doi: 10. 11933 / j. issn. 1007-9289. 20210902001

# 沉积气压与脉冲频率对内花键齿表面 Si-DLC 薄膜性能的影响

# 徐天杨<sup>1,2</sup> 詹 华<sup>1</sup> 王亦奇<sup>2</sup> 李碧晗<sup>2</sup> 司彦龙<sup>1</sup> 汪瑞军<sup>1,2</sup>

(1. 中国农业机械化科学研究院 北京 100083;

2. 北京金轮坤天特种机械有限公司 北京 100083)

摘要:花键齿严重的磨损失效制约了机械传动部件的可靠性和使用寿命,传统表面处理技术如渗碳、渗氮等无法满足花键齿减摩耐磨的需求。为提高内花键齿表面的耐磨性,采用等离子体增强化学气相沉积(PECVD)技术,利用空心阴极放电(HCD) 产生的高密度等离子体,在大长径比内花键表面制备多层结构 Si-DLC 薄膜。分别研究薄膜制备过程中,沉积气压和脉冲频 率对花键齿廓方向上薄膜的截面形貌、相结构、厚度均匀性和力学性能的影响。结果表明,沉积气压及脉冲频率是影响内花 键齿表面薄膜性能及厚度均匀性的关键参数。沉积气压从 8 Pa 增加到 10 Pa 时,花键齿齿顶、齿中及齿根处的 Si-DLC 薄膜 厚度均随之增大,而薄膜的硬度和弹性模量却随之降低。当脉冲频率从 300 Hz 增加到 500 Hz 时,花键齿表面薄膜厚度均随 之减小。薄膜在花键齿廓方向上的厚度均匀性因等离子体密度增加,鞘层之间交叉重叠减少而变优。研究结果为耐磨强化涂 层材料在动力传输系统上的发展与应用提供了基础。

关键词:内花键齿; Si-DLC 薄膜;力学性能;厚度均匀性 中图分类号: TG156; TB114

# Effects of Deposition Pressure and Pulse Frequency on Properties for Si-DLC Films Prepared on Surface of Internal Spline Tooth

XU Tianyang <sup>1, 2</sup> ZHAN Hua <sup>1</sup> WANG Yiqi <sup>2</sup> LI Bihan <sup>2</sup> SI Yanlong <sup>1</sup> WANG Ruijun <sup>1, 2</sup> (1. Chinese Academy of Agricultural Mechanization Sciences, Beijing 100083, China; 2. Beijing Golden Wheel Special Machine Co., Ltd, Beijing 100083, China)

**Abstract:** Severe wear failure of spline tooth limits reliability and service life for mechanical transmission parts, traditional surface treatments like carburization and nitriding are incapable to meet the requirements of friction reduction and wear resistance for spline tooth. To improve the wear resistance of internal spline tooth, high density plasma generated by hollow cathode discharge (HCD) is used for the deposition of multi-layer Si-DLC films on inner surface of internal spline with a high aspect ratio by plasma enhanced chemical vapor deposition(PECVD). Effects of deposition pressure and pulse frequency on cross-section morphology, microstructure, thickness distribution and mechanical properties for films are studied, respectively. The results show that deposition pressure and pulse frequency are both significant parameters which affect the performance and thickness distribution for films prepared on internal spline tooth. The film's thickness at tooth top, middle and root are all increased with the increasing deposition pressure from 8 Pa to 10 Pa, however, the hardness and elastic modulus are both decreased. The film's thickness decreased while the pulse frequency increased from 300 Hz to 500 Hz. The thickness distribution along tooth profile optimized when the density of plasma increases which resulted reduced overlapping of cathode sheath. This paper provides foundations for development and application for wear-resistant coatings for power transmission system.

Keywords: internal spline tooth; Si-DLC films; mechanical properties; thickness distribution

# 0 前言

花键副由一组可以传递转矩和运动的同轴偶件 组成,在航空航天、机械制造等领域有着广泛的应 用。花键副在工作过程中,因花键连接不对中、振 动、润滑等因素造成的磨损及失效问题严重影响了 机械传动部件的可靠性<sup>[1]</sup>。研究发现,花键齿的磨 损过程是一种由磨粒磨损、黏着磨损和氧化磨损综 合作用下的微动磨损机制,而齿面所受接触应力和 齿面之间相对位移是影响花键微动磨损的两大因 素<sup>[2-3]</sup>。因此,人们通过优化花键副的机械设计<sup>[4]</sup>、 对花键副材料进行表面处理<sup>[5]</sup>等方法来减少接触应 力、提高花键材料的耐磨性,从而提高花键副的可 靠性和使用寿命。其中尤以花键副材料的表面处理 因其工艺简单、成本低廉而受到广泛关注。一般而 言,花键表面通常采用渗碳、渗氮等传统表面处理 技术来提高表面的承载能力和耐磨性<sup>[6]</sup>。KU 等<sup>[7]</sup> 比较了五种表面处理后的外花键的耐磨性,发现其 中表面电镀镍的花键耐磨效果最佳。电镀虽然简单 且高效,但其对环境的污染制约了该技术的进一步 发展。CHEN 等<sup>[8]</sup>则采用激光熔覆技术,制备 TiC 增强镍基涂层来修复外花键轴,涂层的硬度及耐磨 性较花键基材都有了大幅度提升。不过对于键齿位 于内圆柱表面、拥有大长径比腔体的内花键,因为 其内径小、轴向长度大的特点,难以利用热喷涂、 激光熔覆等工艺对其表面进行处理。因此,这类大 长径比内花键需要其他表面处理技术来提高其表面 耐磨性。

近些年来, 等离子体增强化学气相沉积 (PECVD) 技术的发展为处理大长径比的狭长管型 工件内表面提供了新思路,其中将管型工件视为阴 极,利用空心阴极放电(HCD)在管型工件内腔中 激发高密度的等离子体,实现内表面上的高速率薄 膜沉积的 HCD-PECVD 技术在处理狭长管内表面 有着巨大优势<sup>[9]</sup>。研究表明,在狭长管型工件内表 面上沉积类金刚石 (DLC) 薄膜能有效地提高内表 面的减摩、耐磨及耐腐蚀性能,这是因为 DLC 薄 膜由碳的  $sp^2 \pi sp^3$ 两种杂化键结构组成,兼具石 墨结构的低摩擦因数及金刚石结构的高硬度等优 点,是一种优秀的固体润滑材料<sup>[10-12]</sup>。但纯 DLC 薄膜仍存在内应力高、结合强度低等问题。元素掺 杂是降低 DLC 薄膜内应力的常见手段,尤其是 Si 元素掺杂 DLC (Si-DLC) 可以通过形成 C-Si 键松 弛 DLC 薄膜结构网络,降低内应力,并提高结合 强度,且 Si-DLC 薄膜在空气气氛下拥有极低的摩

擦因数<sup>[13-14]</sup>。而通过对 DLC 薄膜进行多层结构设 计也可以提高薄膜的韧性并降低内应力<sup>[15-16]</sup>。LI 等<sup>[17]</sup>设计并研究了不同 Cr / GLC 厚度比例的多层 结构 GLC 薄膜在人工海水环境中的摩擦学性能, 发现合适的多层结构设计能阻遏裂纹扩展,对基材 起到更好的保护作用。

HCD-PECVD 的沉积过程参数,诸如激发等离子体的电源电压、脉冲频率、脉宽、前驱体气量、 气压等,均能影响管型工件内腔中等离子体特性, 从而影响 DLC 薄膜的轴向均匀性、相结构、力学性 能及摩擦学性能<sup>[18-22]</sup>。WEI 等<sup>[23]</sup>利用磁场在长管内 腔中产生空心阴极放电,实现了孔径 0.9~2.5 cm、 轴向长度 71 cm 的长管内表面 DLC 薄膜的制备。然 而,利用 PECVD 技术在大长径比内花键表面沉积 薄膜、提高键齿耐磨性的相关研究较少,而且现有 工作集中在长管 DLC 薄膜轴向均匀性的研究,缺乏 DLC 薄膜在花键齿这类复杂几何形状表面,沿齿廓 方向均匀性的相关报道。

本文利用 HCD-PECVD 技术在大长径比内花键 表面制备多层结构的 Si-DLC 薄膜,提高花键齿表 面的耐磨性,并分别研究了沉积气压和脉冲频率对 Si-DLC 薄膜在花键齿廓方向厚度均匀性、相结构和 力学性能的影响。

# 1 材料与方法

# 1.1 试验材料与装置

图 1 所示为一长 300 mm、外径 38 mm、内径 28 mm 的内花键模拟件,由 304 不锈钢制造,在内花 键的中部加工出等距的 12 个梯形槽,槽中可插入 304 不锈钢制的梯形试片,用以模拟内花键的键齿结构。 该内花键模拟件可实现多次薄膜制备,在每次薄膜制 备试验前,可用湿喷砂去除内表面氧化皮及污染物, 并在梯形槽中插入打磨抛光后的新试片即可。



图 2 为制备内花键内表面 Si-DLC 薄膜的 PECVD 试验装置示意图,设备由真空室、前驱体送 气系统、脉冲电源及真空系统等部分组成。将内花键 模拟件置于与真空室绝缘的转架上,前驱体气体通过 进气管送入内花键腔体。脉冲电源负极与内花键相连, 在脉冲电压的作用下,前驱体气体在腔体内被击穿, 产生辉光放电,因其阴极围成圆筒形,负辉区的叠加 发生了空心阴极效应, 在花键内产生了高密度的等离 子体,从而实现了内花键这类拥有大长径比内腔零件 内表面碳基薄膜的沉积[24]。薄膜制备过程中的沉积气 压可由分子泵的抽速调节阀来进行调节,脉冲频率的 改变则通过调节电源输出参数实现。







1.2 薄膜制备

分别将下底长8mm、上底长3.4mm、高为4mm

80

80

80

-1.060

-1060

-1.060

的 304 不锈钢梯形试片的顶面和侧面,以及下底 长 8 mm、上底长 7 mm、高为 1 mm 的 304 不锈钢 梯形试片的顶面依次用#240、#600、#1000 和#1500 的 SiC 砂纸打磨,再用氧化铝液体抛光剂将打磨 面抛光至镜面无划痕。将试片及内花键模拟件放 置于酒精中,超声清洗 20 min,取出后用压缩空 气吹干表面。将上述两种尺寸的梯形试片插入内 花键模拟件后,放置在真空室的转架上,并使截 面几何中心正对进气管口。将真空室抽至 5 mPa 后, 通入氩气, 流量设为 200 cm<sup>3</sup>/min, 在脉冲电 压为-1.1 kV、气压为 11 Pa 的环境下,利用氯气 辉光放电去除内花键内表面上的氧化膜和附着 物。为提高薄膜与基材之间的结合力, 通入四甲 基硅烷 (TMS), 制备一层 Si 打底层, 随后通入 TMS 和乙炔(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)混合气体沉积 Si-DLC 薄膜, TMS 和 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>的流量分别为 8 cm<sup>3</sup> / min 和 80 cm<sup>3</sup> / min。所沉积的薄膜为 Si / Si-DLC / DLC / Si-DLC 多层结构。为研究沉积气压及脉冲频率对内花键 齿表面薄膜及其齿廓方向厚度均匀性的影响,在 制备薄膜时,通过调节分子泵的抽速,分别在沉 积气压 8 Pa、9 Pa 和 10 Pa 下制备薄膜, 而电源脉 冲频率则分别选取了 300 Hz、400 Hz 和 500 Hz。 具体的薄膜制备参数见表1。

### 表1 内花键内表面 Si-DLC 薄膜沉积参数

Film	Gas flow / (cm <sup>3</sup> • min <sup>-1</sup> )			Pulse voltage /V	Doposition prossure / Pa	Pulso froquency / Hz	Pulse width / us	Time / min
	Ar	TMS	$C_2H_2$	Fulse voltage/ v	Deposition pressure / r a	r uise frequency / fiz	r uise width/ μs	Time / Inin
Plasma etching	200			-1 100	11	500	20	30
Si	200	8		-1 060	8-9-10	300-400-500	20	7

8-9-10

8-9-10

8-9-10

Table 1	Deposition	narameters for	· Si-DL	C films on	inner	surface	of internal	snline
Table I	Deposition	par ameters to	. 51-01		I IIIIICI	Surface	or miternar	spinic

### 1.3 性能表征

Si-DLC

DLC

Si-DLC

150

150

150

8

8

为分析 Si-DLC 薄膜在花键齿廓方向上的均匀 性,将高4mm的梯形试片的顶面、侧面以及高1mm 的梯形试片顶面分别视作花键齿顶、齿中及齿根三 个位置,并对这三个位置的薄膜性能进行表征。采 用 S-4800 冷场发射扫描电镜 (FESEM) 观察薄膜 截面形貌并测量厚度;采用 LabRAM HR Evolution 型高分辨拉曼光谱仪观察薄膜的相结构,选用 532 nm 激光器激发, 束斑直径 1.25 µm, 扫描范围 800~2 000 cm<sup>-1</sup>; 采用 Agilent G200 纳米压痕仪测 量薄膜的硬度及弹性模量,采用压痕深度控制法, 最大压入深度 300 nm。

#### 结果与分析 2

### 2.1 薄膜形貌及相结构

300-400-500

300-400-500

300-400-500

图 3 是不同沉积气压下,花键齿表面 Si-DLC 薄膜的截面形貌,可以观察到薄膜完整且连续,无 明显裂纹,与基体结合良好,无分层现象。花键齿 齿顶、齿中和齿根三处表面的 Si-DLC 薄膜厚度均 随着沉积气压的增大而增大,即薄膜的沉积速率随 着气压增大而增大,当沉积气压为 10 Pa 时,花键 齿表面三处位置的 Si-DLC 薄膜厚度达到最大,分 别为 6.75 μm、5.07 μm 和 5.09 μm。同时也可以观

10

6

10

15

15

15

察到 10 Pa 下沉积的 Si-DLC 薄膜有类似于柱状的结构。等离子体中的电子、离子及中性粒子之间会相互作用,电子与前驱体气体粒子之间通过非弹性碰撞,使气体激发或电离,并为气相粒子之间的化学反应提供了能量<sup>[24]</sup>。电子的平均自由程λ。可通过如下方程计算<sup>[25]</sup>:

$$\lambda_{\rm e} = \frac{kT}{p\sigma} \tag{1}$$

$$\sigma = \pi r^2 \tag{2}$$

式中*p、k、T、σ*和*r*分别是气压、玻尔兹曼常数、 真空室温度、碰撞截面和有效碰撞粒子半径。沉积 Si-DLC 薄膜过程中没有对真空室进行加热,因此*T*  可大致看做常数,可知电子平均自由程受沉积气压 的影响,即电子在与前驱体气体粒子发生碰撞之间 所运动的平均距离随着气压的增大而减小。因此, 高沉积气压下电子与气体粒子发生碰撞的概率增 大,等离子体密度增加,造成了更快的沉积速率。 高沉积气压下,入射粒子到达基体前与其他粒子的 碰撞频率更为频繁,使得入射能量降低。因此,如 图 3g、3h 所示,在较高气压下所沉积的薄膜有着较 为疏松的柱状结构。文献[18]中利用对工件施加偏 压的方法,来提高入射粒子的能量来减缓这种效应, 当沉积气压下降时,粒子入射能量提高,所制备的 薄膜结构更为紧致,薄膜柱状结构消失。





Fig. 3 Cross-section morphology for Si-DLC films on internal spline tooth with different deposition pressure

图 4 所示是不同电源脉冲频率下,花键齿表面 Si-DLC 薄膜的截面形貌,可以观察到花键齿表面的 Si-DLC 薄膜厚度随脉冲频率的降低而增大,当电源 脉冲频率为 300 Hz 时,花键齿齿顶、齿中和齿根三 处位置表面的 Si-DLC 薄膜的厚度达到最大,分别 为 7.68 µm、5.95 µm 和 5.68 µm,即在此频率下的 Si-DLC 薄膜沉积速率最高。电源脉冲频率和脉冲宽 度之间的关系可由如下关系式来表示:

$$f = \frac{1}{\tau_{\rm on} + \tau_{\rm off}} \tag{3}$$

式中, f是电源脉冲频率;  $\tau_{on}$ 是脉冲宽度;  $\tau_{off}$ 是脉冲无度;  $\tau_{off}$ 是脉冲关断时间。BRIEHKL等<sup>[26]</sup>采用 PIC / MC 模型研

究脉冲频率对等离子体离子注入电流的影响时发现,脉冲关断时间影响等离子体恢复,脉冲关断时间越长,最大离子注入电流越大。LI等<sup>[27]</sup>在利用流体模型分析等离子体离子注入(PBII)处理管内表面的鞘层动力学时,也发现对于较短的脉冲关断时间,等离子体无法恢复到它的起始状态,并导致离子注入电流偏低。因此,低频率(300 Hz)脉冲下的沉积速率最高可能是由于当脉冲宽度不变时,在该频率下有足够长的脉冲关断时间使等离子体恢复,从而获得了更高的沉积电流。从图 4a、4d 中能观察到 300 Hz 和 400 Hz 的脉冲频率下沉积的 Si-DLC 薄膜也有着与沉积气压为10 Pa 下所制备的薄膜相类似的柱状结构。



图4 不同脉冲频率下花键齿表面 Si-DLC 薄膜形貌

Fig. 4 Cross-section morphology for Si-DLC films on internal spline tooth with different pulse frequency

拉曼光谱是分析 DLC 薄膜结构的重要手段之一, DLC 薄膜的拉曼光谱在 1000 cm<sup>-1</sup> 到 1800 cm<sup>-1</sup> 处呈现 一个不对称的宽峰,并可以拟合成两个高斯峰:一个 1360 cm<sup>-1</sup> 左右的 D 峰和一个 1580 cm<sup>-1</sup> 左右的 G 峰。 D 峰及 G 峰的强度比 (*I*<sub>D</sub>/*I*<sub>G</sub>)以及 G 峰的半高宽 (FWHM-G)都可以用来表征 DLC 薄膜的结构,*I*<sub>D</sub>/*I*<sub>G</sub> 值越小反应出 DLC 薄膜中 sp<sup>3</sup>杂化键的含量越高,而 G 峰半高宽则与内应力相关<sup>[19-22]</sup>。图 5a、5b、5c 分别展 示了沉积气压为 8 Pa、9 Pa 和 10 Pa 下,花键齿三处位 置表面的拉曼光谱,表明在花键齿表面成功制备了 Si-DLC 薄膜。图 6 则展示了花键齿齿顶、齿中、齿根 三处位置 Si-DLC 薄膜的 *I*<sub>D</sub>/*I*<sub>G</sub>及 G 峰半高宽随沉积气 压的变化情况。当沉积气压从 8 Pa 上升到 10 Pa 时,花 键齿表面的 Si-DLC 薄膜的  $I_D/I_G$  值逐渐增大,表明薄 膜中的 sp<sup>3</sup>含量逐渐降低;而G 峰的半高宽随气压增加 而降低,说明薄膜内应力的减少<sup>[28]</sup>。当沉积气压升高时, 粒子之间的碰撞频率上升使得入射到基材的粒子能量 降低,因此所制备的薄膜中 sp<sup>3</sup>含量减少。相同的沉积 气压下,齿顶处的 DLC 薄膜有着最小的  $I_D/I_G$ 值,而 齿根处的  $I_D/I_G$ 有着最大值,当沉积气压为 8 Pa 时,齿 顶、齿中和齿根处的  $I_D/I_G$ 值分别为 1.56、1.66 和 1.81。 根据亚植入生长模型,入射粒子的高能量是形成 sp<sup>3</sup>结 构的关键,齿中和齿根处的粒子平均入射能量较齿顶处 低,因此薄膜中 sp<sup>3</sup>含量较少<sup>[29]</sup>。











图 7a、7b、7c 分别展示了脉冲频率为 300 Hz、 400 Hz 和 500 Hz 下花键齿表面 DLC 薄膜的拉曼光 谱结果,图 8 则展示了不同脉冲频率下花键齿齿顶、 齿中和齿根三处位置表面 Si-DLC 薄膜的 I<sub>D</sub> / I<sub>G</sub>和G 峰半高宽。可以看出花键齿顶及齿根处的 DLC 薄膜 的 I<sub>D</sub> / I<sub>G</sub>比值随频率变化不明显。由于等离子 体需要一定的脉冲关断时间来完成恢复,因此较低 频率下的离子注入电流较大<sup>[26-27]</sup>,入射粒子的平均 能量因更频繁的碰撞而降低,所制备的薄膜中 sp<sup>3</sup> 含量较少。同时可以发现在脉冲频率为 400 Hz 时, 花键齿表面薄膜的 I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub> 值变化不大,即沿花键齿廓 方向上的 DLC 薄膜结构均匀性最佳。





Fig. 7 Raman spectra of Si-DLC films prepared on internal spline tooth with different pulse frequency



图 8 不同频率下花键齿表面 Si-DLC 薄膜的 *I*<sub>D</sub> / *I*<sub>G</sub> 和 G 峰半高宽



# 2.2 沉积气压及脉冲频率对齿廓方向薄膜厚度均 匀性的影响

图 9 为不同沉积气压下,花键齿齿顶、齿中和齿 根三处位置表面 Si-DLC 薄膜的厚度分布和非均匀性 数值的变化情况。由下式计算非均匀性数值<sup>[20]</sup>:





图 9 不同沉积气压下花键齿表面 Si-DLC 薄膜厚度分布

Fig. 9 Thickness distribution for Si-DLC films prepared on spline tooth with different deposition pressure

式(4)用来表征花键齿齿廓方向上薄膜的厚度 均匀程度,式中 $X_{max}$ 是三处位置薄膜的厚度最大值,  $X_{min}$ 是三处位置薄膜的厚度最小值,而 $\overline{X}$ 是厚度平 均值,显然非均匀性数值越小代表着薄膜厚度均匀 性越佳。可以发现薄膜沿花键齿廓方向的厚度均匀 性随沉积气压增大而变优,沉积气压为 10 Pa 时, 薄膜的非均匀性数值最小,均匀性最佳。图 10 所示 为不同脉冲频率下,花键齿齿顶、齿中和齿根三处 位置表面 Si-DLC 薄膜的厚度分布及非均匀性数值 变化情况。可以发现,花键齿表面薄膜沿齿廓方向 的厚度均匀性随频率降低而变优,在脉冲频率为 300 Hz 时达到最佳。





等离子体中电子和离子之间迁移能力的不同导 致放电器件壁或阴极表面形成一个电势梯度较大 的薄层,称为等离子体鞘层<sup>[24]</sup>。鞘层中的离子会被 鞘层电场加速并入射到阴极表面,从而实现离子注 入和薄膜沉积。鞘层厚度增加会导致鞘层形状与待 处理表面几何形状不一致,鞘层之间的扩展特性和 交叉重叠会使入射粒子的均匀性下降,因此调节过 程参数并控制鞘层的厚度对于在复杂形状表 面制备薄膜至关重要<sup>[30]</sup>。阴极鞘层的厚度与等离子 体参数之间的关系可以用 Child-Langmuir 方程来 表示<sup>[24]</sup>:

$$l_{\rm s} = \frac{\varepsilon_0^{1/2} V_{\rm c}^{3/4}}{(ekn_{\rm i}^{2}T_{\rm c})^{1/4}}$$
(5)

式中,*l*<sub>s</sub> 是阴极鞘层厚度; *ε*<sub>0</sub> 是介电常数; *V*<sub>c</sub> 是阴极电位降; *n*<sub>i</sub> 是离子密度; *T*<sub>e</sub> 是电子温度。鞘层厚度与离子密度大小呈反比,由上节可知,增大沉积气压或减小脉冲频率均可以增加等离子体密度及沉积电流。综上,在高气压(10 Pa)下或者是低脉冲频率(300 Hz)下,由于阴极表面鞘层厚度减小,减弱了鞘层之间的交叉重叠并增强了入射粒子的均匀性,在花键齿表面获得了齿廓方向上厚度均匀性较优的 Si-DLC 薄膜。

## 2.3 薄膜的力学性能

图 11a、11b、11c 分别是沉积气压 8 Pa、9 Pa 和 10 Pa 下花键齿表面 Si-DLC 薄膜的载荷-压入深 度曲线,卸载的位移反应了薄膜的弹性性能<sup>[31]</sup>,最 大压入深度控制在 300 nm, 这一深度远小于薄膜厚 度的 1 / 10,反应了 Si-DLC 薄膜的真实硬度<sup>[20]</sup>。当 控制压入深度时,薄膜的硬度越高,所需要的载荷 越大,而薄膜的弹性模量越高,对应着载荷-压入曲 线在卸载阶段更陡峭的斜率。图 12a 和 12b 分别是 键齿表面不同位置 Si-DLC 薄膜硬度和弹性模量随 沉积气压的变化曲线。可以发现, Si-DLC 薄膜的硬 度在 7~11 GPa, 远高于基体 304 不锈钢的硬度(~ 4 GPa)<sup>[21]</sup>。薄膜的硬度与弹性模量均随着沉积气压 的上升而降低,在沉积气压为8Pa时,花键齿表面 三处位置的薄膜的硬度与弹性模量分别达到最大 值。DLC 薄膜的硬度与弹性模量的大小均与薄膜 中  $sp^3$ 杂化键的含量正相关,图 6 中 Si-DLC 薄膜的  $I_{\rm D}/I_{\rm G}$ 值随沉积气压的变化趋势说明沉积气压越高, sp<sup>3</sup>杂化键的含量越少。因此,沉积气压可以影响 DLC 薄膜的  $I_{\rm D} / I_{\rm G}$  值,从而影响薄膜的硬度与弹性 模量。



### 图 11 不同沉积气压下花键齿表面 Si-DLC 薄膜的载荷-压入深度曲线

Fig. 11 Load-depth curves for Si-DLC films on internal spline tooth with different deposition pressure





Fig. 12 Hardness and elastic modulus for Si-DLC films on spline tooth with different deposition pressure

图 13a、13b、13c 分别是不同脉冲频率下花键 齿三处位置表面 Si-DLC 薄膜的载荷-压入深度曲 线,图 14a、14b 分别是 Si-DLC 薄膜的硬度和弹性 模量随脉冲频率的变化情况。可以发现薄膜的硬度 在 8~10 GPa,高于花键基体 304 不锈钢的硬度, 花键齿顶与花键齿根的薄膜硬度均随频率增加而上 升,这符合图 8 中获得的 Si-DLC 薄膜 *I*<sub>D</sub> / *I*<sub>G</sub> 值随 脉冲频率增加而降低的变化规律,由于薄膜中 sp<sup>3</sup> 杂化键含量降低,薄膜的硬度也逐渐降低。而花键 齿顶与齿根处的薄膜弹性模量则是在 400 Hz 时达 到了最大值。花键齿中处薄膜的硬度与弹性模量随 脉冲频率增加变化不明显,这也与花键齿中处薄膜 的 *I*<sub>D</sub> / *I*<sub>G</sub> 值随脉冲频率变化维持在 1.8 左右的现象 吻合。



图 13 不同脉冲频率下花键齿表面 Si-DLC 薄膜的载荷-压入深度曲线

Fig. 13 Load-depth curves for Si-DLC films on internal spline tooth with different pulse frequency



图 14 不同脉冲频率下花键齿表面 Si-DLC 薄膜的硬度和弹性模量

Fig. 14 Hardness and elastic modulus for Si-DLC films on spline tooth with different pulse frequency

齿表面制备多层结构的 Si-DLC 薄膜。薄膜厚度一致,与基体间的界面平整,无分层等现象,相比于 基材,Si-DLC 薄膜能显著提高其表面硬度,达到 7~ 11 GPa,有效地提高了花键齿的耐磨性能。

# 3 结论

(1)利用 HCD-PECVD 技术在大长径比内花键

(2) 薄膜制备过程中,沉积气压及脉冲频率是 影响内花键齿表面 Si-DLC 薄膜厚度、相结构及力 学性能的重要参数。当沉积气压从 8 Pa 增加到 10 Pa 时,内花键齿齿顶、齿中及齿根三处位置的 Si-DLC 薄膜厚度均随之增加,而薄膜的硬度和弹性模量却 随之降低,随着脉冲频率从 300 Hz 增加到 500 Hz, 内花键齿齿顶、齿中以及齿根三处位置的 Si-DLC 薄膜厚度均逐渐降低。

(3)增大沉积气压或者减小脉冲频率均可以提高花键齿廓方向上的薄膜均匀性,这是由等离子体密度升高使得靠近键齿表面的阴极鞘层厚度降低,减弱了鞘层之间的交叉重叠,提高了入射粒子均匀性所致。

### 参考文献

- 王永亮,赵广,孙绪聪,等. 航空花键研究综述[J]. 航 空制造技术,2017(3): 91-100.
   WANG Yongliang, ZHAO Guang, SUN Xucong, et al. Review on research of aviation spline[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2017(3): 91-100. (in Chinese)
- [2] XUE X Z, WANG S M, LI B. Modification methodology of fretting wear in involute spline[J]. Wear, 2016, 368-369: 435-444.
- [3] CURÀ F, MURA A, PSD Sevilla. Recent advances in spline couplings reliability[J]. Procedia Structural Integrity, 2019, 19: 328-335.
- [4] 胡正根,朱如鹏,靳广虎,等.齿向分段抛物线修形对 渐开线花键副微动磨损参数的影响[J].航空动力学报, 2013,28(7):1644-1649.

HU Zhenggen, ZHU Rupeng, JIN Guanghu, et al. Effect of axial piecewise parabolic modification of fretting wear parameters of involute spline couplings[J]. Journal of Aerospace Power, 2013, 28(7): 1644-1649. (in Chinese)

- [5] CURÀ F, MURA A. Evaluation of the fretting wear damage on crowned splined couplings[J]. Procedia Structural Integrity, 2017, 5: 1393-1400.
- [6] SCHAUBHUT A, SUOMI E, ESPINOSA P. Aircraft engine bearings and splines[R]. Boston: Mechanics of Contact and Lubrication ME5656, Northeastern University, 2009.
- [7] KU P M, VALTIERRA M L. Spline wear-effects of design and lubrication[J]. Journal of Engineering for Industry, 1975, 97(4): 1257-1263.
- [8] CHEN L Y, ZHAO Y, CHEN X, et al. Repair of spline shaft by laser-cladding coarse TiC reinforced Ni-based

coating: Process, microstructure and properties[J]. Ceramics International, 2021, 47(21): 30113-30128.

- [9] UEDA M, SILVA A R, PILLACA E J D M, et al. New possibilities of plasma immersion ion implantation(PIII) and deposition(PIII&D) in industrial components using metal tube fixtures[J]. Surface and Coatings Technology, 2017, 312: 37-46.
- [10] 詹华. 海洋大气环境用元素掺杂碳基薄膜结构设计与 制备[D]. 北京:中国农业机械化科学研究院,2018.
  ZHAN Hua. Design and preparation of element doping carbon-based thin films for marine atmosphere environment applications[D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Mechanization Sciences, 2018. (in Chinese)
- [11] DU D X, LIU D X, Y Z Y, et al. Fretting wear and fretting fatigue behaviors of diamond-like carbon and graphite-like carbon films deposited on Ti-6Al-4V alloy[J].
   Applied Surface Science, 2014, 313: 462-469.
- [12] 魏荣华,李灿民.美国西南研究院等离子全方位离子 镀膜技术研究及实际应用[J].中国表面工程,2012, 25(1): 1-10.

WEI Ronghua, LI Canmin. Plasma immersion ion deposition research at SwRI and its practical applications [J]. China Surface Engineering, 2012, 25(1): 1-10. (in Chinese)

- [13] NAKAZAWA H, KAMATA R, MIURA S, et al. Influence of duty ratio of pulsed bias on structure and properties of silicon-doped diamond-like carbon films by plasma deposition[J]. Thin Solid Films, 2013, 539: 134-138.
- [14] NAKAZAWA H, MAGARA K, TAKAMI T, et al. Effects of source gases on the properties of silicon/nitrogenincorporated diamond-like carbon films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition[J]. Thin Solid Films, 2017, 636: 177-182.
- [15] ZHANG S, SUN D, FU Y. Toughening of hard nanostructural thin films: A critical review[J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 198(1-3): 2-8.
- [16] HOGMARK S, JACOBSON S, LARSSON M. Design and evaluation of tribological coatings[J]. Wear, 2000, 246(1-2): 20-33.
- [17] LIL, GUOP, LIULL, et al. Structural design of Cr/GLC films for high tribological performance in artificial seawater: Cr/GLC ratio and multilayer structure[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2018, 34(8): 1273-1280.
- [18] 孙薇薇,田修波,李慕勤,等. 偏压对自源笼形空心阴

极放电制备 Si-DLC 薄膜结构和性能的影响[J]. 中国表面工程, 2019, 32(3): 69-79.

SUN Weiwei, TIAN Xiubo, LI Muqin, et al. Effects of bias voltage on structure and property of Si-DLC films fabricated by self-source cage type hollow cathode discharge process[J]. China Surface Engineering, 2019, 32(3): 69-79. (in Chinese)

- [19] ZHAO R, STEINER J, ANDREAS K, et al. Investigation of tribological behaviour of a-C: H coatings for dry deep drawing of aluminum alloys[J]. Tribology International, 2018, 118: 484-490.
- [20] WANG X Y, SUI X D, ZHANG S T, et al. Effect of deposition pressures on uniformity, mechanical and tribological properties of thick DLC coatings inside a long pipe prepared by PECVD method[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 375: 150-157.
- [21] KONG L G, ZHANG M L, WEI X B, et al. Observation of uniformity of diamond-like carbon coatings utilizing hollow cathode discharges inside metal tubes[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 375: 123-131.
- [22] PILLACA E J D M, RAMÍRES M A, GUTIERREZ BERNAL J M, et al. DLC deposition inside of a long tube by using the pulsed-DC PECVD process[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 359: 55-61.
- [23] WEI R H, RINCON C, BOOKER T L, et al. Magnetic field enhanced plasma(MFEP) deposition of inner surfaces of tubes[J]. Surface and Coatings Technology, 2004, 188-189: 691-696.
- [24] MUHL S, PÉREZ A. The use of hollow cathodes in deposition process: A critical review[J]. Thin Solid Films, 2015, 579: 174-198.
- [25] XU L, LI L H, LUO S D, et al. Self-enhanced plasma discharge effect in the deposition of diamond-like carbon films on the inner surface of slender tube[J]. Applied Surface Science, 2017, 393: 467-473.

- [26] BRIEHL B, URBASSEK H M. Plasma recovery in plasma immersion ion implantation: Dependence on pulse frequency and duty cycle[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2002, 35(5): 462-467.
- [27] LI Y, ZHENG B C, LEI M K. Plasma low-pressure nonsteady diffusion fluid model for pulsed plasma recovery[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2013, 41(1): 43-48.
- [28] SHIBATA Y, KIMURA T, NAKAO S, et al, Preparation of silicon-doped diamond-like carbon films with electrical conductivity by reactive high-power impulse magnetron sputtering combined with a plasma-based ion implantation system[J]. Diamond & Related Materials, 2020, 101: 107635.
- [29] HIRATA Y, CHOI J. Structure and mechanical properties of a-C: H films deposited on a 3D target: comparative study on target scale and aspect ratio[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2017, 50(15): 155204.
- [30] 王浪平,王小峰,汤宝寅. 等离子体浸没离子注入与沉积技术的发展及前沿问题[J]. 中国表面工程,2010,23(1):9-14.
   WANG Langping, WANG Xiaofeng, TANG Baoyin. The

development and key problems of plasma immersion ion implantation and deposition[J]. China Surface Engineering, 2010, 23(1): 9-14. (in Chinese)

[31] VALENCIA F J, SANTIAGO J, RAQUEL GONZÁLEZ-ARRABAL R, et al. Nanoindentation of Amorphous Carbon: A combined experimental and simulation approach[J]. Acta Materialia, 2021, 203: 116485.

E-mail: 306843499@qq.com

汪瑞军(通信作者),男,1967年出生,博士,研究员,博士研究生导师。主要研究方向为材料加工。

E-mail: 13701380963@163.com

**作者简介:**徐天杨,男,1994 年出生,博士研究生。主要研究方向为 材料表面工程。