

磁过滤器电流对非晶碳薄膜摩擦学特性影响的研究*

韩亮^{1)2)†} 杨立¹⁾ 杨拉毛草¹⁾ 王炎武¹⁾ 赵玉清¹⁾

1) (西安交通大学电子与信息工程学院, 西安 710049)

2) (西安电子科技大学技术物理学院, 西安 710071)

(2009年10月17日收到; 2010年7月13日收到修改稿)

研究了过滤阴极真空电弧技术中, 不同的磁过滤器电流下(5—13 A), 制备的四面体非晶碳(ta-C)薄膜对摩擦学特性的影响. 通过对薄膜厚度, 薄膜结构以及薄膜表面粗糙度随磁过滤电流的变化结果进行了测试, 结果表明, 随着磁过滤器电流的增大, 薄膜的 sp^3 键含量逐渐减少, 表面粗糙度从0.13增大到0.38. 磁过滤器电流在5 A时, 薄膜的摩擦系数最小约为0.08, 当电流增大到7 A时, 摩擦系数显著增大, 磁过滤器电流从7 A增大到13 A时, 薄膜的摩擦系数再次减小约为0.1.

关键词: 四面体非晶碳, 过滤阴极真空电弧, 磁过滤器电流, 摩擦系数

PACS: 68.55.-a, 62.20.Qp

1. 引言

1991年McKenzie等首次应用过滤阴极真空电弧沉积技术制备了具有四面体结构的无序非晶碳膜^[1], 并于1996年提出将 sp^3 键含量超过70%的无氢非晶碳膜定义为四面体非晶碳(ta-C)膜, 以区别于类金刚石膜DLC^[2], 从而引起各国科学家高度重视. 国内外大量研究表明, 高的 sp^3 键含量使得非晶四面体碳膜具有较好的力学特性^[3,4], 非常接近于天然金刚石, 具有广泛的应用前景.

四面体非晶碳膜具有超高硬度和良好的摩擦学特性^[5]. 可以用于机械和航天航空等领域中的运动部件, 解决其减小摩擦、磨损、耐腐蚀和延长寿命等问题, 它的推广应用, 将产生巨大的经济效益. Anderss等^[6]的研究表明测试环境对四面体非晶碳膜的摩擦学特性有较大影响. Yu等^[7]研究了沉积在不同基底上的四面体非晶碳膜的摩擦学特性也有较大不同. Sheeja等^[8]研究了不同偏压下四面体非晶碳膜摩擦系数, 结果表明随着基片偏压的增大略有降低, 但是磨损率会显著增大.

目前关于离子沉积能量与ta-C薄膜结构的关

系研究很多^[9-12], 但有关磁过滤电流对ta-C薄膜结构, 以及摩擦学特性的影响研究还很少. 本文采用S形弯管磁过滤阴极技术, 制备了四面体非晶碳膜, 并通过改变磁过滤电流, 研究磁过滤电流对ta-C薄膜 sp^3 含量、以及表面平整度的影响, 从而研究其摩擦学特性, 有关研究结果目前还未见到相同的报道.

本文研究结果证明, 随着磁过滤电流的改变, 会对薄膜中 sp^3 键含量、表面粗糙度, 以及摩擦学特性产生较大的影响. 因此, 优化和稳定磁过滤器的电流, 将会大大提高ta-C薄膜的特性, 使薄膜具有稳定的、良好的摩擦学特性, 从而应用于工业产品中.

2. 实验

2.1. ta-C薄膜制备

利用过滤阴极真空电弧技术制备ta-C薄膜, 阴极采用纯度为99.99%的石墨, 磁过滤器采用S形弯管, 基片材料为单晶硅单面抛光片. 试验前, 基片使用无水乙醇和丙酮进行超声清洗各15 min, 吹干后放入真空室, 沉积前, 待真空室的本底气压降至

* 陕西省“13115”科技创新工程重大科技专项项目计划(批准号:2009ZDKG-29)资助的课题.

† E-mail: hlsdy@163.com

10^{-3} Pa 数量级,首先利用氩离子轰击基片表面,除去基片表面的氧化层处理时间约 15 min,处理完后,沉积 ta-C 薄膜,此时设置电弧电流 90 A,基片施加 200 V 的直流脉冲偏压. 改变磁过滤器的电流参数依次为 5, 7, 9, 11, 13 A, 制备不同的样品.

2. 2. 测试方法

摩擦系数采用 WTM-2E 微型摩擦磨损试验仪测试,测试数据包括实时摩擦系数、平均摩擦系数,仪器为球-盘式,对偶摩擦材料为直径 4 mm 的 GCr15 钢球,测试载荷为 2 N,转速为 800 r/min,旋转半径为 4 mm,当薄膜失效时,摩擦系数会发生突变. 利用 α -step 台阶仪测定样品的薄膜厚度,利用 agilent5500 接触式原子力显微镜观察薄膜的表面形貌. 利用 Jobin Yvon Raman 光谱仪分析 ta-C 膜结构,波长 514 nm,激光输入功率 20 mW,采样时间 180 s.

3. 实验结果与讨论

3. 1. 厚度测试

在磁过滤器电流分别为 5, 7, 9, 11, 13 A 时,制备薄膜厚度相同的五个样品,用台阶仪测试样品的膜厚均为 100 nm. 随着磁过滤器电流的增加,沉积薄膜达到样品厚度的时间缩短,说明薄膜沉积率在增大,主要原因是,在磁过滤器电流增大时,过滤器出口的离子数量随着电流增加而增多,离子流明显的增大,从观察窗可以明显看到,在 13 A 时,滤质器出口的离子束流亮度最高.

3. 2. 样品结构表征

拉曼光谱通常被用来间接表征四面体非晶碳 (ta-C) 膜的结构,测得在不同磁过滤电流时沉积的 ta-C 薄膜的拉曼光谱如图 1 所示.

由图 1 可以看出,所有薄膜光谱在 1300—1700 cm^{-1} 的范围内均呈现一个大致以 1560 cm^{-1} 为中心的非对称宽峰,在 1300—1400 cm^{-1} 之间看不到反映环形 sp^2 场伸缩的 D 峰峰肩,这是典型的非晶四面体碳的拉曼光谱图. Praver 等发现非对称宽峰的倾斜程度可以用来表征薄膜中 sp^2 和 sp^3 的杂化比例,拉曼光谱可以利用一个非对称的单斜 BWF 函数曲线进行拟合^[13]. BWF 函数的耦合系数 Q 可以用来

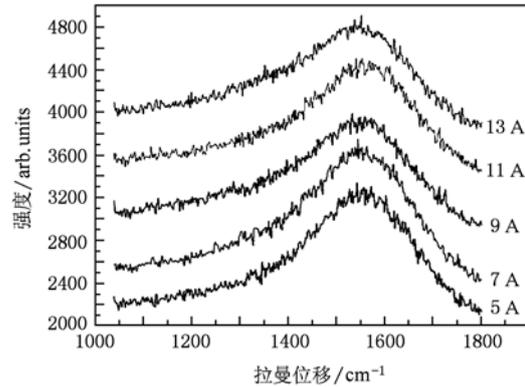


图 1 不同磁过滤器电流沉积 ta-C 的拉曼光谱

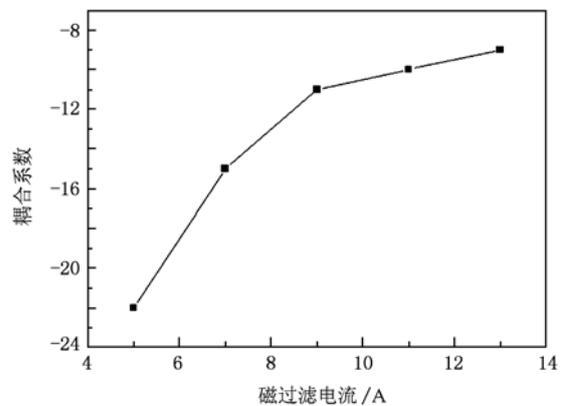


图 2 耦合系数 Q 随磁过滤器电流变化

表征宽峰的倾斜程度. 当 Q^{-1} 趋近零时,恢复对称的洛伦兹线型,此时 sp^3 含量最高. 耦合系数 Q 和与 sp^2 键含量之间的准确函数关系并没有被建立,但是已有研究表明,如果耦合系数小于 -20,那么薄膜的 sp^3 键含量将大于 80%^[13]. 如同 Zhang^[14] 文中的拟合,一个 BWF 线型就可以满足图 1 中各谱线的拟合. 图 2 可见,磁过滤器电流为 5 A 时,耦合系数最小,说明此时薄膜 sp^3 键含量最高. 随着磁过滤器电流的增大,薄膜中 sp^3 键含量逐渐下降,这或许是因为增大磁过滤器电流相应也增大了薄膜的沉积率^[15],薄膜沉积过程中的热会导致薄膜的应力释放,减小薄膜中 sp^3 键的含量^[16].

3. 3. 样品表面形貌

图 3 是利用原子力显微镜观察的 ta-C 膜的表面形貌. 图 3 (a) — (e) 分别为取了磁过滤器电流为 5—13 A 时沉积的薄膜作为观察对象,观察区域均为 $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$. 从图 3 中可以看出,磁过滤器

电流从 5 A 增大到 13 A 时,薄膜的表面变得粗糙,表面粗糙度 RMS 值从 0.13 增大到 0.38;这是因为随着磁过滤器电流的增大,质量较大的粒子也

可以通过,出现非单个碳原子的离子,因此造成薄膜中的 sp^3 键含量减少,且增大了薄膜表面的粗糙度^[17].

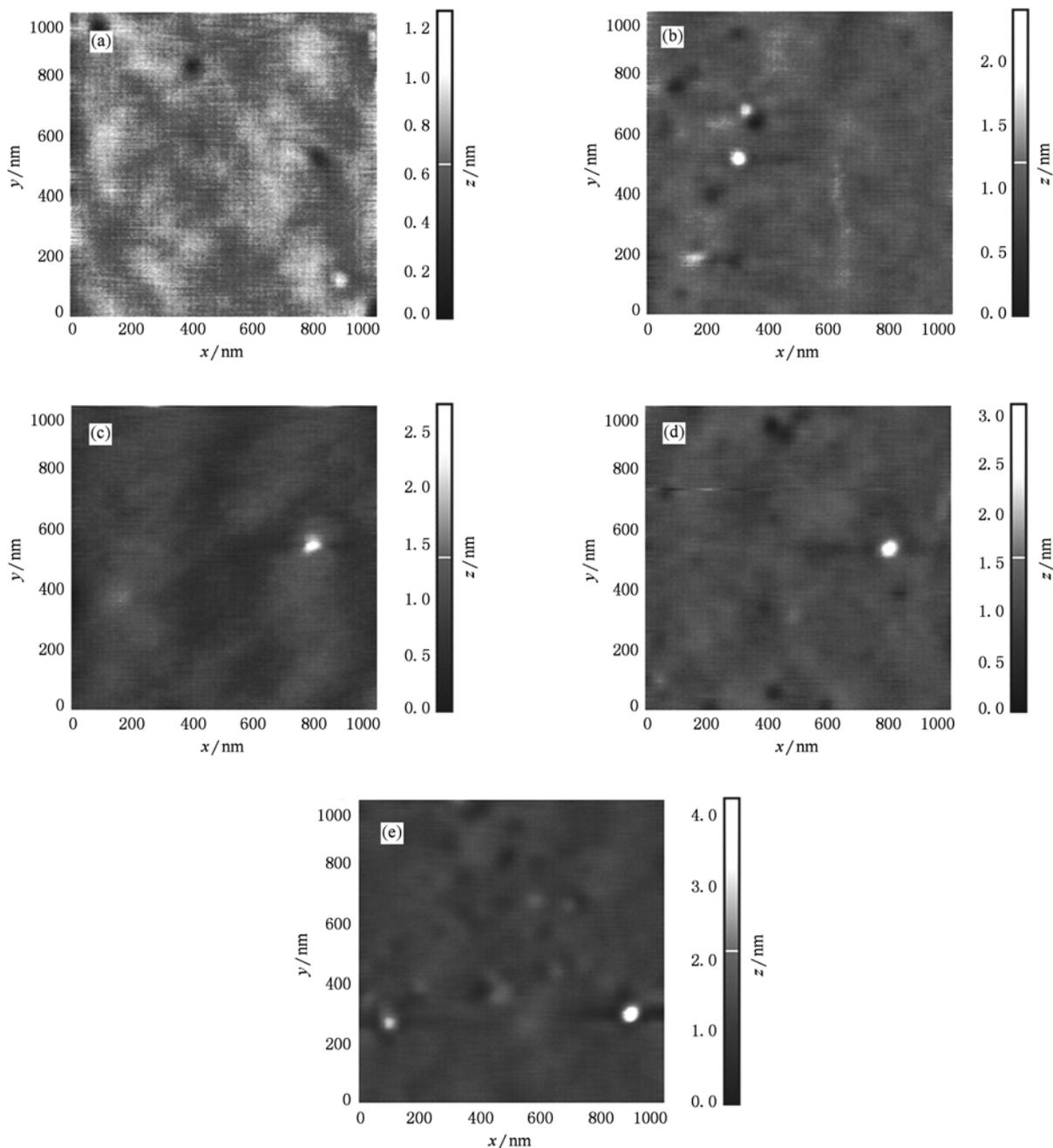


图3 不同磁过滤器电流沉积 ta-C 的 AFM 表面形貌图 (a)—(e)磁过滤器电流分别为 5,7,9,11,13 A

3.4. 摩擦系数

各样品摩擦系数的测量在常规实验室的环境下进行,测试圈数为 20000 圈(0.502 km),测试结果如图 4 所示.从图 4 曲线中可看出,薄膜在测试中均未发生失效,说明所沉积的薄膜的耐磨性相

当优异.在所测试的样品中,磁过滤器电流为 5 A 时,摩擦系数较小,这是因为此时薄膜的 sp^3 键含量最高,薄膜表面最光滑平整,且整体硬度大.在摩擦测试中,薄膜对钢球施加正向和切向力,摩擦的初期,由于薄膜的高硬度,将钢球表面的微突迅速抛光,接触的表面极其光滑,因此摩擦系数很小

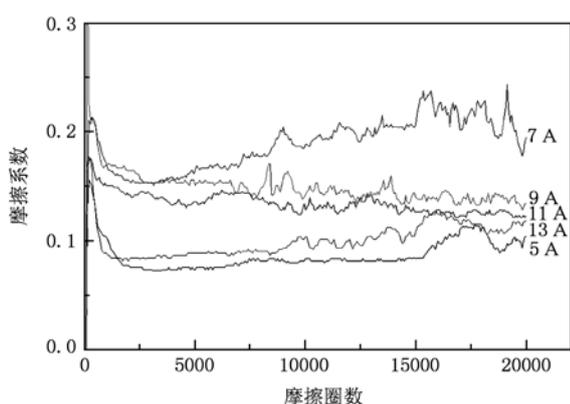


图4 不同磁过滤器电流下制备样品的摩擦系数

约为 0.08,随着摩擦圈数的增加,钢球的磨损会略微加剧,摩擦接触表面积增加,这会增大摩擦系数^[18],但是此时由于薄膜表面在摩擦中的石墨化将会起到自润滑的作用^[19,20],因此摩擦系数仍然能保持很小.在磁过滤器电流为 7 A 时,由于表面较 5 A 时变得粗糙,因此对钢球的磨损加剧,其摩擦接触表面积快速增大,而在此时薄膜仍然具有较高的 sp^3 键含量,表面石墨化的速率较慢,因此此时摩擦系数比较大,但是仍然保持在 0.2 左右.

随着磁过滤器电流的增大,薄膜的表面变得更加粗糙,但是薄膜中 sp^3 键含量减少, sp^2 键含量增多,因对钢球磨损速率减小,同时石墨化加快,因此自润滑效果增强,摩擦系数又逐渐变小.因此,选择合适的磁过滤器电流对沉积的薄膜获得良好的摩擦学性能十分重要.

4. 结 论

本文通过对 ta-C 薄膜厚度,薄膜结构以及薄膜表面粗糙度的测试,研究了过滤阴极真空电弧技术中,不同的磁过滤器电流下,制备的四面体非晶碳薄膜的摩擦学特性.结果表明:

1. 不同的磁过滤器电流使薄膜的 sp^3 键含量不同、表面粗糙度不同,这将影响薄膜的摩擦系数;
2. 当磁过滤器电流不同时,摩擦系数有明显差别,在 5 A 时,薄膜的摩擦系数最小约为 0.08,当电流增大到 7 A 时,摩擦系数显著增大,磁过滤器电流从 7 A 增大到 13 A 时,薄膜的摩擦系数再次减小到约 0.1,说明,由于磁过滤电流变化引起的薄膜结构变化,对薄膜的摩擦学特性有较大影响.

- [1] RMcKenzi D, Muller D, Palithorp B A 1991 *Phys. Rev. Lett.* **67** 773
- [2] RMcKenzi D 1996 *Rep. Prog. Phys.* **59** 1611
- [3] Ander A, Ander S, Brown I G, Plasma 1995 *Source Sci. Technol.* **4** 1
- [4] Tay B K, Shi X, Yang H S, Yang H S, Sun Z 1998 *Surf. Coat. Technol.* **105** 155
- [5] Grill A 1999 *Diamond Relat. Mater.* **8** 428
- [6] Andersson J, Erck R A, Erdemir A 2003 *Wear* **254** 1070
- [7] Yu X, Zhang X, Wang C B, Meng H, Wang L G 2004 *Vacuum* **75** 231
- [8] Sheeja D, Tay B K, Lau S P, Shi X 2001 *Wear* **249** 433
- [9] Zhu J Q, Wang J H, Meng S H, Han J C, Zhang L S 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 1151 (in Chinese) [朱嘉琦、王景贺、孟松鹤、韩杰才、张连升 2004 物理学报 **53** 1151]
- [10] Liang F, Yan X J 1999 *Acta Phys. Sin.* **48** 1095 (in Chinese) [梁风、严学俭 1999 物理学报 **48** 1095]
- [11] Shi X, Flynn D, Tay B K, Prawer S, Nugent K W, Silva S R P, Lifshitz Y, Milne W I 1997 *Philosophical Magazine B* **76** 351
- [12] Chhowalla M 2001 *Diamond. Relat. Mater.* **10** 1011
- [13] Prawer S, Nugent K W, Lifshitz Y, Lempert G D, Crossman E, Kulik J, Avigal I, Kalish R 1996 *Diamond Relat. Mater.* **5** 433
- [14] Zhang X W, Ke N, Cheung W Y, Wong S P 2003 *Diamond. Relat. Mater.* **12** 1
- [15] Bilek M M Marcla, Yin Yongbai, McKenzie David R 1996 *IEEE Transaction on Plasma Science* **24** 1165
- [16] Yin Y, McKenzie D R 1996 *Thin Solid Films* **280** 95
- [17] Lifshitz Y, Lempert G D, Grossman E 1994 *Rhys. Rev. Lett.* **72** 2753
- [18] Harris S J, Weiner A M, Meng W J 1997 *Wear* **211** 208
- [19] Liu H, Tanaka A, Kumagai T 1999 *Thin Solid Films* **352** 145
- [20] Zhou Z F, Li K Y, Bello I, Lee C S, Lee S T 2005 *Wear* **258** 1589

Effect of magnetic filtering coil current on the tribology property of tetrahedral amorphous carbon films^{*}

Han Liang^{1)2)†} Yang Li¹⁾ Yang Lamaocao¹⁾ Wang Yan-Wu¹⁾ Zhao Yu-Qing¹⁾

1) (School of Electronic and Information Engineering, Xi'an JiaoTong University, Xi'an 710049, China)

2) (School of Technical Physics, Xidian University, Xi'an 710071, China)

(Received 17 October 2009; revised manuscript received 13 July 2010)

Abstract

Tetrahedral amorphous carbon (ta-C) films are deposited on single crystalline silicon with filtered cathodic vacuum arc by changing the magnetic filtering coil current from 5 A to 13 A. Visible Raman measurements show that the content of the sp^3 hybridization decreases with magnetic filtering coil current increasing, and it decreased down to a minimum value as the coil current increases up to 13 A. The surface morphology is investigated by atomic force microscope (AFM), and the surface roughness (RMS) of the film increases with the current of magnetic filtering coil increasing from 0.13 to 0.38. The friction test indicates that the minimum of friction coefficient is about 0.08 when the magnetic filtering coil current is 5 A. The friction coefficient increases when the magnetic filtering coil current is 7 A. But the friction coefficient decreases again down to 0.1 with magnetic filtering coil current increasing from 7 A to 13 A.

Keywords: tetrahedral amorphous carbon, filtered cathodic vacuum arc, magnetic filtering coil current, friction coefficient

PACS: 68.55.-a, 62.20.Qp

^{*} Project supported by the Key Program of "13115" Science and Technology Originality Innovation Project of Shaanxi Province, China (Grant No. 2009ZDKG-29).

[†] E-mail: hlsdy@163.com