

# 中频对靶磁控溅射 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 功能薄膜的制备研究\*

贾军伟,潘文霞,黄河激

(中国科学院力学研究所 工程科学部,北京 100190)

**摘要:**利用中频对靶磁控溅射技术,分别制备出厚度低于  $5\ \mu\text{m}$ 、表面光滑的  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  3 种功能薄膜。研究了不同工艺条件下薄膜的成膜速率和表面形貌,用四探针法测量了材料的薄膜电阻,并表征了膜层材料在大气压热等离子体射流急速加热条件下的抗热冲击特性。

**关键词:**功能薄膜;磁控溅射;薄膜电阻

**中图分类号:** TG 174.444 **文献标志码:** A

作为高温部分电离气体的热等离子体射流,在发生器出口处的最高温度可超过 1 万度<sup>[1]</sup>,用于材料表面加工,具有很高的工艺速率。研究高温气体射流与固相表面的换热机理,对于改进材料表面加工工艺、提高其可控性和可重复性具有重要意义。热等离子体射流向材料表面传热的热流密度及其分布,是研究等离子体射流与固相表面换热的重要参数之一,通常采用动态法测量<sup>[2]</sup>。作者所在实验室已在材料特性对其与等离子体射流换热效果的影响方面作了初步研究<sup>[3]</sup>。在实验室的前期工作中,各种材料采用涂敷的方法分别涂制在测量热流密度的铜探针表面,但涂层厚度和表面均匀性不能很好控制。为了减小探针表面各种材料涂层厚度和涂层表面形貌差异对测量结果带来的影响,有必要尝试在探针表面制备光滑、致密、厚度可控的薄膜,进一步研究材料特性,尤其是电特性对测量等离子体射流向固相表面传热时热流密度分布的影响。

薄膜制备方法很多。在众多薄膜制备方法中,中频对靶磁控溅射技术具有沉积速率较高、能有效抑制靶面打火及根除阳极消失现象等优点,从而可

保证溅射沉积稳定进行,使所制备的化合物薄膜具有较小的缺陷密度和较好的致密性。研究表明基片温度、溅射电流、溅射时工作腔压、基片和靶材距离、反应气体和辅助气体的组分比等参数是影响成膜质量的主要工艺参数。Zeman P 等人研究<sup>[4]</sup>发现,工作气压较低时,薄膜表面光滑致密,而工作气压较高时,薄膜表面疏松且存在较多孔洞;使用较小的靶电流可改善镀层表面质量,制备出表面光滑致密镀层<sup>[5]</sup>;衬底温度较低时,溅射粒子容易被衬底迅速“冷却”,使其表面扩散长度大为减少而不能迁移到成核位置。这样获得的薄膜表面粗糙,结晶质量差。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$  这 3 种薄膜材料具有不同热导率和介电常数,并以其优异的性能在光电、防护、装饰、刀具等领域获得了广泛的应用<sup>[6-8]</sup>。制备表征这 3 种功能薄膜,一方面可为研究功能薄膜制备工艺提供参考依据,另一方面也为研究高温气体射流与固相表面的换热机理打下基础。本文采用中频对靶磁控溅射技术,系统研究了工艺参数对  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$  3 种薄膜成膜质量的影响。

## [参考文献]

- [1] Grassel O, Frommeyer G, Derder C, et al. Phase transformation and mechanical properties of Fe-Mn-Si-Al TRIP-steel[J]. Jphys IV France, 1977, C5:383.
- [2] Frommeyer G. Super-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purpose[J]. ISU Internation, 2003, 43:438.
- [3] Cornette D, Cugy P, Hildenbrand A, et al. Super-high strength Fe-Mn TWIP steel of automotive[J]. La Revue de Metallurgie, 2005 (12):905-918.
- [4] 米振莉,唐荻,江海涛,等. Fe-28Mn-3Si-3Al TWIP 钢变

形过程中的孪晶观察[J]. 钢铁, 2007, 42(12):75-76.

[5] 周纪华,管克智. 金属塑性变形阻力[M]. 北京:机械工业出版社,1989.

[6] 贺毓辛. 冷轧板带生产[M]. 北京:冶金工业出版社,1992.

作者简介:李慎升(1981-),男,山东烟台人,硕士研究生,主要研究汽车用 TWIP 钢。

收稿日期:2008 年 6 月 10 日

责任编辑 吕德龙

# 1 试验方法

如图 1 所示,试验采用中频对靶磁控溅射系统,真空室本底真空度为  $4 \times 10^{-4}$  Pa,工作气体分 2 路供入,

辅助气体 Ar 通过靶面四周气管上均匀分布的 0.1 mm 气孔沿靶面供给,反应气体  $O_2$  沿靶面法向供入;双靶面角度和靶心相对位置可调,靶材为 99.99% 单质,尺寸为 200 mm  $\times$  100 mm  $\times$  5 mm;基片固定装置由步进电机控制转速,可对基片实现空间位置调整;利用温控电源通过加热器和 0.2 mm 的铜康铜热电偶测量与控制基片温度;溅射电源为中频双极脉冲电源,频率 40 kHz,采用恒流模式。

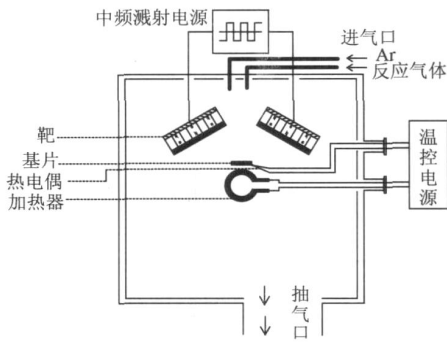


图 1 中频对靶磁控溅射系统示意图

采用厚度 0.6 mm 的压延紫铜板,经线切割制成 20 mm  $\times$  10 mm  $\times$  0.6 mm 的基片,经抛光机抛光,放入酒精中超声波清洗 10 min,以干燥氮气吹干后置于真空室中待沉积。真空室以分子泵抽至  $4 \times 10^{-4}$  Pa 后,将基片温度升至 300  $^{\circ}C$ 。其它参数不变,调节溅射时的工作电流和工作腔压,确定维持放电的最小电流和最小工作腔压。改变基片和靶材间的距离、反应气体和辅助气体的组分比,每种薄膜沉积时间为 0.5 h。各种薄膜材料制备工艺参数如表 1 所示。

表 1 制备各种薄膜的工艺参数

工艺条件	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>
工作电流/A	0.18	0.18	0.40
溅射压强/Pa	0.42	0.55	0.40
基片和靶材间距离/mm	40~80		
Ar/O <sub>2</sub> 体积组分比	1~4		

对所制备的薄膜,采用 AFQ-LI 型接触与非接触两用粗糙度轮廓仪测量膜层的厚度,研究不同工艺参数对成膜速率的影响。应用光学显微镜观察薄膜表面形貌,确定优化的工艺参数组合。

在优化工艺参数组合下重复制备厚度为 1  $\mu m$  的各种薄膜,检验制备工艺的可重复性。将沉积于铜基片的薄膜样品扫过热等离子体射流如图 2 所示,平板距离发生器出口 6 mm,扫描速度分别为 180 mm/s 和 260 mm/s。扫描速度在文献[3]所述

动态法测量等离子体射流向探头传热的热流密度测量试验条件范围。通过比较等离子体射流冲击热流作用前后膜层的表面形貌以及膜层的结合和开裂情况评价其抗热冲击性能。

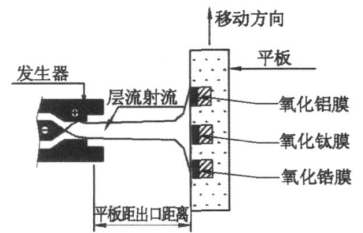


图 2 等离子体射流冲击加热样品表面的试验示意图

用四探针法<sup>[9]</sup>测量薄膜材料的方块电阻。通常,薄膜的一个方块的阻值  $R$  称为“方块电阻”,单位为  $\Omega$ ,方块电阻只与材料的电阻率和薄膜厚度有关。分别在铜基片和玻璃基片上制备各种薄膜(测量薄膜方块电阻时要求基片为绝缘体),分析比较基片对薄膜膜厚和表面形貌的影响。选取以玻璃为基片的薄膜上距离较远的 3 个区域进行方块电阻测量。根据薄膜的方块电阻求得薄膜材料的电阻率。

## 2 试验结果和讨论

### 2.1 工艺参数对成膜质量的影响

表 1 反应了相应工艺条件下薄膜维持放电的最小工作电流和最小溅射腔压。在这些工艺条件下,真空室中的辉光和各测量设备读数维持稳定状态。从表中可以看出最小工作腔压在  $10^{-1}$  Pa 量级,最小工作电流为  $10^{-1}$  A 量级。

辅助气体 Ar 和反应气体  $O_2$  的组分比是影响成膜质量的重要工艺参数。图 3 为表 1 所示工艺条件下 Ar/O<sub>2</sub> 对各种膜的成膜厚度的影响。由图 3 可知,整体而言,薄膜的沉积速率随着 Ar/O<sub>2</sub> 组分比的增加而增加,反应气体所占的组分越高,薄膜的沉积速率越慢。这可能是因为腔体内氧气含量越高,靶材表面氧化程度越严重,从而导致靶材表面越难溅射,溅射产额降低,薄膜沉积速率下降。

基片与靶面间距: TiO<sub>2</sub>, 60 mm; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 50 mm; ZrO<sub>2</sub>, 60 mm。

在图 3 所示工艺参数范围内, TiO<sub>2</sub> 薄膜的膜厚从 0.8  $\mu m$  变化到 1.2  $\mu m$ ,平均沉积速率从 1.6  $\mu m/h$  变化到 2.4  $\mu m/h$ ; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜的膜厚从 1.9  $\mu m$  变化到 3.7  $\mu m$ ,平均沉积速率从 3.8  $\mu m/h$  变化到 7.4  $\mu m/h$ ; ZrO<sub>2</sub> 薄膜的膜厚从 1.8  $\mu m$  变化到 4.5  $\mu m$ 。

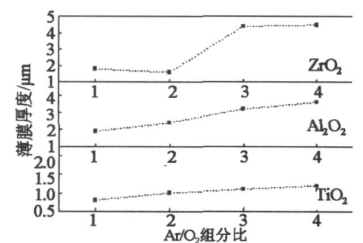


图 3 气体组分比变化对膜厚的影响

$\mu\text{m}$ , 平均沉积速率从  $3.6 \mu\text{m/h}$  变化到  $9.0 \mu\text{m/h}$ 。 $\text{TiO}_2$  薄膜的沉积速率最低,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜和  $\text{ZrO}_2$  薄膜的沉积速率较之要高。这是因为在相同条件下,  $\text{Ti}$  的溅射系数最小,  $\text{Zr}$  的溅射系数次之,  $\text{Al}$  溅射系数最大。

基片和靶材的距离也是影响成膜质量重要工艺参数之一。图 4 为辅助气体  $\text{Ar}$  对反应气体  $\text{O}_2$  之比为 3 时, 基片和靶材的距离变化

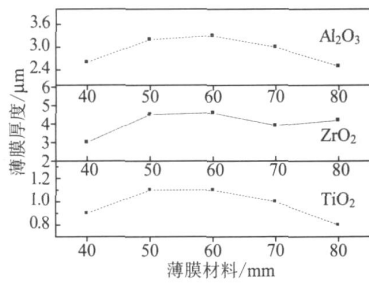


图 4 基片和靶材距离变化对膜厚影响,  $\text{Ar}/\text{O}_2 = 3$

对各种膜成膜厚度的影响情况, 进而可知其对薄膜沉积速率的影响。 $\text{TiO}_2$  薄膜的膜厚从  $0.8 \mu\text{m}$  变化到  $1.2 \mu\text{m}$ , 平均沉积速率从  $1.6 \mu\text{m/h}$  变化到  $2.4 \mu\text{m/h}$ ;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的膜厚从  $1.9 \mu\text{m}$  变化到  $3.3 \mu\text{m}$ , 平均沉积速率从  $3.8 \mu\text{m/h}$  变化到  $6.6 \mu\text{m/h}$ ;  $\text{ZrO}_2$  薄膜的膜厚从  $1.8 \mu\text{m}$  变化到  $4.4 \mu\text{m}$ , 平均沉积速率从  $3.6 \mu\text{m/h}$  变化到  $8.8 \mu\text{m/h}$ 。从整体上看, 当基片和靶材的距离从  $40 \text{ mm}$  增加到  $80 \text{ mm}$  时, 薄膜的沉积速率先增加再减小; 当距离为  $60 \text{ mm}$  左右时薄膜沉积速率较高, 距离为  $40 \text{ mm}$  和  $80 \text{ mm}$  时沉积速率较低。 $\text{TiO}_2$  和  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的沉积速率最大值出现在基片与靶面间距约为  $60 \text{ mm}$  处,  $\text{ZrO}_2$  的沉积速率最大值出现在约  $50 \text{ mm}$ 。基片与靶面间距对薄膜沉积速率的影响与靶材溅射物的空间分布以及碰撞有关; 而空间分布状态除了与上述工艺参数相关以外, 也与对靶的夹角和间距有关。

表 2 3 种薄膜成膜质量好的工艺条件

	$T/$	$S/\text{mm}$	$P/\text{Pa}$	$I/\text{A}$	比值	$t/\text{h}$
$\text{TiO}_2$	300	60	0.42	0.18	3	0.5
$\text{Al}_2\text{O}_3$	300	50	0.55	0.18	3	0.5
$\text{ZrO}_2$	300	60	0.4	0.4	3	0.5

比较每种薄膜的表面形貌。结果表明, 当各种薄膜的工艺参数如表 2 所示时, 可以得到光滑致密的薄膜。表 2 中  $T$  为预热温度,  $S$  为基片距离,  $P$  为真空室压力,  $I$  为溅射电流, 比值为  $\text{Ar}$  对  $\text{O}_2$  的体积组分数,  $t$  为溅射时间。

由表 2 可以看出, 当制备  $\text{TiO}_2$  和  $\text{ZrO}_2$  薄膜的基片和靶材距离为  $60 \text{ mm}$ 、制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的基片和靶材距离为  $50 \text{ mm}$ 、 $\text{Ar}$  和  $\text{O}_2$  气体组分为 3 时, 成膜质量好。 $\text{Ar}$  对  $\text{O}_2$  气体组分数比过低会导致靶面氧化较严重, 影响薄膜的沉积质量; 而当气体组分数比过高时, 薄膜沉积速率过快, 此外, 可能还会导致化

合物薄膜中氧成分不足。

图 5 所示为表 2 工艺条件下制备的各种薄膜的表面形貌。由图看出, 3 种薄膜表面均光滑均匀。与  $\text{TiO}_2$  和  $\text{ZrO}_2$  薄膜相比较,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的表面为颗粒状, 这可能是因为铝的溅射系数大, 溅射产额高, 能迅速成核生长。

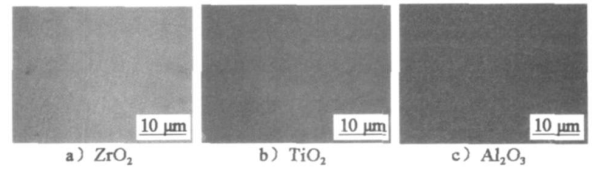


图 5 3 种薄膜样品的表面光学显微镜照片

## 2.2 不同材料的薄膜电阻率

根据上述试验结果, 在优化工艺参数组合条件下,  $\text{TiO}_2$  薄膜的沉积速率为  $1.8 \mu\text{m/h}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的沉积速率为  $5.2 \mu\text{m/h}$ ,  $\text{ZrO}_2$  薄膜沉积速率为  $6.8 \mu\text{m/h}$ 。要制备  $1 \mu\text{m}$  的各种薄膜,  $\text{TiO}_2$  薄膜的沉积时间为  $0.56 \text{ h}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的沉积时间为  $0.2 \text{ h}$ ,  $\text{ZrO}_2$  薄膜的沉积时间为  $0.15 \text{ h}$ 。

图 6 为依据表 2 对应的工艺条件和制备  $1 \mu\text{m}$  的各种薄膜对应的沉积时间条件下, 铜基片和玻璃基片上的膜厚情况。

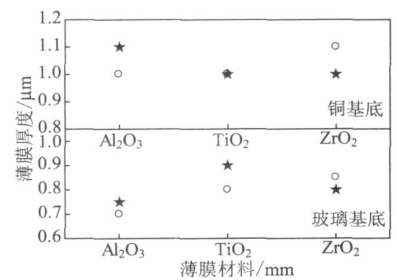


图 6 不同基片上制备的薄膜膜厚

从图 6 可以看到, 铜基片上所制备的各种化合物薄膜的各次膜厚均为  $1 \mu\text{m}$  左右, 薄膜的厚度和  $1 \mu\text{m}$  之差都不超过  $0.1 \mu\text{m}$ 。玻璃基片上所制备的各种化合物薄膜的各次膜厚均小于  $1 \mu\text{m}$ 。重复制备的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜其平均膜厚为  $0.73 \mu\text{m}$ , 重复制备的  $\text{TiO}_2$  薄膜其平均膜厚为  $0.85 \mu\text{m}$ , 重复制备的  $\text{ZrO}_2$  薄膜其平均膜厚为  $0.83 \mu\text{m}$ 。每种薄膜的各次膜厚之差不过  $0.1 \mu\text{m}$ 。从重复性试验结果看出, 在选定的工艺条件下, 薄膜的沉积速率较稳定, 沉积速率的重复性较好, 工艺过程比较稳定。每次沉积过程中玻璃基片上沉积的薄膜比铜基片上沉积的薄膜薄, 说明铜基片上薄膜平均生长速率比在玻璃基片上快, 可能和基片表面粗糙度及基底的晶体结构有关。

表 3 薄膜材料的电阻率和块体材料电阻率的比较

薄膜材料	薄膜的电阻率/ $\cdot\text{m}$	块体材料电阻率 <sup>[10]</sup> / $\cdot\text{m}$
$\text{TiO}_2$	$5.08 \times 10^{-3}$	$10^9$
$\text{Al}_2\text{O}_3$	1.52	$10^{12}$
$\text{ZrO}_2$	74.40	$10^{15}$

对以上薄膜材料, 测量每块玻璃基片上的薄膜

电阻,相同薄膜材料的电阻率差值较小,具有较好的重复性。求得  $\text{TiO}_2$  薄膜平均方块电阻  $7.027 \times 10^6 \Omega$ ,其对应的电阻率为  $5.08 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ ;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜平均方块电阻  $1.88 \times 10^6 \Omega$ ,其对应的电阻率为  $1.52 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ ;  $\text{ZrO}_2$  薄膜平均方块电阻  $9.69 \times 10^7 \Omega$ ,其对应的电阻率为  $74.40 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ 。表 3 是根据薄膜的方块电阻得到的薄膜材料的电阻率和常温下块体材料的电阻率<sup>[10]</sup>的比较情况。

从表 3 看到,薄膜材料的电阻率要比常温下块体材料的电阻率小很多,不同薄膜材料的电阻率之间的数量级之差和相应的块体材料电阻率的数量级别之差吻合较好。3 种不同薄膜材料的电阻率差异较大,有利于比较研究材料表面的电特性差异对测量等离子体射流与材料传热的影响。

### 2.3 等离子体射流热冲击试验

等离子体射流扫描前后样品的表面光学显微镜照片如图 7 所示。可见等离子体射流的高温高速冲击并未对薄膜造成明显的损伤。一方面因为薄膜结合力好、厚度适当,另一方面因为射流扫描过程对薄膜的作用时间较短,样品的温升一般低于 850 K。因此,在优化工艺参数组合条件下制备的薄膜可以承受等离子体射流的高温高速环境,可用于试验研究材料电特性对测量等离子体射流与材料换热效果的影响。

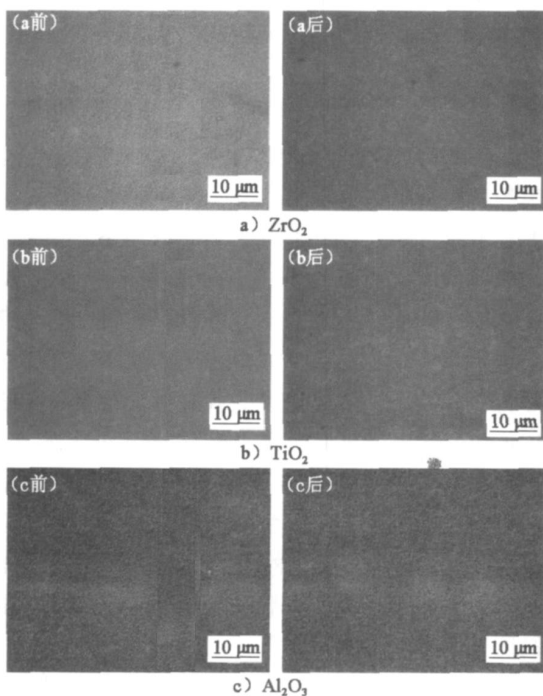


图 7 热等离子体射流加热前后的薄膜表面照片

## 3 结语

1) 当溅射电流和工作压强能维持等离子体稳

定放电的最小值,  $\text{Ar}/\text{O}_2$  组分为 3,基片和靶材距离为 60 mm 时,可以得到光滑致密的  $\text{TiO}_2$  薄膜和  $\text{ZrO}_2$  薄膜;当距离为 50 mm 时,可以得到低表面粗糙度的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜。

2) 制备的  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  薄膜的平均电阻率分别为  $74.40 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ 、 $1.52 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ 、 $5.08 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{m}$ 。

3) 制备的薄膜可以承受高温高速热等离子体射流的短时间冲击加热,能够应用于热流密度动态测量的探针表面。

## 参考文献

- [1] Pfender E, Spores R, Chen W. A new look at the thermal and gas dynamic characteristics of a plasma [J]. *Jet. Int. J. Mater. Product Technology*, 1995, 10(3-6): 548-565.
- [2] Chen X, Han P, Li H P, et al. Measurement of the heat flux, impact pressure and electron temperature on the surface of a plate impinged normally by a thermal plasma jet [M]. *Proc. of ISPC*, 1999.
- [3] 孟显, 潘文霞, 吴承康. 层流高温部分电离气体射流流密度分布动态测量与分析 [J]. *中国工程热物理学报*, 2005, 26(1): 137-139.
- [4] Zeman P, Takabayashi S. Effect of total and oxygen partial pressures on structure of photocatalytic  $\text{TiO}_2$  films sputtered on unheated substrate [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 153: 93-99.
- [5] 唐伟忠. 薄膜材料制备原理、技术及应用 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1998.
- [6] Hembram K P S S, Rao G M. Properties of zirconia thin films prepared by reactive magnetron sputtering [J]. *Materials Letters*, 2007, 61: 502-505.
- [7] Jeon T S, White J M, Kwoong D L. Thermal stability of ultrathin  $\text{ZrO}_2$  films prepared by chemical vapor deposition on Si (100) [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2001, 78(3): 368-370.
- [8] Yan D, He J, Li X, et al. An investigation of the corrosion behavior of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -based ceramic composite coatings in dilute HCl solution [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2001, 141: 1-6.
- [9] 刘新福, 孙以材, 刘东升. 四探针技术测量薄层电阻的原理及应用 [J]. *半导体技术*, 2004, 29(7): 48-52.
- [10] 师昌绪. 材料大词典 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1994.

\* 国家自然科学基金资助项目 (No. 10621202)

作者简介: 贾军伟 (1983-), 男, 硕士研究生, 研究方向为真空镀膜和热等离子体的应用。

收稿日期: 2008 年 3 月 28 日

责任编辑 王亚昆

**Key words :** bearing bush ;sliding bearing ;bimetallic bearing ; combination technology

### **Influence of Processing Parameters on Optical Properties of TiN Films Deposited by Magnetron Sputtering**

YANG Zhiyuan ,XIONG Jiping ,ZUO Yu (School of Material Science & Engineering ,Beijing University of Chemical Technology ,Beijing 100029 ,China)

**Abstract :** TiN films were grown on glass substrates by DC magnetron sputtering at different Ar and N<sub>2</sub> partial pressure ratios and times. The influence of TiN films on the transmission performance of ultraviolet-visible-near-infrared light ,and influence on the reflection of infrared properties of the middle-far infrared light were studied in this paper. The result shows that the TiN film behave lower light transmittance , and have a better middle and far distance infrared reflectance as the increase of  $A_{Ar/N_2}$  . In addition ,with the increase of the film thickness ,its sheet resistance R<sub>s</sub> sharply drop-off ,but the middle and far distance infrared reflectance quickly climbs up to nearly 70 % .

**Key words :** TiN ; magnetron sputtering ; optical properties ; sheet resistance

### **Magnetron Sputtering Weldability Thin Films Based on the Ferrites Parent Metal**

ZHANG Ye ,HU Jianghua (CETC No. 38 Research Institute , Hefei 230031 ,China)

**Abstract :** This paper compares many kinds of ways of ferrites surface metallization ,and introduces in detail the technological process of magnetron sputtering method to carry on metallized processing to the ferrites parent metal ,and carries on the performance test to the metal compound film that used this craft preparation. The results indicate that this craft definitely can satisfy the welding performance request of the ferrites microwave device.

**Key words :** ferrites parent metal ; magnetron sputtering ; compound film

### **Quick Test Method for Antifouling Performance of the Low Surface Energy coatings**

QIAN Siwen<sup>1</sup> ,DONG Shuhua<sup>2</sup> ,Liuyong<sup>3</sup> ,WU Wenjian<sup>1</sup> (1. Department of Material Engineering & Applied Chemistry , National University of Defense Technology , Changsha 410073 ,China ;2. No. 92001 Troop ,Qingdao 266011 ,China ; 3. No. 91663 Troop ,Qingdao 266012 ,China)

**Abstract :** A quick test method for antifouling performance of the low surface energy coatings was described ,which based on the mechanism and process of bioadhesion. The short-term ,long-term antifouling performance was investigated during microorganism test ,static and dynamic seawater immersion ,which compared with conventional field test methods. The results show that the test method proposed in this paper is effective for evaluating the antifouling performance of the low surface energy coatings.

**Key words :** low surface energy ; antifouling performance ; adhesion ; test method

### **Preparation Bulk Fine Crystal Materials by SPD**

ZHANG Juan ,LIU Changrui ,WANG Kuaishe ,REN Hongxia (School of Metal Engineering ,Xi'an University of Architecture and Technology ,Xi'an 710055 ,China)

**Abstract :** Using the severe plastic deformation (SPD) technology to produce the block body fine crystal material have obtained rapid development in recent years. This method is suitable for the different metal ,the alloy ,the intermetallic compound and so on ,that caused the material to obtain the outstanding performance ,therefore has received more and more attention. This paper summarizes the common method used and its work principle of SPD ,points out the present state of preparing bulk fine crystal materials from SPD ,and the existent problem of SPD.

**Key words :** severe plastic deformation ; work principle ; strain capacity ; grain refining

### **Measures of Reducing the Brittleness of Boriding Layer**

DONG Zhanwu<sup>1</sup> ,WANG Yonggang<sup>2</sup> (1. School of Material Science & Engineering ,Henan University of Science and Technology ,Luoyang 471003 ,China ;2. Department of Mechanical & Electrical Engineering ,Yongcheng Vocational College ,Yongcheng 476600 ,China)

**Abstract :** A number of factors that cause the brittleness of the boriding layer on steel are analyzed and discussed. Furthermore ,some methods to alleviate the brittleness of boriding layer are proposed as follows. Introducing such elements as nitrogen ,some transition or rare earth metals can effectively decrease the intrinsic brittleness of the boriding layer. The brittleness can also be improved by selecting the type of steels ,control the purification of the technical materials used ,performance polybasic boriding and optimization the parameters of the post-heat treatment ,and so on. Among the above several technologies ,such as multi-element boriding ,laser cladding and self-propagating high temperature boriding and eutecticum had marked effects. The application of boriding process would be widely extended when the shortcoming of the brittleness of the boriding layer was solved.

**Key words :** brittleness of the boriding layer ; laser cladding ; polybasic boriding ; application

### **The Research of Copper Corrosion in Natural Environment**

LIU Qiong<sup>1</sup> ,WANG Qingjuan<sup>1,2</sup> ,DU Zhongze<sup>1</sup> (1. Department of Metallurgy Engineering ,Xi'an University of Architecture and Technology ,Xi'an 710055 ,China ;2. College of Materials Science and Engineering ,Xi'an Jiaotong University ,Xi'an 710049 ,China)

**Abstract :** This paper presents the research results of the corrosion situation of copper and copper alloys in the exposed and simulation of atmospheric environment ,marine environment ,soil environment ,and microbial environment at home and abroad. It shows that copper tend to occur corrosion in the soil with chlorine content ,and single-phase copper alloys have better corrosion resistance than that of multi-phase copper alloys. At the same time ,it provides a theoretical basis for the restoration of some bronzes ,and offered some anti-corrosion measures. Finally ,it makes the prospect of the research trends in copper corrosion.

**Key words :** Copper ; atmospheric corrosion ; seawater corrosion ; soil corrosion ; microbial corrosion

### **Cutting Experiments on Turning High-Temperature Ni-based Alloy**

HUANG Lixin<sup>1,2</sup> ,XU Yaodong<sup>1</sup> (1. Shanghai University of Engineering Science ,Shanghai 200437 ,China ;2. Guangdong University of Technology ,Guangzhou 510006 ,China)

**Abstract :** Ni-based alloy is hard to cut ,as a kind of heat resistant and high strength alloyed steel. This essay first analyzes its mechanical properties ,then make a comparison of characteristics and its wear between the PVD and CVD coated cemented carbide tools through substantial experiments. Meanwhile cross-designed diagram are included to optimize the cutting conditions.

**Key words :** Ni-based alloy ; coated tool ; cutting parameter ; tool wear

### **Characteristics Study of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ,TiO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub> Films Deposited by Medium-Frequency Magnetron Sputtering**

JIA Junwei ,PAN Wenxia ,HANG Heji (Institute of Mechanics , Chinese Academy of Sciences ,Beijing 100190 ,China)

**Abstract :** TiO<sub>2</sub> ,ZrO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thinner than 5 μm films were deposited on copper substrate using mid-frequency dual magnetron sputtering technique. Effects of the processing parameters on the deposition rate and surface morphology of the films are studied. The electric resistances of the films are measured ,and the heat-shock resistance of the films is evaluated using an atmospheric thermal plasma-jet.

**Key words :** oxide film ; magnetron sputtering ; membrane resistance