

Зависимость механических и трибологических свойств $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок от амплитуды напряжения смещения подложки

© А.С. Гренадёр, ¹ А.А. Соловьёв, ¹ К.В. Оскомов, ¹ М.О. Жульков ^{1,2}

¹ Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН, 634055 Томск, Россия

² Национальный медицинский исследовательский центр им. академика Е.Н. Мешалкина, 630055 Новосибирск, Россия
e-mail: 1711Sasha@mail.ru

Поступило в Редакцию 26 января 2021 г.

В окончательной редакции 26 февраля 2021 г.

Принято к публикации 19 марта 2021 г.

Проведена модификация поверхности нержавеющей стали марки AISI 316L нанесением $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки методом ассистированного плазмой химического газофазного осаждения с использованием импульсного биполярного напряжения смещения подложки. Механические свойства пленки и поверхности стали AISI 316L исследовались методом наноиндентирования, а трибологические испытания проводили с помощью трибометра в геометрии шар–диск. Выявлена оптимальная величина амплитуды отрицательного импульса биполярного напряжения смещения, при которой $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленка обладает высокой твердостью (19 ± 2 GPa), что в 3.5 раза больше, чем твердость поверхности стали AISI 316L (5.5 ± 0.1 GPa). При этом пленка имела низкий коэффициент трения (0.08), что в 9 раз меньше, чем у стали (0.72), а величина скорости износа составляла $8.5 \cdot 10^{-7}$ и $3.7 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ соответственно. Структура и состав полученных пленок исследованы методом рамановской спектроскопии и сканирующей электронной микроскопии.

Ключевые слова: медицинская сталь, $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки, твердость, низкий коэффициент трения, износостойкость.

DOI: 10.21883/JTF.2021.08.51106.15-21

Введение

Алмазоподобные углеродные пленки (DLC) известны благодаря набору уникальных свойств, интересных для многих областей применения (медицина, электроника, космическая промышленность и т.д.) [1,2]. В связи с этим в литературе приводится много исследований по модификации поверхности различных материалов (металлы, сплавы, полимеры, и т.д.) за счет использования DLC [3–9]. В медицине актуальной задачей является повышение износостойкости, коррозионной стойкости и биосовместимости изделий из нержавеющей стали 316L (российский аналог 03X17H14M3).

Достоинства и недостатки DLC-пленок по сравнению с покрытием из нитрида титана на нержавеющей стали 316LVM с точки зрения их механических и трибологических свойств исследовались в работе [1]. Было показано, что DLC-пленки имеют более низкий коэффициент трения и скорость износа, но меньшую адгезионную прочность. Снизить внутренние напряжения и тем самым повысить адгезионную прочность пленок позволяет добавление Si или SiO_x в структуру DLC [10–12]. Добавление Si в пленку DLC повышало критическую нагрузку при царапании, которая характеризует адгезионную прочность, с 6.6 до 9.6 mN [13]. Кроме этого, добавление кремния положительно сказывалось на биомедицинских свойствах пленок. До-

бавление и кремния и кислорода в структуру DLC также приводило к повышению адгезионной прочности пленок [14]. Однако было показано, что адгезия и другие свойства DLC:SiO_x -пленок зависят не только от концентрации легирующих элементов, но и от условий осаждения (например, величины напряжения смещения подложки). Кроме того, коэффициент трения и скорость износа легированных DLC-пленок зависят от материала контртела, которое используется при трибологических испытаниях [15].

Как правило, для нанесения $a\text{-C:H:SiO}_x$ (DLC:SiO_x)-пленок используют метод ассистированного плазмой химического газофазного осаждения (PACVD) с подачей высокочастотного (ВЧ) напряжения смещения на подложку [10,13,16]. Необходимость ВЧ смещения обусловлена хорошими диэлектрическими свойствами пленки. Имеется много работ по исследованию влияния амплитуды ВЧ напряжения на структуру и свойства получаемых $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок [10,17].

В настоящей работе для управления структурой и свойствами $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок применялось среднечастотное (100 kHz) биполярное напряжение смещения и исследовалось влияние амплитуды отрицательного импульса напряжения смещения подложки на элементный состав, механические и трибологические свойства пленок, нанесенных на нержавеющую сталь марки AISI 316L.

1. Эксперимент и методики исследований

$a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки наносились на образцы из нержавеющей стали марки AISI 316L размером $20 \times 20 \times 2$ mm. Образцы предварительно обрабатывались в ультразвуковой ванне, наполненной сначала изопропиловым спиртом, а затем ацетоном и дистиллированной водой в течение 10 min. Перед нанесением пленки подложки подвергались очистке в плазме аргона в течение 15 min. Нанесение $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки осуществлялось методом PACVD с использованием биполярного напряжения смещения подложки частотой 100 kHz и с амплитудой отрицательного импульса в диапазоне $U_{bias} = 0\text{--}700$ V. В процессе нанесения пленки температура подложки не превышала 260°C (режим с $U_{bias} = -700$ V). Процесс проводился в атмосфере аргона с парами полифенилметилсилоксана. Последний использовался в качестве жидкого прекурсора (расход 1.0 ± 0.1 ml/h), пары которого разлагались в плазме, а продукты разложения осаждались на подложке. Толщина полученных пленок составляла 1.5 ± 0.2 μm . Более подробно процесс нанесения $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки описан в работе [18].

Твердость H и модуль упругости E образцов определялись с использованием наноиндентора Nanotest 600 (Micro Materials Ltd., GB). Проводилось по 10 измерений на каждом образце по методике Оливера–Фарра, после чего значения усреднялись. При этом соблюдалось условие, согласно которому глубина проникновения индентора не должна превышать 10% от толщины пленки [19,20]. Для исследования поверхности полученных образцов и получения изображений трека износа использовался растровый электронный микроскоп QUANTA 200 (FEI Company, USA). В процессе получения изображений ускоряющее напряжение составляло 30 kV, а в процессе исследования элементного состава — 10 kV. Обработка полученных изображений и определение ширины трека износа проводилось в программе ImageJ 1.5. Трибологические испытания осуществлялись на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, France). В качестве контртела использовался шарик из сплава ВК-8 диаметром 6 mm. Время истирания составляло 16 000 s при длине трека 400 m. Скорость вращения диска составляла 25 mm/s при нагрузке 3 N. Площадь поперечного сечения и глубина трека износа определялась с помощью профилометра TriboTechnic контактным методом с использованием алмазной иглы. Рамановский спектрометр исследовательского комплекса Centaur U HR system (Nano Scan Tech., Russia) использовался для получения информации о структуре полученных $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок. Длина волны возбуждения лазера составляла 532 nm. Рамановские спектры записывались в диапазоне $1000\text{--}1800$ cm^{-1} со спектральным разрешением 0.5 cm^{-1} . Для обработки и разбиения полученных спектров использовалась программа OriginPro версия 8.5.

2. Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлена гистограмма, иллюстрирующая изменение твердости и модуля упругости $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, нанесенных на сталь марки 316L, в зависимости от амплитуды отрицательного импульса напряжения смещения. Без подачи напряжения смещения, т.е. когда образец находится под плавающим потенциалом, формируется полимероподобная пленка с низкой твердостью (4 GPa). Пленка с наибольшей твердостью (18.8 GPa) формируется при $U_{bias} = -300$ V. В работе Varve с соавторами [10] было показано повышение твердости DLC:SiO_x-пленок, выращенных в парах гексаметилдисилоксана, с 4 до 12 GPa за счет увеличения амплитуды ВЧ напряжения смещения с -25 до -225 V. Наибольшая твердость $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок (до 28 GPa) была получена на кремниевой подложке [17] с использованием ВЧ напряжения смещения с амплитудой -400 V. В других работах по получению алмазоподобных пленок, содержащих Si или SiO_x, с использованием в качестве прекурсора силоксанов и силанов, твердость пленок изменяется в диапазоне 4–17 GPa [14,21,22]. Таким образом твердость $a\text{-C:H:SiO}_x$ пленок, полученных с использованием среднечастотного напряжения смещения, соизмерима с твердостью пленок, наносимых в ВЧ разряде и с использованием других кремний-органических жидкостей.

Для твердых пленок важными параметрами являются не только твердость и модуль упругости, но и их отношения H/E и H^3/E^2 [23]. Отношение H/E называется индексом пластичности, а H^3/E^2 — сопротивлением пластической деформации. Высокие значения отношения H^3/E^2 подразумевают лучшую ударную прочность, а высокие значения соотношения H/E лучшую износостойкость материала [24–26]. Кроме этого, высокие значения H^3/E^2 для ряда пленок означают высокую стойкость к абразивному износу и образованию трещин [27]. Поэтому износостойкие пленки

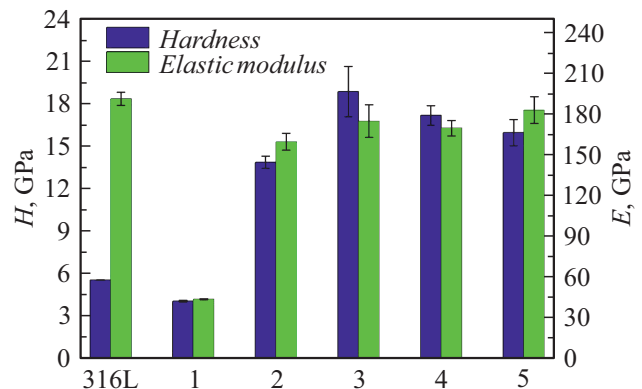


Рис. 1. Зависимость твердости H и модуля упругости E $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, нанесенных на сталь марки 316L, от амплитуды отрицательного импульса биполярного напряжения смещения подложки: 1 — плавающий потенциал, 2 — 100, 3 — 300, 4 — 500, 5 — 700 V.

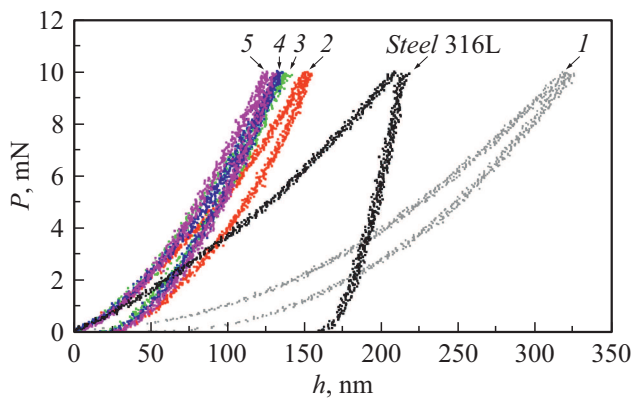


Рис. 2. Нагрузочные и разгрузочные кривые образцов стали 316L с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой, нанесенной при различном напряжении смещения подложки: 1 — плавающий потенциал, 2 — 100, 3 — 300, 4 — 500, 5 — 700 V.

должны иметь высокую твердость при минимальном модуле упругости. Низкий модуль упругости позволяет распределить нагрузку на большую площадь, тем самым сдерживая пластическое течение подложки и разрушение покрытия из-за растягивающих напряжений, возникающее вблизи раздела покрытие—подложка [28]. Полученные $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки имеют индекс пластичности (0.087–0.107) в несколько раз больший, чем у образца стали AISI 316L (0.029). Максимальные значения H/E (0.11) и H^3/E^2 (219 МПа) были получены для пленок, нанесенных при $U_{bias} = -300$ V.

На рис. 2 представлены нагрузочные и разгрузочные кривые, полученные при наноиндентировании исследуемых образцов. Существуют работы, где сравнивают пленки с одинаковой глубиной проникновения индентора, но изменяемой нагрузкой [29,30].

В настоящей работе для всех образцов максимальная нагрузка P была одинаковой и составляла 10 мН. Толщина $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки на исследуемых образцах составляла 1500 ± 150 нм, за исключением пленки, полученной при плавающем потенциале подложки. Ее толщина была увеличена до 3000 ± 200 нм, чтобы соблюдалось условие не превышения глубины проникновения индентора более 10–20% толщины пленки [19,20]. Для полученных образцов с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой глубина проникновения индентора составляла менее 150 нм. У пленки, полученной при плавающем потенциале подложки, глубина проникновения индентора равнялась 325 нм, а у образца без пленки — 217 нм. Параметр упругого восстановления W_e на образце стали 316L составлял 26%, а после нанесения $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки увеличился до 80–86%. Максимальные значения W_e также были получены для пленки, нанесенной при $U_{bias} = -300$ V.

На рис. 3 представлены СЭМ снимки трека износа после проведения трибологических испытаний образца стали марки AISI 316L и образца стали с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой, нанесенной при $U_{bias} = -300$ V. После нанесения пленки трек износа становится более узким и на нем отсутствуют следы эрозии и переноса материала, так как пленка играет роль твердой смазки [31]. Для образца стали 316L среднее значение коэффициента трения составляет 0.72 (табл. 1), а скорость износа $3.7 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ на дистанции 400 м. После нанесения $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки среднее значение коэффициента трения изменялось от 0.08 до 0.12, а скорость износа изменялась от $7.8 \cdot 10^{-7}$ до $9.5 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ в зависимости от U_{bias} . Результаты трибологических испытаний согласуются с результатами наноиндентирования. Все полученные $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки имеют низкую скорость износа. Минимальный коэффициент трения был получен для пленки,

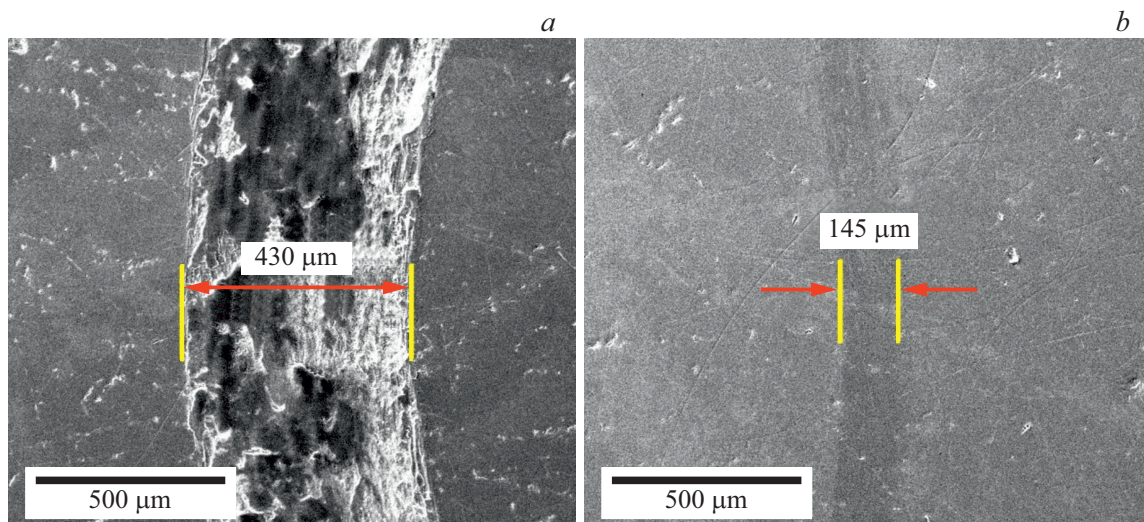


Рис. 3. СЭМ снимки трека износа образца стали AISI 316L (a) и образца с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой, нанесенной при $U_{bias} = -300$ V (b).

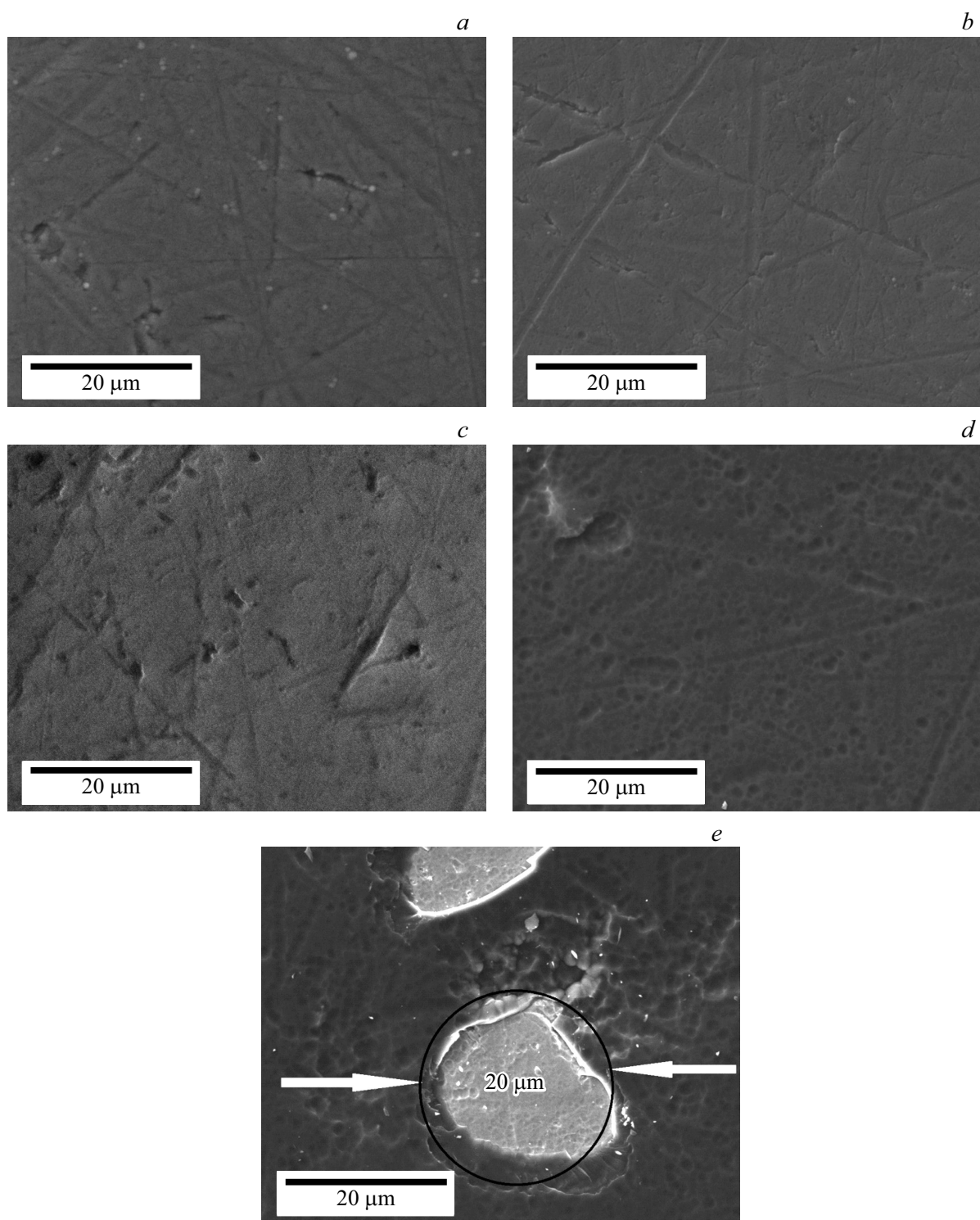


Рис. 4. СЭМ изображения поверхности образцов стали 316L с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой, нанесенной при различных амплитудах напряжения смещения подложки: *a* — плавающий потенциал подложки, *b* — 100, *c* — 300, *d* — 500, *e* — 700 V.

нанесенной при $U_{bias} = -300$ V, а наименьшая скорость износа для пленки, сформированной при $U_{bias} = -700$ V. Из табл. 1 видно, что скорость износа пленки в отличие от других ее характеристик монотонно снижается с увеличением U_{bias} .

На рис. 4 представлены изображения поверхности $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, нанесенных на сталь 316L при различных амплитудах напряжения смещения подложки. При низких амплитудах U_{bias} поверхность пленки более плотная, однородная и повторяет рельеф подложки.

Таблица 1. Трибологические характеристики стали 316L и образцов с $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленкой

Образец	U_{bias}, V	μ	$h, \mu m$	$l, \mu m$	$A, \mu m^2$	$k, mm^3/N \cdot m$
AISI 316L	—	0.72	8.3	430	2334.4	$3.7 \cdot 10^{-5}$
2	-100	0.11	0.64	117	60.7	$9.5 \cdot 10^{-7}$
3	-300	0.08	0.62	102	54.1	$8.5 \cdot 10^{-7}$
4	-500	0.12	0.55	96	49.8	$7.8 \cdot 10^{-7}$
5	-700	0.12	0.53	92	35.7	$6.2 \cdot 10^{-7}$

Примечание. U_{bias} — амплитуда отрицательного импульса биполярного напряжения смещения, μ — коэффициент трения, h — глубина лунки износа, l — ширина лунки износа, A — площадь поперечного сечения лунки износа, k — скорость износа.

Таблица 2. Элементный состав $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, полученных при различных напряжениях смещения подложки

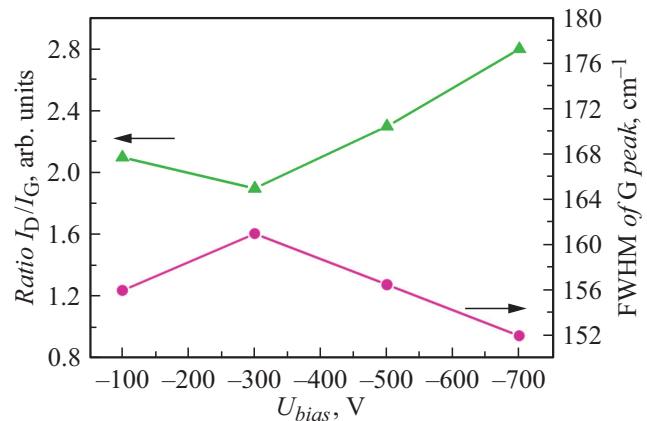
Образец	U_{bias}, V	$n_C, \text{at.}\%$	$n_O, \text{at.}\%$	$n_{Si}, \text{at.}\%$	$n_{Ar}, \text{at.}\%$	C/Si
1	Плавающий потенциал	83.7	4.8	11.5	—	7.3
2	-100	82.7	2	12.8	2.5	6.5
3	-300	81.9	1.6	13	3.5	6.3
4	-500	82.7	1.4	12.3	3.6	6.7
5	-700	83.6	1.1	11.5	3.8	7.3

Примечание. U_{bias} — амплитуда отрицательного импульса биполярного смещения, n_C — атомное содержание углерода, n_O — атомное содержание кислорода, n_{Si} — атомное содержание кремния, n_{Ar} — атомное содержание аргона, C/Si — соотношение атомного содержания углерода к кремнию.

С увеличением амплитуды U_{bias} повышается энергия ионов, воздействующих на растущую пленку, что приводит к увеличению внутренних напряжений в пленке. В результате происходит частичное отслоение пленки, как, например, на образце, полученном с $U_{bias} = -700 V$.

В табл. 2 представлен элементный состав $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, полученный методом энергодисперсионного анализа. При смещении $-300 V$ наблюдается незначительное уменьшение содержания углерода и увеличение содержания кремния. В этом случае отношение C/Si минимально (6.3). С увеличением напряжения смещения в пленке увеличивается содержание Ar, ионы которого участвуют в бомбардировке растущей пленки.

Для изучения структуры углеродсодержащих пленок часто используют метод спектроскопии комбинационного рассеяния [32,33]. В области волновых чисел от 1000 до 1800 cm^{-1} имеется широкий пик, который аппроксимируется D- и G-пиками. По изменению отношения интенсивностей I_D/I_G , расположению и полуширине D- и G-пиков можно получить информацию о преобладании sp^2 - или sp^3 -гибридизированных атомов углерода в пленке, внутренних напряжениях, разупорядоченно-

**Рис. 5.** Зависимость отношения I_D/I_G и полной ширины на половине максимума G-пика полученных $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок от амплитуды отрицательного импульса напряжения смещения U_{bias} .

сти структуры [33,34]. Большие значения I_D/I_G свидетельствуют о преобладании ароматических колец в состоянии sp^2 -гибридизации [34]. Анализ расположения G-пика позволяет установить степень насыщения слоя sp^3 -связями, а также получить информацию об уровне напряжений в исследуемых пленках [13]. Высокие значения полной ширины на половине максимума (FWHM) G-пика указывают на повышенную степень разупорядоченности структуры пленки [32].

На рис. 5 представлена зависимость соотношения I_D/I_G и положения G-пика от амплитуды отрицательного импульса биполярного смещения.

Полученные пленки имеют отношение I_D/I_G в диапазоне 1.9–2.8, что свидетельствует о низком содержании в них sp^3 -гибридизированных атомов углерода. Отношение I_D/I_G имеет наименьшее значение у пленок, полученных при $U_{bias} = -300 V$ и имеющих наибольшее содержание кремния. Такой эффект объясняется замещением sp^2 -гибридизированных атомов углерода кремнием [33–35]. У пленок, нанесенных при $U_{bias} = -300 V$, также наблюдается максимальное значение полной ширины на половине максимума G-пика, что указывает на разупорядоченность их структуры за счет увеличения содержания углерода в состоянии sp^3 -гибридизации [33]. Кроме этого, при смещении $-300 V$ наблюдается смещение G-пика в область низких энергий, что свидетельствует о снижении уровня внутренних напряжений [22]. Повышение напряжения смещения до $-700 V$ приводит к увеличению уровня внутренних напряжений и содержания sp^2 -гибридизированных атомов углерода. Эти изменения приводят к снижению твердости полученных пленок.

Заключение

В работе исследовалась зависимость механических и трибологических свойств $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, формиру-

емых методом ассистированного плазмой химического газофазного осаждения, от амплитуды отрицательного импульса биполярного напряжения смещения подложки. Показано, что нанесение $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок на сталь марки AISI 316L способствует улучшению механических и трибологических свойств ее поверхности. При этом свойства пленок сильно зависят от амплитуды напряжения смещения подложки. При оптимальном ее значении (-300 V) твердость пленки составила 18.8 GPa , индекс пластичности 0.107 , сопротивление пластической деформации 219 MPa , коэффициент трения 0.08 , а скорость износа $8.5 \cdot 10^{-7}\text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. С помощью энергодисперсионного анализа и метода рамановской спектроскопии установлено, что $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленки, полученные при смещении -300 V , имеют максимальное содержание кремния $13\text{ at.}\%$, а также обладают более низкими внутренними напряжениями и наибольшим содержанием углерода в состоянии sp^3 -гибридизации. При увеличении амплитуды напряжения смещения выше -300 V происходит снижение содержания кремния и sp^3 -гибридизированных атомов углерода в пленке, что, с одной стороны, приводит к снижению ее твердости, но, с другой стороны, повышает износостойкость. Таким образом, основными факторами, определяющими механические и трибологические свойства $a\text{-C:H:SiO}_x$ -пленок, являются содержание кремния и соотношение sp^2/sp^3 -гибридизированных атомов углерода, которые в свою очередь зависят от параметров процесса PACVD.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Томскому научному центру ТНЦ СО РАН за предоставленный наноиндентор NanoTest 600. Выражаем благодарность научному сотруднику Института сильноточной электроники А.В. Шипиловой за получение снимков на растровом электронном микроскопе.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках Госзадания ИСЭ СО РАН (FWRM-2021-0006) при финансовой поддержке гранта президента Российской Федерации, проект МК-1234.2020.8.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что конфликт интересов отсутствует.

Список литературы

- [1] M. Lepicka, M. Gradzka-Dahlke, D. Pieniak, K. Paserbiewicz, A. Niewczas. *Wear*, **382–383**, 62 (2017). DOI: 10.1016/j.wear.2017.04.017
- [2] F. Ferreira, A. Aijaz, T. Kubart, A. Cavaleiro, J. Oliveira. *Surf. Coat. Technol.*, **336**, 92 (2018). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2017.10.055
- [3] H.H. Ding, V. Fridrici, G. Guillonnet, S. Sao-Joao, J. Geringer, J. Fontaine, Ph. Kapsa. *Wear*, **432–433**, 202954 (2019). DOI: 10.1016/j.wear.2019.202954
- [4] A. Catena, S. Agnello, M. Cannas, F.M. Gelardi, S. Wehner, C.B. Fischer. *Carbon*, **117**, 351 (2017). DOI: 10.1016/j.carbon.2017.02.093
- [5] A. Catena, S. Agnello, M. Rosken, H. Bergen, E. Recktenwald, F. Bernsmann, H. Busch, M. Cannas, F.M. Gelardi, B. Hahn, S. Wehner, C.B. Fischer. *Carbon*, **96**, 661 (2016). DOI: 10.1016/j.carbon.2015.09.101
- [6] C. Ray, D. Mukherjee, S. Sarma, G. Bhattacharya, A. Mathur, S.S. Roy, J.A. McLaughlin. *Diamond Related Mater.*, **80**, 59 (2017). DOI: 10.1016/j.diamond.2017.09.001
- [7] I. Boromei, L. Ceschini, A. Marconi, C. Martini. *Wear*, **302**, 899 (2013). DOI: 10.1016/j.wear.2013.01.086
- [8] Y. Chen, X. Nie, A. Leyland, J. Housden, A. Matthew. *Surf. Coat. Technol.*, **237**, 219 (2013). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2013.09.029
- [9] M. Azzia, M. Paquette, J.A. Szpunar, J.E. Klemberg-Sapicha, L. Martinu. *Wear*, **267**, 860 (2009). DOI: 10.1016/j.wear.2009.02.006
- [10] S.A. Barve, S.S. Chopade, R. Kar, N. Chand, M.N. Deo, A. Biswas, N.N. Patel, G.M. Rao, D.S. Patil, S. Sinha. *Diamond Related Mater.*, **71**, 63 (2017). DOI: 10.1016/j.diamond.2016.12.003
- [11] K. Koshigan, F. Mangolini, J.B. McClimon, B. Vacher, S. Bec, R.W. Carpick, J. Fontaine. *Carbon*, **93**, 851 (2015). DOI: 10.1016/j.carbon.2015.06.004
- [12] H. Nakazawa, R. Kamata, S. Miura, S. Okuno. *Thin Solid Films*, **574**, 93 (2015). DOI: 10.1016/j.tsf.2014.11.078
- [13] D. Bociaga, A. Sobczyk-Guzenda, W. Szymanski, A. Jedrzejczak, A. Jastrzebska, A. Olejnik, K. Jastrzebski. *Appl. Surf. Sci.*, **417**, 23 (2017). DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.03.223
- [14] N. Kumar, S.A. Barve, S.S. Chopade, K. Rajib, N. Chand, S. Dash, A.K. Tyagi, D.S. Patil. *Tribology International*, **84**, 124 (2015). DOI: 10.1016/j.triboint.2014.12.001
- [15] A. Jedrzejczak, L. Kolodziejczyk, W. Szymanski, I. Piwonski, M. Cichomski, A. Kisielewska, M. Dudek, D. Batory. *Tribology International*, **112**, 155 (2017). DOI: 10.1016/j.triboint.2017.03.026
- [16] S.M. Pimenov, B. Jaeggi, B. Neuenschwander, E.V. Zavedeev, O.S. Zilova, M.L. Shupegin. *Diamond Related Mater.*, **93**, 42 (2019). DOI: 10.1016/j.diamond.2019.01.022
- [17] E.V. Zavedeev, O.S. Zilova, A.D. Barinov, M.L. Shupegin, N.R. Arutyunyan, B. Jaeggi, B. Neuenschwander, S.M. Pimenov. *Diamond Related Mater.*, **74**, 45 (2017). DOI: 10.1016/j.diamond.2017.02.003
- [18] A.S. Grenadyorov, A.A. Solovyev, K.V. Oskomov, V.O. Oskirko, V.A. Semenov. *Appl. Surf. Sci.*, **510**, 145433 (2020). DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.145433
- [19] S. Lotfian, C. Mayer, N. Chawla, J. Llorca, A. Misra, J.K. Baldwin, J.M. Molina-Aldareguia. *Thin Solid Films*, **571**, 260 (2014). DOI: 10.1016/j.tsf.2014.06.022
- [20] J.F. Lin, P.J. Wei, J.C. Pan, Chi-Fong Ai. *Diamond Related Mater.*, **13** (1), 42 (2004). DOI: 10.1016/j.diamond.2003.08.019

- [21] A. Tamuleviciene, S. Meskinis, V. Kopustinskas, S. Tamulevicius. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, **282**, 116 (2012). DOI: 10.1016/j.nimb.2011.08.064
- [22] D. Batory, A. Jedrzejczak, W. Szymanski, P. Niedzielski, M. Fijalkowski, P. Louda, I. Kotela, M. Hromadka, J. Musil. Thin Solid Films, **590**, 299 (2015). DOI: 10.1016/j.tsf.2015.08.017
- [23] J. Musil, F. Kunc, H. Zeman, H. Polakova. Surf. Coat. Technol., **154** (2–3), 304 (2002). DOI: 10.1016/S0257-8972(01)01714-5
- [24] J.B. Cai, X.L. Wang, W.Q. Bai, X.Y. Zhao, T.Q. Wang, J.P. Tu. Appl. Surf. Sci., **279**, 450 (2013). DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.04.136
- [25] J.L. Mo, M.H. Zhu, A. Leyland, A. Matthews. Surf. Coat. Technol., **215**, 170 (2013). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2012.08.077
- [26] O.V. Krysina, N.A. Prokopenko, Yu.F. Ivanov, O.S. Tolkachev, V.V. Shugurov, E.A. Petrikova. Surf. Coat. Technol., **393**, 125759 (2020). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.125759
- [27] F.W. Zok, A. Miserez. Acta Mater., **55**, 6365 (2007). DOI: 10.1016/j.actamat.2007.07.042
- [28] D. Galvan, Y.T. Pei, J.Th.M. De Hosson. Surf. Coat. Technol., **200**, 6718 (2006). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.10.010
- [29] P. Karuna Purnapu Rupa, P.C. Chakraborti, S.K. Mishra. Thin Solid Films, **564**, 160 (2014). DOI: 10.1016/j.tsf.2014.05.051
- [30] X. Sui, J. Liu, S. Zhang, J. Yang, J. Hao. Appl. Surf. Sci., **439**, 24 (2018). DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.12.266
- [31] S. Zhang, M. Yan, Y. Yang, Y. Zhang, F. Yan, H. Li. Carbon, **151**, 136 (2019). DOI: 10.1016/j.carbon.2019.05.031
- [32] C. Casiraghi, F. Piazza, A.C. Ferrari, D. Grambole, J. Robertson. Diam. Rel. Mater. **14**, 1098 (2005). DOI: 10.1016/j.diamond.2004.10.030
- [33] D. Bociaga, A. Sobczyk-Guzenda, W. Szymanski, A. Jedrzejczak, A. Jastrzebska, A. Olejnik, L. Swiatek, K. Jastrzebski. Vacuum, **143**, 395 (2017). DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.06.027
- [34] I. Bertóti, A. Tóth, M. Mohai, J. Szépvölgyi. Surf. Coat. Technol., **206**, 630 (2011). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.05.041
- [35] K. Baba, R. Hatada, S. Flege, W. Ensinger. Surf. Coat. Technol., **203**, 2747 (2009). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2009.02.077