

加热温度对 Ni-P/Ti/DLC 多层膜力学性能的影响

唐昆¹, 朱勇建², 谭可成¹, 张健¹, 彭文波¹, 王宇²

(1.长沙理工大学 a.工程车辆轻量化与可靠性技术湖南省高校重点实验室,
b.工程车辆安全性设计与可靠性技术湖南省重点实验室, 长沙 410114;
2.浙江科技学院 机械与汽车工程学院, 浙江 杭州 310023)

摘要: **目的** 研究不同加热温度对 Ni-P/Ti/DLC 多层膜力学性能的影响。**方法** 用化学镀镍磷工艺在模具钢基体上镀 Ni-P 层作切削层, 采用过滤阴极真空电弧 (FCVA) 技术分别沉积 Ti 过渡层和 DLC 保护层。利用拉曼光谱分析了多层膜表层在不同加热温度下的结构成分, 采用纳米压痕、纳米划痕和扫描电镜对多层膜的硬度和弹性模量、膜层结合性能以及划痕表面形貌进行了表征。**结果** 拉曼光谱检测结果表明, 随着加热温度的升高, 多层膜表层 DLC 膜中的 A_D/A_G 值及 sp^2 键含量增大, 且 400 °C 时 A_D/A_G 值的变化幅度明显增大。纳米压痕实验结果表明, 多层膜的硬度和弹性模量随着温度的升高呈先增后减的趋势, 且在 300 °C 时达到最大, 纳米压痕过程中膜层未出现破裂现象。纳米划痕实验及 SEM 观测结果表明, 多层膜的临界载荷 A_1 随着加热温度的升高而增加, 临界载荷 A_2 在 25~200 °C 区间没有明显变化, 而在 300~400 °C 区间显著增大。**结论** 在加热温度达到 400 °C 时, 多层膜表层 DLC 膜的石墨化倾向显著。加热温度为 300 °C 时, 多层膜的力学性能及膜层间的结合性能较优, 而 400 °C 时膜层间的结合性能及抑制裂纹扩展能力减弱, 且膜层具有较大的塑性。因此, 适宜的加热温度有利于提高多层膜的力学性能和膜层间的结合性能。

关键词: 加热温度; 力学性能; 多层膜; 纳米压痕; 纳米划痕

中图分类号: TG174.44 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2018)07-0052-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2018.07.007

Effects of Heating Temperature on Mechanical Properties of Ni-P/Ti/DLC Multilayer Films

TANG Kun¹, ZHU Yong-jian², TAN Ke-cheng¹, ZHANG Jian¹, PENG Wen-bo¹, WANG Yu²

(1.a. Key Laboratory of Lightweight and Reliability Technology for Engineering Vehicle, Education Department of Hunan Province, b. Hunan Province Key Laboratory of Safety Design and Reliability Technology for Engineering Vehicle, Changsha University of Science and Technology, Changsha 410114, China; 2. School of Mechanical and Automotive Engineering, Zhejiang University of Science and Technology, Hangzhou 310023, China)

ABSTRACT: The work aims to study effects of different heating temperature on mechanical properties of Ni-P/Ti/DLC multilayer films. Ni-P layer was prepared on die steel substrates by adopting electroless nickel-phosphate plating process, and Ti transition layer and DLC protective layer were deposited by adopting filtered cathodic vacuum arc (FCVA) technology. Compo-

收稿日期: 2018-01-02; 修订日期: 2018-04-12

Received: 2018-01-02; Revised: 2018-04-12

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51405034); 湖南省自然科学基金项目 (2015JJ3014); 湖南省教育厅项目 (15C0039); 工程车辆轻量化与可靠性技术湖南省高校重点实验室 (长沙理工大学) 开放基金资助项目 (2017kfj06)

Fund: Supported by the National Nature Science Foundation of China (51405034); Natural Science Foundation of Hunan Province, China (2015JJ3014); Research Foundation of Education Bureau of Hunan Province, China (15C0039); Key Laboratory of Lightweight and Reliability Technology for Engineering Vehicle, Education Department of Hunan Province (Changsha University of Science & Technology) (2017kfj06)

作者简介: 唐昆 (1980—), 男, 博士, 讲师, 主要研究方向为精密模压成型及表面工程。

Biography: TANG Kun (1980—), Male, Doctor, Lecturer, Research focus: precision molding and surface engineering.

通讯作者: 朱勇建 (1979—), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为先进光学制造。

Corresponding author: ZHU Yong-jian (1979—), Male, Doctor, Associate professor, Research focus: advanced optical manufacturing.

sition of the multilayer films at different heating temperature was analyzed with Raman spectrometer, Hardness, elastic modulus, adhesion, and scratch morphology of the multilayer films were characterized with nano indenter, nano scratch tester and SEM. The results of Raman spectrometer showed that A_D/A_G value and sp^2 content of DLC film on the multilayer films increased as heating temperature rose, and variation amplitude of A_D/A_G increased obviously at 400 °C. The results of nano indentation test showed that both hardness and elastic modulus of multilayer films first increased and then decreased as heating temperature rose, and reached the peak at 300 °C. The films did not fracture during nanoindentation. The results of nano scratch test and SEM showed that critical load A_1 of multilayer films increased as heating temperature rose; critical load A_2 did not change obviously in the range of 25~200 °C, but it increased significantly in the range of 300~400 °C. Graphitization of DLC layer is remarkable at 400 °C; mechanical properties and layer adhesion properties of multilayer films are better at 300 °C; layer adhesion properties and crack growth inhibition weaken at 400 °C, and layers exhibit greater plasticity, hence suitable heating temperature contributes to higher mechanical properties and layer adhesion properties of multilayer films.

KEY WORDS: heating temperature; mechanical properties; multilayer films; nanoindentation; nanoscratch

近年来,在机械、光电、化工、航空航天等工业领域的防护涂层中,各类多层膜结构获得了广泛的应用^[1-2]。通过构建多层膜结构,可实现多种薄膜间的优势互补,达到提升薄膜系统整体性能的目的^[3-4]。例如,采用软/硬层交替沉积构建多层结构薄膜,可提高薄膜系统的强度与润滑性能,其中软质层可降低剪切力,减小内应力和界面应力,而硬质层则起到提高承载能力,降低磨粒磨损和延长薄膜寿命的作用^[5]。

在多层膜力学性能的研究中,王飞飞等^[6]采用多功能离子镀膜在硅(100)基底上制备了相同调制比、不同调制周期的 Cr/Cr₂O₃ 多层膜,研究表明金属 Cr 层通过其剪切应变能减缓界面之间的应力,降低残余应力,调制周期为 1075 nm 的薄膜表现出了最好的综合性能。张文勇等^[7]利用磁控溅射方法在单晶硅基底上沉积了 CrAlN/ZrN 纳米多层膜,发现多层膜结构能很好地抑制界面处裂纹的扩展,改变调制周期能改变薄膜的韧性,在调制周期为 8 nm 时,纳米多层膜的硬度最高,韧性最好。M. Azadi 等^[8]通过直流脉冲等离子体辅助化学气相沉积技术在 AISI H13 工具钢基底上制备了 TiN/TiC 多层膜,发现多层膜结构能抑制位错的形成以及界面间位错的滑移,薄膜层数为 10 时,多层膜具有极高的硬度。Shan Li 等^[9]采用多弧离子镀膜技术在 316L 不锈钢基底上制备了 Cr/Cr₂N/CrN 多层膜,研究发现多层膜结构能抑制薄膜的柱状生长,限制裂纹的扩展以及降低界面间的残余应力,使薄膜具有良好的结合性能。M. Pătru 等^[10]研究了 a-C:H/Cr/AlN/Ti 多层膜,发现中间层的特性对多层膜的性能具有很大影响,多层膜结构相对于单层膜具有更好的结合性能。上述研究表明,多层膜结构能较好地改善薄膜的力学性能。但目前加热温度对多层膜力学性能的影响方面研究较少。

本文以模具钢为基体,制备了 Ni-P/Ti/DLC 多层膜,并对其进行了不同温度的热处理。针对不同加热温度下的试件,分别采用拉曼光谱仪、纳米压痕仪及

纳米划痕仪,对其结构成分、硬度和弹性模量以及膜层结合性能进行研究,并结合光学显微镜及扫描电镜对其表面微观形貌进行观测,探讨加热温度对 Ni-P/Ti/DLC 多层膜力学性能的影响,为实现上述多层膜结构在工业领域防护涂层中的工程应用提供理论与实验依据。

1 实验与方法

1.1 试样制备

试样采用模具钢 STAVAX(S136)作为基体材料,基体尺寸为 $\phi 16\text{ mm}\times 13.9\text{ mm}$,并对其上端面进行抛光。而后采用化学镀镍磷工艺在其上镀一层 300 μm 厚的 Ni-P 层(P 质量分数为 11%),并采用单点金刚石车削至 200 μm ,以获得 $Ra<10\text{ nm}$ 的光学镜面。之后,通过过滤阴极真空电弧(FCVA)技术,采用单腔体镀膜系统(BFSI0805),沉积厚度分别为 0.4 μm 和 1.2 μm 的 Ti 过渡层和 DLC 保护层。其中, Ti 过渡层靶材为纯度 99.99% 的 Ti 靶,工作气体为氩气和 CH₄,且 CH₄ 作为 DLC 膜的碳源。Ti 及 DLC 层的具体沉积参数如表 1 所示,试样结构如图 1 所示。

表 1 Ti 和 DLC 薄膜沉积参数		
Tab.1 Deposition parameters of Ti and DLC film		
Parameter	Ti	DLC
Bias/V	Pulsed 1000	DC80
Arc current/A	55	45
Ar gas flow rate/(mL·min ⁻¹)	70	100
CH ₄ gas flow rate/(mL·min ⁻¹)		100
Arc voltage/V	28	20

试样制备完成后,对其中 4 个试样分别均匀加热至 100、200、300、400 °C,升温速率为 1.5 °C/min,保温时间为 1 h,最后随炉冷却到室温,未经热处理

试样标记为 25 °C。

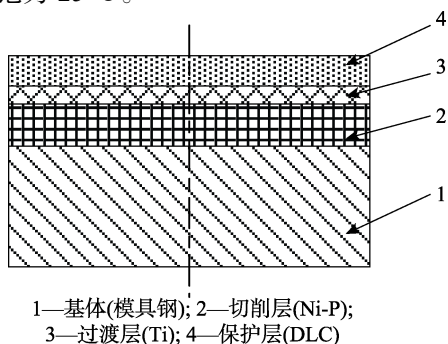


图1 试样结构示意图
Fig.1 Schematic diagram of sample

1.2 实验及试样表征

由于 DLC 膜为包含金刚石构造 (sp^3 杂化键) 和石墨构造 (sp^2 杂化键) 的亚稳非晶态膜, 其碳原子主要以 sp^3 和 sp^2 杂化键结合。当温度升高时, sp^3 键有向 sp^2 键转化的趋势, 其微观结构及性能也会随之变化。因此, 采用 RUKER-SENTERRA 型显微激光共焦拉曼光谱仪对试样表面成分进行检测, 激光波长为 532 nm, 波段为 650~12 400 cm^{-1} , 光谱分辨率为 0.1 cm^{-1} , 空间分辨率纵向为 1 μm 、横向为 2 μm 。

采用美国 Hysitron TriboIndenter 纳米压痕测试系统检测试样硬度及弹性模量, 压头采用等边三角形 (Berkovich 型) 金刚石角锥压头。实验时采用固定载荷 40 mN, 加载卸载速率为 5 mN/s, 加载时间为 8 s, 最大载荷保持时间 10 s, 卸载时间 8 s, 以此参数测试出多层膜的载荷-位移曲线, 然后采用 Oliver & Pharr^[11-12] 方法从曲线中计算出试样硬度和弹性模量等力学性能。为了减少测量时的突变误差, 实验过程中, 分别在多层膜表面随机选择 3 个测试点, 然后求平均值作为其测试硬度。在 Oliver & Pharr 方法中, 接触深度 h_c 可采用卸载曲线斜率, 利用实验数据结合式 (1) 计算。

$$h_c = h - \varepsilon \frac{P(h)}{S} \quad (1)$$

式中: h 为压头最大压入深度 (nm); $P(h)$ 为相应的压入载荷 (N); ε 为一个对压头的修正参数 (对 Berkovich 压头取 0.75); S 为卸载曲线斜率。根据面积函数公式 (2) 可计算出材料的硬度 H 与弹性模量 E_r (公式 (3)、(4)):

$$A_c = 24.56h_c^2 + \alpha_1 h_c + \alpha_2 h_c^{1/2} + \dots + \alpha_8 h_c^{1/128} \quad (2)$$

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (3)$$

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} \quad (4)$$

采用瑞士 CSM UNHT 划痕测试仪测量多层膜的

膜基结合强度, 实验中金刚石压头锥角为 120°, 尖端曲率半径为 0.2 mm, 加载速率为 59.94 N/min, 划痕速率为 4 mm/min, 划痕长度为 2 mm, 载荷为 0~30 N。通过采集试样加载过程的声发射信号及摩擦力信号, 结合 BM-54XBD 光学显微镜及 Phenom ProX 扫描电镜, 利用声发射突变点及划痕微观形貌, 可获得最大临界失效载荷, 同时根据划痕微观形貌对其失效机理进行分析。

2 结果与讨论

2.1 加热温度对表面成分的影响

对于多层膜表层的 DLC 膜, sp^3 键的增加引起膜层硬度和电阻率的增大, 膜层表现出金刚石特性; sp^2 键的增加引起膜层硬度和弹性模量下降, 提高膜层的摩擦性能和润滑性, 膜层表现出石墨特性^[13-15]。因此, sp^2/sp^3 之比对多层膜表层的各种性能有较大影响。而 DLC 膜层拉曼光谱的显著特点在于, 其 1350 及 1580 cm^{-1} 处分别存在明显的肩峰 (D 峰及 G 峰), 两者的积分强度比 A_D/A_G 可间接反映膜层 sp^3 键与 sp^2 键的比值, 且 A_D/A_G 比值越大, 膜层中 sp^3 键的含量越少^[16]。

图 2 为不同加热温度的试件表面的拉曼光谱检测结果, 表 2 为 D 峰与 G 峰积分强度比值 A_D/A_G 的分析结果。由图 2 可知, 随加热温度的增大, 试样 G 峰和 D 峰位置向更高波段的位置变化, 说明 sp^3 键含量减少及 sp^2 键含量增加, 但其峰位变化不大。由表 2 可知, 随加热温度的增大, 两峰的积分强度比 A_D/A_G 增大, 同样说明 sp^3 键含量随加热温度的升高而降低。当加热温度为 25~300 °C 时, A_D/A_G 值从 2.36 升高至 2.81, 增长幅度不大, 表明 DLC 膜的石墨化程度不明显; 加热温度为 400 °C 时, A_D/A_G 值突升至 3.7, 意味着 DLC 膜层呈现显著的石墨化倾向。

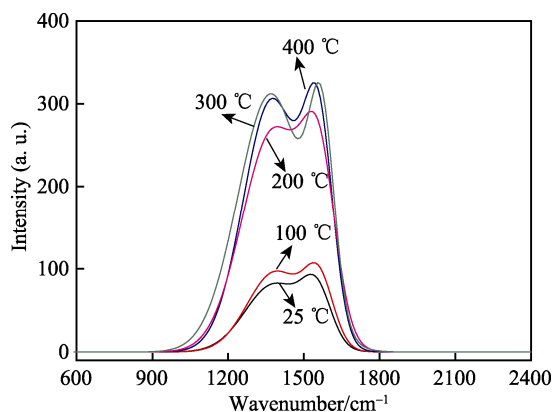


图2 不同加热温度下拉曼光谱结果
Fig.2 Raman spectrum result at different heating temperature

表 2 A_D/A_G 分析结果
Tab.2 Analysis result of A_D/A_G

Temperature/°C	D peak/cm ⁻¹	G peak/cm ⁻¹	A_D/A_G
25	1384.14	1554.61	2.36
100	1388.38	1560.65	2.53
200	1383.96	1559.4	2.66
300	1380.33	1561.8	2.81
400	1369.6	1571.3	3.7

2.2 加热温度对硬度及弹性模量的影响

图 3 和图 4 分别反映了不同加热温度下硬度和弹性模量随压入深度的变化情况。如图 3 所示, 在压头压入多层膜的初期阶段, 5 个试样的硬度均随压入深度的增大呈现下降的趋势, 反映出纳米压痕硬度的尺寸效应。如图 3、图 4 所示, 100~400 °C 加热温度的, 膜层硬度和弹性模量均较 25 °C 时的增加, 这是因为 25 °C 多层膜的热应力较小, 存在由膜中空位、位错、晶粒间隙等引起的本征应力, 而热循环效应使薄膜中的原子重新排列, 消除了结构缺陷, 薄膜的力学性能得以提高。对比 4 组经过加热处理的试样, 随温度

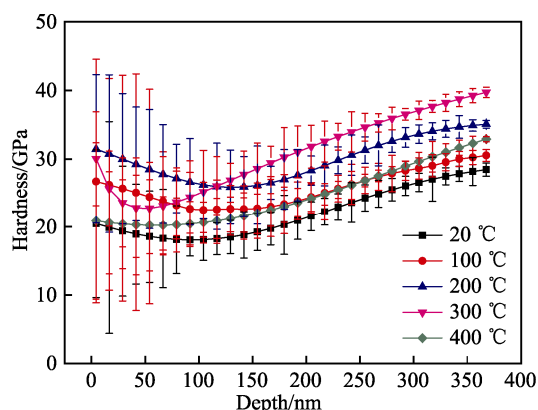


图 3 不同加热温度下硬度与压入深度的关系
Fig.3 Relationship between hardness and indentation depth at different heating temperature

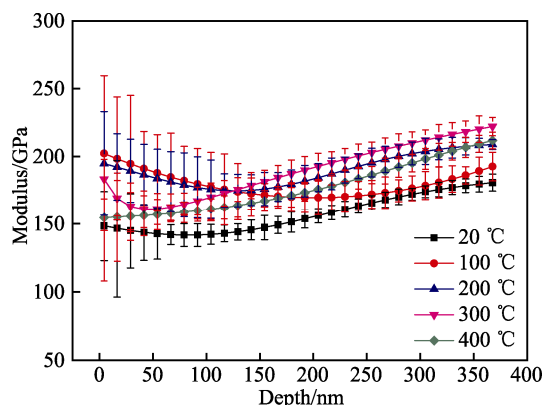


图 4 不同加热温度下弹性模量与压入深度的关系
Fig.4 Relationship between modulus and indentation depth at different heating temperature

的升高, 膜层的硬度和弹性模量呈上升趋势, 且在 300 °C 时达到最大; 当温度继续升高达到 400 °C 时, 由于过大的热应力及表层石墨化加剧, 膜层的硬度和弹性模量下降。

图 5 为不同加热温度的多层膜典型的载荷-位移曲线。由图 5 可知, 5 个试样的载荷-位移曲线分为加载、保载、卸载三个阶段, 且曲线均未出现不连续的台阶, 表明 5 种条件下的膜层压痕过程中均未出现破裂现象。通过比较由加载和卸载曲线所围成的面积区域, 可发现 300 °C 热循环条件下的试样具有最小面积, 根据式 (3) 和式 (4), 此时多层膜的力学性能较优。

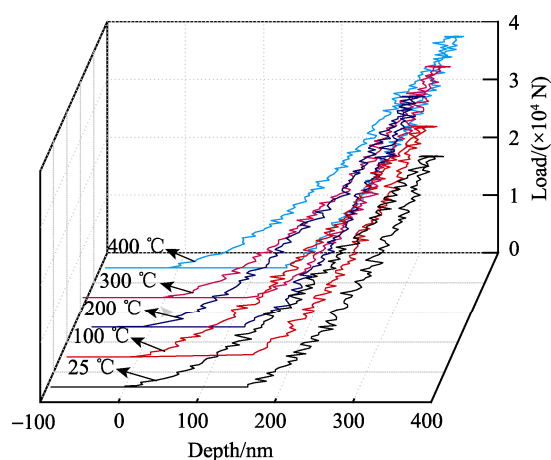


图 5 不同加热温度下载荷-位移曲线
Fig.5 Load-displacement curve at different heating temperature

2.3 加热温度对结合强度的影响

图 6—10 为不同加热温度的 5 个试样的划痕 SEM 形貌以及对应的声发射信号和摩擦力曲线。根据实验现象, 将结合强度临界载荷记为 A_1 和 A_2 , 其特征分别为: 划痕轨迹内出现半圆形裂痕、划痕边缘膜层破裂。从图 6a 可知, 声信号曲线在加载载荷为 1.25 N 处出现了第一次突变, 而摩擦力曲线未出现明显变化, 对应划痕形貌图发现此处划痕内部出现半圆形裂痕, 因此将试样 1 的临界载荷 A_1 判定为 1.25 N。而在加载载荷达到 4.24 N 时, 声信号发生第二突变, 同时摩擦力曲线在此处也出现拐点, 观察划痕形貌可发现此处划痕边缘膜层出现破裂, 由此判定试样 1 的临界载荷 A_2 为 4.24 N。依此分析可得其余试样临界载荷, 如表 3 所示。

从表 3 可知, 加热温度低于 300 °C 的多层膜与基底的结合力未出现明显变化, 而 300 °C 加热的多层膜与基底的结合力显著提高。根据图 6—10 可知, 在临界载荷 A_1 处产生了半圆形裂痕, 其弯曲方向与划动方向反向, 这是由于应力作用下多层膜本身脆性开裂

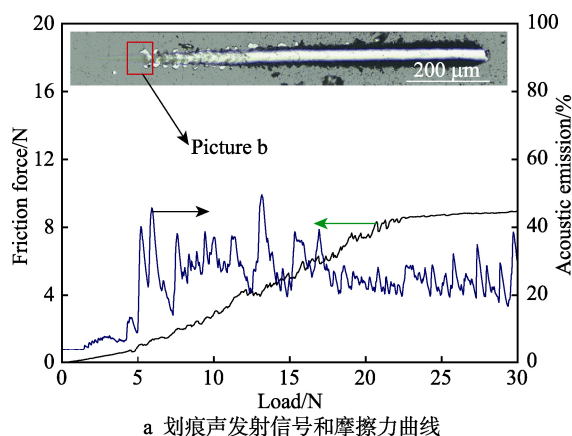
所致。根据拉曼测试结果,随着加热温度的升高,多层膜表层 DLC 膜内石墨相逐渐增多,表层 DLC 膜的脆性降低,因此多层膜临界载荷 A_1 随加热温度的上升呈增大趋势。临界载荷从 A_1 到 A_2 是一个塑性变形能量积累的过程,当能量积累到一定程度时,将导致薄膜破损,发生膜基结合失效。

观察图 6—10 还可发现, 25~200 °C 的试样,划痕的塑性变形程度相近,划痕内产生的裂纹痕迹较深

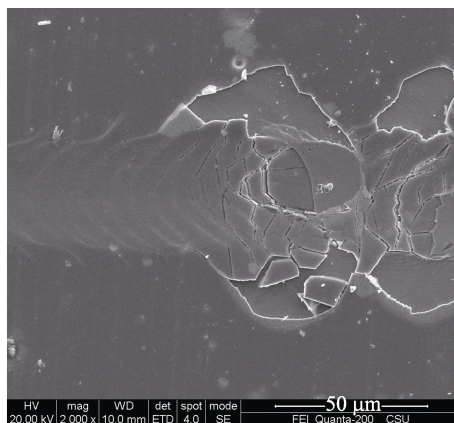
表 3 不同加热温度下多层膜的临界载荷
Tab.3 Critical load of multilayer films at different heating temperature

Temperature/°C	Critical load	
	A_1 /N	A_2 /N
25	1.25	4.24
100	1.65	4.04
200	1.32	4.07
300	2.61	5.46
400	3.46	5.30

且数量多,而 300 °C 的多层膜表面划痕内裂纹痕迹较浅且数量少,塑性变形程度较小。其原因在于,300 °C 的多层膜局部发生石墨化,同时具有较高的硬度和弹性模量,两者的综合作用使薄膜力学性能及膜层间的结合性能达到最佳,抵抗塑性变形能力强,因此塑性变形能量积累的速度较慢,薄膜发生破裂所需的加载载荷更高。400 °C 的多层膜划痕形貌具有较大的塑性变形,且其硬度和弹性模量较低,但其临界载荷 A_2 却较高。其原因在于划痕内部出现了较大的裂纹(如图 10b),塑性变形积累的能量得到了一定程度的释放。经过 400 °C 加热处理后,多层膜内部过大的热应力减弱了各膜层之间的结合性能,从而弱化了多层膜结构对裂纹扩展的抑制作用,观察图 10c 可知划痕边缘产生了许多向外延伸的裂纹。此外,对比各加热温度下的划痕痕迹,可发现 400 °C 的多层膜在压头压力作用下出现严重变形,划痕痕迹较宽,说明此时多层膜具有较大的塑性。



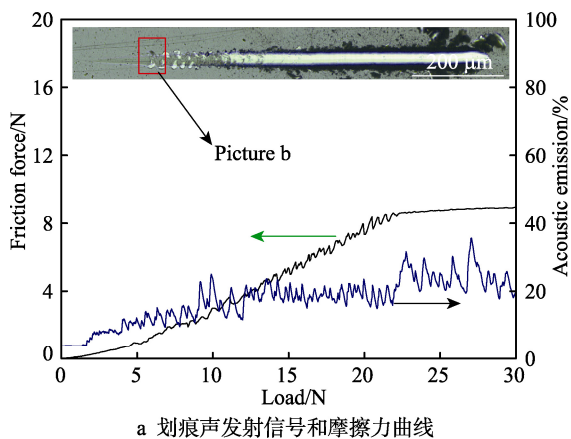
a 划痕声发射信号和摩擦力曲线



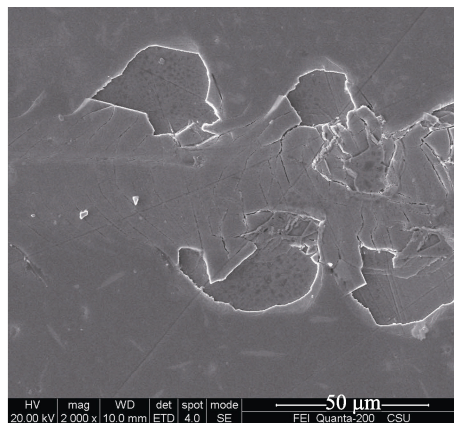
b 划痕表面SEM形貌

图 6 20 °C 试样表面划痕测试结果

Fig.6 Nanoscratch test result of sample at 20 °C: (a) acoustic emission signal-friction curve of scratches, (b) SEM image of scratch morphology



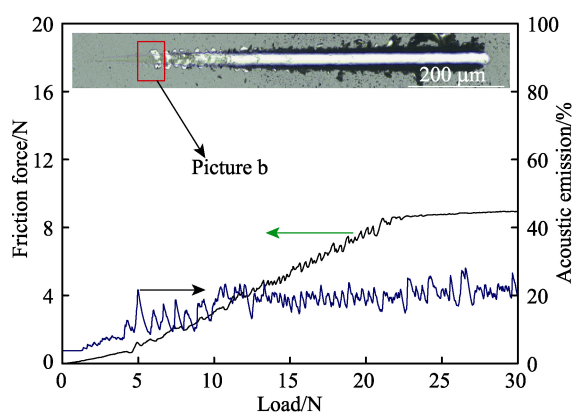
a 划痕声发射信号和摩擦力曲线



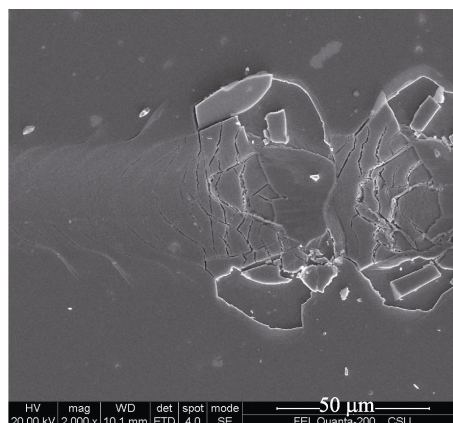
b 划痕表面SEM形貌

图 7 100 °C 试样表面划痕测试结果

Fig.7 Nanoscratch test result of sample at 100 °C: (a) acoustic emission signal-friction curve of scratches, (b) SEM image of scratch morphology



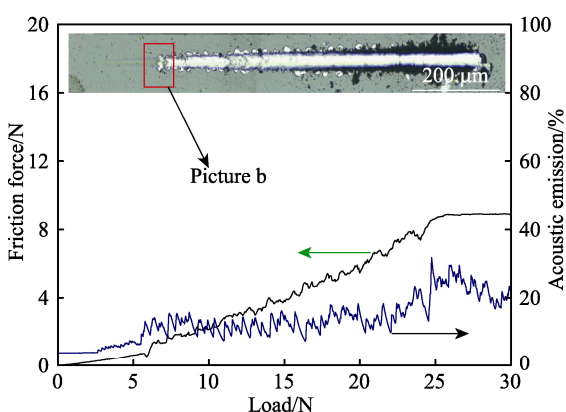
a 划痕声发射信号和摩擦力曲线



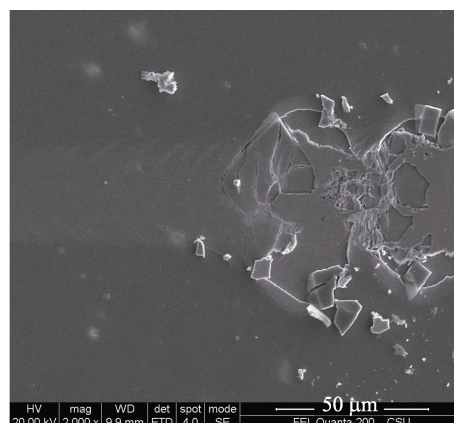
b 划痕表面SEM形貌

图 8 200 °C 试样表面划痕测试结果

Fig.8 Nanoscratch test result of sample at 200 °C: (a) acoustic emission signal-friction curve of scratches
(b) SEM image of scratch morphology



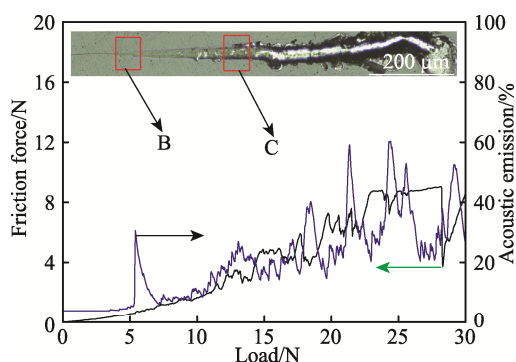
a 划痕声发射信号和摩擦力曲线



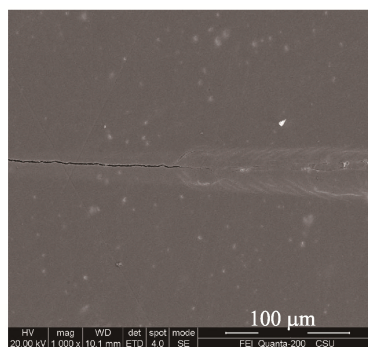
b 划痕表面SEM形貌

图 9 300 °C 试样表面划痕测试结果

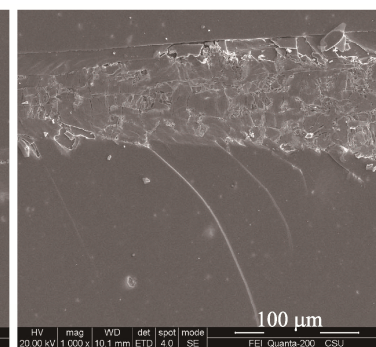
Fig.9 Nanoscratch test result of sample at 300 °C: (a) acoustic emission signal- friction curve of scratches,
(b) SEM image of scratch morphology



a 划痕声发射信号和摩擦力曲线



b 区域B划痕表面SEM形貌



c 区域C划痕表面SEM形貌

图 10 400 °C 试样表面划痕测试结果

Fig.10 Nanoscratch test result of sample at 400 °C: (a) acoustic emission signal-friction curve of scratches,
(b), (c) SEM image of scratch morphology

3 结论

1) 拉曼光谱检测结果表明, 在本文实验条件下, 随着加热温度的升高, Ni-P/Ti/DLC 多层膜表层 DLC

膜的 A_D/A_G 值逐渐增大, sp^2 键含量随之增加, 且在加热温度达到 400 °C 时, A_D/A_G 值变化幅度明显增大, DLC 膜层石墨化倾向显著。

2) 纳米压痕实验结果表明, 在本文实验条件下, Ni-P/Ti/DLC 多层膜的硬度和弹性模量随着温度的升

高呈先增后减的趋势,且在 300 °C 时达到最大;位移载荷曲线结果显示,纳米压痕过程中膜层未出现破裂现象,且加热温度为 300 °C 时,膜层具有较优的力学性能。

3) 纳米划痕实验及 SEM 观测结果表明,在本文实验条件下, Ni-P/Ti/DLC 多层膜的临界载荷 A_1 随着加热温度的升高而增加,临界载荷 A_2 在 25~200 °C 区间没有明显变化,而在 300~400 °C 区间显著增大;300 °C 加热的多层膜力学性能及膜层间的结合性能达到最佳,而 400 °C 时过大的热应力导致膜层间的结合性能及抑制裂纹扩展能力减弱,且膜层具有较大的塑性。

参考文献:

- [1] DU S X, ZHANG K, WEN M, et al. Crystallization of SiC and Its Effects on Microstructure, Hardness and Toughness in TaC/SiC Multilayer Films[J]. *Ceramics International*, 2018, 44(1): 613-621.
- [2] TONG Y F, XU Z, LIU C, et al. Magnetic Sputtered Amorphous Si/C Multilayer Thin Films as Anode Materials for Lithium Ion Batteries[J]. *Journal of Power Sources*, 2014, 247(6): 78-83.
- [3] WU K, YUAN H Z, LIANG X Q. Size Dependence of Buckling Strains of Cr Films, Cu Films and Cu/Cr Multilayers on Compliant Substrates[J]. *Scripta Materialia*, 2018, 146(1): 1-4.
- [4] XU Z Y, SUN H, LENG Y X, et al. Effect of Modulation Periods on the Microstructure and Mechanical Properties of DLC/TiC Multilayer Films Deposited by Filtered Cathodic Vacuum Arc Method[J]. *Applied Surface Science*, 2015, 328(9): 319-324.
- [5] 贺腾飞, 吴有智, 许佼, 等. 不同调制周期 MoS₂/DLC 多层薄膜结构及摩擦学性能[J]. *摩擦学学报*, 2017, 37(1): 36-43.
HE Teng-fei, WU You-zhi, XU Jiao, et al. Structure and Tribological Properties of MoS₂/DLC Multilayer Films with Different Modulation Periods[J]. *Tribology*, 2017, 37(1): 36-43.
- [6] 王飞飞, 何乃如, 吉利, 等. Cr/Cr₂O₃ 多层膜的制备、力学及摩擦学性能研究[J]. *摩擦学学报*, 2016, 36(2): 226-232.
WANG Fei-fei, HE Nai-ru, JI Li, et al. Preparation, Mechanical and Tribological Properties of Cr/Cr₂O₃ Multilayer Films[J]. *Tribology*, 2016, 36(2): 226-232.
- [7] 张文勇, 孙德恩, 裴晨蕊, 等. 调制周期对 CrAlN/ZrN 纳米多层膜韧性的影响[J]. *表面技术*, 2016, 45(1): 55-61.
ZHANG Wen-yong, SUN De-en, FEI Chen-rui, et al. Effect of Modulation Period on Toughness of CrAlN/ZrN Nano-multilayer Films[J]. *Surface Technology*, 2016, 45(1): 55-61.
- [8] AZADI MA, SABOUR A, AHANGARANI S, et al. Mechanical Behavior of TiN/TiC Multilayer Coatings Fabricated by Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition on AISI H13 Hot Work Tool Steel[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2014, 245(5): 156-166.
- [9] SHAN L, WANG Y X, LI J I, et al. Structure and Mechanical Properties of Thick Cr/Cr₂N/CrN Multilayer Coating Deposited by Multi-arc Ion Plating[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2015, 25(3): 1135-1143.
- [10] PATRU M, GABOR C, CRISTEA D, et al. Mechanical and Wear Characteristics of a-C: H/Cr/AlN/Ti Multilayer Films Deposited by PVD/PACVD[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2017, 320(7): 284-292.
- [11] OLIVER W C, PHARR G M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments[J]. *Journal of Materials Research*, 1992, 7(14): 1564-1572.
- [12] OLIVER W C, PHARR G M. Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumental Indentation: Advances in Understanding and Refinements in Methodology[J]. *Journal of Materials Research*, 2004, 19(6): 3-2.
- [13] SETSUO N, TAKASHI K, TAKU S, et al. Conductive Diamond-like Carbon Films Prepared by High Power Pulsed Magnetron Sputtering with Bipolar Type Plasma Based Ion Implantation System[J]. *Diamond & Related Materials*, 2017, 77(4): 122-130.
- [14] TOMÁŠ K, MIROSLAV J, PETR P, et al. Diamond-like Carbon Layers Modified by Ion Bombardment during Growth and Researched by Resonant Ultrasound Spectroscopy[J]. *Applied Surface Science*, 2017, 417(7): 213-217.
- [15] ZENG Chen, CHEN Qing-yun, XU Ming, et al. Enhancement of Mechanical, Tribological and Morphological Properties of Nitrogenated Diamond-like Carbon Films by Gradient Nitrogen Doping[J]. *Diamond & Related Materials*, 2017, 76(9): 132-140.
- [16] HABIBI A, KHOIE M M A, MAHBOUBI F, et al. Raman Spectroscopy of Thin DLC Film Deposited by Plasma Electrolysis Process[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2017, 309(45): 945-950.