 \times 10^{17} / \text{m}^3$, 低密度离子入射降低了沉积粒子的热扩散迁移长度, 使得涂层呈现 CrN (220) 晶面择优柱状生长。

192 脉冲频率对 HiPIMS 制备 TiN 薄膜组织和力学性能的影响

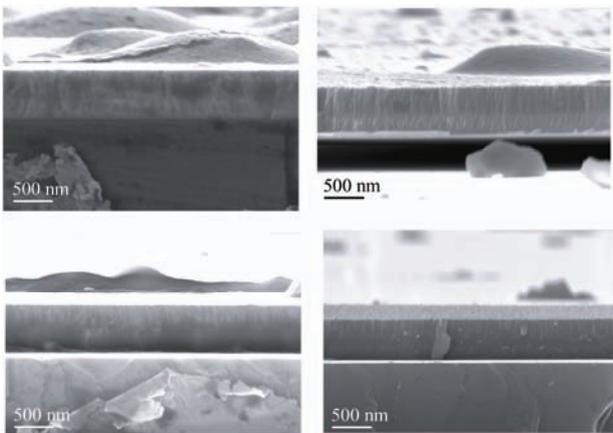
高海洋 张 斌 魏殿忠 但 敏 金凡亚



摘要: 为探究脉冲频率对通过高功率脉冲磁控溅射制备 TiN 薄膜组织力学性能的影响, 选用 Ti 靶和 N₂ 气体, 采用反应磁控溅射技术通过改变高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 电源脉冲频率在 Si (100) 晶片上制备不同种 TiN 薄膜。利用 X 射线衍射仪 (XRD)、X 射线光电子能谱仪和扫描电子显微镜 (SEM) 对所制薄膜晶体结构和成分、表面和断面形貌进行分析, 利用纳米压痕仪对薄膜的硬度和弹性模量进行表征, 并计算 H/E 和 H^3/E^2 。结果表明, 高离化率 Ti 离子轰击促使薄膜以低应变能的晶面优先生长, 所制 TiN 薄膜具有 (111) 晶面择优取向。薄膜平均晶粒尺寸均在 10.3 nm 以下, 随着脉冲频率增大晶粒尺寸增大, 结晶度和沉积速率降低, 柱状生长明显, 致密度下降, 影响薄膜力学性能。在 9 kHz 时, TiN 薄膜的晶粒尺寸可达 8.9 nm, 薄膜组织致密具有最高硬度为 30 GPa, 弹性模量 374 GPa, 弹性恢复为 62.9%, 具有最优的力学性能。

200 基体偏压对高功率脉冲磁控溅射制备 CrAlN 薄膜性能的影响

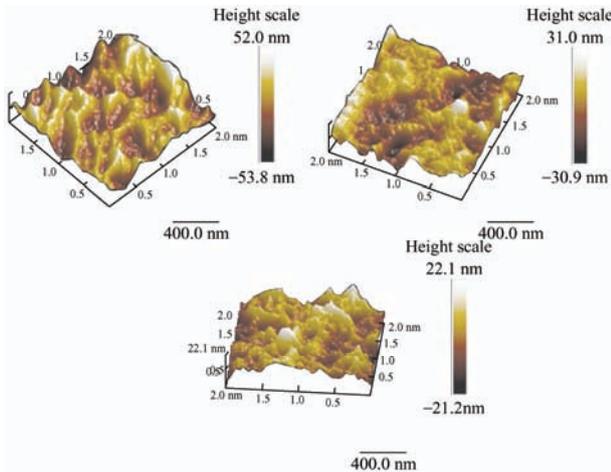
张 辉 巩春志 王晓波 张炜鑫 田修波



摘要: 为了防止氢扩散导致金属材料的失效, 通常在其表面制备一层 CrN 阻氢薄膜。但是 CrN 涂层的热稳定性较差, 抗氧化温度低于 600 °C。采用高功率脉冲磁控溅射技术, 利用 Cr 和 Al 双靶共沉积 CrAlN 薄膜来提高其高温抗氧化性能。试验变量为基体负偏压的大小, 分别为 -100 V、-200 V、-300 V 和 -400 V。结果表明, 四组 CrAlN 薄膜均为柱状晶结构, 随着基体偏压提高, 膜层的致密度提高, 但同时薄膜沉积速率下降; CrAlN 薄膜的择优生长方向为 Cr(200) 晶面法线方向。四组 CrAlN 薄膜的氢抑制率均超过 70%, 氢原子扩散系数最低比 316L 不锈钢基体低 3 个数量级。当基体偏压为 -300 V 时, 可以同时获得最优的氢抑制率 (87.4%) 和最低的氢原子扩散系数 ($6.188 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$)。600 °C、氧气气氛下保温 60 min, CrAlN 膜基结合面处氧含量仅为表面处的 30% 左右。相比于 CrN 薄膜, 在相同基体偏压下, CrAlN 薄膜的氢原子扩散系数更小; 高偏压下制备的 CrAlN 薄膜氢增重量仅为 316L 不锈钢基体的 10%, 抗氧化性能更好。

210 高功率脉冲磁控溅射管内壁沉积 Cr 薄膜结构及性能

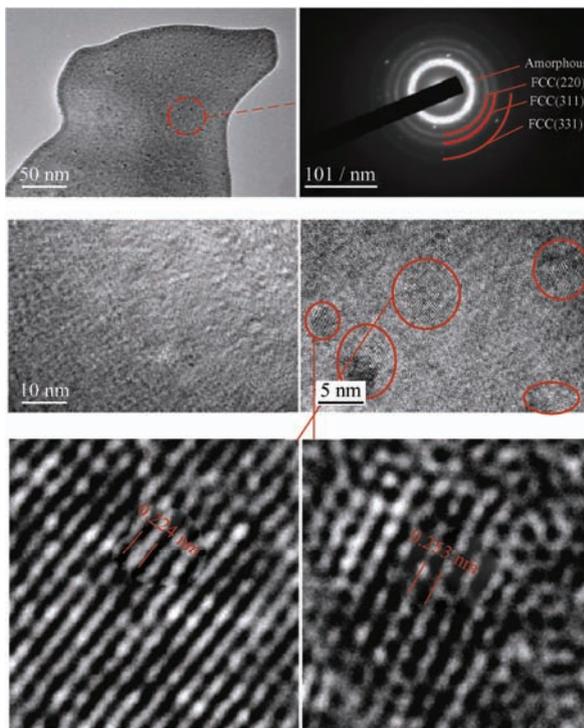
吴厚朴 田修波 郑林林 巩春志 张 辉



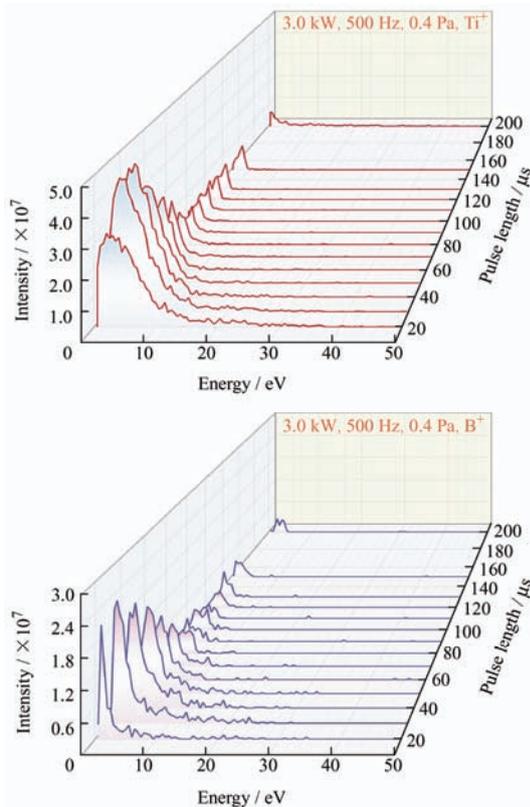
摘要: 由于管腔空间限制,物理气相沉积领域中管内壁沉积薄膜的均匀性和质量有待研究和改善。采用高功率脉冲磁控溅射技术 (HiPIMS) 在直径 40 mm、长度 120 mm 的 20 # 碳钢管内表面进行 Cr 薄膜沉积,并探究管内不同位置沉积 Cr 薄膜的结构和力学性能。采用 SEM 分析薄膜的截面形貌和厚度变化,采用 AFM 分析薄膜的表面形貌和表面粗糙度变化,采用 XRD 分析薄膜的晶相结构和晶粒尺寸,采用球-盘式旋转摩擦磨损试验机对薄膜的耐摩擦磨损性能进行测试。结果表明,随着管内深度的增加,距管口距离为 15 mm (位置 1)、45 mm (位置 2)、75 mm (位置 3) 和 105 mm (位置 4) 位置的膜层厚度分别为 1 690 nm、827 nm、210 nm 和 0 nm。从位置 1 到位置 3,所沉积的 Cr 薄膜表面粗糙度由 12.6 nm 下降到 4.8 nm,晶粒尺寸由 15 nm 增加到 38 nm,摩擦因数由 0.68 上升到 0.89。

217 高功率脉冲磁控溅射制备纳米复合高熵碳化物(CuNiTiNbCr) C_x 薄膜

李廷涛 经佩佩 曾小康 刘 茂 姜 欣 冷永祥



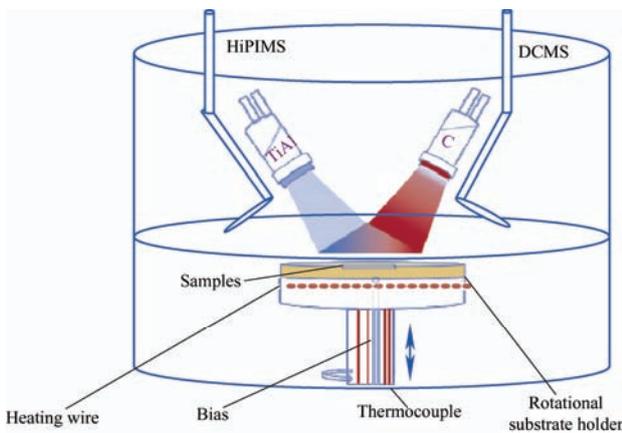
摘要: 高熵碳化物薄膜的脆性限制了其在高承载、长周期服役条件下的应用。精细设计的纳米复合结构可以在不损失薄膜强度前提下显著提高薄膜的韧性。采用高功率脉冲磁控溅射技术制备以非晶为基体连续相,以碳化物陶瓷相为分散相的非晶-晶体的高熵碳化物(CuNiTiNbCr) C_x 薄膜,研究不同 C_2H_2 气体流量 (F_C) 对薄膜成分、结构、力学性能和摩擦学性能的影响。采用能谱仪、扫描电子显微镜、X 射线衍射仪、透射电子显微镜、X 射线光电子能谱分析薄膜的成分、形貌、结构及各元素的化学状态,进一步采用纳米压痕以及球-盘式摩擦磨损试验机对薄膜的硬度、模量和摩擦磨损性能进行表征。结果表明,随着乙炔气体流量的增加,薄膜中碳含量逐渐增加,结构从非晶转变为非晶-晶体的纳米复合结构。纳米复合结构薄膜的硬度随着乙炔流量的增加逐渐增加,这是因为薄膜中生成大量碳化物陶瓷相,薄膜硬度最高为 20 GPa。纳米复合薄膜呈现优异的摩擦学性能,在 $F_C = 3 \text{ mL/min}$ 时,薄膜的摩擦性能达到最优,其磨损量为 $2.9 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 。综上,采用高功率脉冲磁控溅射技术可以精细调控薄膜结构,制备出强韧一体化、耐磨减摩的纳米复合结构(CuNiTiNbCr) C_x 薄膜。



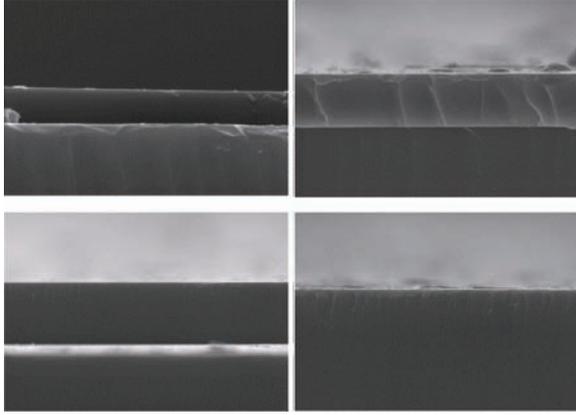
摘要: 高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 沉积制备 TiB_x 时, 涂层化学计量比 x 随 HiPIMS 脉冲宽度的减小而降低。采用原位等离子体质谱仪研究 TiB_x 涂层的沉积等离子体性质, 采用弹性反冲探测分析技术测量涂层元素组成, 采用 X 射线衍射分析涂层相结构, 采用 X 射线光电子能谱研究涂层键价结构, 通过纳米压痕仪测试涂层力学性能。结果表明, 减小 HiPIMS 脉冲宽度后出现气体稀释效应, 加之 Ti 的一次离化能低于 B, 即 Ti 优先 B 发生离化, 导致 Ti⁺/B⁺ 离子束流比增大, 从而降低 TiB_x 涂层化学计量比 x , 揭示了 TiB_x 涂层化学计量比演变机制。此外, 在短 HiPIMS 脉冲宽度溅射 TiB₂ 靶材条件下, 引入 N₂ 气体, 当 N₂ 流量为 10 mL/min、HiPIMS 脉冲宽度为 30 μs 时, 成功制备出具有纳米晶 TiN、TiB₂ 复合结构特征的新型 TiBN 涂层, 此 TiBN 涂层硬度及弹性模量分别为 37.5 GPa、300 GPa, 为具有优异力学性能纳米复合涂层的设计制备提供实验和理论指导。

236 HiPIMS 复合热处理制备高纯 Ti₂AlC MAX 相涂层

周定伟 李忠昌 王振玉 马冠水 柯培玲 胡晓君 汪爱英



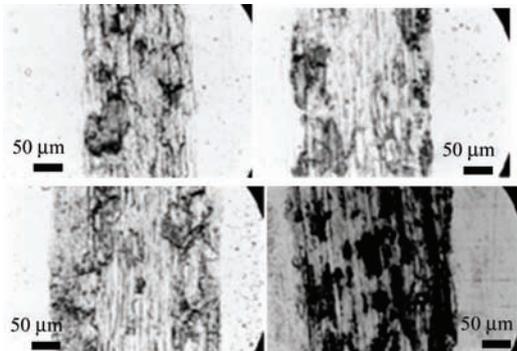
摘要: Ti₂AlC MAX 相涂层是一类兼具金属和陶瓷特性的具有密排六方结构的高性能陶瓷涂层, 在电接触、高温防护、宽温域摩擦等领域具有广阔的应用前景。然而 MAX 相涂层的成相成分窗口窄, 性能受杂质相影响大, 如何实现高纯、致密 Ti₂AlC MAX 相涂层的制备目前仍存在挑战。考虑沉积气压与溅射等离子体能力密切相关, 采用高功率脉冲复合直流磁控溅射技术在钛合金基体上制备了 TiAl/Ti-Al-C 涂层, 经后续热处理退火得到高纯 Ti₂AlC MAX 相涂层, 重点研究不同沉积气压对涂层退火前后的成分、微观结构以及力学性能的影响和作用机制。结果表明, 随着气压不断增大, 沉积态涂层厚度先增加后减少。其中低沉积气压下沉积态涂层退火后, 结构中除了 Ti₂AlC MAX 相外, 还含有一定量杂质相; 而在高压下涂层退火后几乎全部转变为 Ti₂AlC MAX 相, 呈现高纯、表面光滑致密的 MAX 相涂层特征。相较于沉积态涂层, 退火后的涂层硬度变化不大, 但由于生成了 Ti₂AlC MAX 相, 涂层弹性模量均有所提高。



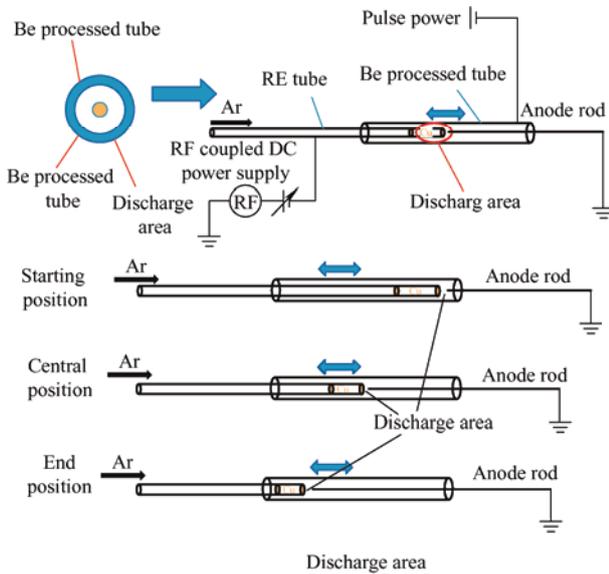
摘要: 晶态氧化铝薄膜与非晶态相比, 具有更加优良的力学性能和宽波段光学透过性能。基于等离子体发射光谱(OES)反馈控制方法(PEM), 引入高能脉冲磁控溅射(HiPIMS)技术, 实现了室温条件下晶态 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 薄膜的快速制备。采用高压探针、电流探针传感器和数字示波器监测 HiPIMS 的放电特性, 采用等离子体发射监测器进行时间平均的 OES 研究, 采用 X 射线衍射仪和扫描电镜分析薄膜的晶相结构、晶粒尺寸及断面形貌, 采用纳米压痕仪测试薄膜的纳米硬度和模量。结果表明, HiPIMS 条件下的成膜环境出现大量的离子态, 主要包括 Al II、Ar II 甚至高价态粒子 OIV 参与反应。随着溅射电压由 650 V 增加至 800 V, 晶粒逐渐细化, 由 18 nm 减小到 8 nm, 同时沉积速率从 27 nm/min 增加到 55 nm/min。基体偏压对薄膜的沉积速率, 微结构以及力学性能等方面均有显著的影响。随着基体偏压的增加, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的择优取向由 (422) 转变为 (311), 薄膜在偏压 $U_s = -100$ V 条件下获得了最高硬度 19.3 GPa。通过对成膜粒子能量的设计与调控, 进一步优化了薄膜的结构和性能, 为功能薄膜氧化铝的大规模产业化奠定良好的应用基础。

254 高功率脉冲磁控溅射 TiNb 靶材等离子特性及其对薄膜性能影响

陈畅子 李延涛 曾小康 马东林 姜全新 冷永祥

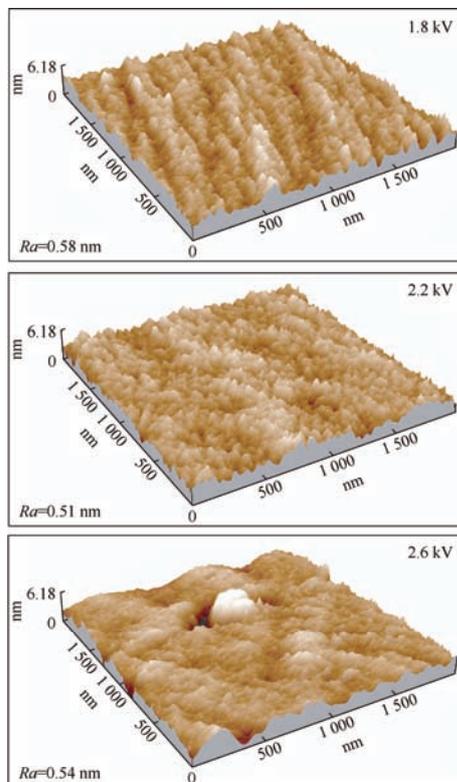


摘要: 为了研究高功率脉冲磁控溅射 TiNb 靶材等离子特性及其对薄膜结构性能的影响, 采用高功率脉冲磁控溅射技术(HiPIMS), 通过改变 TiNb 靶材的峰值溅射功率在 Si (100) 和 316L 基体上沉积 TiNb 薄膜, 利用等离子发射光谱(OES)研究峰值功率对基片前离子原子比的影响, 采用 X 射线衍射技术(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、透射电镜(TEM)、纳米硬度计、球盘往复摩擦机以及电化学工作站等试验设备, 研究 Ti、Nb 离子原子比对 TiNb 薄膜微观结构、力学性能及耐腐蚀性能的影响。结果表明, Ti 和 Nb 离子原子比率随峰值功率增加而增加, 在峰值功率为 59.42 kW 时 Ti 的离子原子比达到 60%, Nb 的离子原子比达到 56.9%, 离子原子比相对于峰值功率 35.98 kW 时增加 1 倍。不同峰值功率下制备的薄膜均出现 BCC 结构的 $\beta\text{-TiNb}(110)$, $\beta\text{-TiNb}(200)$ 和 $\beta\text{-TiNb}(211)$ 衍射峰, 薄膜以纳米晶存在, 高的 Ti、Nb 离子原子比可以增加晶粒尺寸, 降低 TiNb 薄膜残余压应力, 引起薄膜的硬度、耐磨性以及耐腐蚀性能下降。低的峰值功率下可以得到力学性能及耐腐蚀性能更好的薄膜。



摘要: 为了在细长管内壁获得质地均匀的 Cu 膜层, 采用射频耦合直流空心阴极放电的方法, 研究在长度 200 mm、内径 6~12 mm 的细长管内沉积 Cu 薄膜时的放电情况。通过探究改变耦合直流电压、射频电压、中频电压以及管内径和测量管内轴向不同位置带来的放电影响情况, 获得最佳的放电参数。研究发现, 耦合直流电压越高、射频功率越高, 则放电过程中的 Ar^* 、 Ar^+ 、 Cu^+ 活性粒子数量越多; 增大中频电压, Ar^* 和 Cu^+ 光谱峰值强度呈现“V”字形, 即先降低后升高, Ar^+ 光谱峰值强度在 0~40 V 时处于稳定的状态, 在 40 V 开始上升, 并且在 60 V 之后快速上升; 管内径 10 mm 时放电效果最佳, 在内径为 6 mm 到 10 mm 的管内 Ar^* 、 Ar^+ 、 Cu^+ 粒子数目增多, 当内径到达 12 mm, 三种活性粒子迅速减少, 通过对 200 mm 长、10 mm 内径管内不同轴向位置的测量, 发现细长管中部(100 mm)放电强度高于管口(10 mm)和管尾(190 mm)。

272 脉冲偏压对 316L 不锈钢表面类金刚石薄膜腐蚀行为影响



摘要: 为了提高不锈钢的耐局部腐蚀性能, 采用等离子体增强化学气相沉积(Plasma-enhanced chemical vapor deposition, PECVD) 技术, 在 316L 不锈钢表面制备含氢类金刚石(Diamond-like carbon, DLC) 薄膜, 研究不同脉冲偏压对薄膜的杂化结构及腐蚀行为的影响, 并对相关影响机制进行讨论。结果表明, 脉冲偏压主要影响 316L 不锈钢表面 DLC 薄膜的杂化结构及微观形貌, 并最终影响其腐蚀行为。随着脉冲偏压的增加, 等离子体电离程度增大, 沉积过程中的热峰效应和溅射效应增强, DLC 薄膜中的氢含量减少, 降低了薄膜局部腐蚀敏感性, 薄膜点蚀坑数量减少。但同时薄膜中 sp^2 杂化结构的相对含量会随脉冲偏压升高而增加, 导致薄膜腐蚀速率加快, 点蚀坑半径增大。随着偏压从 1.4 kV 增加到 2.6 kV, 316L 不锈钢的年腐蚀速率由 9.33 mm/a 增大到 62.4 mm/a。脉冲偏压为 1.4 kV 时, 虽然年腐蚀速率最低, 但薄膜最易发生点蚀, 其长期服役寿命较差; 而偏压为 2.6 kV 时, 等离子体能量过高, 薄膜被过度刻蚀, 导致其缺陷增多, 耐蚀性变差。在研究范围内, 脉冲偏压为 2 200 V 时, DLC 薄膜具有较高的耐点蚀能力和较低的一年腐蚀速率, 表现出最佳的综合耐蚀性能。

CONTENTS

- 1 Design Basis and Research Progress of HiPIMS Power Supply**
GONG Chunzhi WU Houpu HU Tianshi TIAN Xiubo
- 10 Review of Film Preparation by Bipolar Pulsed High Power Impulse Magnetron Sputtering**
ZHU Xiangrui HAN Mingyue FENG Pengbo SUN Yuqiang LI Liuhe
- 23 Research Progress of Simulation Technique on High Power Impulse Magnetron Sputtering**
CUI Suihan GUO Yuxiang CHEN Qiuhaio WU Zhongzhen
- 42 Discharge Characteristics of HiPIMS and Its Regulation on the Structure and Properties of Thin Films**
LI Kun GAO Gang YANG Lei XIA Fei SUN Chunqiang TENG Xiangqing ZHANG Yumin
ZHU Jiaqi
- 56 Research Progress of Cr Coating Based on High Power Impulse Magnetron Sputtering**
DING Xiaoyun ZHANG Jin TIAN Xiubo WU Zhongzhen LIAN Yong
- 70 Application Research Progress of High Power Impulse Magnetron Sputtering in the Preparation of Metal Nitrides Coatings**
WEI Yongqiang GU Yanyang JIANG Zhiqiang
- 93 Research Progress on Optoelectronic Thin Films Deposited by HiPIMS: Discharge Characteristics and Parameter Adjustment**
ZHANG Haibao LIU Yang CHEN Qiang
- 105 Research Progress of Crystalline Thin Films by High Power Impulse Magnetron Sputtering at a Low Temperature**
BAI Xuebing CAI Qun ZHANG Xuhai
- 116 High Ionization Magnetron Sputtering Technology and Industry Applications**
MA Minyu LIU Liangliang LI Tijun LI Xiteng CUI Suihan WU Zhongzhen
- 145 Effect of New HiPIMS Mode with High Ignition Pulse on Structure and Properties of TiN / CrN Multilayers**
GAO Kaichen GNOG Chunzhi XU Xiaochen TIAN Xiubo
- 155 CrAl Target Discharge Behavior of Electric and Magnetic Fields Synergistically Enhancing HiPIMS and Preparation of CrAlN Film**
LI Chunwei TIAN Xiubo
- 163 Plasma Spatial Distribution and Transport Behavior of High Power Impulse Magnetron Sputtering in Cylindrical Cathode**
CUI Suihan LI Tijun LI Rui WU Zhongcan MA Zhengyong WU Zhongzhen

- 172 Measurement of Fracture Toughness of TiAlN Thin Film by Micro Indentation Based on Digital Twin**
JIANG Zhitao GAO Jianying LEI Mingkai
- 184 Plasma Discharge Characteristics and Microstructure of CrN_x Coating Deposited by Reactive HiPIMS**
QI Yuxing ZHOU Guangxue ZUO Xiao DU Hong CHEN Rende WANG Aiying
- 192 Effects of Pulse Frequency on the Microstructure and Mechanical Property of TiN Films Prepared by HiPIMS**
GAO Haiyang ZHANG Bin WEI Dianzhong DAN Min JIN Fanya
- 200 Effect of Substrate Bias on the Properties of CrAlN Films Prepared By High Power Pulsed Magnetron Sputtering**
ZHANG Hui GONG Chunzhi WANG Xiaobo ZHANG Weixin TIAN Xiubo
- 210 Structure and Properties of Cr Films Deposited by High Power Impulse Magnetron Sputtering on Inner Surface of Tube**
WU Houpu TIAN Xiubo ZHENG Linlin GONG Chunzhi ZHANG Hui
- 217 (CuNiTiNbCr)_x Nanocomposite High Entropy Carbide Film Prepared by High Power Pulsed Magnetron Sputtering**
LI Yantao JING Peipei ZENG Xiaokang LIU Mao JIANG Xin LENG Yongxiang
- 228 Fabrication and Plasma Properties of TiB₂, TiBN Films by HiPIMS**
WU Zhengtao YE Rongli LI Haiqing WANG Qimin
- 236 High Purity Ti₂AlC MAX Phase Coatings Deposited By HiPIMS Technique Combined With Subsequent Heat Treatment**
ZHOU Dingwei LI Zhongchang WANG Zhenyu MA Guanshui KE Peiling HU Xiaojun
WANG Aiying
- 246 Particle Energy Regulation of Crystalline Alumina Films Sputtered at Room Temperature by HiPIMS**
GAO Fangyuan XU Yi LI Guodong LI Guang XIA Yuan
- 254 Plasma Characteristics of TiNb Target and Its Effect on Film Properties by High-power Impulsed Magnetron Sputtering**
CHEN Changzi LI Yantao ZENG Xiaokang MA Donglin JIANG Quanxin LENG Yongxiang
- 264 Glow Discharge of Hollow Cathode During Cu Plating on Thin Tube Surface**
GAO Kaichen LIU Shiyuan GONG Chunzhi TIAN Xiubo
- 272 Effects of Pulsed Bias on the Corrosion Behavior of Diamond-like Carbon Film Prepared on the Surface of 316L Stainless Steel**
CHEN Dongxu GUO Yangyang QI Jilong ZHOU Yanwen