

# 全方位离子注入与沉积技术及其在航空领域的应用探讨\*

Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition Technology and Its Application in Aviation Industry

哈尔滨工业大学现代焊接生产技术国家重点实验室 王浪平 王小峰 汤宝寅



王浪平

教授、博士生导师、哈尔滨工业大学现代焊接生产技术国家重点实验室副主任。主要研究方向为全方位离子注入与沉积技术,曾经主持或承担总装预研、国家自然科学基金、航天支撑等项目,研究成果应用到我国多个型号的研制与生产过程,获得国防科技进步二等奖2次,发表SCI检索论文30余篇,获得授权发明专利5项。

全方位离子注入与沉积技术在诸多领域已经得到了较为广泛的应用,在航空领域也体现出较大的应用前景,将来必定能够为改善航空关键部件的性能提供可靠的技术支持。

20世纪80年代末发展起来的等离子体浸没离子注入技术(Plasma Immersion Ion Implantation, PIII),是直接将工件浸泡在等离子体中,然后在工件上加一负脉冲高压,工件周围形成了离子鞘层;在强电场作用下,离子从各个方向同时垂直注入到工件的表面。由其原理可知,如果鞘层形状与工件的形状非常接近,离子将从各个方向同时垂直注入到工件表面<sup>[1-3]</sup>。因此,等离子体浸没离子注入技术克服了传统束线离子注入所固有的直射性限制,能够快速地对各种复杂形状的工件。

等离子体浸没离子注入技术又称为全方位离子注入技术。在全方位离子注入过程中,可以在真空室中同时产生金属与气体等离子体,如果施加在工件上的电压幅值很高,可以实现金属与气体离子注入或离子

轰击;如果电压比较低,可以实现金属或者化合物膜的沉积。通过控制高电压与低电压时间的比率,就可以在薄膜沉积过程中全方位的离子轰击,从而在复杂形状零件表面获得具有强膜基结合力,致密和均匀的化合物膜层,这种方法被称为全方位离子注入与沉积技术<sup>[4-6]</sup>。

## 工艺手段

在发明之初,全方位离子注入技术仅仅具有简单的气体离子注入功能,经过20年的研究与发展,目前已经发展了多种工艺手段,目前主要采用的工艺手段有以下几种。

(1)气体离子注入。采用射频等离子体源来产生气体等离子体,可以实现单一气体离子的注入;通过控制通入真空室的气体种类和比例,也可以实现多种气体离子的同时注入。

\* 国家自然科学基金项目(10875033)资助。

(2)金属离子注入。通过脉冲阴极弧等离子体源来产生金属等离子体,可以实现金属离子的注入;而多阴极脉冲阴极弧的发明<sup>[7]</sup>,可以实现多种金属等离子体的同时混合注入。

(3)气体与金属离子混合注入。通过射频等离子体源和阴极弧等离子体源的同时工作,可以在同样的真空窗口下实现气体与金属等离子体的同时混合注入。

(4)单一金属膜沉积。通过脉冲阴极弧等离子体源来产生金属等离子体和靶台电压的控制,可以实现金属膜沉积。

(5)复合金属膜沉积。采用多阴极脉冲阴极弧源,可以实现多种金属等离子体的同时混合沉积。

(6)复合物膜沉积。通过阴极弧等离子体源和气体等离子体源的配合,可以实现单一膜层(如类金刚石)、二元膜层(如TiN)、多元膜层(如TiAlSiN)的制备。

(7)溅射沉积。溅射沉积技术可以复合到全方位离子注入与沉积系统中,实现溅射沉积膜层的制备。

(8)上述工艺的任意组合。通过中心旋转靶台改变试件位置以及工艺参数的合理控制,就可以实现(1)~(7)工艺的任意组合,获得对材料表面的综合强化作用。

## 全方位离子注入与沉积技术对材料性能的改变

### 1 提高表面硬度

离子注入到材料表面以后,由于离子注入产生的位错强化、固溶强化以及离子注入后所形成的化合物相等综合作用,材料表面的显微硬度会有所增强。

### 2 抗磨损

采用气体离子注入、金属离子注入以及金属+气体离子混合注入的方法对9Cr18、Cr4Mo4V等轴承材料进行了PIII处理,并对处理后的样品进行了测试。图1为9Cr18试样摩

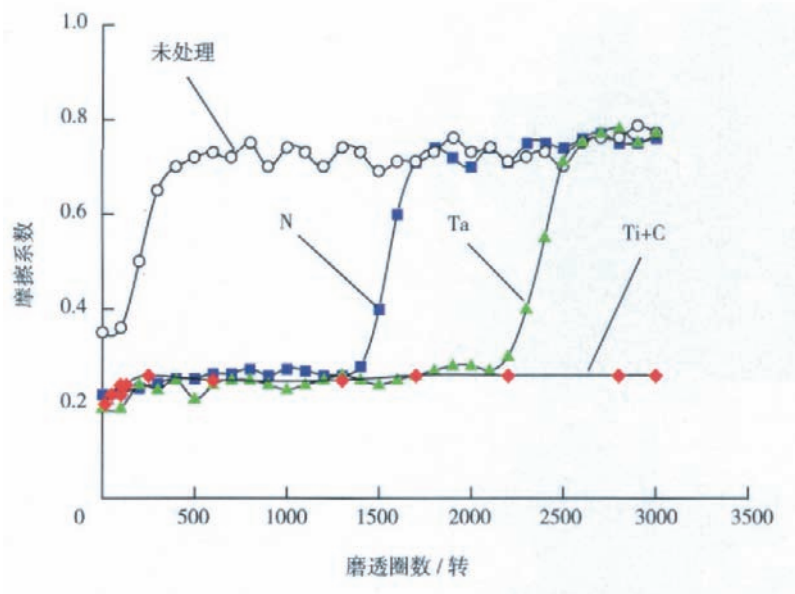


图1 经PIII处理后的9Cr18试样摩擦特性曲线

擦特性曲线的测试结果,试样采用的处理工艺分别为N离子注入、Ta离子注入和Ti+C离子注入。从图1可以看出,这3种工艺对摩擦系数的影响基本上是相似的,均从处理前的0.8降至0.2左右,但是改性层的磨透圈数不一样,采用气体离子注入时改性层在1500转时已完全磨透,采用金属离子注入时改性层的磨透圈数为2300转,但是金属+气体离子混合注入的方法获得的改性层在

3000转时仍然没有磨透,表明采用金属+气体离子混合注入的方法对轴承材料的改性效果最为明显,这主要是由于这种方法在材料表面合成了一些高硬度和高抗磨的强化相。

此外,采用全方位离子注入与沉积方法可以获得一些具有固体润滑功能的薄膜,如DLC、PTFE、Ag等。采用该方法获得的DLC固体润滑膜和陶瓷的干摩擦系数可以降低到0.1以下,其中S10为含H的DLC膜,

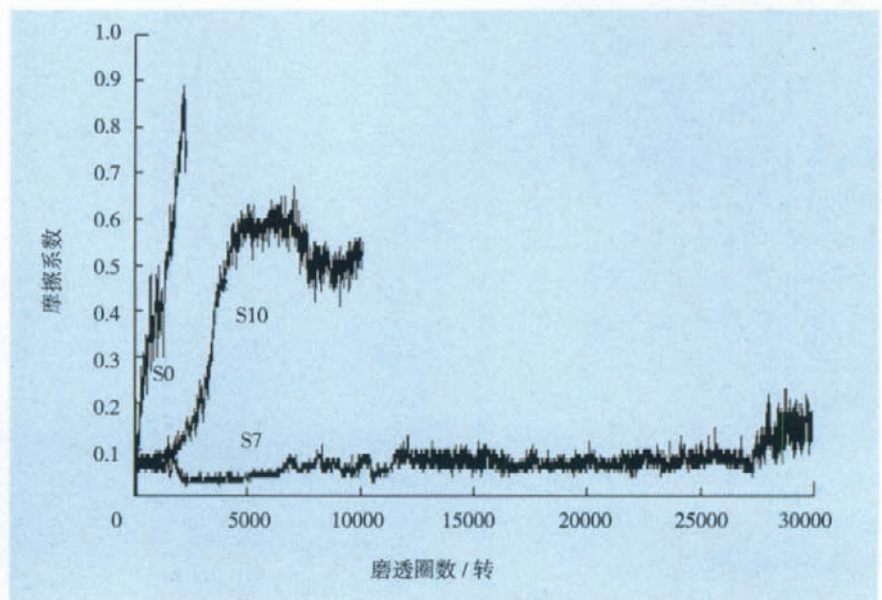
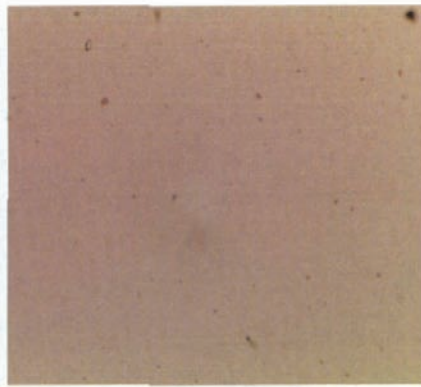


图2 GCr15钢表面合成DLC膜后的摩擦曲线



(a) 未处理试样 (×10)



(b) 处理后试样 (×500)

图3 全方位离子注入与沉积处理后试样的腐蚀形貌

S7 为不含 H 的 DLC 膜, S0 为基体, 如图 2 所示。

### 3 抗腐蚀

经全方位离子注入与沉积处理后, 材料表面形成了具有强抗腐蚀能力的化合物相, 其抗腐蚀能力大大提高。

图 3 展示了全方位离子注入与沉积处理的 GCr15 轴承钢试样在 3.5% NaCl 中腐蚀后的形貌。从图中可以看出, 同样腐蚀条件下, 未经处理的基体试样即使在很低倍数下也能看到有大量的腐蚀坑, 而且几乎是遍布整个表面。相比之下, 经过全方位离子注入与沉积处理的试样即使在放大 500 倍的显微镜下, 其表面仍很完整, 只有极少量的地方出现了蚀坑, 而且坑蚀点很小。

### 4 提高接触疲劳寿命

国内外目前的研究表明, 采用离子束技术能够大大提高材料表面的接触疲劳寿命, 这主要是由于离子注入在材料内部产生的压应力、近表面层弹性模量的上升等效果的综合作用。图 4 比较了采用 30kV N 离子注入试样和未处理试样的疲劳寿命。由图中可以计算出, 通过 30kV N 离子注入后, 试样接触疲劳失效概率为 10% 的寿命提高了将近 50%, 失效概率为 50% 的寿命提高了将近 2 倍。

### 5 提高膜基结合力

采用全方位离子注入与沉积方法制备的 TiN/ZrO<sub>2</sub> 纳米多层膜, 由于

较高能量的离子持续轰击膜层, 使得薄膜和基体材料间的原子相互渗透, 形成互混区, 从而显著提高了膜基结合力。图 5 是应用划痕法测量 TiN/ZrO<sub>2</sub> 纳米多层膜的膜基结合力的划痕形貌图。从试样的划痕末端形貌图中可以看出, 加载过程中没有膜层从基体上的连续地剥落, 其划痕内部仅有个别小块膜层间断的剥落。这说明压头对膜层的切向作用力小于膜层与基体的结合力, 即载荷未达到临界载荷  $L_c$ 。加载过程中的最大载

荷已经达到了 100N, 膜层实际的临界载荷应高于最大载荷, 而采用其他物理气相沉积方法制备的多层膜的膜基结合力最大只有 70N 左右。

### 6 抗高温氧化性能

采用多阴极弧等离子体源可以在材料表面获得具有高结合力的 TiAlSiN 薄膜, 其内部结构及其 800℃ 下氧化 1h 的截面形貌如图 6 所示。由图 6 (a) 可知, 这种方法制备的 TiAlSiN 薄膜具有明显的纳米晶结构。由图 6 (b) 可见, 高温氧化后的 TiAlSiN 膜层除了顶部约 0.2 μm 厚的氧化层外, 内部呈现原始的柱状晶结构, 具有很强的抗氧化能力。

## 应用现状

目前, 全方位离子注入与沉积技术由于在抗磨损膜层制备方面的优势, 目前已经广泛应用于许多高新技术领域。由于离子注入与沉积在低温下进行, 不改变这些运动部件的尺寸精度, 同时又能提供低的摩擦系数、高抗磨损性能的优质表面强化

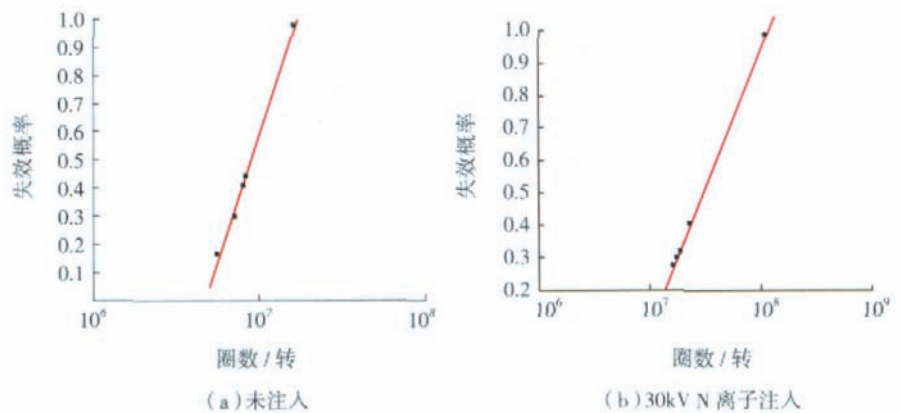
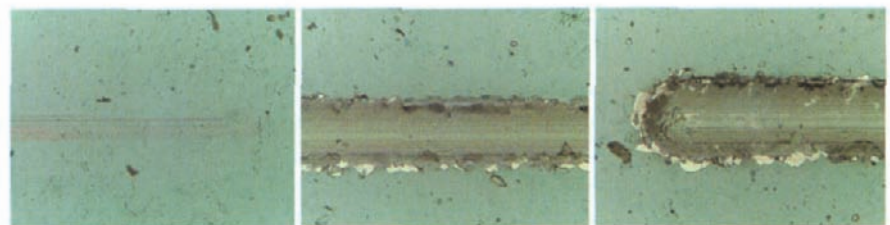


图4 全方位离子注入处理对材料表面接触疲劳寿命的改善



(a) 划痕起始端形貌 (×200) (b) 划痕中部形貌 (×200) (c) 划痕末端形貌 (×200)

图5 划痕法测量TiN/ZrO<sub>2</sub>纳米多层膜的膜基结合力的显微划痕形貌

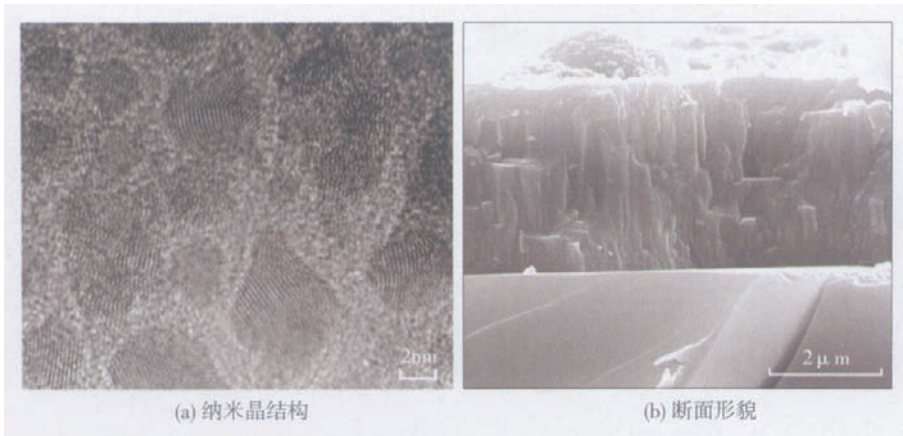


图6 TiAlSiN薄膜的内部结构及高温氧化后的断面形貌

层,目前已经有大量运动部件采用离子注入与沉积这一工艺,并取得了很好的效果。

## 全方位离子注入与沉积技术的应用探讨

### 1 抗高温氧化领域

钛铝的高温抗氧化能力是当前钛铝 800℃ 以上应用的一个关键瓶颈。根据 Alexander Donchev 的研究结果,采用一定剂量的 F 离子注入,可以使 TiAl 在 900℃ 空气中氧化 100h 的质量增重降低到未处理件的 1/8,采用 F 离子注入的钛铝可以应用到 1050℃ 的工作温度<sup>[8]</sup>。

TiAlSiN 等多元膜层也具有很强的抗高温氧化能力,是当前超硬高温膜层领域的代表。采用多阴极弧等离子体源结合离子注入的方法制备

的 TiAlSiN 膜层,目前其最高工作温度可以达到 1000℃ 以上。

### 2 高温密封领域

目前的研究表明,采用全方位离子注入与沉积技术可以将 C 等高温润滑材料掺入抗高温氧化层中,形成既具有高温稳定性,又具有低摩擦系数的高温抗磨损涂层。图 7 为 C 掺杂 TiAlSiN 膜层的 600℃ 的摩擦磨损曲线,其他为不同掺杂量的 TiAlSiN 膜层,由图可知,合适的 C 掺杂比率可以使膜层的摩擦系数降低到 0.2 左右。采用这种方法来强化高温密封材料表面,可以获得低摩擦系数高抗磨损性能的密封层。

### 3 长寿命高性能轴承领域

长寿命、高性能轴承的研制和生产一直是困扰我国轴承行业整体水

平提升的关键。现有研究表明,采用全方位离子注入与沉积技术可以在轴承滚道表面制备一层高压应力状态、高弹性模量的表面强化层。目前全方位离子注入与沉积技术已在非航空领域取得了重大应用,实现了轴承寿命和性能的大幅度提升。随着对航空轴承性能和使用寿命要求的提高,全方位离子注入与沉积技术为航空轴承性能的提升提供了一种有效的技术途径。

## 结束语

全方位离子注入与沉积技术在诸多领域已经得到了较为广泛的应用,在航空领域也体现出较大的应用前景,将来必定能够为改善航空关键部件的性能提供可靠的技术支持。

## 参考文献

- [1] Conrad J R. Sheath thickness and potential profiles of ion-matrix sheaths for cylindrical and spherical electrodes. *J Appl Phys.* 1987, 62(3): 777-779.
- [2] Conrad J R, Radtke J L, Dodd R A, et al. Plasma source ion-implantation technique for surface modification of materials. *J Appl Phys.* 1987, 62(11): 4591-4596.
- [3] 汤宝寅. 等离子体源离子注入技术(1)——原理与技术. *物理*, 1994, 23: 41-45.
- [4] Anders A. Metal plasma immersion ion implantation and deposition. *Surface and Coating Technology.* 1997, 93:158-167.
- [5] Brown I G, Anders A, Dickinson M R, et al. Recent advances in surface processing with metal plasma and ion beams. *Surface and Coatings Technology.* 1999,112: 271-277.
- [6] Wang L P, Tang B Y, Gan K Y, et al. Ion kinetic energy control during dual plasma deposition. *J Vac Sci Technol A* 2001, 19(6):2851-2855.
- [7] 王浪平,王小峰,陆洋. 可控多元阴极弧等离子体形成装置及方法. 专利号: 200810136989.3.
- [8] Donchev A, Kolitsch A, Schutze M, et al. Plasma immersion ion implantation of fluorine to protect titanium components against high-temperature oxidation. *Plasma Process. Polym.* 2009, 6: 434-439.

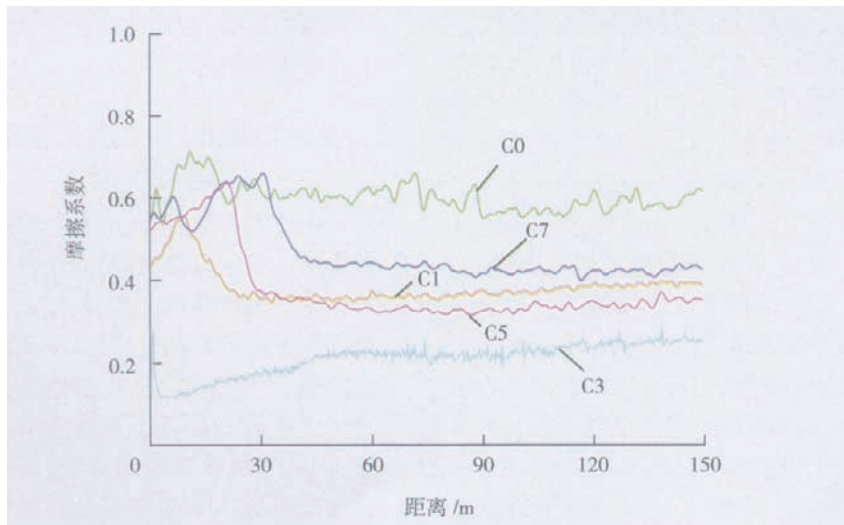


图7 C掺杂TiAlSiN膜层的600℃摩擦磨损曲线

(责编 岩石)