

# 偏压对 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的微观结构及力学性能影响

齐金磊<sup>1</sup>, 王龙鹏<sup>1</sup>, 韩东亚<sup>1</sup>, 林江源<sup>1</sup>, 黄浩<sup>2</sup>, 文懋<sup>1</sup>

(1. 吉林大学 材料科学与工程学院, 吉林 长春 130012)

(2. 中国航发北京航空材料研究院, 北京 100095)

**摘要:** 利用 PVD 技术在不同偏压下制备了一系列 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜, 通过 XPS、XRD、SEM、AFM、纳米压痕仪以及显微硬度计等详细研究了偏压对于 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜组分、沉积率、微观结构、硬度和断裂韧性的影响。结果表明: 施加偏压可以增大溅射过程中被离子化部分带电离子的动能, 从而显著提高 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的沉积率、内部结构的致密性以及表面平整性; 此外, 适当偏压的引入可以诱导生成非晶包裹纳米晶的纳米复合结构, 这种包裹态的双相纳米复合结构提供了大量晶界, 增强了对位错的阻碍作用, 位错堆积在晶界处无法继续运动从而导致硬度的增加。同时, 大量存在的晶界可以消耗裂纹传播的能量、抑制宏观裂纹的产生, 从而显著增强 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的断裂韧性。

**关键词:** Ni<sub>3</sub>Al 薄膜; 沉积率; 双相纳米复合结构; 硬度; 断裂韧性

**中图分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5;TB43

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2023)11-3825-07

随着航空工业的不断发展, Ni 基合金作为先进航空发动机中重要的热端部件材料受到了人们越来越多的关注<sup>[1-6]</sup>, 被广泛应用于制作涡轮叶片、导向叶片、涡轮盘等零件, 在航空发动机等领域发挥着至关重要的作用<sup>[7-11]</sup>, Ni-Al 高温合金具有高 Al 含量的特点, 使其拥有轻质、高比强度与比刚度、高初熔温度和应用温度范围广等优点, 是 Ni 基高温金属结构材料中性能最为突出的材料之一<sup>[12-15]</sup>。Ni-Al 系金属间化合物包括 NiAl、Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>、Ni<sub>3</sub>Al、Ni<sub>5</sub>Al<sub>3</sub>、NiAl<sub>3</sub> 等多种存在形式。目前, Ni<sub>3</sub>Al 是 Ni-Al 系材料中熔点最高、研究最多的化合物之一<sup>[16]</sup>。自 1957 年, Westbrook 发现 Ni<sub>3</sub>Al 的硬度随温度升高而提高的反常现象 (峰值温度下屈服强度的正温效应) 后便引起了人们对 Ni<sub>3</sub>Al 的兴趣<sup>[17]</sup>, 并对其进行了详细研究。Ni<sub>3</sub>Al 具有轻质 (7.8~8.3 g/cm<sup>3</sup>)、高熔点 (1395 °C)、高温比强度与比刚度高、应用温度范围广、高温抗氧化和耐腐蚀性能<sup>[7,18]</sup>, 工艺性能优异、成本低和综合性能好等优点<sup>[19]</sup>, 作为高温结构材料在民用和军事工业中有着广阔的应用前景。然而, Ni<sub>3</sub>Al 具有本征脆性, 常发生沿晶脆断, 是制约其工程化应用的障碍之一<sup>[20]</sup>, 表明这类材料在具有巨大应用潜力的同时也存在一定缺陷, 目前 Ni<sub>3</sub>Al 的研究还处于发展阶段, 在工程应用道路上还有许多困难需要克服, 距离实用材料还有一

段距离。因此很有必要对 Ni<sub>3</sub>Al 进行性能优化。

基于此, 本实验通过 PVD 技术在衬底和等离子体之间施加偏压引入额外的电场, 通过改变偏压提高溅射过程中被离子化部分带电离子的动能, 增强其沉积在薄膜表面的迁移和吸附能力, 使之能更好的填充晶粒之间的缝隙, 从而减少孔洞和间隙的产生、提高薄膜的结构致密性, 实现对薄膜微观组织结构的调控, 进而期待获得力学性能优异的 Ni<sub>3</sub>Al 材料, 为 Ni<sub>3</sub>Al 的实际工程应用提供一定理论参考。

## 1 实验

采用磁控溅射系统 (DPS-III) 在不同偏压下制备了 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜, 靶材选用 Ni<sub>3</sub>Al 靶 (直径 60 mm, 厚度 3 mm, 纯度 99.95%)。以单晶 Si 片 (100) 作为衬底 (25 mm×25 mm×0.7 mm), 安装进镀膜室之前分别在丙酮、乙醇、去离子水中超声清洗 20 min 后烘干以除去表面杂质及灰尘。调节靶基距为 80 mm。溅射前将镀膜室抽至真空度优于 5×10<sup>-4</sup> Pa。溅射过程中通入 Ar (99.999%), 流量控制为 60 mL/min, 工作气压控制在 0.8 Pa, 室温溅射, 偏压设置为 0、-80、-160、-240 V, 衬底架转速为 6 r/min, Ni<sub>3</sub>Al 靶采用直流溅射, 电流设定为 0.4 A, 溅射时间分别为 68、47、40、51 min, 样品厚度约 2 μm。

收稿日期: 2023-03-16

基金项目: 国家自然科学基金 (51672101, 51871109, 51972139); 国家重点研发计划 (2016YFA0200400); 吉林大学科技创新研究团队计划 (2017TD-09)

作者简介: 齐金磊, 男, 1993 年生, 博士生, 吉林大学材料科学与工程学院, 吉林 长春 130012, E-mail: qijinlei0707@163.com

使用 X 射线光电子能谱 (XPS, ESCALAB-250) 对样品的成分进行表征, 通过 X 射线衍射仪 (XRD) 在  $\theta$ - $2\theta$  模式下对施加不同偏压获得的  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜进行测试以确定晶体结构, 射线源采用  $\text{Cu K}\alpha$  射线 ( $\lambda=0.154\ 18\ \text{nm}$ , 增量  $0.02^\circ$ , 扫描速度为  $0.2\ \text{s/step}$ ), 随后采用高分辨电子显微镜 (HRTEM, JEOL2100F) 确定薄膜的微观结构。样品的表面粗糙度通过原子力电子显微镜 (AFM, Dimension Icon, Veeco Instruments/Bruker, 德国) 获得。样品的硬度和弹性模量采用纳米压痕仪 (MTS Nanoindenter XP) 在连续刚度模式下 (CSM) 进行测量, 为消除误差在样品表面随机选取 9 个位置进行测试取平均值。薄膜的断裂韧性通过数显显微硬度计 (HVS-1000) 测试, 以径向裂纹的扩展长度作为断裂韧性差异的判定标准。样品表面、截面以及压痕诱导的薄膜断裂信息通过扫描电子显微镜 (SEM, JEOL JSM 6700 F) 获取。

## 2 结果与讨论

### 2.1 偏压对 $\text{Ni}_3\text{Al}$ 薄膜沉积率的影响

如前所述,  $\text{Ni-Al}$  系合金具有多种金属间化合物, 且直接以  $\text{Ni}_3\text{Al}$  作为靶源进行溅射。由于各金属元素的溅射产额不同, 获得的薄膜化学计量比与靶材成分可能会有偏差。因此, 为确定以  $\text{Ni}_3\text{Al}$  作为靶源获得的沉积薄膜组成成分, 对其成分进行了 XPS 测试, 结果如图 1 所示。图 1a 为薄膜的  $\text{Ni } 2p_{3/2}$  图谱, 不同偏压的 4 个样品图谱中同时存在强  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $852.9\ \text{eV}$ ) 峰和微弱的  $\text{NiO}$  ( $854.4\ \text{eV}$ ) 峰<sup>[21-22]</sup>。图 1b 为薄膜的  $\text{Al } 2p$  图谱, 化合物的主要存在形式为  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $72.4\ \text{eV}$ ) 并伴随着微弱的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $74.2\ \text{eV}$ )<sup>[23-24]</sup>。显然随着偏压的改变,  $\text{Ni } 2p_{3/2}$ 、 $\text{Al } 2p$  图谱的峰位、峰型没有发生明显改变, 说明获得的沉积薄膜除表面发生轻微氧化外, 主要成分仍为  $\text{Ni}_3\text{Al}$ 。

图 2 为不同偏压下  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜厚度除以沉积时间获得的沉积率变化曲线, 未施加偏压时, 薄膜的沉积率为  $29.2\ \text{nm/min}$ 。施加偏压后发现沉积率与未施加时有明显差异, 整体呈现出先增大后降低的趋势, 在  $u=-160\ \text{V}$  时达到最大为  $49.4\ \text{nm/min}$ 。偏压的引入能够调节薄膜生长表面沉积原子流密度及能量分布, 从而影响薄膜的沉积率<sup>[25-26]</sup>。未施加偏压时,  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜的沉积率较低可能是因为溅射粒子总体能量较低不足以使其全部到达衬底表面。施加偏压后在衬底和靶材之间形成加速电场, 吸引溅射粒子中离化部分带电粒子的数量大幅增加, 到达薄膜表面的沉积原子数量多, 表现为提高偏压沉积率逐渐增大<sup>[27]</sup>。而当偏压超过  $-160\ \text{V}$  时薄膜沉积率急剧降低则是因为过高的偏压使得薄膜表面反溅射作用增强, 沉积原子附着困难, 表现为薄膜沉积率开始出现下降。

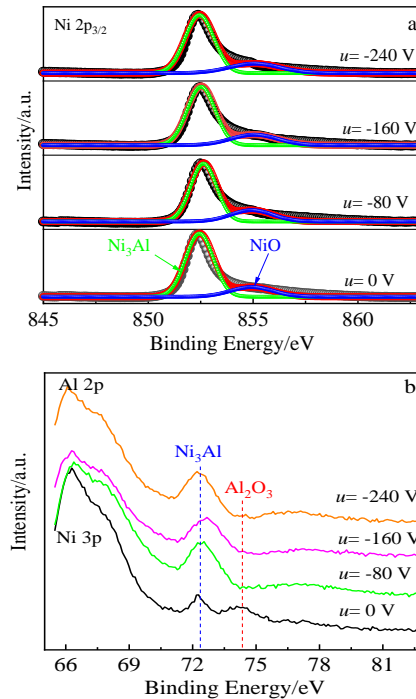


图 1 不同偏压下沉积薄膜的  $\text{Ni } 2p_{3/2}$  和  $\text{Al } 2p$  XPS 图谱  
Fig.1 Typical XPS core levels spectra of  $\text{Ni } 2p_{3/2}$  (a) and  $\text{Al } 2p$  (b) for the deposited films

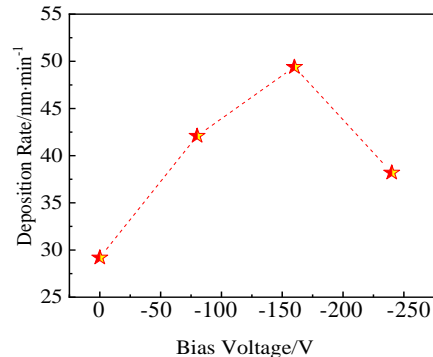


图 2 衬底偏压对  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜沉积率的影响  
Fig.2 Influence of bias voltage on growth of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  films

### 2.2 偏压对 $\text{Ni}_3\text{Al}$ 薄膜微观结构的影响

图 3 为不同偏压下制备的  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜的 XRD 图谱, 从图中可以很明显看出随着偏压的变化, 所有样品均只在  $2\theta \approx 43.6^\circ$  处出现了衍射峰, 对应于  $\text{Cubic-Ni}_3\text{Al}$  (111), (ICDD PDF#09-0097)。说明在溅射过程中, (111) 晶面在不同的偏压条件下均为择优生长晶面。并且可以很明显看到随着偏压的增大衍射峰的强度明显增强, 其强度变化与薄膜的结晶程度密切相关。当  $u=0$  时,  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜仅呈现出微弱的衍射峰, 这可能是因为在不施加偏压的情况下沉积原子的初始

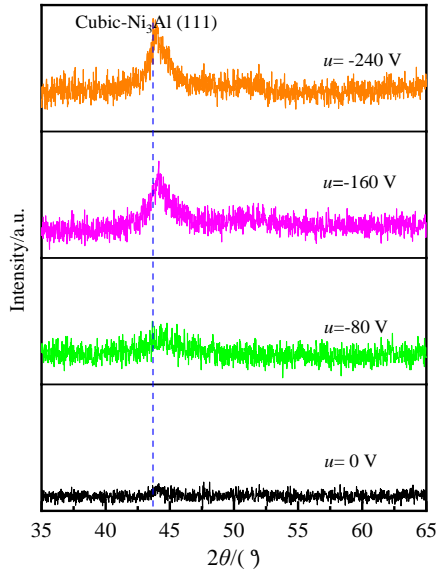


图 3 不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages

能量较低，薄膜内部结构不够致密，导致了其较差的结晶性。随着偏压的施加并逐渐增大，提高溅射过程中被离化部分带电离子的动能，强化了吸附原子在薄膜表面的迁移能力使得薄膜的结晶能力提高<sup>[28-29]</sup>，即表现为衍射峰的强度显著增强。为进一步探究其结晶性差异的原因选取样品进行 TEM 测试。

图 4 为偏压  $u=0$ 、 $-80$  以及  $-160$  V 时 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的 HRTEM 照片，根据选区电子衍射花样可以看出在不同偏压下获得的薄膜均为 Cubic-Ni<sub>3</sub>Al 结构，然而，偏压对于薄膜的结晶性以及晶粒尺寸有很明显的影响。当  $u=0$  时 (图 4a)，薄膜具有较差的结晶性，与 XRD 的测试结果相吻合，图中可以看到被大片的非晶区域零星包裹的细小晶粒，其晶面间距为 0.2091 nm，对应于 Cubic-Ni<sub>3</sub>Al (111)；当施加  $-80$  V 的偏压后发现非晶区域大量减少，纳米晶颗粒增多并均匀的镶嵌在非晶基体中，晶核尺寸在 5~8 nm(表 1)，整体呈现出典型非晶包裹纳米晶的双相纳米复合结构，纳米晶的晶面间距仍对应 Cubic-Ni<sub>3</sub>Al (111) (图 4b)；继续增大偏压到  $-160$  V 时发现非晶区域进一步缩小，薄膜结晶度进一步提高，纳米晶仍主要以 Cubic-Ni<sub>3</sub>Al (111) 取向结晶，其晶粒尺寸增大到 15~22 nm(图 4c，表 1)。通过对比发现，HRTEM 与 XRD 测试结果相吻合，这种通过施加偏压使薄膜主体结晶性得到提高的现象在钛合金研究中也有类似的报道<sup>[30]</sup>。

图 5 给出了不同偏压条件下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的截面 SEM 照片。当没有施加偏压时 (图 5a)，薄膜内部没有明显的柱状晶粒存在，呈现出类似于非晶薄膜的生长方式，这可能与其相对低的结晶度有关，薄膜整体结构也较为疏松。很明显，当施加偏压后发现薄膜都以典型的柱状晶结构生长，并且柱状晶沿解理面几乎贯穿整个膜层。当  $u=-80$  V 时 (图 5b)，薄膜内部主要为

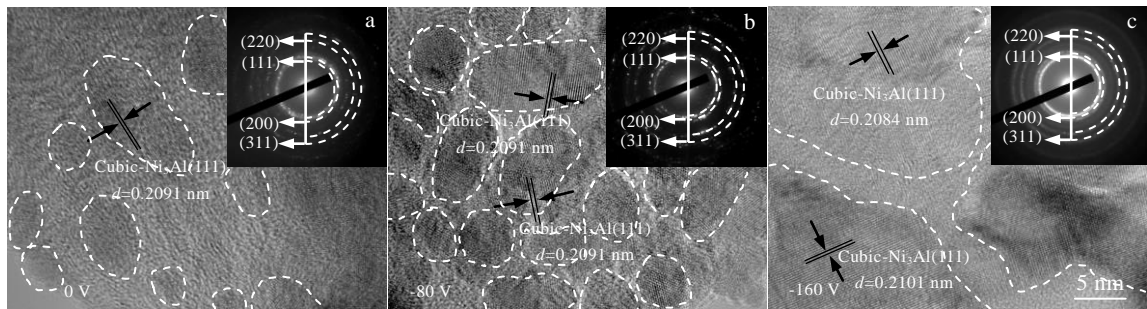


图 4 偏压为 0、 $-80$  和  $-160$  V 时 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的 HRTEM 照片和 SAED 花样

Fig.4 HRTEM images and SAED patterns of Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages: (a) 0 V, (b)  $-80$  V, and (c)  $-160$  V

表 1 不同偏压 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜硬度、模量等参数汇总

Table 1 Summary of hardness, modulus and other parameters of Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages

Voltage/ V	Deposition rate/nm min <sup>-1</sup>	Hardness/ GPa	Modulus/ GPa	Roughness/ nm	Grain size/nm
0	29.2	6.9	111.2	10.1	-
-80	42.1	10.2	136.3	5.8	5-8
-160	49.4	8.0	114.1	7.8	15-22
-240	38.2	8.6	125.8	13.2	18-26

非晶包裹纳米晶的纳米复合结构，此时样品截面结构最为致密，主要是因为偏压的引入可以加速被离化的带电离子轰击靶材表面，使得靶材原子在薄膜表面获得高迁移率，沉积到衬底表面能够很好的填充柱状晶之间的缝隙<sup>[26]</sup>，从而使得薄膜变得更加致密。随着偏压加大，截面柱状晶粒尺寸逐渐变大，这可能是因为偏压增大，沉积原子的能量增强增大了原子的结晶能力<sup>[25]</sup>。这种柱状晶的逐渐演化也影响到了薄膜表面的

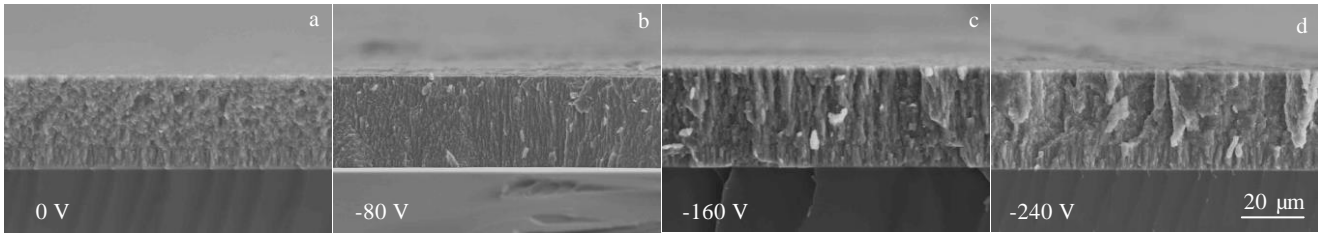


图 5 不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的截面 SEM 照片

Fig.5 SEM images of Ni<sub>3</sub>Al films cross-section at different substrate bias voltages: (a) 0 V, (b) -80 V, (c) -160 V, and (d) -240 V

形貌变化。图 6 为不同形貌偏压条件下 Ni<sub>3</sub>Al 基体薄膜的表面 SEM 和 AFM 照片。正如预期的那样，当截面结构致密时  $u=-80\text{ V}$ ，薄膜表面相对平整 (图 6a)，当晶粒尺寸变大后，表面颗粒的尺寸也逐渐变大，并且颗粒的间隙也逐渐变大。另外，从表面 AFM 形貌也可以得到印证。如图 6b，所有的薄膜样品都呈现出岛状生长模式，初期以三维形核方式，形成一个个孤立的岛和沟道，随着岛的数目增加，沟道逐渐减少，最终岛与岛合并形成连续的薄膜<sup>[31]</sup>。在不加偏压时，薄膜表面颗粒的波峰与波谷相对于轮廓平均线的均方根值偏差较大，即表面均方根粗糙度  $R_q$  较大 ( $R_q=10.1\text{ nm}$ )，薄膜表面平整性较差，并且颗粒之间结构也比较疏松。当施加-80 V 偏压时，岛的尺寸变得细化，而且更加均匀，表面粗糙度显著降低 ( $R_q=5.8\text{ nm}$ )，并且颗粒排布越来越致密，这与样品截面观察到的柱状致密结构是一致的。薄膜的沉积是表面生长和表面破坏共存的动态过程，施加适当偏压，沉积原子获得的能量较高，其对表面已经沉积原子有一定的溅射作用，使得薄膜表面的岛和微凸被优先溅射导致颗粒的间隙

变小，从而减少孔洞和间隙的产生<sup>[28]</sup>。此外，偏压的引入导致高能量的沉积原子与衬底发生碰撞的同时也会引起衬底温度的升高，引起沉积原子在薄膜表面扩散和参加化学反应的能力增强，诱导团聚颗粒在生长时连续批次的靠近并且不断的吸附原子填充间隙或沟道，在沟道内会形成新的凸起并长大，最终行成排布紧密的结构<sup>[27,32]</sup>，这样就对薄膜表面起到一定的平滑作用并且还能提高薄膜的致密性。在施加高偏压下，薄膜表面物理反溅射变得强烈，表面凸起增多，出现了明显的沟壑，岛状间隙增大，与此同时薄膜粗糙度  $R_q$  值大幅增加。尤其是当偏压为-240 V 时， $R_q$  增大为 13.2 nm。说明在高偏压下离子的轰击能量增大，反溅射起主导作用，使得表面的粗糙度开始升高<sup>[25-26]</sup>。即当衬底偏压值在最优沉积窗口偏压内时，薄膜具有较小的粗糙度，当偏压偏离最优沉积窗口偏压时，薄膜粗糙度会增大，不利于获得平整的表面。

### 2.3 偏压对 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜力学性能的影响

通过纳米压痕仪对不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的硬度和模量进行了测试，实验结果如图 7。很明显，施加

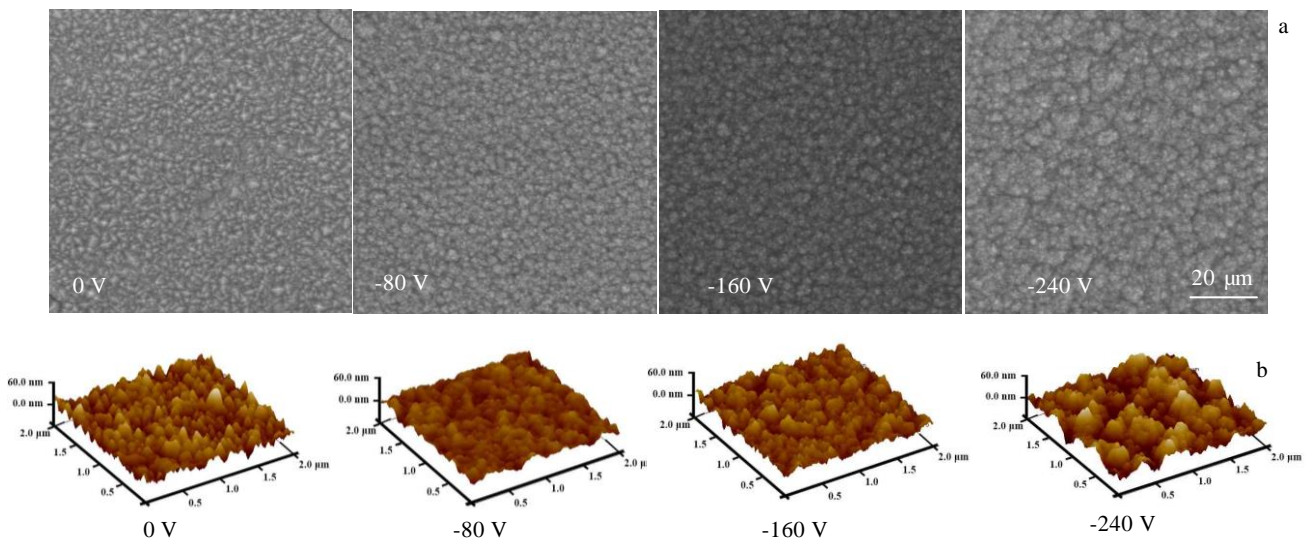


图 6 不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的表面 SEM 和 AFM 照片

Fig.6 SEM (a) and AFM images (b) of Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages

不同偏压后薄膜的硬度和模量表现出相同的变化规律。未施加偏压时，薄膜的硬度和模量分别为 6.9 GPa 和 111.2 GPa；当施加偏压  $u=-80$  V 时，薄膜具有致密结构的同时硬度和模量也呈现出最大值，分别为 10.2 GPa 和 136.3 GPa；随着偏压的继续增加，硬度和模量呈现下降的趋势后又有提升，整体上相对于  $u=-80$  V 的薄膜有下降但仍然高于不施加偏压的薄膜。一方面薄膜硬度的提高来源于内部致密性的提高<sup>[26,33]</sup>，当施加一定的偏压后，额外的电场使得被离子化的溅射离子能量提高，增强了粒子在薄膜表面的迁移能力，这种具有高迁移能力的粒子能够很好地填充薄膜内部缝隙、降低孔隙率<sup>[27]</sup>，薄膜致密性提高，从而使得薄膜硬度提高。但是通过控制偏压改变薄膜致密性强化方式不能完全解释薄膜硬度的大幅提升，硬度的提升更得益于薄膜内部由结晶相和非晶相形成的双相包裹的纳米复合结构。如图 4b，施加一定偏压，薄膜结晶性提高，非晶相减少并均匀的包裹在纳米晶周围形成非晶包裹纳米晶的纳米复合结构。纳米晶核会抑制非晶相内部的剪切带扩散，非晶壳会抑制晶界滑移和晶粒偏转<sup>[34]</sup>。与单一相结构不同的是，大量的双相晶界还会吸收和容纳周围的位错，有效抑制位错滑移，从而实现硬度的提升。薄膜内部微观结构演变导致的 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜硬度变化也可以用图 8 示意图解释，未施加偏压时，薄膜接近于非晶或纳米晶尺寸 ( $s$ ) 较小，晶粒间隔 ( $w$ ) 很大，这使得 Ni<sub>3</sub>Al 晶粒可以在很大空间范围内发生滑移和旋转，并且在非晶相中更容易形成裂纹，导致薄膜呈现出较低的硬度；当施加 -80 V 偏压时，薄膜呈现出致密的非晶包裹纳米晶的纳米复合结构，晶核尺寸在 5~8 nm，晶粒间隔在 1~5 nm。当  $s > w$  时，高密度晶界将会抑制位错的开启，可以避免晶界的滑移，实现增硬的效果<sup>[33]</sup>。

除了硬度外，优异的断裂韧性也是评价薄膜力学性能的重要指标，通常压痕诱导的裂纹扩展情况可直

观反映薄膜的断裂行为，随后将不同偏压下的 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜用显微硬度计进行了压痕测试，压痕扫描形貌如图 9。很明显，在未施加偏压时，Ni<sub>3</sub>Al 薄膜经过压痕测试后压痕周围发生了严重断裂，产生大量裂纹。当引入 -80 V 偏压后，在压痕周围几乎观察不到裂纹的产生，并且随着偏压增大在压痕周围也没有明显的裂纹出

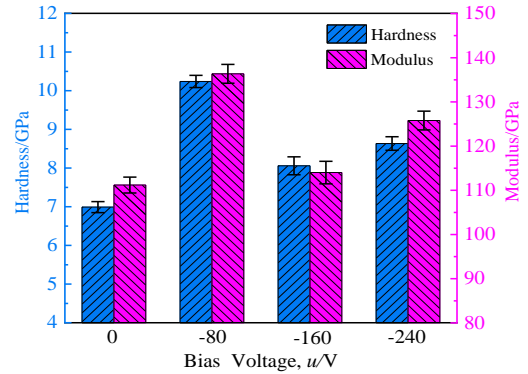


图 7 不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的硬度和模量  
Fig.7 Hardness and modulus of Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages

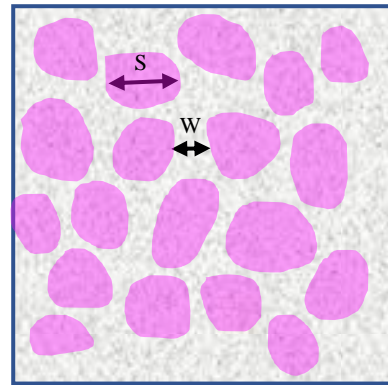


图 8 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜的纳米复合结构模型  
Fig.8 Nanocomposite structure model of Ni<sub>3</sub>Al films

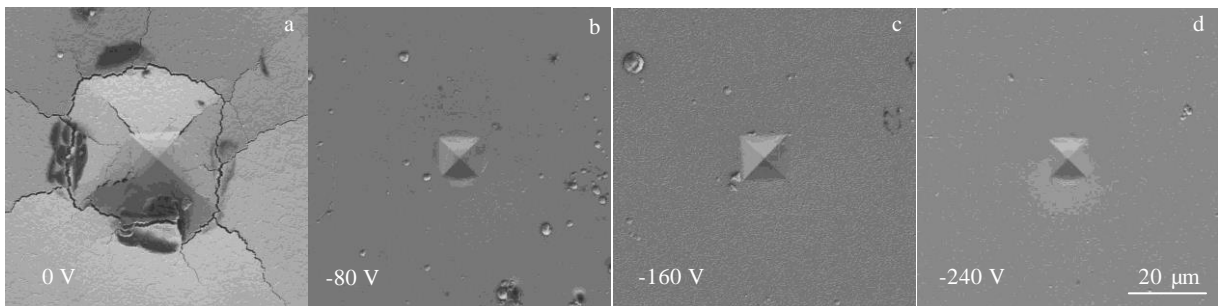


图 9 不同偏压下 Ni<sub>3</sub>Al 薄膜在显微硬度计载荷为 1 N 的压痕 SEM 照片  
Fig.9 SEM images of indent imprints after indenting to 1 N by microhardness tester for Ni<sub>3</sub>Al films at different substrate bias voltages: (a) 0 V, (b) -80 V, (c) -160 V, and (d) -240 V

现,表明偏压的引入可有效改善  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜的断裂韧性。断裂韧性的提升一方面是偏压的引入增大了沉积原子的初始动能,提高了薄膜的致密程度,可有效释放外载荷引起的应力集中,使得载荷在发生断裂前能承受较大形变<sup>[35]</sup>。另一方面,相比于没有施加偏压的  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜,施加偏压后,由非晶相和结晶相构成的致密包裹态的双相纳米复合结构,引入大量晶界,这些晶界的存在可以消耗裂纹传播的能量<sup>[36]</sup>,在增强断裂韧性方面发挥了重要作用。一般来说材料越硬其断裂韧性越差,在本工作中通过改变偏压实现了  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜的硬度和断裂韧性同时提高,拓宽了其适用范围。

### 3 结 论

1) 利用 PVD 技术通过施加不同偏压制备了一系列  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜。

2) 以  $\text{Ni}_3\text{Al}$  作为靶源进行溅射金属元素的溅射产额相同,获得的薄膜化学计量比与靶材成分相同均为  $\text{Ni}_3\text{Al}$ 。

3) 施加偏压后在衬底和等离子之间形成加速电场,被离化的带电离子在电场中获得加速,使得到达表面的原子数量增多,表现为沉积率的提高。

4) 施加偏压可提高溅射过程中被离化部分溅射离子的动能,增强其在薄膜表面的迁移和吸附能力,很好的填充晶粒之间的缝隙,从而减少孔洞和间隙的产生、提高薄膜结构的致密性和表面的平整性。

5) 施加偏压可诱导产生致密包裹态的双相纳米复合结构,这种结构可提供大量晶界导致位错堆积在晶界处无法继续滑移,同时高密度的晶界使裂纹连续发生偏转消耗了裂纹的扩散能、避免了宏观裂纹的产生,从而显著提高  $\text{Ni}_3\text{Al}$  薄膜的硬度和断裂韧性。

#### 参考文献 References

- [1] Zhang Hangqiang(张浩强). *Study on Preparation and Properties of SiC Fiber-Reinforced Ni Alloy Matrix Composites* (SiC 纤维增强 Ni 合金基复合材料的制备与性能研究)[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2020
- [2] Lin Haitao(林海涛), Shi Nanlin(石南林), Sun Chao(孙超) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2007, 43(4): 444
- [3] Zhang L, Shi N, Gong J et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2012, 28(3): 234
- [4] Li Peihuan(李佩桓), Zhang Yong(张勇), Wang Tao(王涛) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2016, 44(8): 121
- [5] Wang Shun(王顺), Wang Yang(王洋), Zhang Yuanxiang(张元祥) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(8): 2794
- [6] Du Yunling(杜云玲), Yang Yanhong(杨彦红), Zhou Yizhou(周亦胄). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3133
- [7] Peng Yuanwei(彭远祎). *Microstructure Evolution of Eutectic Area and Hot Deformation Performance of Ni<sub>3</sub>Al-based Superalloy* ( $\text{Ni}_3\text{Al}$  基高温合金共晶区微观组织演变及热压缩性能研究)[D]. Tianjin: Hebei University of Technology, 2020
- [8] Jin Dan(金丹), Long Haoyue(龙浩跃), Han Gaofeng(韩高枫) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(8): 3013
- [9] Li Junfeng(李俊峰), Wei Zhengying(魏正英), Xue Lingfeng(薛凌峰). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(8): 2783
- [10] Zhang Mai(张迈), Zhang Hui(张辉), Zhao Yunsong(赵云松) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(11): 4174
- [11] Li P, Zhang Y, Zhang G et al. *Materials Research Innovations*[J], 2014, 18(4): S4-499
- [12] Li Yunju(李运菊). *Microstructure and Compressive Property of Ni<sub>3</sub>Al Alloys*( $\text{Ni}_3\text{Al}$  的显微组织与压缩性能)[D]. Xi'an: Xi'an University of Technology, 2002
- [13] Ma Yuanjun(马元俊), Ding Yutian(丁雨田), Yan Kang(闫康) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3289
- [14] Fang Qian(方前), Zhao Lin(赵琳), Zhang Dayue(张大越) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(3): 1141
- [15] Chen J, Huang H, Zhang K et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 765: 18
- [16] Hu Xuelan(胡雪兰), Lu Ruizhi(卢睿智), Wang Zhilong(王智隆) et al. *Acta Physica Sinica*(物理学报)[J], 2020, 69(10): 212
- [17] Chen Jinlu(陈金栌), Zhu Dingyi(朱定一), Lin Dengyi(林登宜). *Materials Reports*(材料导报)[J], 2006, 20(3): 35
- [18] Xu Zhuangzhi(许壮志), Chen Xiufang(陈秀芳), Qian Cunfu(钱存富) et al. *Materials Science & Engineering*(材料科学与工程)[J], 1993, 11(43): 31, 37
- [19] Su Xikong(苏喜孔), Li Shusuo(李树索), Han Yafang(韩雅芳) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2004, 24(3): 5
- [20] Wang Jingxin(王敬欣). *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2007, 31: 83

- [21] Mao Qiao, Yang Qingqing, Xiong Weihao *et al.* *Ceramics International*[J], 2018, 44: 13 303
- [22] Jin Jun, Marshal Dhayal, Joong-Hyeok Shin *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2008, 254: 4557
- [23] Zhang Zhixi(张志玺), Cao Yiran(曹依然), Cao Guanghui(操光辉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2021, 50(4): 1270
- [24] Qi J L, Wang L P, Zhang Y *et al.* *Surface and Coatings Technology*[J], 2021, 405: 126 724
- [25] Guang Lei(光磊). *Effects of Bias Voltage on Structure and Dielectric Constant of CN<sub>x</sub> Films*(沉积偏压对 CN<sub>x</sub> 薄膜结构性能及介电常数的影响)[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2009
- [26] Liu Weijie(刘伟杰), Wang Chenglei(王成磊), Liang Chaojie(梁朝杰) *et al.* *Shanghai Metals*(上海金属)[J], 2021, 43(6): 14, 31
- [27] Xue Chen(薛晨). *Effect of Substrate Bias Voltage on Structural and Properties of MoS<sub>2</sub>-Ti and MoS<sub>2</sub>-Ti/TiN Composite Films*(基体负偏压对 MoS<sub>2</sub>-Ti 及 MoS<sub>2</sub>-Ti/TiN 复合薄膜结构与性能影响的研究)[D]. Xi'an: Xi'an University of Technology, 2018
- [28] Han Liang(韩亮), Zhang Tao(张涛), Liu Delian(刘德连) *et al.* *Lubrication Engineering*(润滑与密封)[J], 2012, 37(10): 10
- [29] Zhang Shuming(张书铭). *Studies on Preparation and Properties of Continuous SiC Fiber Reinforced Ti<sub>2</sub>AlNb Matrix Composites* (连续 SiC 纤维增强 Ti<sub>2</sub>AlNb 基复合材料的制备及其力学性能研究)[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2019
- [30] Liu Yinglong, Liu Fang, Wu Qian *et al.* *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24: 2870
- [31] Yang Libin(杨利斌), Chai Yuesheng(柴跃生), Zhang Mingang(张敏刚) *et al.* *Electronic Components and Materials*(电子元件与材料)[J], 2011, 30(9): 21
- [32] André Anders. *Thin Solid Films*[J], 2010, 518: 4087
- [33] Chen Jianhong(陈建宏). *The Investigation on the Preparation and the Interfacial Diffusion Behaviour in the SiC Fiber Reinforced Ni<sub>3</sub>Al Matrix Composites*(SiC 纤维增强 Ni<sub>3</sub>Al 复合材料制备及界面扩散行为研究)[D]. Changchun: Jilin University, 2019
- [34] Wang Meijia, Zhang Kan, Zhang Yu. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2020, 819: 153 039
- [35] Du Suxuan(杜苏轩). *Investigation on the Microstructure, Mechanical Properties and Tribological for TaC-Based Films*(TaC 基薄膜的微观结构、力学性能和摩擦行为的研究)[D]. Changchun: Jilin University, 2018
- [36] Ren Ping, Wen Mao, Zhang Kan *et al.* *Acta Materialia*[J], 2018, 160: 72

## Effect of Bias Voltage on Microstructure and Mechanical Properties of Ni<sub>3</sub>Al Films

Qi Jinlei<sup>1</sup>, Wang Longpeng<sup>1</sup>, Han Dongya<sup>1</sup>, Lin Jiangyuan<sup>1</sup>, Huang Hao<sup>2</sup>, Wen Mao<sup>1</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Jilin University, Changchun 130012, China)

(2. AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**Abstract:** A series of Ni<sub>3</sub>Al films were prepared by magnetron sputtering at different bias voltages. Then the effect of bias voltage on the composition, deposition rate, microstructure, hardness and fracture toughness were studied by XPS, XRD, SEM, AFM nanoindentation and digital microhardness tester. The results show that introducing the bias voltage can increase the kinetic energy of the ionized charged ions during sputtering, and thus significantly improve the deposition rate, the density of the internal structure and the surface smoothness of Ni<sub>3</sub>Al films. In addition, the introduction of appropriate bias voltage can induce the formation of amorphous/nanocrystalline composite structure to improve the crystallinity of the films. The wrapped nanocrystalline composite with biphasic structure provides a large number of grain boundaries, which strengthen the blocking effect on dislocations, leading to the dislocation stacking at the grain boundary and resulting in the increase in hardness. Meanwhile, the large number of grain boundaries also consume the energy of crack propagation to inhibit the generation of macrocracks, and significantly enhance the fracture toughness of Ni<sub>3</sub>Al films.

**Key words:** Ni<sub>3</sub>Al films; deposition rate; biphasic nanocomposite structure; hardness; fracture toughness

Corresponding author: Wen Mao, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Jilin University, Changchun 130012, P. R. China, E-mail: wenmao225@jlu.edu.cn