

放置方向和沉积时间对 Ti 大颗粒分布状态的影响

魏永强^{1,2,3}, 魏永辉^{1,2}, 蒋志强^{1,2}, 田修波³

- (1. 郑州航空工业管理学院 机电工程学院, 郑州 450015;
2. 航空制造及装备河南省高校工程技术研究中心, 郑州 450015;
3. 哈尔滨工业大学 先进焊接与连接国家重点实验室, 哈尔滨 150001)

摘要: 目的 研究基体表面和靶表面不同放置方向以及沉积时间对 Ti 大颗粒形貌和分布规律的影响。方法 利用电弧离子镀方法在基体上制备 TiN 薄膜, 采用扫描电子显微镜观察 TiN 薄膜的表面形貌, 利用 ImageJ 图像软件对 TiN 薄膜表面中 Ti 大颗粒的数目和尺寸进行分析。结果 靶基间距保持 25 cm, 当基体表面与靶表面垂直放置时, 薄膜表面的大颗粒数目和所占面积比比平行放置时要少, 同时出现了典型的长条状大颗粒; 随着沉积时间从 5 min 增加到 50 min, 大颗粒数目和所占面积比出现先减小后增加的趋势。结论 选择基体表面与靶表面垂直放置, 沉积时间为 30~40 min 时, 薄膜的沉积厚度和减少大颗粒缺陷可以兼顾。

关键词: 电弧离子镀; TiN; 大颗粒; 放置方向; 沉积时间

中图分类号: TG174.444 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2014)05-0006-05

Influence of Placement Orientation and Deposition Time on the Morphology and Distribution of Ti Macroparticles

WEI Yong-qiang^{1,2,3}, WEI Yong-hui^{1,2}, JIANG Zhi-qiang^{1,2}, TIAN Xiu-bo³

- (1. School of Mechatronics Engineering, Zhengzhou Institute of Aeronautical Industry Management, Zhengzhou 450015, China;
2. Engineering Technology Research Center of Aviation Manufacturing & Equipment, University of Henan, Zhengzhou 450015, China;
3. State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

ABSTRACT: **Objective** The effects of different placement orientation between substrate surface and target surface and the deposition time on the morphology and distribution of Ti macroparticles (MPs) were studied. **Methods** TiN films were deposited on the substrate by the arc ion plating method, the surface morphology of the Ti films was observed by the Scanning electron microscopy (SEM) method, and the amount and size of Ti MPs in the surface of TiN films were analyzed using the scientific image software ImageJ. **Results** When the distance between the target and the substrate was 25 cm, the amount and area fraction of MPs in the films were lower when the substrate surface and the target surface were placed perpendicularly, as compared to those when the sub-

收稿日期: 2014-04-17; 修订日期: 2014-08-04

Received: 2014-04-17; Revised: 2014-08-04

基金项目: 国家自然科学基金(51401182); 航空科学基金(2012ZE55011); 河南省高校科技创新团队支持计划(2012IRTSTHN014)

Fund: Supported by the Natural Science Foundation of China (51401182), the Aviation Foundation of China (2012ZE55011) and the Program for Science & Technology Innovative Research Team (2012IRTSTHN014)

作者简介: 魏永强(1980—), 男, 博士, 讲师, 主要研究方向为薄膜材料与制备技术。

Biography: WEI Yong-qiang(1980—), Male, Ph. D., Lecturer, Research focus: coatings materials and surface technology.

strate surface and the target surface were placed in parallel. Meanwhile, a typical strip shape MPs appeared. With the deposition time increasing from 5 min to 50 min, the amount and the area fraction showed a trend of first decreasing followed by increasing.

Conclusion When the placement orientation was perpendicular between the substrate surface and the target surface, and the deposition time was 30 ~ 40 min, the deposition thickness of the film and the reduction of MPs could be achieved at the same time.

KEY WORDS: arc ion plating; TiN; macroparticles; placement orientation; deposition time

电弧离子镀以离化率高、放电状态多样、薄膜沉积速率快和膜基结合力好等优点,在各种刀具和关键零部件的工具镀、防护涂层制备等方面应用广泛^[1]。但是由于电弧离子镀弧斑的电流密度非常高($10^{10} \sim 10^{13} \text{ A/m}^2$),在局部等离子体压力的作用下^[2],会引起靶材表面熔融的金属液态颗粒喷溅,以一定的速度与基体表面碰撞并附着在薄膜表面,形成典型的大颗粒缺陷(Macroparticles,简称 MPs)^[3-5],这制约了电弧离子镀在更多优质薄膜制备领域的应用。

为了消除大颗粒对薄膜的不利影响,学者们提出了采用遮挡屏蔽^[6-7]和磁场过滤^[8-10]等方法,但是会严重减少等离子体到达基体的数量和降低薄膜的沉积速率。为了提高薄膜的沉积效率和在一定程度上降低大颗粒对薄膜的污染,目前主要利用电场抑制方法^[11],通过在基体上施加脉冲偏压^[12-13]或直流偏压^[14-16],来减少大颗粒在薄膜表面的沉积概率。针对大颗粒在薄膜表面的分布状态,笔者通过在基体上施加脉冲偏压,研究靶平面和基体平面相对位置及沉积时间对电弧离子镀中大颗粒缺陷分布规律的影响,为选择合适的靶基平面相对位置和沉积时间制备薄膜,有效减少大颗粒缺陷对薄膜表面质量污染的问题提供依据。

1 实验

试验采用的靶材为 Ti 靶(纯度 99.9%),靶材规格为 $\phi 100 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ 。试样采用 $30 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} \times 0.7 \text{ mm}$ 的 201 不锈钢,超声清洗处理后,如图 1 所示放置于真空室中,在静止状态下,分别保持基体表面与靶表面平行和垂直放置。轰击清洗后,基体上不施加偏压,靶电流为 80 A,保护气体流量为 $6 \text{ m}^3/\text{h}$,基体表面与靶表面的工作距离保持 25 cm,观察大颗粒在薄膜表面分布数目和分布形态的变化规律。采用大颗粒数目少的放置方向,研究沉积时间对大颗粒分布状态的影响。实验步骤和工艺参数如下。

1) 轰击清洗:真空度达到 $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 以下时,通入高纯 Ar(纯度 99.999%),保持气压为 0.5 Pa,对基体施加负脉冲偏压(幅值为 -1 kV,占空比为 30%,频

率为 40 kHz);接通电弧电源,引弧 Ti 靶,调整弧流并保持在 80 A,对基体表面进行钛离子轰击溅射清洗和沉积 Ti 过渡层,清洗时间为 5 min,试样保持静止。

2) TiN 薄膜沉积:通入高纯 N_2 (纯度为 99.999%),气体流量为 $6 \text{ m}^3/\text{h}$,工作气压为 0.4 Pa,调整脉冲负偏压(幅值为 -300 V,占空比为 30%,频率为 40 kHz),Ti 靶电流为 80 A,沉积时间分别调整为 5, 10, 20, 30, 40, 50 min,进行 TiN 薄膜的沉积,研究 Ti 大颗粒在薄膜表面的分布规律。

3) 冷却取样:关闭弧源和偏压电源,继续通入 N_2 冷却真空室,15 min 后取样观察。

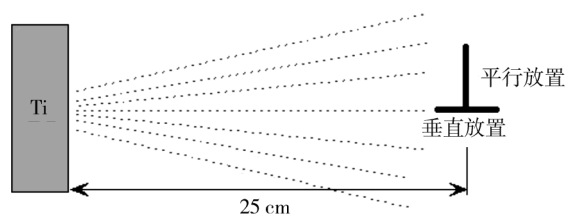


图 1 基体表面与靶材表面相对位置示意

Fig.1 Schematic diagram of placement orientation between the substrate surface and the target surface

采用 FEI Quanta 200F 扫描电镜观察薄膜的表面形貌,利用科学图像分析软件包 ImageJ 分析薄膜表面形貌,实现薄膜表面大颗粒尺寸和数目的测量及统计分析。ImageJ 可以根据图片中灰度值的差异^[17],对大颗粒的边界进行自动识别,同时对大颗粒的数目、所占面积比进行统计计算,获得大颗粒的粒径和对应的数目。

2 结果与讨论

2.1 放置方向对大颗粒分布的影响

图 2 分别为两种不同放置条件下制备的 TiN 薄膜表面形貌,大颗粒在薄膜表面表现出不同的分布特征。图 2a 为基体表面与靶表面平行时 TiN 薄膜的表面形貌,大颗粒基本上呈现扁平的椭圆状或近圆形形貌。图 2b 为基体表面与靶表面垂直放置时 TiN 薄膜

的表面形貌,薄膜表面除了分布有圆形或近圆形的大颗粒之外,还存在长条状形貌的大颗粒,这是之前很多研究没有发现的^[18-20]。由于大颗粒在到达基体表面时处于液态或者半固态,保持了一定的流动性特征,所以当其以一定的速度与基体表面碰撞时,会很容易发生塑性变形。基体表面与靶表面的相对位置不同,因此发生碰撞的方向不同,当基体表面与靶表面平行时发生正面碰撞,大颗粒最后呈现扁平的椭圆形状态,部分大颗粒由于先后到达薄膜表面,还会发生相互重叠;当基体表面与靶表面垂直时,由于处于液态的大颗粒与基体表面划过,在基体表面平行方向发生相对滑动碰撞,出现了长条状的大颗粒,如图 2b 中圆圈所示。可见,基体表面与靶表面的相对位置,将直接影响沉积后薄膜表面大颗粒的形态。

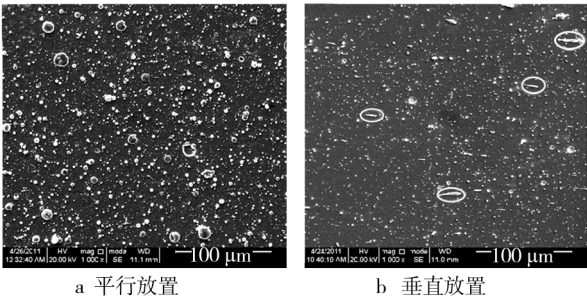


图 2 基体表面与靶材表面不同放置方向下 TiN 薄膜的表面形貌

Fig. 2 Surface morphologies of TiN films with different placement orientation between the substrate surface and the target surface

通过 ImageJ 软件对薄膜表面形貌照片进行分析,处理后的薄膜表面图像如图 3 所示。处理后的表面形貌与原表面形貌具有很好的对应,为后期分析大颗粒的准确性提供了保证。

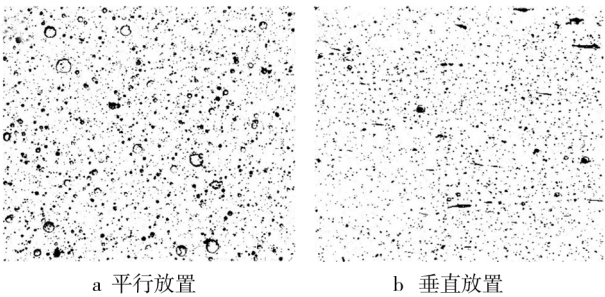


图 3 基体表面与靶材表面不同放置方向下 TiN 薄膜表面形貌的 ImageJ 软件处理结果

Fig. 3 Surface morphologies of TiN films with different placement orientation between the substrate surface and the target surface after processing by ImageJ software package

图 4 为基体表面与靶表面不同放置条件下大颗粒数目和尺寸的统计分析结果。相比于基体表面与靶表面平行的情况,垂直条件下薄膜的大颗粒尺寸和数目较小。在表面平行的情况下,大颗粒的最大直径达到 $16\text{ }\mu\text{m}$,并且 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下的大颗粒数目为 4605;垂直放置的情况下,大颗粒的最大直径达到 $11\text{ }\mu\text{m}$, $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下的大颗粒数目为 2987。

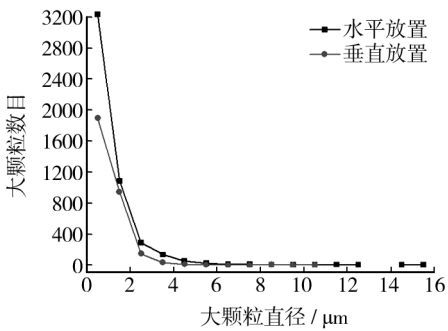


图 4 基体表面与靶材表面不同放置方向下 TiN 薄膜表面大颗粒数目和尺寸的统计结果

Fig. 4 Amount and size of MPs in TiN films with different placement orientation

图 5 为基体表面与靶表面不同放置条件下 TiN 薄膜表面大颗粒总数目和所占薄膜面积比的统计结果。当靶表面和基体表面平行时,大颗粒所占面积比为 11.8%,大颗粒总数目为 4854;当靶表面与基体表面垂直时,大颗粒所占面积比为仅占 4.8%,大颗粒总数目为 3041。可见,选择基体表面与靶表面垂直放置,能有效减少大颗粒的数目,降低大颗粒在薄膜表面所占的面积比,从而提高薄膜表面的质量。

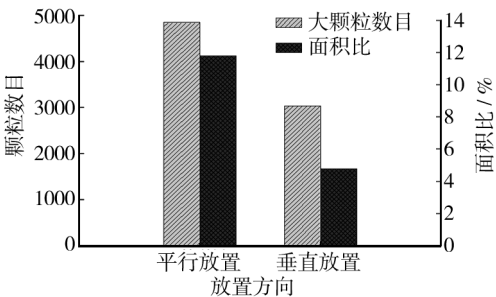


图 5 不同放置方向时 TiN 薄膜表面大颗粒总数和所占面积比的统计结果

Fig. 5 Amount and area fraction of MPs in TiN films with different placement orientation

2.2 沉积时间对大颗粒分布的影响

图 6 为基体表面与靶表面垂直放置时不同沉积时间下制备的 TiN 薄膜的表面形貌。从对薄膜形貌

的观察发现,随着沉积时间从 5 min 增加到 20 min,大颗粒的数目逐渐增加,薄膜表面出现了长条状大颗粒;当沉积时间增加到 30 min 时,薄膜表面的大颗粒数目又减少,薄膜的表面质量提高;随着沉积时间从 30 min 增加到 50 min,薄膜表面大颗粒又出现增多的变化趋势,一些尺寸较大的颗粒出现在 TiN 薄膜表面。

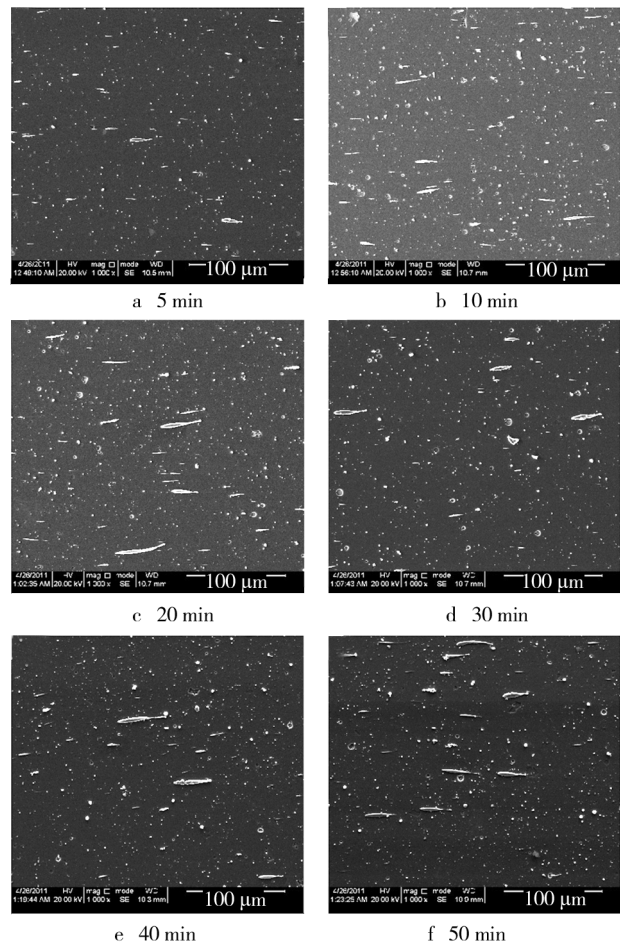


图 6 不同沉积时间下 TiN 薄膜的表面形貌

Fig. 6 Surface morphologies of TiN films with different deposition time

图 7 所示为不同沉积时间下 TiN 薄膜表面不同直径大颗粒数目的统计分析结果。随着沉积时间的增加,直径较大的大颗粒逐渐增多,当沉积时间为 50 min 时,出现最大直径为 16 μm 的大颗粒。在所有的沉积时间下制备的 TiN 薄膜表面,1 μm 以下的大颗粒数目最多,差别也很大,其中沉积时间为 20 min 时达 1489 个,30 min 时只有 807 个,沉积时间为 10 min 和 40 min 时为 1080 个,沉积时间为 5 min 和 50 min 时分别为 970 和 942 个。随着大颗粒直径的增加,不同时间下大颗粒数目的差别减小。

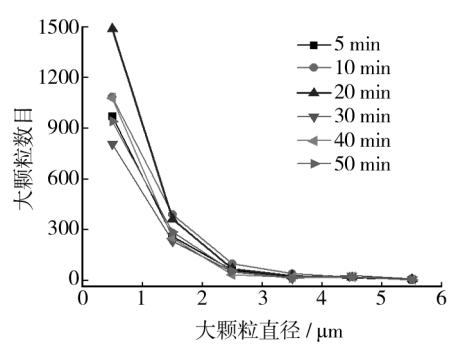


图 7 不同沉积时间下 TiN 薄膜表面大颗粒数目和尺寸的统计结果

Fig. 7 Amount and size of MPs in TiN films with different deposition time

图 8 为不同沉积时间下 TiN 薄膜表面大颗粒总数目和所占薄膜面积比的统计结果。随着沉积时间从 5 min 增加到 20 min, TiN 薄膜表面的大颗粒数目逐渐增多,当沉积时间为 20 min 时,大颗粒数目达到最大值 1981 个。随着沉积时间从 30 min 增加到 50 min,薄膜表面的大颗粒数目出现先增加后减小的波动变化,大颗粒的数目在 1150 ~ 1410 之间。由于沉积时间的进一步增加,薄膜厚度增加,初期粘附在薄膜表面的大颗粒被覆盖,导致薄膜表面大颗粒数量减少。可见,大颗粒在初始阶段的数目增加比较明显,由于薄膜生长较慢,薄膜表面的大颗粒比较突出,表现为大颗粒数目和尺寸的增加。后期薄膜生长加快,薄膜表面的大颗粒被覆盖,引起大颗粒数目的减少。随着沉积时间的增加,大颗粒沉积到薄膜表面的几率增加,与薄膜生长相互竞争,引起薄膜表面大颗粒的数目增加。因此,随着沉积时间的变化,当超过 20 min 时,薄膜生长对大颗粒的覆盖作用增强,引起大颗粒数目的降低;而后期大颗粒的再次沉积,则导致薄膜表面大颗粒数目又开始出现增加。大颗粒所占

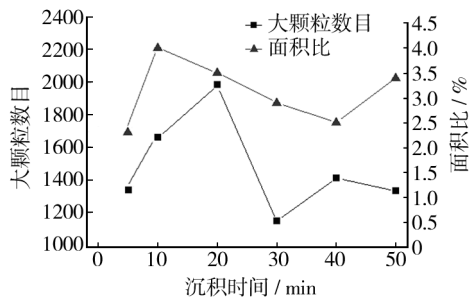


图 8 垂直放置时不同沉积时间下 TiN 薄膜表面大颗粒总数和所占面积比的统计结果

Fig. 8 Amount and area fraction of MPs in TiN films with different deposition time

面积比也是影响薄膜质量的一个关键因素,当沉积时间为 5 min 时,所占面积比达到最大值 2.3%;当沉积时间为 10 min 时,所占面积比达到最大值 3.5%;当沉积时间为 30 min 时,虽然大颗粒的数目最少,但是其面积比 2.9% 不是最小值;当沉积时间为 40 min 时,虽然大颗粒的数目不是最小,但是其面积比却减小到 2.5%。为了兼顾薄膜的沉积厚度和避免大颗粒缺陷,沉积时间为 30~40 min 时效果最佳。

3 结论

1) 基体表面与靶表面平行时,大颗粒总数目为 4854,所占面积比为 11.8%;当工件表面与靶表面垂直时,大颗粒总数目为 3041,所占面积比仅为 4.8%。基体表面与靶表面垂直放置,可以有效减少大颗粒的数目,降低大颗粒所占薄膜表面的面积比,提高薄膜表面的质量。

2) 随着沉积时间的增加,薄膜表面的大颗粒数目在 20 min 时最多,为 1981 个;在 30 min 时最少,为 1148 个。当沉积时间为 50 min 时,大颗粒的直径达到最大值 16 μm ;当沉积时间为 10 min 时,大颗粒所占的面积比最大,为 3.5%;当沉积时间为 40 min 时,大颗粒所占的面积比为 2.5%。为了兼顾薄膜沉积厚度和减少大颗粒对薄膜性能的不利影响,沉积时间选择为 30~40 min。

参考文献

- [1] 邱家稳,赵栋才. 电弧离子镀技术及其在硬质薄膜方面的应用[J]. 表面技术,2012,41(2):100—104.
- [2] QIU Jia-wen, ZHAO Dong-cai. A Review of Vacuum Arc Deposition and Its Applications in Hardness Films[J]. Surface Technology,2012,41(2):100—104.
- [3] ANDERS A. Approaches to Rid Cathodic Arc Plasmas of Macro and Nanoparticles; A Review[J]. Surface & Coatings Technology,1999(120/121):319—330.
- [4] DAALDER J E. Components of Cathode Erosion in Vacuum Arcs[J]. Journal of Physics D: Applied Physics,1976,9(16):2379—2395.
- [5] 魏永强,文振华,蒋志强,等. 大颗粒缺陷在电弧离子镀所制备薄膜中的分布状态研究[J]. 真空,2013,50(6):7—10.
- [6] WEI Yong-qiang, WEN Zhen-hua, JIANG Zhi-qiang, et al. Research of Macroparticles Distribution in the Films Prepared by Arc Ion Plating[J]. Vacuum,2013,50(6):7—10.
- [7] SHIAO M H. Characterization and Formation Mechanism of Macroparticles in Arc Ion-plated CrN Thin Films[J]. Journal of the Electrochemical Society,2003,150(5):320—324.
- [8] ZHAO Y, LIN G, XIAO J, et al. Synthesis of Titanium Nitride Thin Films Deposited by a New Shielded Arc Ion Plating[J]. Applied Surface Science,2011,257(13):5694—5697.
- [9] RYABCHIKOV A I. Repetitively Pulsed Vacuum Arc Ion and Plasma Sources and New Methods of Ion and Ion-plasma Treatment of Materials[J]. Surface & Coatings Technology,1997,96(1):9—15.
- [10] TAY B K. Review of Metal Oxide Films Deposited by Filtered Cathodic Vacuum Arc Technique[J]. Materials Science and Engineering R,2006,52(1/2/3):1—48.
- [11] 瞿全炎,曾德长,史新伟,等. 用弯曲磁过滤提高弧离子镀 TiN 薄膜质量[J]. 兵器材料科学与工程,2008,31(4):36—40.
- [12] QU Quan-yan, ZENG De-chang, SHI Xin-wei, et al. Effect of Curved Magnetic Filtering on Quality of TiN Thin Films Prepared by the AIP Technique[J]. Ordnance Material Science and Engineering,2008,31(4):36—40.
- [13] 弥谦,王昆,刘哲. 直流磁过滤电弧源沉积氧化铝薄膜的研究[J]. 表面技术,2013,42(1):78—80.
- [14] MI Qian, WANG Kun, LIU Zhe. Alumina Oxide Thin Film Prepared by DC Magnetic Filtered Arc Source Deposition Technology[J]. Surface Technology,2013,42(1):78—80.
- [15] 郭慧梅,林国强,盛明裕,等. 大颗粒在等离子体鞘层中的受力分析与计算[J]. 金属学报,2004,40(10):1064—1068.
- [16] GUO Hui-mei, LIN Guo-qiang, SHENG Ming-yu, et al. Analysis and Calculation of Forces on Macro-particles in Plasma Sheath [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2004, 40(10):1064—1068.
- [17] FESSMANN J. Cathodic arc Deposition of TiN and Zr(C,N) at Low Substrate Temperature Using a Pulsed Bias Voltage [J]. Materials Science and Engineering A, 1991(140):830—837.
- [18] ZHANG Yan-hui. Experimental Verification of the Physical Model for Droplet-particles Cleaning in Pulsed Bias Arc Ion Plating[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2005,21(3):423—426.
- [19] 黄美东,林国强,董闯,等. 偏压对电弧离子镀薄膜表面形貌的影响机理[J]. 金属学报,2003,39(5):510—515.
- [20] HUANG Mei-dong, LIN Guo-qiang, DONG Chuang, et al. Mechanism of Effect of Bias on Morphologies of Films Prepared by Arc Ion Plating [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003,39(5):510—515.

- luminum Alloys [J]. Light Alloy Fabrication Technology, 1998, 26(5): 29—32.
- [6] 左焕然, 魏晓伟. 2A12 低 H_2SO_4 浓度的硬质阳极氧化膜结构研究[J]. 表面技术, 2008, 37(3): 30—32.
- ZUO Huan-ran, WEI Xiao-wei. Study on Hard Anodic Film Structure on 2A12 Aluminum Alloy in a Low-concentration Sulfuric Acid[J]. Surface Technology, 2008, 37(3): 30—32.
- [7] 莫伟言, 石玉龙. 2A12 铝合金常温脉冲硬质阳极氧化电解液配方优化[J]. 电镀与涂饰, 2010, 29(9): 30—32.
- MO Wei-yan, SHI Yu-long. Optimization of Electrolyte Formula of Pulse Hard Anodic Oxidation for 2A12 Aluminum Alloy[J]. Electroplating & Finishing, 2010, 29(9): 30—32.
- [8] 佟晓静. 铝铜合金硬质阳极氧化工艺技术[J]. 机械, 2008, 35(5): 68—70.
- TONG Xiao-jing. A Technology of Aluminum Copper Zinc Alloy Hard Anodic Oxidation[J]. Machinery, 2008, 35(5): 68—70.
- [9] 庞国星, 陈志勇, 李忠磊, 等. 氧化时间对硬铝合金硬质阳极氧化膜性能的影响[J]. 表面技术, 2010, 39(6): 87—89.
- PANG Guo-xing, CHEN Zhi-yong, LI Zhong-lei, et al. The Effect of Oxidation Time on Property of Hard Anodic Oxidation Film on Hard Aluminum Alloy[J]. Surface Technology, 2010, 39(6): 87—89.
- [10] 刘莉, 周英杰, 赵冬梅. 双脉冲电源在铝合金硬质阳极氧化中的应用研究[J]. 涂装与电镀, 2011(6): 28—30.
- LIU Li, ZHOU Ying-jie, ZHAO Dong-mei. Study on Application of Double Plus Power in Hard Anodic Oxidation for Aluminum Alloys [J]. Painting and Electroplating, 2011(6): 28—30.
- [11] 李剑虹, 李娜. 铝合金交流电阳极氧化膜的制备工艺研究[J]. 表面技术, 2010, 39(1): 74—76.
- LI Jian-hong, LI Na. Process Study on Anodic Oxide Coating Preparation of Aluminum Alloy with Alternating Current [J]. Surface Technology, 2010, 39(1): 74—76.
- [12] 王弟珍. 铝合金交流硬质阳极氧化技术的研究和应用[J]. 涂装与电镀, 2008(2): 23—26.
- WANG Di-zhen. Study and Application on Technology of Alternating Hard Anodic Oxidation for Aluminum Alloy [J]. Painting and Electroplating, 2008(2): 23—26.
- [13] 王慧, 王浩伟. 铝铜合金阳极氧化新工艺[J]. 上海交通大学学报, 2005, 39(11): 1803—1806.
- WANG Hui, WANG Hao-wei. A New Process of Aluminum-Copper Alloy Anodizing [J]. Journal of Shanghai Jiaotong University, 2005, 39(11): 1803—1806.
- [14] 韩克, 欧忠文, 蒲滕, 等. 铝及铝合金硬质阳极氧化的研究进展[J]. 表面技术, 2011, 40(5): 92—95.
- HAN Ke, OU Zhong-wen, PU Teng, et al. Development of Hard Anodizing of Aluminum and Aluminum Alloy [J]. Surface Technology, 2011, 40(5): 92—95.
- [15] 张振邦. 铝材硬质阳极氧化若干问题探讨[J]. 材料保护, 1996, 29(1): 20.
- ZHANG Zhen-bang. Discussion on Some Problems of Hard Anodizing of Aluminum [J]. Materials Protection, 1996, 29(1): 20.
- [15] 辛煜, 范叔平, 宁兆元, 等. 偏压对多弧离子镀 TiN 膜层的影响[J]. 表面技术, 1997, 26(1): 8—10.
- XIN Yu, FAN Shu-ping, NING Zhao-yuan, et al. Effect of Bias Voltage on TiN Film Deposited by AIP [J]. Surface Technology, 1997, 26(1): 8—10.
- [16] 袁琳, 高原, 张维, 等. 负偏压对多弧离子镀 TiN 薄膜的影响[J]. 表面技术, 2012, 41(1): 20—22.
- YUAN Lin, GAO Yuan, ZHANG Wei, et al. Effect of Negative Bias Voltage on TiN Coating Deposited by MAIP [J]. Surface Technology, 2012, 41(1): 20—22.
- [17] ABRÀMOFF M D. Ram, Image Processing with ImageJ [J]. Biophotonics International, 2004, 11(7): 36—42.
- [18] BOXMAN R. Macroparticle Contamination in Cathodic Arc Coatings: Generation, Transport and Control [J]. Surface & Coatings Technology, 1992, 52(1): 39—50.
- [19] DAI H L. Effects of Pulsing Frequencies on Macro-particle Contamination During Pulsed Vacuum Arc Deposition [J]. Surface & Coatings Technology, 2007, 201(15): 6545—6549.
- [20] WARCHOLINSKI B A. An Analysis of Macroparticle-related Defects on CrCN and CrN Coatings in Dependence of the Substrate Bias Voltage [J]. Vacuum, 2012, 86(9): 1235—1239.

(上接第10页)