

HiPIMS 制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层对 DLC 薄膜结构及性能的影响

滑利强^{1,2}, 苏峰华^{1*}, 李吉³, 林松盛²

(1.华南理工大学 机械与汽车工程学院, 广州 510640; 2.广东省科学院新材料研究所 现代材料表面工程技术国家工程实验室, 广州 510650; 3.福建联合石油化工有限公司, 福建 泉州 362800)

摘要: **目的** 探究高功率脉冲磁控溅射功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层对 DLC 薄膜性能的影响, 以制备具有优良结合强度、摩擦磨损性能和耐腐蚀性能的 DLC 薄膜。**方法** 利用高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 和直流磁控溅射 (DCMS) 在 304 不锈钢和 YG6 硬质合金表面制备具有 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜, 研究不同 HiPIMS 电源功率下制备的 Cr/Cr_xC_y 过渡层对 DLC 薄膜的结构和性能的影响。采用 SEM、AFM 对薄膜的表面、截面形貌进行观察。利用 UMT-Tribolab 摩擦磨损划痕试验机测试薄膜的膜基结合强度和摩擦磨损性能, 利用光学显微镜观察划痕, 并测算结合力, 分析磨损机制。利用电化学工作站对制备的 DLC 薄膜进行耐腐蚀试验。**结果** 随着 HiPIMS 电源功率的提升, Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的厚度随之增加, 最厚为 200 nm, 薄膜的表面粗糙度随之下降, 由对照组 S1 的 4.69 nm 降至 S5 的 1.15 nm。薄膜的纳米硬度出现逐渐升高的现象, 由 S1 的 18.76 GPa 升至 S5 的 23.77 GPa。薄膜的膜基结合力表现出先减小后增大的趋势, S5 组样品的膜基结合力最大, 为 22.19 N。薄膜的摩擦因数随着 HiPIMS 功率的升高而降低, 最低为 S5 组的 0.032 2, 对应薄膜的磨损率为 $4.2 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。电化学试验结果表明, 当 HiPIMS 电源功率为 2.4 kW 时, 所制备的 DLC 薄膜具有最低的腐蚀电流密度和最高的界面电荷转移电阻, 其耐腐蚀性能最优。**结论** 利用高功率脉冲磁控溅射技术制备 DLC 薄膜的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层可以有效提高薄膜的表面质量, 提高薄膜的膜基结合力, 降低薄膜的残余应力, 同时降低薄膜的摩擦因数, 提高薄膜的耐磨性。采用 HiPIMS 制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层 DLC 薄膜具有较低的腐蚀电流密度和较高的界面电荷转移电阻, 其耐腐蚀性能得到提升。

关键词: HiPIMS; DLC 薄膜; 摩擦学性能; 过渡层; 耐磨性; 耐腐蚀性能

中图分类号: TH117.1 文献标志码: A 文章编号: 1001-3660(2025)01-0062-12

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2025.01.006

Effect of Cr/Cr_xC_y Gradient Transition Layer Prepared with HiPIMS on Properties of DLC Films

HUA Liqiang^{1,2}, SU Fenghua^{1*}, LI Ji³, LIN Songsheng²

(1. School of Mechanical and Automotive Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China;

2. National Engineering Laboratory of Modern Materials Surface Engineering Technology, Institute

收稿日期: 2024-04-15; 修订日期: 2024-07-09

Received: 2024-04-15; Revised: 2024-07-09

基金项目: 国家自然科学基金 (52175168); 广东省基础与应用基础研究基金 (2023A1515240006)

Fund: National Natural Science Foundation of China (52175168); Guangdong Basic and Applied Basic Research Foundation (2023A1515240006)

引文格式: 滑利强, 苏峰华, 李吉, 等. HiPIMS 制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层对 DLC 薄膜结构及性能的影响[J]. 表面技术, 2025, 54(1): 62-73.

HUA Liqiang, SU Fenghua, LI Ji, et al. Effect of Cr/Cr_xC_y Gradient Transition Layer Prepared with HiPIMS on Properties of DLC Films[J]. Surface Technology, 2025, 54(1): 62-73.

*通信作者 (Corresponding author)

of New Materials, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China;

3. Fujian Refining & Petrochemical Company Limited, Fujian Quanzhou 362800, China)

ABSTRACT: Diamond-like carbon (DLC) film is an excellent solid lubricant with high hardness and low friction, but at the same time, the DLC film has the disadvantage of poor substrate bonding. In order to investigate the effect of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer prepared by HiPIMS on the properties of DLC films, and to prepare DLC films with excellent bond strength, friction and wear properties and corrosion resistance, DLC films with a Cr/Cr_xC_y gradient transition layer were prepared on the surfaces of 304 stainless steel and YG6 tungsten carbide by high-power pulsed magnetron sputtering (HiPIMS) and direct current magnetron sputtering (DCMS). The effects of the Cr/Cr_xC_y gradient layer on the structure and properties of the DLC films were investigated under different HiPIMS power sources. The cross-sectional morphology of the films was observed by SEM, the surface morphology and roughness of the films were analyzed by AFM, and the film-base bonding strength and friction and wear properties of the films were tested with an UMT-Tribolab friction and wear scratching experimental machine, and the scratching was observed and the bonding size was measured with an optical microscope to analyse the wear mechanism. The prepared DLC films were tested for corrosion resistance with an electrochemical workstation. The thickness of the Cr/Cr_xC_y gradient transition layer increased with the increase of the HiPIMS power supply. The thickest was 200 nm, the surface roughness of the films decreased from 4.69 nm in the control group S1 to 1.15 nm in the S5 group. The nano-hardness of the films gradually increased from 18.76 GPa in S1 to 23.77 GPa in S5. The film-base bonding force of the films showed a tendency of decreasing and then increasing, and the maximum film-base bonding force of the samples in the S5 group was 22.19 N. The friction coefficient of the films increased with the HiPIMS power supply and the friction coefficient of the films increased with the increase in the HiPIMS power supply and the friction coefficient of the samples in the S5 group. The friction coefficient of the films decreased with the increase of HiPIMS power, and the lowest was 0.032 2 for the S5 group, which corresponded to the wear rate of the films of $4.2 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$. Electrochemical tests showed that the DLC films prepared when the HiPIMS power supply was 2.4 kW had the lowest corrosion current density, the highest interfacial charge transfer resistance, and the best corrosion resistance. Using high-power pulsed magnetron sputtering technology to prepare the Cr/Cr_xC_y gradient transition layer of DLC films can effectively improve the surface quality of the film, improve the film base bonding force of the film, reduce the residual stress of the film, and at the same time reduce the friction coefficient of the film to improve the wear resistance of the film. Compared with DCMS, HiPIMS can make the transition layer of DLC more dense, reduce the porosity of the film, and improve the corrosion resistance of the film. The DLC films with a Cr/Cr_xC_y gradient transition layer prepared by HiPIMS have a lower corrosion current density and higher interfacial charge transfer resistance to enhance the corrosion resistance.

KEY WORDS: HiPIMS; DLC films; tribological property; transition layer; abrasive resistance; decay resistance

类金刚石 (Diamond-like carbon, DLC) 薄膜作为一种性能优异的固体润滑材料, 被国内外学者广泛研究^[1-3]。DLC 薄膜是一种具有 sp² 和 sp³ 杂化键的非晶碳薄膜, 它具有摩擦因数低、耐磨、化学性质稳定和耐腐蚀等特点, 被广泛应用于工业生产中。同时, DLC 薄膜也存在内应力大、膜基结合力差等缺陷, 从而限制了其应用范围^[4]。DLC 薄膜与基体的结合强度影响着薄膜的力学性能、摩擦学性能和耐腐蚀性能^[5]。过渡层是影响 DLC 薄膜与基体结合强度的重要因素, DLC 薄膜与基体的过渡层的选择可以随着基体的不同而不同。对于金属基体, 多以 Cr、Ti 金属为过渡层元素^[6]。为了提高 DLC 薄膜与基体的结合强度, 学者们进行了大量研究, 包括表面织构、过渡层元素掺杂、过渡层化合物掺杂等^[7]。李星亮等^[8]研究了 Ti 金属表面微织构对 DLC 薄膜性能的影响, 结果表明, DLC 复合微织构能够大幅提高 TA2 钛表面在磨料作

用下的减摩抗磨性能。李海潮等^[9]研究了硅掺杂对无氢非晶碳膜的高温摩擦学性能的影响, 得到了致密、典型的非晶结构薄膜, 硅的掺杂使得薄膜的压应力明显下降, 提高了膜基结合力, 同时掺杂适当的硅在不同温度下表现出优异的减摩抗磨性能。

高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 是一种新型磁控溅射技术, 相对于传统直流磁控溅射 (DCMS), 它具有高离子能量和高离子密度等优点^[10]。HiPIMS 电源产生的脉冲功率非常高, 会在瞬间产生高密度的离子云, 高效地溅射目标靶材, 提高薄膜的均匀性和致密性^[11]。HiPIMS 电源能够在脉冲期间产生较高的离子能量, 有助于提高薄膜的致密性、结合力和结晶性, 从而整体提高薄膜的整体质量^[12]。目前, 利用 HiPIMS 技术制备过渡层对薄膜性能的影响方面的研究较少。文中采用 DCMS 和不同 HiPIMS 电源功率在不锈钢表面制备具有 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄

膜,探究对于 DCMS,采用不同 HiPIMS 电源功率制备的 $\text{Cr}/\text{Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层对 DLC 薄膜力学性能、摩擦学性能和耐腐蚀性能的影响。

1 试验

1.1 涂层的制备

采用 AS600DMTXB 型 PVD 离子镀膜设备(北京丹普表面技术有限公司)制备 DLC 薄膜样品,该设备真空室的直径为 1 000 mm,高度为 1 000 mm,在真空室内分布有 2 组多弧圆靶连接弧电源,3 个磁控溅射矩形靶,1 个矩形 Cr 靶连接高功率脉冲磁控溅射(HiPIMS)电源,1 个矩形石墨靶连接直流电源。试验所用靶材的尺寸为 717 mm×60 mm,靶材分别为高纯 Cr 靶(99.99%)和石墨靶(99.9%)。基材为 304 不锈钢(25 mm×25 mm×5 mm)、YG6 硬质合金(20 mm×20 mm×5 mm)和镜面抛光硅片,304 不锈钢用于摩擦磨损试验和电化学实验,YG6 硬质合金用于划痕试验,硅片用于 SEM 观察和 AFM 表面粗糙度测试。在制备薄膜前,所有样品经纯水喷淋清洗,以去除表面的灰尘、油污等杂质,随即分别在无水乙醇和丙酮中超声清洗 25 min,使用压缩空气吹干清洗完毕的样品表面,并固定在真空室转架上,基体表面竖直,朝向靶面一侧,并使基体表面的垂线过转架的中轴线,靶基距为 200 mm,转架为自转,转速保持在 2 r/min。

抽真空至 3.5 mPa,通入流量为 6.7×10^{-6} m³/s 的 Ar 气体。开启偏压电源,调整负偏压至-800 V,在离子源功率 1.0 kW 下进行 15 min 的 Ar⁺清洗。随后调整负偏压为-160 V,占空比为 80%。Ar 气体的流量为 5.5×10^{-6} m³/s,离子源功率为 0.5 kW,占空比为 70%。开启 HiPIMS 电源,溅射 Cr 靶 5 min,制备纯 Cr 层。随后每隔 2 min,在梯度降低 HiPIMS 电源功率的同时提高直流电源的功率,以制备 Cr_xC_y 层(在制备过程中, Cr_xC_y 过渡层的具体化学计量比 x 和 y 会因温度、反应气氛和溅射功率等制备条件而变化,因此用 x 、 y 表示铬、碳的相对含量)。待 HiPIMS

电源功率降为 0 后,保持直流电源的功率为 2 kW 不变,沉积 DLC 薄膜 120 min。将采用直流磁控溅射方法制备过渡层的 DLC 薄膜样品命名为 S1,采用不同 HiPIMS 电源功率制备过渡层的 DLC 薄膜样品分别命名为 S2—S5,具体工艺参数如表 1 所示。

1.2 薄膜的结构与性能表征

采用日本日立公司生产的超高分辨率场发射扫描电子显微镜(SEM SU8220, Hitachi, Janpan)观察硅片表面 DLC 薄膜的截面形貌。采用 ESCALAB 250Xi 型 X 射线光电子能谱分析仪来测量薄膜表面的化学元素组成、原子价态和化学键合情况。选用拉曼光谱仪(Renishaw inVia Raman Microscopy, UK)对 DLC 薄膜进行拉曼表征,激光波长为 532.8 nm,束斑直径为 0.85 μm。采用 NHT³(Anton Paar, Austria)纳米压痕仪对薄膜的纳米硬度及弹性模量进行测试,采用 Berkovich 三棱锥压头,其 3 个面间的夹角为 120°,压头钝圆半径≤100 nm,实验取 7 次测量结果的平均值。将每次压入深度控制在薄膜厚度的 10%以内。采用本源公司生产的导电原子力显微镜(AFM, China)获得薄膜的表面粗糙度,测试范围为 3 000 nm×3 000 nm×15.041 nm。利用 UMT 摩擦磨损试验机(UMT-Tribolab, Bruker, Germany)的常温摩擦模块和划痕模块测试薄膜的摩擦学性能和膜基结合力,摩擦试验采用 5 N 的加载力,摩擦半径为 5 mm,测试时间为 60 min,转速为 200 r/min,采用氮化硅对偶球。划痕试验的划痕长度为 5 mm,加载力范围为 0~40 N,测试时间为 180 s。采用徕卡公司生产的光学显微镜(Leica DMI5000M, Germany)初步观察磨斑、磨痕和划痕的形貌特征。采用速普公司生产的薄膜应力测试仪(FST2000, China)测量薄膜的残余应力。使用三维轮廓仪(Dektak XT, Bruker, USA)测量摩擦实验后薄膜的磨痕深度、截面积和体积,扫描长度为 500 μm,持续时间为 30 s,探针载荷设置为 3 mg,扫描范围为 65.5 μm。通过式(1)计算薄膜的磨损率,通过式(2)~(3)计算对偶球的磨损体积^[13]。

表 1 不同 HiPIMS 电源功率梯度 $\text{Cr}/\text{Cr}_x\text{C}_y$ 过渡层 DLC 薄膜制备工艺参数
Tab.1 Processing parameters of gradients $\text{Cr}/\text{Cr}_x\text{C}_y$ transition layer DLC films under different HiPIMS power sources

Procedure	Gas Iron Source Power/kW	Bias voltage/V	Ar flow/ (m ³ ·s ⁻¹)	Cr (DC) Target Power/kW	Cr (HiPIMS) Target Power/kW	Graphite (DC) Target Power/kW	Depositon Time/min
Argon Iron Clean	1.0	-800	6.7	0	0	0	15
Single Cr Layer	0.5	-160	5.5		1	0	5
Cr-C Gradient Layer	0.5	-160	5.5	S1	1→0	0→2	12
				S2	0	0.6→0	
				S3	0	1.2→0	
				S4	0	1.8→0	
				S5	0	2.4→0	
DLC Film	0.5	-160	330	0	0	2	120

$$K = \frac{V}{LF} \quad (1)$$

$$V_{\text{ball}} = \frac{\pi h}{6} \cdot \left(\frac{3d^2}{4} + h^2 \right) \quad (2)$$

$$h = r - \sqrt{r^2 - \frac{d^2}{4}} \quad (3)$$

式中: K 为磨损率, $\text{mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$; V 为磨损体积, mm^3 ; F 为加载力, N ; L 为磨损轨迹总长度, mm ; d 为对偶球的磨斑直径, mm ; r 为对偶球的半径, mm ; h 为对偶球磨损面磨损体积的高度, mm 。

在室温下, 采用电化学工作站 (CHI600E, China) 进行三电极体系电化学试验, 电解液为质量分数 3.5% 的 NaCl 溶液, 测试面积为 1 cm^2 。测试阻抗的频率范围为 $0.01 \sim 10^5 \text{ Hz}$, 动电位极化曲线的电位扫描速率为 $3.34 \times 10^{-4} \text{ V/s}$ 。为表征薄膜表面在沉积过程中产生的裂隙等缺陷^[14], 通过式 (4) ~ (5) 计算薄膜的孔隙率^[15]。

$$P = \left\{ \frac{R_s}{R_p} \right\} \times 10 \frac{|\Delta E_{\text{corr}}|}{\beta_a} \quad (4)$$

$$R_p = \frac{\beta_a \beta_c}{2.303 9(\beta_a + \beta_c) J_{\text{corr}}} \quad (5)$$

式中: R_p 为 DLC 薄膜的极化电阻; R_s 为基体的极化电阻; β_a 为基体阳极区 Tafel 斜率; β_c 为阴极区

的 Tafel 斜率; ΔE_{corr} 为 DLC 薄膜与基体之间的腐蚀电位差; J_{corr} 为腐蚀电流密度。

2 结果及分析

2.1 薄膜的 XPS 能谱

S1、S3、S5 薄膜样品的 XPS 的全谱和 C 1s 精细谱拟合后的结果如图 1 所示。由全谱可知, 在薄膜表面检测到一定量的氧元素, 这可能来自 2 个方面: 镀膜过程中真空室残余的氧气; 薄膜样品在转运和贮藏过程中其表面吸附的氧气。将 C 1s 精细谱分峰拟合为 286.25、288.17、284.26、284.96 eV 等 4 个峰, 他们分别为 C—O 峰、C=O 峰、 sp^2 -C 峰、 sp^3 -C 峰。通过计算 sp^2 -C 峰和 sp^3 -C 峰与基线围成的区域面积, 可以计算薄膜的 sp^2 -C 与 sp^3 -C 杂化键的比例, 以确定薄膜的性质。经计算, 薄膜 S1、S3、S5 的 sp^3 -C 杂化键比例分别为 55.36%、57.12%、61.57%。 sp^3 -C 杂化键的比例变化可能与过渡层的厚度有关, 过薄的过渡层可能无法提供足够的应力缓冲, 导致应力集中和 sp^3 -C 杂化键含量的降低。适中的过渡层厚度能够有效缓解基体与 DLC 薄膜之间的应力差异, 减少薄膜内的应力集中, 有助于形成更多的 sp^3 -C 键^[16]。 sp^3 -C 杂化键的比例升高表示薄膜逐渐趋于金刚石的特性。

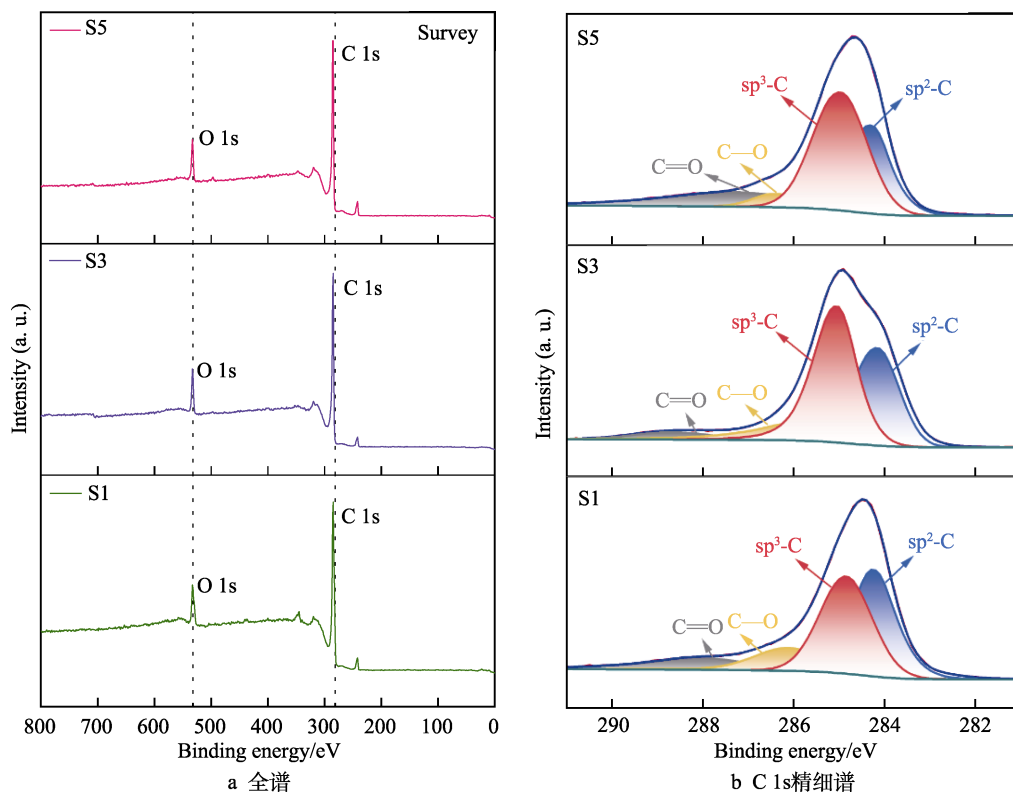


图 1 不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层 DLC
Fig.1 XPS spectra of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources: a) full spectrum; b) C 1s fine spectrum

2.2 薄膜的拉曼光谱

对所得到的 S1—S5 薄膜样品进行了 Raman 表征, 结果见图 2。由图 2a 可以看出, DLC 薄膜在 $1\,350\sim1\,580\text{ cm}^{-1}$ 范围内有 2 个特征峰, 分别对应非晶碳膜的 D 峰、G 峰^[17-18]。S1、S3、S5 薄膜样品的 Raman 光谱 Gauss 分峰拟合后的结果如图 2b 所示。 I_D/I_G 、G 峰位置和 G 峰半高宽都是表征 DLC 薄膜化学键信息的重要参数^[19]。由图 2b 可知, 当 DCMS 转变为 HiPIMS 电源且功率提高后, 薄膜的 I_D/I_G 呈逐渐降低的趋势, G 峰位置呈逐渐升高的趋势, 这与薄膜的 XPS 分析得到的 $\text{sp}^3\text{-C}$ 杂化键比例升高的趋势结果吻合。具体来看, I_D/I_G 仅由 S1 组的 2.12 降至 1.84, G 峰位置 (G Peak) 仅由 $1\,563.18\text{ cm}^{-1}$ 移至 $1\,567.88\text{ cm}^{-1}$, G 峰的半峰高宽 (G_{FWHM}) 由 181.488 cm^{-1} 增至 189.702 cm^{-1} 。分析得到的结果, 相对于 DCMS

方法, HiPIMS 作为 DLC 薄膜的过渡层制备电源有一定的增益效果, 但并不会对 DLC 薄膜的化学键信息产生明显的影响。

2.3 薄膜的表截面形貌及表面粗糙度

不同 HiPIMS 电源功率制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 DLC 薄膜截面 SEM 照片如图 3 所示。可以发现, 薄膜的总厚度都保持在 $500\sim650\text{ nm}$ 区间, DLC 功能层的厚度在 $400\sim500\text{ nm}$, 均呈现均匀的非晶结构, 薄膜的截面质量良好, 未观察到明显缺陷。 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层随着电源种类和功率的不同, 其厚度也不同。相对于 S1 组 (DC 功率为 $1\text{ kW}\rightarrow 0$) 的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 51 nm , 随着 HiPIMS 电源功率的增加, 过渡层的厚度越厚, 最厚约为 200 nm 。 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层随着 HiPIMS 电源功率的升高, 表现为较致密的结构特征。

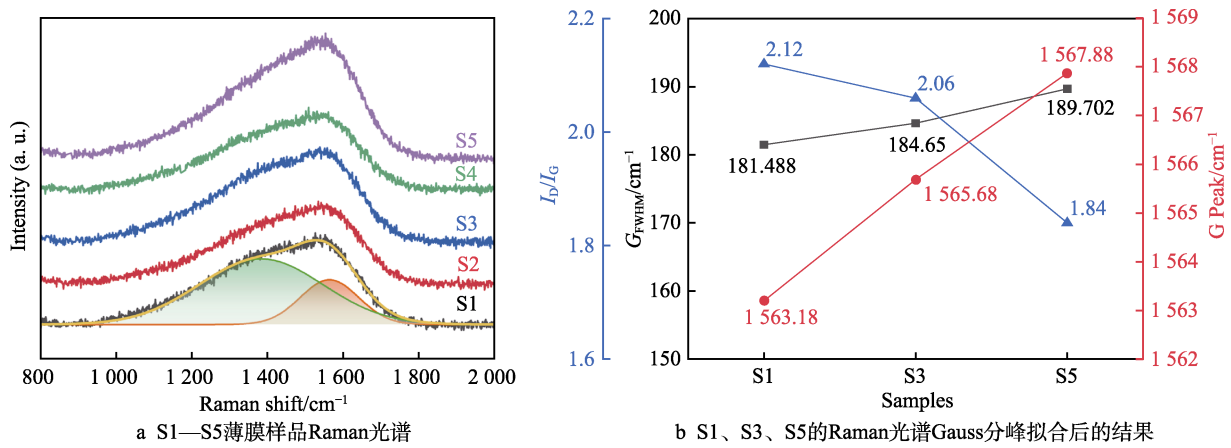


图 2 不同 HiPIMS 电源功率制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 DLC 薄膜的拉曼光谱
Fig.2 Raman spectra of $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

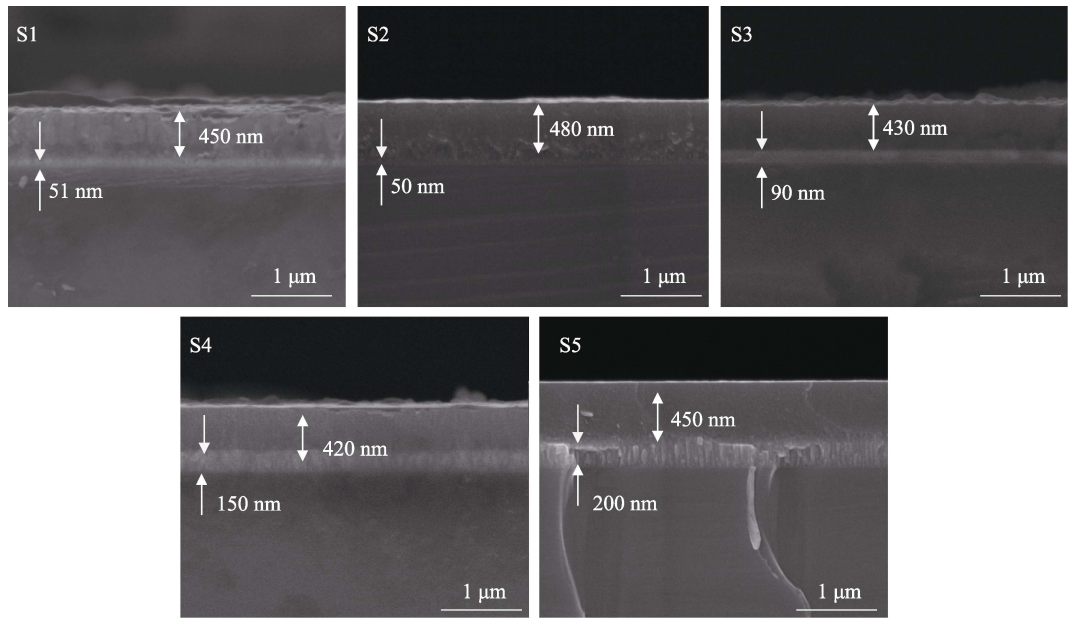


图 3 不同 HiPIMS 电源功率制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 DLC 薄膜截面 SEM 照片
Fig.3 SEM images of $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ gradient transition layer DLC thin films prepared under different HiPIMS power sources

S1—S5 等 5 个不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的表面微观形貌和表面粗糙度如图 4 所示。可以看出, 薄膜的表面粗糙度随着 HiPIMS 电源功率的升高而降低。制备的 DLC 薄膜的表面粗糙度均在 5 nm 以下, 其中对照组 S1 的表面粗糙度最大, 为 4.69 nm。S1 组 (DCMS 功率为 1 kW→0) DLC 薄膜的平均表面粗糙度为 4.69 nm, 在测试区域内薄膜整体表现为凹凸不平, 高度落差较大。S2 组 (HiPIMS 功率为 0.6 kW→0) 相对 S1 组, 其表面粗糙度 (4.52 nm) 略有下降, 其形貌与 S1 相比无明显改善, 依然许多处存在明显的高度差。随着 HiPIMS 电源功率的提高, 薄膜的表面粗糙度明显降低, 由 S2 的 4.52 nm 降至 2.09 nm, 薄膜的表面轮廓形貌变得较为连续平整。当 HiPIMS 电源功率提高至

2.4 kW 时, 薄膜的表面粗糙度降至 1.15 nm。HiPIMS 相对于直流磁控溅射具有更高的离子密度和离子能量, 在脉冲期间产生了较高的离子能量, 提高了梯度过渡层 Cr/Cr_xC_y 的致密性, 进而提高了 DLC 薄膜的表面质量, 降低了薄膜的表面粗糙度^[20]。

2.4 薄膜的力学性能

薄膜划痕测试后的光学显微镜拼接照片及薄膜划痕测试的 L_{c2} 阶段起点位置的局部放大照片如图 5 所示。薄膜划痕测试的临界载荷 L_{c1}、L_{c2}、L_{c3} 是评价薄膜的膜基结合力的重要指标。其中, L_{c1} 指薄膜表面开始出现起皱现象时对应的载荷, L_{c2} 指薄膜划痕处开始出现片状剥落时对应的载荷, L_{c3} 指薄膜出现大面积脱落 (暴露基体) 时的载荷^[21-22]。一般认为,

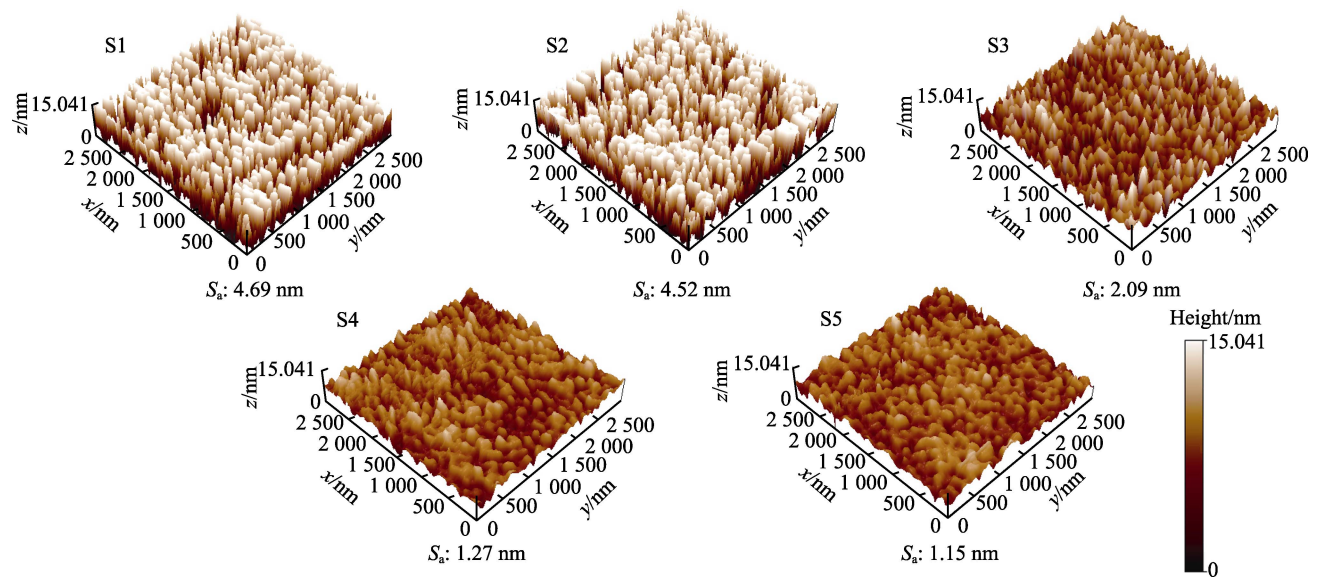


图 4 不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的表面微观形貌和表面粗糙度
Fig.4 Surface microstructure and surface roughness of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

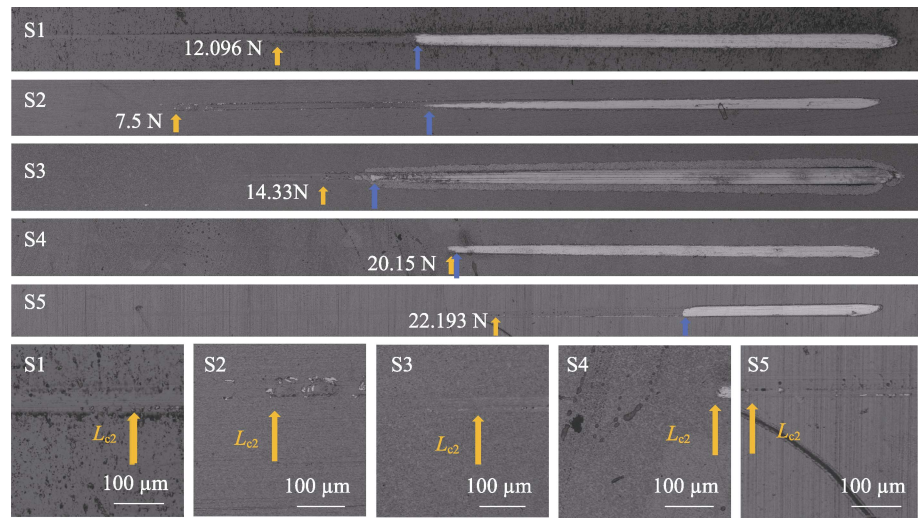
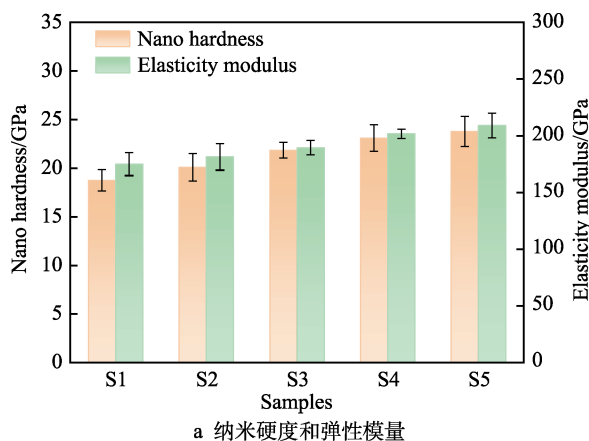


图 5 不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的划痕照片
Fig.5 Scratch photos of DLC films with Cr/Cr_xC_y gradient transition layer prepared under different HiPIMS power sources

L_{c2} 为薄膜与基体的结合力。由图5可以看出, S1组薄膜的膜基结合力约为12.096 N, S2—S5组薄膜的膜基结合力随着HiPIMS电源功率的升高而升高。S2组的膜基结合力最差, 仅为7.5 N, 但随着HiPIMS电源功率的提高, 薄膜的膜基结合力随之增加。当HiPIMS电源功率提高至2.4 kW时, 相对于对照组S1, 其膜基结合力提升了近1倍, S5组的膜基结合力约为22.193 N。HiPIMS通过高能粒子轰击, 可以增强薄膜与基体之间的界面反应, 形成较强的界面键合^[23]。高能粒子还可以清洁基体表面, 去除氧化物和污染物, 对DLC薄膜的膜基结合力的提升有一定积极作用。污染物对DLC薄膜的膜基结合力的提升有一定积极作用。经高能粒子轰击, 可以增强薄膜与基体之间的界面反应, 形成较强的界面键合^[23]。高能粒子还可以清洁基体表面, 去除氧化物和污染物, 对DLC薄膜的膜基结合力的提升有一定积极作用。

采用不同HiPIMS电源功率制备Cr/Cr_xC_y梯度过渡层的DLC薄膜的残余应力测试结果, 以及薄膜残余应力随制备Cr/Cr_xC_y梯度过渡层电源种类和功率的变化趋势如图6所示。所有薄膜的残余应力均表现为压应力, 且直流对照组S1组(DC功率: 1 kW→0) DLC薄膜的残余应力和S2组(iPIMS功率: 0.6 kW→0)的残余应力最大, 均大于4 GPa。当HiPIMS电源功率升高至1.2 kW时, S3组薄膜残余应力降至3.23 GPa。随后, 进一步提高HiPIMS电源功率至1.8 kW, S4组薄膜的残余应力为3.11 GPa。当HiPIMS电源功率提高至2.4 kW时, 薄膜的残余应力显著降低, S5组薄膜的残余应力为1.06 GPa。采用HiPIMS电源制备的Cr/Cr_xC_y梯度过渡层, 具有一定降低DLC薄膜残余应力的作用^[24]。HiPIMS高能粒子轰击基体表面, 促进了原子间的紧密堆积和均匀生长, 从而减少了薄膜的缺陷和孔隙, 形成的致密微结构有助于释放和均衡薄膜内的应力, 随着功率的提升, 最终显著减小残余应力^[25]。

薄膜样品S1—S5的纳米硬度和弹性模量如图7a



a 纳米硬度和弹性模量

所示。可以发现, 薄膜的纳米硬度和弹性模量整体呈现逐渐升高的趋势, S1组(DC功率: 1 kW→0)的纳米硬度为18.76 GPa。随着过渡层制备电源转变为HiPIMS, 并提升其功率, 薄膜的纳米硬度逐渐升高。S5组薄膜的纳米硬度为23.77 GPa, 薄膜的弹性模量分布在200 GPa左右, 整体变化不大。薄膜的 H/E 与 H^3/E^2 如图7b所示。 H/E 通常用于评估材料的弹性行为和抗变形能力, H^3/E^2 是一个更为综合的指标, 通常用于评估材料的耐磨性和抗塑性变形能力。由图7b可知, S1—S5薄膜样品的 H/E 先升高, 然后轻微降低, H^3/E^2 整体上表现为逐渐升高的趋势。进一步提升HiPIMS电源功率, H^3/E^2 增大的趋势不再明显。这里薄膜的纳米硬度逐渐变大的结果与薄膜拉曼光谱的 I_D/I_G 降低及XPS分析中 sp^3 -C杂化键比例轻微升高的趋势一致。过渡层可以缓解基底与DLC薄膜之间的界面应力, 应力的分布会影响碳原子的成键方式, 较高的界面应力可能导致 sp^2 键比例的增加, 而应力较低的界面则可能利于 sp^3 键的形成, 因此薄膜的 sp^3 键比例提升及薄膜的内应力下降使得薄膜的纳米硬度及 H^3/E^2 提高。

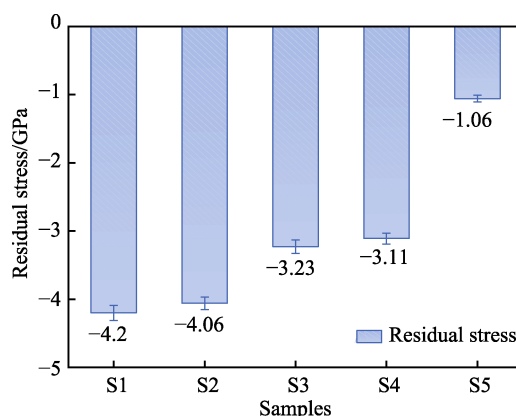
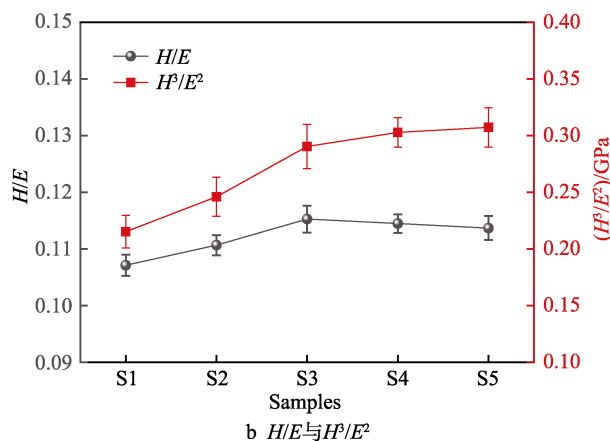


图6 不同HiPIMS电源功率制备Cr/Cr_xC_y梯度过渡层的DLC薄膜的残余应力

Fig.6 Residual stress of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources



b H/E 与 H^3/E^2

图7 不同HiPIMS电源功率制备Cr/Cr_xC_y梯度过渡层的DLC薄膜的纳米硬度、 H/E 与 H^3/E^2
Fig.7 Residual stress, H/E and H^3/E^2 of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

2.5 薄膜的摩擦学性能

不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的摩擦曲线及平均摩擦因数如图 8 所示, 所有组别的 DLC 薄膜均表现出较好的摩擦学性能 (Mean COF < 0.1)。试验开始至 600 s 这个阶段为所有 DLC 薄膜的跑合阶段, 薄膜在此阶段的摩擦因数均高于平均值, 待薄膜跑合阶段结束后, 逐渐转为低摩擦状态, 最后保持在一个较为稳定的状态。相较于对照组 S1 薄膜, 采用 HiPIMS 电源制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜比直流电源制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜具有更短的跑合时间。S1 对对照组和 S2 组的 DLC 薄膜在测试阶段摩擦曲线出现“抬起”, 摩擦曲线先升高再降低至平均摩擦因数附近, 这可能与磨屑的产生和排出有关。在摩擦过程中产生的磨屑使得摩擦因数升高, 待磨屑排出后摩擦因数逐渐恢复。S3—S5 组跑合后的摩擦曲线相对于 S1 较为平稳, 无类似 S1 组的“抬起”现象。随着 HiPIMS 电源功率的增加, DLC 薄膜的平均摩擦因数显著降低, 由对照组 S1 的 0.074 3, 降至 0.032 2。采用 HiPIMS 电源制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层对 DLC 薄膜的摩擦

学性能具有显著提升作用, 这主要归因于 HiPIMS 的高离化率、Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的应力缓冲和附着力的作用, 以及 DLC 薄膜本身的低摩擦特性和自润滑效应^[26]。Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层可以有效缓冲因 DLC 与基底之间的热膨胀系数差异所引起的残余应力, 从而减小薄膜出现开裂和剥离的风险。HiPIMS 能够在原子级别上实现表面平整^[27], 制备的过渡层 DLC 薄膜表面光滑且均匀, 减小了表面粗糙度 (1.15 nm), 直接降低了摩擦因数。高密度和均匀的薄膜结构有助于分布和传导摩擦产生的应力, 减少磨损^[28]。

采用不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜经摩擦学试验后, 薄膜与其对偶氮化硅球的磨损率及变化趋势如图 9 所示。DLC 薄膜与氮化硅对偶球的磨损率均随着 HiPIMS 电源功率的升高而降低。采用 HiPIMS 电源功率制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的耐磨性能明显优于对照组 S1, 对照组 S1 的磨损率为 $1.16 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$, 与其对偶的氮化硅球的磨损情况相对严重, 对偶球的磨损率为 $1.01 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。HiPIMS 电源功率升高, DLC 薄膜和氮化硅对偶球磨损率持续降低, S5 组 DLC 薄膜具有最优的耐磨性能, 磨损率为 $4.2 \times$

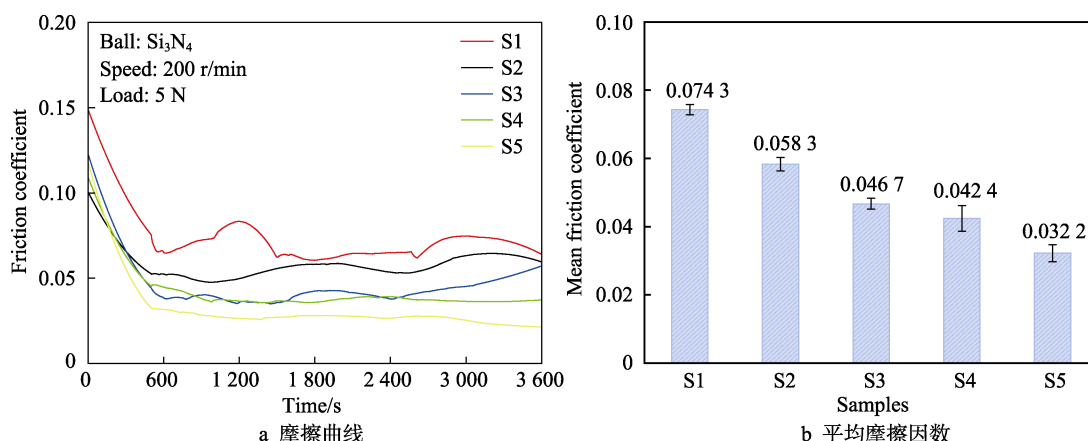


图 8 不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的摩擦曲线和平均摩擦因数
Fig.8 Friction curve and average friction coefficient of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

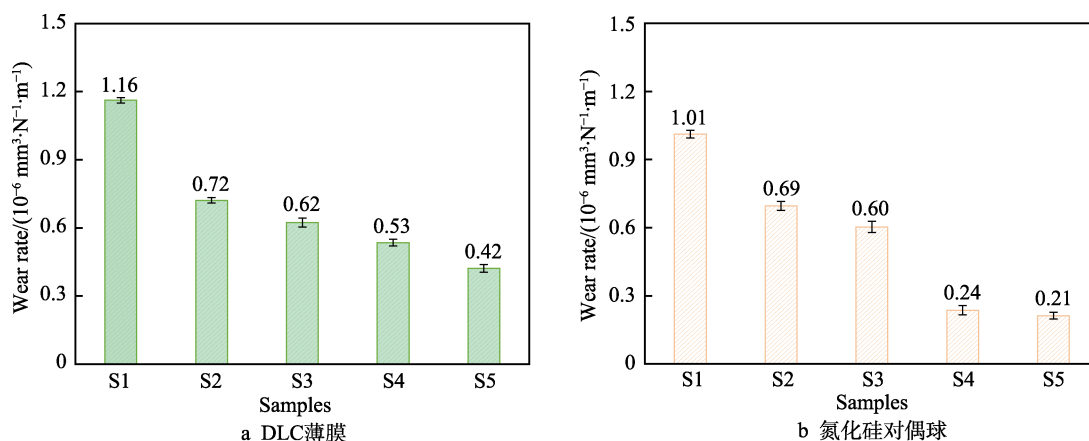


图 9 DLC 薄膜和氮化硅对偶球的磨损率
Fig.9 Wear rate of DLC films and silicon nitride dual balls: a) DLC films; b) Si₃N₄ balls

$10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$, 与其对偶的氮化硅球磨损率为 $2.1 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。S5 组 HiPIMS 电源功率 ($2.4 \text{ kW} \rightarrow 0$) 制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的 DLC 薄膜磨损率比 S1 对照组 (DCMS 功率: $1 \text{ kW} \rightarrow 0$) DLC 薄膜降低了 64%。

采用不同 HiPIMS 电源功率制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的 DLC 薄膜在摩擦学试验后, 薄膜的磨损形貌及其对偶氮化硅球磨痕光学显微镜照片如图 10 所示。由图 10 可以看出, 薄膜样品和对偶球表面出现了不同数量的转移膜, 其中 S5 组对偶球表面产生的转移膜最多。对照组 S1 薄膜磨损后的磨损宽度为 $360.11 \mu\text{m}$, 明显大于 S2—S5 组, 这可能是因 S1 组 DCMS 所制备的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层结构不如 HiPIMS 制备的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层致密, 导致 DLC 功能层结构排列及硬度略低于 S2—S5 组。在同样的测试条件下, S1 组对偶球侵入薄膜的部分多于 S2—S5 组。S2 组 DLC 薄膜磨损表面附着一些黑色粘连物, 并存在一些明显的划伤凹痕, 表明 S2 组 HiPIMS 电源功率 ($0.6 \text{ kW} \rightarrow 0$) 制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的致密性较差, 导致 DLC 薄膜整体的硬度偏低, 在摩擦过程中容易产生崩坏脱落, 进而发生严重磨损。对于 S3—S5 组, 随着 HiPIMS 电源功率的提高, $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的结构变得致密, 比例升高的 sp^3 杂化碳键结构提供了类似金刚石的高硬度和耐磨性能, 薄膜在摩擦过程中不再出现脱落现象, 但都存在较深的磨痕, 磨损方式主要以磨粒磨损为主。

2.6 薄膜的耐腐蚀性能

采用不同 HiPIMS 电源功率制备的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 DLC 薄膜的极化曲线和阻抗如图 11 所示, 不同 DLC 薄膜电化学参数拟合后的结果见表 2。随着过渡层的制备方法由 DCMS 转变为 HiPIMS, 并不断提升功率, 其腐蚀电流密度和腐蚀电位均表现出先降低后升高的趋势, 表明过渡层的制备方法由 DCMS 转变为 HiPIMS 会间接影响薄膜的耐腐蚀性能。极化电阻 R_p 受到腐蚀电流密度和极化曲线中 Tafel 斜率的

影响, 极化电阻 R_p 越大, 可以认为薄膜的耐腐蚀性越好^[29]。由表 2 所示, S5 组的薄膜样品的极化电阻 R_p 最大, 表明其耐腐蚀性最好。如图 11b 所示, 阻抗 Z 由实部 Z' 和虚部 Z'' 组成, 对比发现, S3 组 (HiPIMS: $1.2 \text{ kW} \rightarrow 0$) 的 DLC 薄膜具有最大的容抗弧, S5 组与之接近, 表明 S3 组对电荷转移的阻碍程度最大。此外, 所有由 HiPIMS 电源制备的 DLC 薄膜的容抗弧半径均大于 DCMS 制备过渡层的 DLC 薄膜, 其耐腐蚀性均优于对照组 S1。高密度、致密的薄膜结构能够有效阻止腐蚀介质 (如水和盐离子) 的渗透, 提供物理屏障。HiPIMS 技术能制备出具有更低孔隙率和成分分布更均匀的过渡层薄膜, 从而增强了其抗腐蚀性能^[30]。此外, 较少的缺陷和更强的膜基结合力也有助于提高薄膜的耐腐蚀性。由 HiPIMS 制备的过渡层薄膜具有更致密的结构, 在一定程度上阻止了腐蚀液中腐蚀离子的侵入, 从而提高了薄膜的耐腐蚀性^[31]。采用不同 HiPIMS 电源功率制备的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的 DLC 薄膜的 Bode 幅值谱和相位谱分别如图 11c、d 所示。在低频下, S5 组 DLC 薄膜具有最大的阻抗模值和相位角, 表明它具有较好的耐腐蚀性能, 这与极化曲线的分析结果相互印证。

采用不同 HiPIMS 电源功率制备 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层的 DLC 薄膜的腐蚀等效电路模型如图 12 所示。其中, R_s 表示溶液电阻 ($\Omega \cdot \text{cm}^2$), C_1 表示薄膜电容 (F/cm^2), C_2 表示基体与腐蚀介质形成的双层电容 (F/cm^2), R_{ct} 、 R_c 分别表示界面电荷转移电阻和薄膜的孔隙电阻 ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)。 R_{ct} 越大, 则薄膜对腐蚀离子的阻碍作用越强, 薄膜的耐腐蚀性越好^[32]。利用图 12 的等效电路对电化学阻抗谱进行拟合, 结果见表 3。从拟合结果可以发现, S5 组界面电荷转移电阻比对照组 S1 高近 1 个数量级, 表明 S5 组 (HiPIMS: $2.4 \text{ kW} \rightarrow 0$) 制备的 $\text{Cr/Cr}_x\text{C}_y$ 梯度过渡层 DLC 薄膜具有更好的耐腐蚀性能, 能够在一定程度上保护基体, 避免其遭受腐蚀。

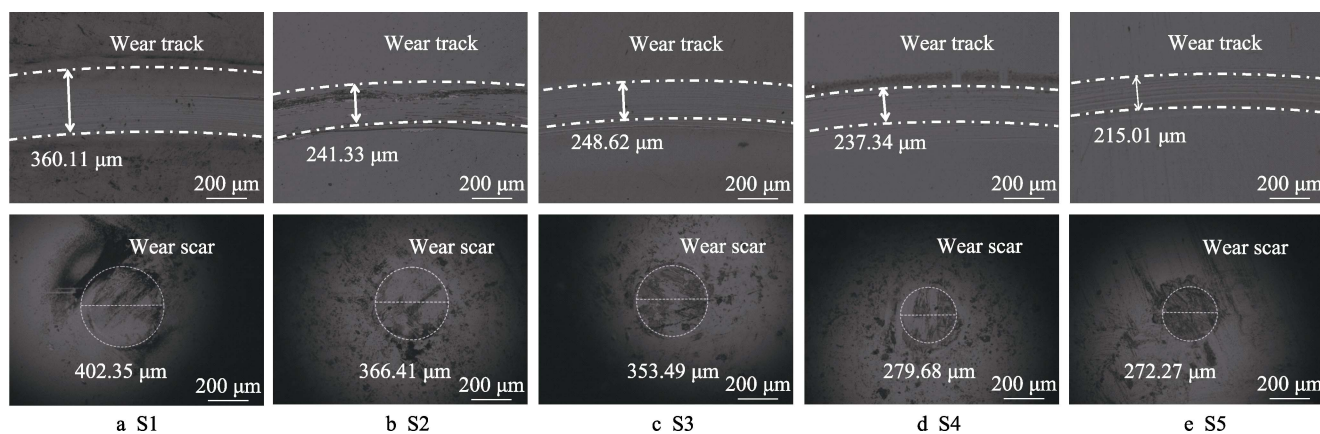


图 10 DLC 薄膜磨损形貌和其对偶氮化硅球磨痕光学显微镜照片

Fig.10 Optical microscope image of thin film wear morphology and its silicon azide ball wear scar

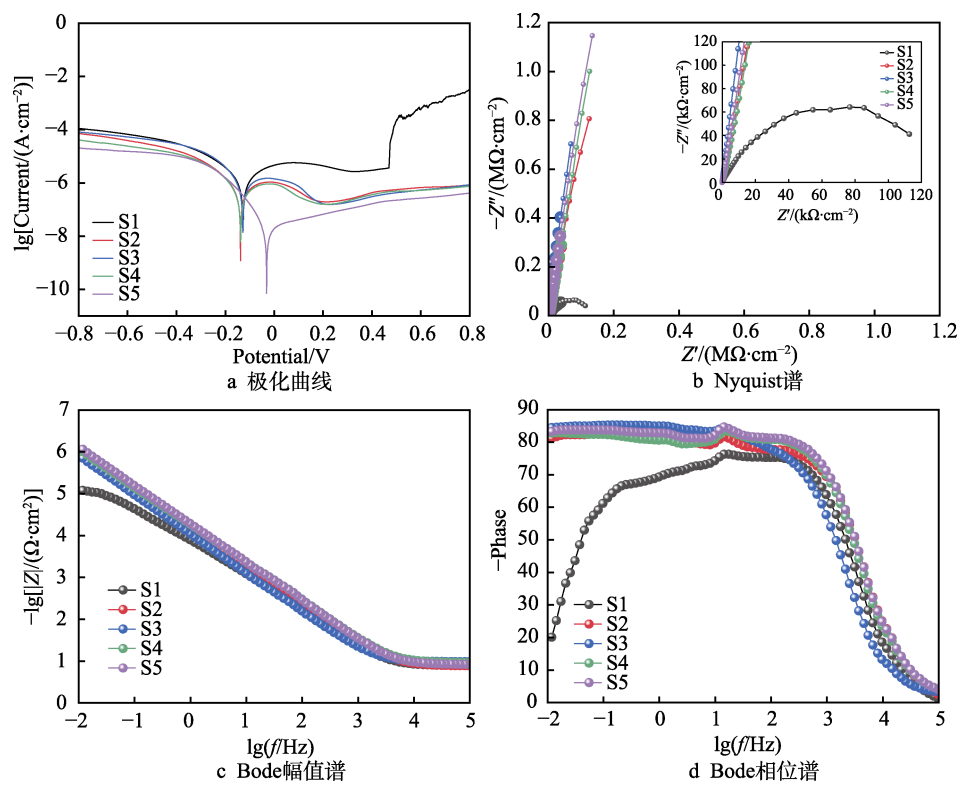


图 11 DLC 薄膜的动电位极化曲线及阻抗图
Fig.11 Potentiodynamic polarization curve and impedance diagram of DLC films: a) polarization curve; b) Nyquist spectrum; c) Bode amplitude spectrum; d) Bode phase spectrum

表 2 采用不同 HiPIMS 电源功率制备的 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的电化学参数
Tab.2 Electrochemical parameters of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

Samples	E_{corr}/V	$J_{\text{corr}}/(10^{-8} \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2})$	$\beta_a/(\text{mV} \cdot \text{dec}^{-1})$	$\beta_c/(\text{mV} \cdot \text{dec}^{-1})$	$R_p/(\text{k}\Omega \cdot \text{cm}^2)$	Porosity/%
S1	-0.128	169.4	40.241	68.42	232	3.325
S2	-0.138	298.1	20.033	76.34	301	3.379
S3	-0.128	76.9	8.731	76.72	564	1.368
S4	-0.137	73.6	19.530	74.61	628	1.583
S5	-0.031	2.8	23.032	113.05	1 140	0.618

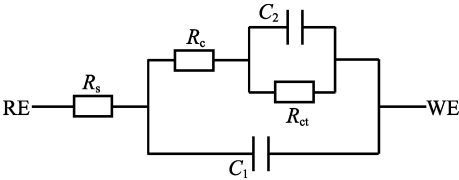


图 12 DLC 薄膜的腐蚀等效电路
Fig.12 Corrosion equivalent circuit model of DLC films

表 3 不同 HiPIMS 电源功率制备 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层的 DLC 薄膜的 EIS 拟合数据
Tab.3 EIS fitting data of Cr/Cr_xC_y gradient transition layer DLC films prepared under different HiPIMS power sources

Samples	$R_s/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$	$C_1/(\mu\text{F}/\text{cm}^2)$	$R_c/(\text{k}\Omega \cdot \text{cm}^2)$	$C_2/(\mu\text{F}/\text{cm}^2)$	$R_{ct}/(\text{k}\Omega \cdot \text{cm}^2)$
S1	17.280	20.6	437	10.2	580
S2	17.592	10.9	528	2.04	680
S3	19.366	2.25	156	7.26	2 590
S4	18.753	6.95	536	3.19	3 160
S5	20.385	0.92	415	0.13	4 510

3 结论

1) 分别利用 DCMS 和不同 HiPIMS 电源功率制备了 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层 DLC 薄膜。电源种类和功率的不同对薄膜过渡层具有显著影响。在相同功率下, 采用 DCMS 制备的梯度过渡层较薄, 采用 HiPIMS 制备的梯度过渡层随着电源功率的升高而变厚。DLC 功能层为非晶结构。采用 HiPIMS 制备的梯度过渡层的 DLC 薄膜表面较为平整, 其最小表面粗糙度 S_a 为 1.15 nm。

2) 采用 DCMS 和不同 HiPIMS 电源功率制备了 Cr/Cr_xC_y 梯度过渡层 DLC 薄膜, 它们具有不同的力学性能和摩擦学性能, HiPIMS: 2.4 kW→0 制备过渡层的 DLC 薄膜具有最小的残余应力 (1.06 GPa)、最大的纳米硬度 (23.77 GPa)、最优的膜基结合力 (22.19 N)、最低的摩擦因数 (0.032 2) 和最低的磨损率 ($4.2 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$)。

3) HiPIMS: 2.4 kW→0 制备过渡层的 DLC 薄膜

在质量分数 3.5% 的 NaCl 溶液的电化学试验中具有较低的腐蚀电流密度和较高的界面电荷转移电阻, 具有较好的耐腐蚀性能, 对基体可以起到较好的保护作用。

参考文献:

- [1] ERDEMIR A, DONNET C. Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Recent Progress and Future Prospects[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2006, 39(18): R311-R327.
- [2] ERDEMIR A, RAMIREZ G, ERYILMAZ O L, et al. Carbon-Based Tribofilms from Lubricating Oils[J]. Nature, 2016, 536(7614): 67-71.
- [3] HAUERT R. An Overview on the Tribological Behavior of Diamond-Like Carbon in Technical and Medical Applications[J]. Tribology International, 2004, 37(11/12): 991-1003.
- [4] 薛群基, 王立平. 类金刚石碳基薄膜材料[M]. 北京: 科学出版社, 2012: 257-266.
XUE Q J, WANG L P. Diamond-Like Carbon-Based Thin Film Materials[M]. Beijing: Science Press, 2012: 257-266.
- [5] NURUZZAMAN D M, CHOWDHURY M A, NAKAJIMA A, et al. Friction and Wear of Diamond Like Carbon (DLC) Coatings - a Review[J]. Recent Patents on Mechanical Engineering, 2011, 4(1): 55-78.
- [6] 彭雅利, 郭朝乾, 林松盛, 等. 综述金属掺杂对类金刚石薄膜结构和性能的影响[J]. 电镀与涂饰, 2019, 38(15): 826-832.
PENG Y L, GUO C Q, LIN S S, et al. Effect of Metal Doping on Structure and Properties of Diamond-Like Carbon Films: A Review[J]. Electroplating & Finishing, 2019, 38(15): 826-832.
- [7] YU Q, CHEN X C, ZHANG C H, et al. Influence Factors on Mechanisms of Superlubricity in DLC Films: a Review[J]. Frontiers in Mechanical Engineering, 2020, 6: 65.
- [8] 李星亮, 岳文, 康嘉杰, 等. 磨料条件下 DLC 复合微织构表面的磨损机理[J]. 中国表面工程, 2023, 36(6): 100-107.
LI X L, YUE W, KANG J J, et al. Abrasive Wear Mechanism of the Diamond-Like Carbon Composite Microstructure Surface[J]. China Surface Engineering, 2023, 36(6): 100-107.
- [9] 李海潮, 苏峰华, 陈彦军, 等. 硅掺杂无氢非晶碳膜的 HiPIMS/DCMS 共沉积制备及其高温摩擦学性能[J]. 摩擦学学报, 2023, 43(4): 385-396.
LI H C, SU F H, CHEN Y J, et al. High Temperature Tribological Properties of Hydrogen-Free Si-DLC Films Using HiPIMS/DCMS Co-Deposition Technique[J]. Tribology, 2023, 43(4): 385-396.
- [10] LIU Y R, LI S Y, ZHOU X H, et al. Enhanced Anti-Tribocorrosion Property of A-C Film under High Hydrostatic Pressure by High Power Pulsed Magnetron Sputter (HiPIMS)[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 28: 3052-3067.
- [11] LIN H S, WANG C Y, LAI Z W, et al. Microstructure and Mechanical Properties of HFBX Coatings Deposited on Cemented Carbide Substrates by HiPIMS and DCMS[J]. Surface and Coatings Technology, 2023, 452: 129119.
- [12] RAMÍREZ-REYNA O, PÉREZ-ALVAREZ J, FLORES-MARTÍNEZ M, et al. Evaluation of Mechanical Properties and Tribological Behavior of DLC/WC/WCN/W Multilayer Coatings Deposited by HiPIMS[J]. Materials Letters, 2024, 357: 135737.
- [13] WEI X B, CHEN L, ZHANG M L, et al. Effect of Dopants (F, Si) Material on the Structure and Properties of Hydrogenated DLC Film by Plane Cathode PECVD[J]. Diamond and Related Materials, 2020, 110: 108102.
- [14] LYNCH S P, TREVENA P. Stress Corrosion Cracking and Liquid Metal Embrittlement in Pure Magnesium[J]. Corrosion, 1988, 44(2): 113-124.
- [15] YAGODZINSKY Y, TARASENKO O S, HÄNNINEN H. Hydrogen Effects on Material Behavior and Corrosion Deformation Interactions, F, 2003[C]// Proceedings of the International Conference on Hydrogen Effects on Material Behavior and Corrosion Deformation Interactions, Moran: TMS, 2021: 385-448.
- [16] KASIOROWSKI T, LIN J, SOARES P, et al. Microstructural and Tribological Characterization of DLC Coatings Deposited by Plasma Enhanced Techniques on Steel Substrates[J]. Surface and Coatings Technology, 2020, 389: 125615.
- [17] CASIRAGHI C, PIAZZA F, FERRARI A C, et al. Bonding in Hydrogenated Diamond-Like Carbon by Raman Spectroscopy[J]. Diamond and Related Materials, 2005, 14(3/4/5/6/7): 1098-1102.
- [18] FERRARI A C, ROBERTSON J. Interpretation of Raman Spectra of Disordered and Amorphous Carbon[J]. Physical Review B, 2000, 61(20): 14095-14107.
- [19] FERRARI A C. Determination of Bonding in Diamond-Like Carbon by Raman Spectroscopy[J]. Diamond and Related Materials, 2002, 11(3/4/5/6): 1053-1061.
- [20] KHAN S A, OLIVEIRA J, FERREIRA F, et al. Surface Roughness Influence on Tribological Behavior of HiPIMS DLC Coatings[J]. Tribology Transactions, 2023, 66(3): 565-575.
- [21] 于杰, 陶兴付, 秦林, 等. 压头曲率半径对硬质薄膜结合力划痕测量影响的比较研究[J]. 计量学报, 2020, 41(9): 1089-1094.
YU J, TAO X F, QIN L, et al. Comparative Study on the Influence of Curvature Radius of Needle Tip on Scratch Test of Hard Film Bonding Force[J]. Acta Metrologica Sinica, 2020, 41(9): 1089-1094.
- [22] 潘晓龙, 胡小刚, 赵婧, 等. 薄膜/涂层材料界面结合强度评价方法研究进展[J]. 表面技术, 2022, 51(4): 50-65.
PAN X L, HU X G, ZHAO J, et al. Research Progress on

- Evaluation Methods of Interfacial Bonding Strength of Film/Coating[J]. *Surface Technology*, 2022, 51(4): 50-65.
- [23] ANDERS A. Discharge Physics of High Power Impulse Magnetron Sputtering[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2011, 205: S1-S9.
- [24] 左潇, 孙丽丽, 汪爱英, 等. 高功率脉冲磁控溅射制备非晶碳薄膜研究进展[J]. *表面技术*, 2019, 48(9): 53-63.
ZUO X, SUN L L, WANG A Y, et al. Research Progress on Preparation of Amorphous Carbon Thin Films by High Power Impulse Magnetron Sputtering[J]. *Surface Technology*, 2019, 48(9): 53-63.
- [25] PAULEAU Y. Residual Stresses in DLC Films and Adhesion to Various Substrates[M]// DONNET C, ERDEMIR A, eds. *Tribology of Diamond-Like Carbon Films*. Boston, MA: Springer US, 2007: 102-136.
- [26] LIU Y, ERDEMIR A, MELETIS E I. An Investigation of the Relationship between Graphitization and Frictional Behavior of DLC Coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1996, 86: 564-568.
- [27] SARAKINOS K, MARTINU L. Synthesis of Thin Films and Coatings by High Power Impulse Magnetron Sputtering[M]//High Power Impulse Magnetron Sputtering. Amsterdam: Elsevier, 2020: 333-374.
- [28] SARAKINOS K, ALAMI J, KONSTANTINIDIS S. High Power Pulsed Magnetron Sputtering: a Review on Scientific and Engineering State of the Art[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 204(11): 1661-1684.
- [29] RITTIHONG U, TUNMEE S, SUPRUANGNET R, et al. Structural, Mechanical Properties and Corrosion Performance of Multilayer Ti Doped-DLC/Ti Films Deposited on Low-Carbon Steel[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2023, 2431(1): 012059.
- [30] SHARIFAHMADIAN O, MAHBOUBI F, YAZDANI S. Comparison between Corrosion Behaviour of DLC and N-DLC Coatings Deposited by DC-Pulsed PACVD Technique[J]. *Diamond and Related Materials*, 2019, 95: 60-70.
- [31] 胡杨, 何沐阳. 氮气流量对 CrN-DLC 薄膜的摩擦学性能及腐蚀行为的影响[J]. *材料保护*, 2023, 56(12): 36-43.
HU Y, HE M Y. Effect of Nitrogen Flow Rate on Tribological Properties and Corrosion Behavior of CRN-DLC Coating[J]. *Materials Protection*, 2023, 56(12): 36-43.
- [32] REN L Y, LIU X H, CAO H S, et al. Mechanical and Corrosion Properties of Hydrogen-Free DLC Coatings Prepared on Degradable As-Extruded WE43 Alloy Using FCVA Technology[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2024, 476: 130293.

(上接第 61 页)

- [21] TAKEUCHI A, INOUE A. Classification of Bulk Metallic Glasses by Atomic Size Difference, Heat of Mixing and Period of Constituent Elements and Its Application to Characterization of the Main Alloying Element[J]. *Materials Transactions*, 2005, 46(12): 2817-2829.
- [22] 要玉宏, 梁霄羽, 金耀华, 等. 硼对 AlMo_{0.5}NbTa_{0.5}TiZr 难熔高熵合金组织和高温氧化性能的影响[J]. *表面技术*, 2020, 49(2): 235-242.
YAO Y H, LIANG X Y, JIN Y H, et al. Effect of B Addition on Microstructure and High Temperature Oxidation Resistance of AlMo_{0.5}NbTa_{0.5}TiZr Refractory High-Entropy Alloys[J]. *Surface Technology*, 2020, 49(2): 235-242.
- [23] SAMSONOV G V. *The Oxide Handbook*[M]. Switzerland: Springer Science & Business Media, 2013.
- [24] NISHIYAMA K, ABE T, SAKAGUCHI T, et al. Damping Properties of YNbO₄-Nb₂O₅-Y₂O₃ Ceramics[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, 355(1/2): 103-107.
- [25] CABRAL R F, PRADO DA SILVA M H, DE CAMPOS J D, et al. Study of the Sintering of Mixtures Al₂O₃-Nb₂O₅ and Y₂O₃-Nb₂O₅[J]. *Materials Science Forum*, 2012, 727/728: 799-803.
- [26] 丁一, 胡振峰, 梁秀兵, 等. 高熵合金高温抗氧化性的研究进展[J]. *表面技术*, 2021, 50(1): 162-172.
DING Y, HU Z F, LIANG X B, et al. Research Progress in Antioxidation of High Entropy Alloys at High Temperatures[J]. *Surface Technology*, 2021, 50(1): 162-172.