

IBAD 和磁控溅射对银膜性能的影响

金 杰 邱维维 王锦辉 郭会斌

(北京机械工业自动化研究所 北京 100120)

摘要 本文主要研究用离子束辅助沉积(IBAD)和磁控溅射不同沉积技术在 9Cr18 钢材上沉积软金属银固体润滑膜。用百格刀划格法、SEM 和 MS-T3000 多功能摩擦磨损仪等测试方法测试沉积银膜与基材间的结合力、银膜的显微结构和摩擦磨损性能等。结果表明,与磁控溅射沉积技术相比,IBAD 技术制备的银膜形成一层化学冶金结合与机械啮合结合的过渡层,可提高膜层与基材的结合力,增加膜层的耐磨性。

关键词 摩擦磨损, 银膜, 磁控溅射, 离子束, 固体润滑

中图分类号 TH117

超低温涡轮泵轴承的工作环境恶劣,若无固体润滑膜润滑,在高速、重载的工作条件下,很快就会因摩擦引起轴承失稳和磨损,降低轴承的寿命和可靠性,尤其在启动初期更易导致轴承发生冷焊和轴承滚道表面烧伤^[1,2]。鉴此,常在轴承滚道表面沉积固体润滑膜层,如用离子镀技术沉积银膜或铅膜、浸没式离子镀银、溅射沉积 MoS_2 和射频溅射 PTFE 等^[3-5],我国以各种离子镀银和磁控溅射沉积 MoS_2 为主。若膜层致密性和结合力不够,会导致轴承还未运转膜层就脱落了,在轴承滚道上形成污染物,加速膜层润滑失效。为解决此问题,本文提出用 IBAD 技术,先在 9Cr18 材料上沉积银,用高能离子反冲注入形成过渡层,再在过渡层上沉积银膜,这样可大大提高银膜与基材间的结合力和银膜的耐磨性。

1 材料与方法

工艺试验分“IBAD 技术沉积银膜”和“磁控溅射沉积银膜”两种。实验在北京机械工业自动化研究所 ZDH-100 复合镀膜机上进行。试验中使用的试样为 9Cr18 不锈钢和硅片,其中 9Cr18 不锈钢试样用来测试膜层的摩擦磨损性能和薄膜与基体材料的结合力,硅片试样用来测试膜层截面的显微结构和膜层厚度。

1.1 试样制备

9Cr18 不锈钢试样的制备:将 9Cr18 钢棒材加工成 $\Phi 15 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ 圆柱,800℃热处理,渗氮处理,表面磨削至粗糙度 $\sim 1 \mu\text{m}$,用 300 号到 2000 号砂纸

打磨,再用 $2.5\text{--}1.5 \mu\text{m}$ 的抛光膏抛光至镜面。

硅片试样的制备:将厚度 1 mm 的硅片加工成 $5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 长条形状。

1.2 试样的清洗

镀膜前,试样按如下步骤清洗:

(1) 将 9Cr18 不锈钢和硅片试样放入四氯乙烯浸泡 20 min 除脂。

(2) 对 9Cr18 不锈钢试样,用稀盐酸浸泡 30 s 进行除锈处理;稀盐酸和稀硝酸混和溶液浸泡 20 s,活化其表面。

(3) 将 9Cr18 不锈钢和硅片试样放入分析纯丙酮、乙醇、去离子水中分别超声波清洗 10 min,置于真空干燥室内烘干 5 min 后,取出待用。

1.3 镀膜工艺过程与镀膜测试

工艺实施过程按离子束复合镀膜设备操作规程操作,本底真空抽至 $1.0 \times 10^{-4} \text{ Pa}$,离子源工作气压为 $1.2 \times 10^{-2} \text{ Pa}$,离子源功率 75 W,磁控溅射气压 $2.0 \times 10^{-2} \text{ Pa}$,溅射功率 400 W。

镀膜的微观结构及厚度用北京师范大学分析测试中心的 S-4800 扫描电子显微镜测试(Hitachi Limited, 日本);9Cr18 不锈钢试样膜层的摩擦磨损性能用北京机械工业自动化研究所的 MS-T3000 摩擦磨损试验机测试(兰州中科凯华科技开发有限公司,中国);磨痕形貌的形貌用清华大学摩擦学国家重点试验室的三维非接触表面形貌分析仪测试(ADE 公司,美国)。

2 结果与讨论

2.1 银膜的显微结构

图 1 是在硅片试样表面不同技术制备的银膜的显微结构, 由表面形貌, 磁控溅射技术制备的银膜

的晶粒尺寸为 100–500 nm (图 1a); IBAD 技术制备银膜的晶粒尺寸在 100 nm 以下, 在表面形成纳米晶(图 1c)。由截面形貌, 磁控溅射技术制备的银膜与基材间无过渡层(图 1b); IBAD 技术制备的银膜, 先在硅片上形成~70 nm 厚的化学结合过渡层, 再在过渡层上沉积~160 nm 厚的银膜(图 1d)。

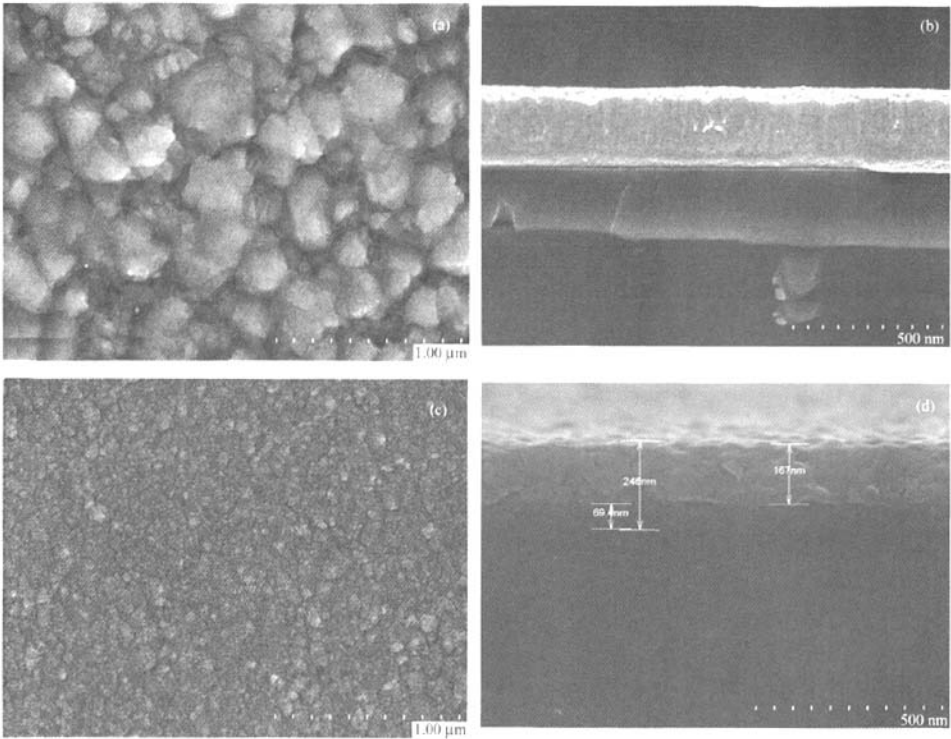


图 1 磁控溅射制备银膜的表面(a)和截面(b)显微结构, 以及离子辅助沉积制备银膜的表面(c)和截面(d)显微结构
Fig.1 The surface microstructure (a) and interface structure (b) of Ag film using magnetron sputtering method; the surface microstructure (c) and interface structure (d) of Ag film using ion beam composite deposition.

用 IBAD 技术制备的银膜, 因过渡层与基材形成化学冶金结合, 过渡层与基材间不存在应力, 对硅片界面解理, 进行膜层应力释放, 使膜与过渡层结合处相分离, 如图 2。从裂开处明显看到, 在 IBAD 作用下, 银膜与过渡层间呈现锯齿状机械啮合, 因此过渡层能使银膜与基材的结合力增强。

2.2 银膜与基材的结合力

图 3 是磁控溅射与 IBAD 技术制备的银膜与基材的结合力测试结果。试样表面直接用磁控溅射技术沉积的银膜, 用百格刀划格后, 再用结合力专用胶带粘揭, 粘揭一次后基材表面已无银膜(图 3a), 银膜全被粘在胶带上(图 3b)。图 3c 显示用离子复合沉积技术沉积的银膜与基材间有过渡层。该银膜用百格刀划格后, 胶带粘揭, 经三次粘揭后仍不脱落。

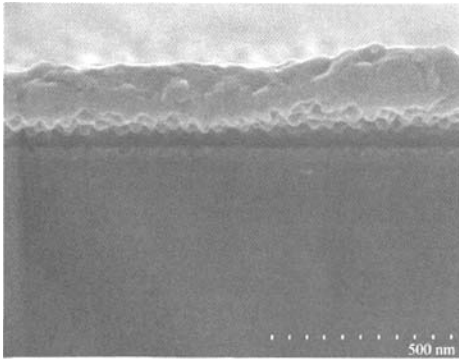


图 2 用离子辅助沉积试样的硅片界面膜与过渡层结合处的微观结构
Fig.2 The interface structure between the transition layer and silicon substrate using ion beam composite deposition.

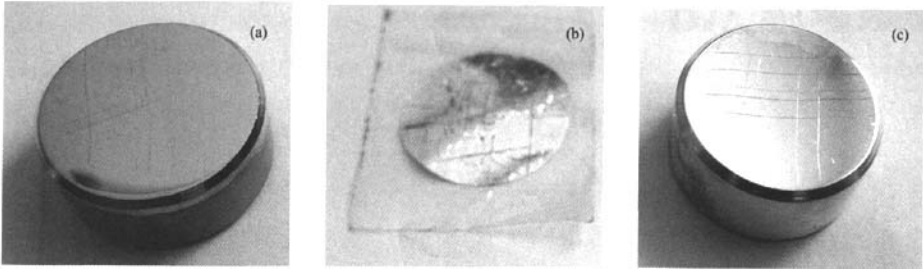


图 3 用百格刀划格法测基材与银膜间结合力后的照片
(a) 磁控溅射制备的已掉膜的基材; (b) 粘在胶带上的银膜; (c) 离子辅助沉积试样的未掉膜的基材
Fig.3 Photographs of the samples deposited with Ag films measured by hundred cells knife grid method.
(a) the substrate without Ag film using magnetron sputtering method; (b) the Ag film adhered on the tape;
(c) the substrate with Ag film using ion beam composite deposition

由此可见，直接用磁控溅射技术沉积的银膜，由于基材和膜层材料的硬度和热膨胀系数的差异性，膜层与基材间的应力很难匹配，导致膜层与基材结合力差，银膜易从基材脱落。用 IBAD 技术制备的膜，在膜与基材界面上形成了化学冶金过渡层和机械啮合的啮合层，增强了银膜与基材的结合力，因此膜层粘不下来。实验表明，用 IBAD 技术制备银膜过渡层时，银膜与基材形成逐渐过渡的梯度层和微观机械啮合层，可有效提高膜层与基材的结合力。

2.3 银膜的耐磨损性能

用 MS-T3000 多功能摩擦磨损测试仪检测银膜的耐磨损性能，实验条件：负载 100 g，转速 500 r/min。用磁控溅射技术制备的无过渡层的银膜在空气中进行耐磨试验，仅 7~8 min 膜层就脱落而失效，其摩擦磨损曲线如图 4(a)。用 IBAD 技术制备的银，通过薄膜微观结构与结合力性能测试显示，过渡层与基材和银膜间形成化学冶金结合与机械啮合等较强的结合力，提高了银膜与基材间的结合力，使银膜在摩擦过程中不会因银膜脱落而失效，从而提高银膜的耐磨性，其摩擦磨损曲线见图 4(b)。

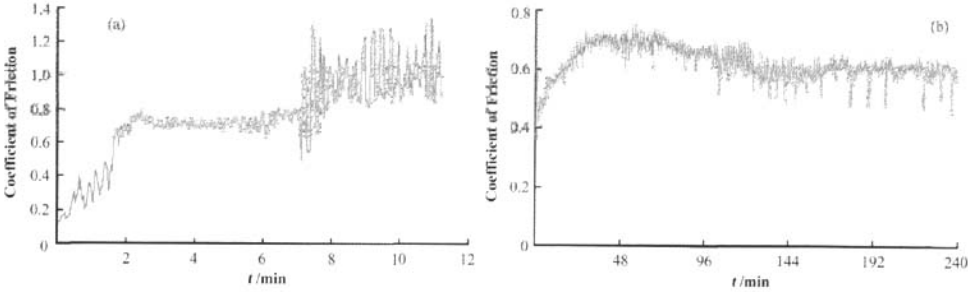


图 4 无过渡层界面(a)和有过渡层界面(b)银膜的摩擦磨损曲线
Fig.4 The friction curve of the Ag film without (a) and with (b) transition layer.

图 5 显示，经摩擦磨损试验后有过渡层的银膜比无过渡层的磨痕边缘整齐，说明膜层内应力较小，无明显内聚力失效裂纹；由摩擦寿命测试曲线，该银膜的耐磨性很好。可以认为：摩擦过程中，膜层缓慢转移到摩擦副上，摩擦为银膜间的摩擦，摩擦系数较小，经长时间摩擦作用后，随银膜逐渐磨损

而耗尽，最后露出基材，无法在摩擦副上形成转移膜，此时摩擦转变为基材与摩擦副间的摩擦，摩擦系数增大，银膜因磨损而失效，因此寿命较长；无过渡层的银膜与基材间的结合力很差，在摩擦过程进行不久，银膜因有块状剥落露出基材而失效，因此耐磨寿命短。

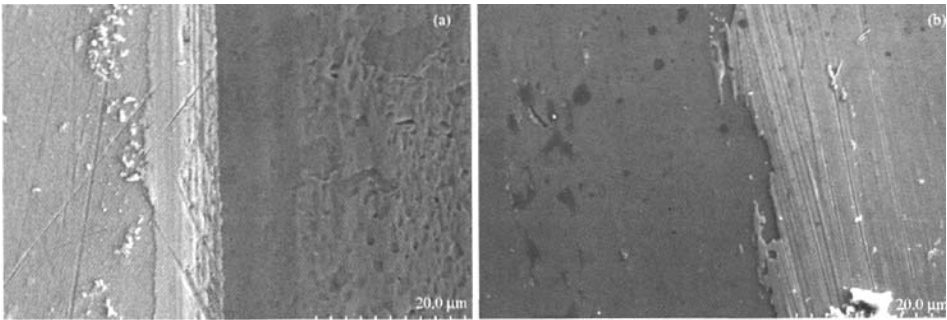


图 5 有过渡层(a)和无过渡层(b)摩擦磨损后磨痕微观结构图
Fig.5 The wear image of the Ag films with (a) and without (b) transition layer.

图 6 显示用 IBAD 技术制备的有过渡层的银膜和磁控溅射技术沉积的无过渡层的银膜经三维非接触表面形貌分析仪获得的磨痕形貌。图 6(a)中,有过渡层银膜的膜层磨痕较窄,且磨痕边缘及磨痕底部均很平滑。侧面印证了上述膜层性能的推测,膜层耐磨、结合力好。图 6(b)中,无过渡层银膜在摩

擦过程中有块状剥落,银膜的磨痕较宽,且在磨痕边缘及底部十分不平整,呈现出银膜与基材间的结合力很差,在摩擦过程中因有块状脱落导致摩擦曲线波动大,磨损过程中噪声也大,磨损寿命仅为 7-8 min,耐磨性能差。

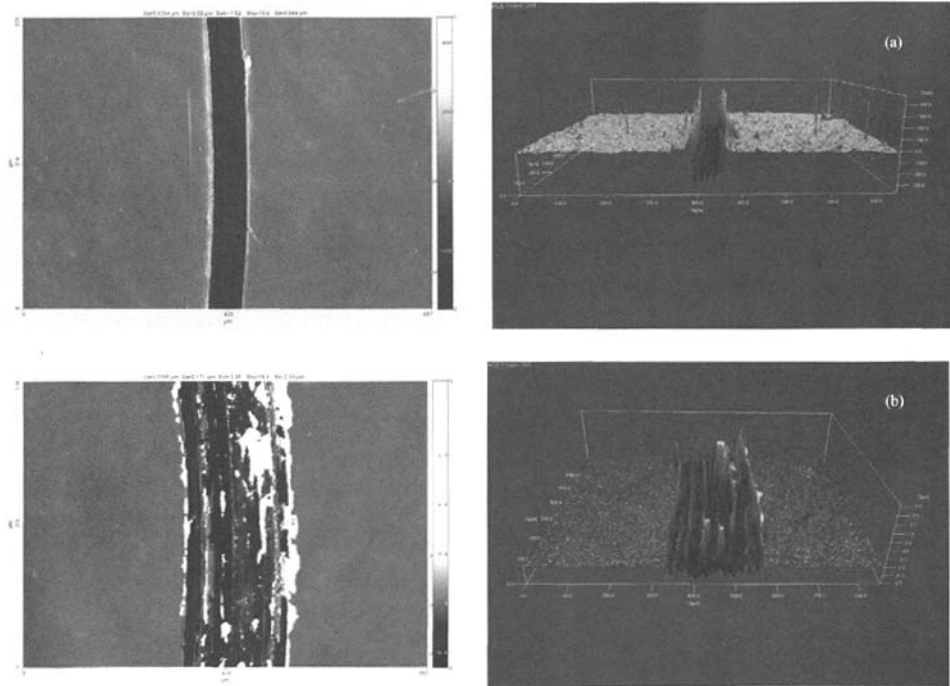


图 6 有过渡层(a)和无过渡层(b)摩擦磨损后磨痕微观结构三维结构图
Fig.6 The three-dimensional structure of the wear scar with (a) and without (b) transition layer.

3 结论

本文用 IBAD 技术和磁控溅射沉积银膜,对比分析知前者可细化沉积薄膜的晶粒,并在基材与银

膜间制备一层过渡层界面,大大提高了膜层与基材材料间的结合力,从而提高银膜的耐磨性。

参考文献

1 王黎钦,齐毓霖,姜洪源,等. 摩擦学报,1999,19:

122-125

WANG Liqin, QI Yulin, JIANG Hongyuan, *et al.* Tribology, 1999, 19: 122-125

2 古 乐, 王黎钦, 李秀娟, 等. 中国机械工程, 2002, 12: 620-623

GU Le, WANG Liqin, LI Xiuquan, *et al.* Chin J Mech Eng, 2002, 12: 620-623

3 Subramonian B, Kato K, Adachi K, *et al.* Tribology Lett, 2005, 20: 3-4

4 沈关涛, 王震遐. 核技术, 1987, 10: 1-6

SHEN Guantao, WANG Zhenxia. Nucl Tech, 1987, 10: 1-6

5 韩修训, 阎逢元, 阎鹏勋, 等. 机械工程材料, 2002, 26: 1-6

HAN Xiuxun, YAN Fengyuan, YAN Pengxun, *et al.* Mech Eng Mater, 2002, 26: 1-6

Microstructure and properties of silver films obtained using ion beam composite deposition

JIN Jie QIU Weiwei WANG Jinhui GUO Huibin

(Beijing Research Institute of Automation for Machinery Industry, Beijing 100120, China)

Abstract Using ion beam composite deposition method Magnetron sputtering deposition, soft metal solid lubricant of Ag film was grown on 9Cr18 steel substrate. The microstructures and friction properties were measured by means of the hundred cell knife scratch method, MS-T3000 multi-meter friction and wear testing and scanning electron microscopy. The results showed that compared with the magnetron sputtering method, a transition layer bonded with chemical metallurgy and mechanical engagement is formed after ion beam composite deposition. The transition layer can be attributed to the strong adhesion between the film and the substrate.

Key words Friction and wear, Ag films, Magnetron sputtering, Ion source, Solid lubricant films

CLC TH117