

多功能离子束增强沉积装置, 高能轰击离子源能量 5.0 keV, 轰击束流密度 i 为 $15 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, 溅射离子源能量 3.5 keV, 溅射离子源束流 130 mA。沉积前, 试样表面用金刚石膏轻研。沉积实验工艺参数见表 1。

表 1 沉积实验工艺参数

钨丝温度 T_w	$\sim 2\,000\text{ }^\circ\text{C}$
基底温度 T_s	$850\sim 900\text{ }^\circ\text{C}$
丝底距 L_d	$3\sim 5\text{ mm}$
反应气体流量 Q_g	$1\,200\text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$
甲烷的体积分数 $\varphi(\text{CH}_4)$	$0.50\%\sim 1.00\%$
反应气体压力 P_g	10 kPa
沉积时间 t	$1\sim 3\text{ h}$

2 结果及讨论

1) 直接在钢基底表面化学气相沉积

直接在钢基底上沉积, 没有得到期望的金刚石膜, 而是生长了大量的黑色碳。图 1 为经过 2 h 沉积后样品表面沉积物的 SEM 照片。

2) 钢基底表面预镀铜膜后沉积金刚石膜

图 2 为表面预镀铜膜的钢基底上沉积得到金刚石膜的 SEM 照片。经过 3 h 沉积, 样品表面得到近似连续的金刚石膜, 晶形规则, 生长面为 (111) 面, 平均晶粒尺寸 $2.0\text{ }\mu\text{m}$, 晶粒密度约 $0.25\text{ }\mu\text{m}^{-2}$ 。实验表明, 45 号钢表面预镀铜膜后, 可以阻止铁和碳的相互扩散和触媒作用, 沉积得到金刚石膜。进一步的实验研究表明, 沉积初期样品表面首先生成的是一层富石墨层, 金刚石不是直接生长在铜膜上, 因此表现出弱的结合力。实验结果与文献[7]报道相同。

3) 钢基底表面预镀硅膜后沉积金刚石膜 钢基底表面预镀 100 nm 硅膜后, 显著地阻止了铁和碳的相互扩散和触媒作用, 经过 1.5 h 沉积得到基本连续的金金刚石膜, 如图 3 所示。

用划痕法对金刚石膜与基底结合力进行初步检验, 针尖直径 0.10 mm。结果表明, 金刚石

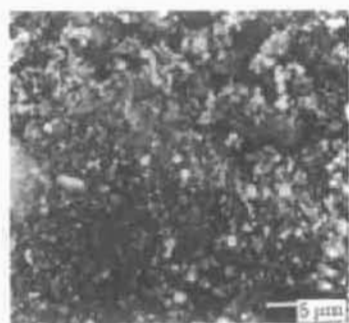


图 1 直接在钢基底表面沉积得到沉积物的 SEM 照片

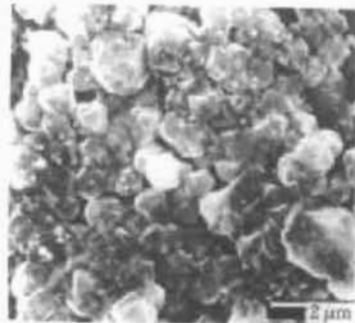


图 2 表面预镀铜膜钢基底上沉积金刚石膜的 SEM 照片

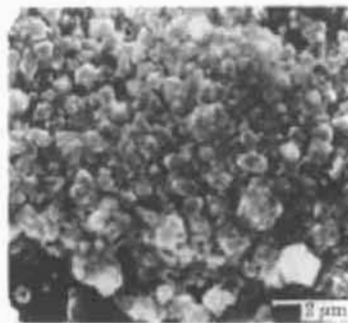


图 3 表面预镀硅膜钢基底上沉积金刚石膜的 SEM 照片

膜与基底结合较牢固。图 4 为图 1~3 对应的三种不同表面预处理基底上沉积物的 Raman 谱, 其中, i 为量纲为一的强度, σ 为波数。图 4a 是在表面无预镀层的钢基底表面直接沉积, Raman 谱峰在 1356 cm^{-1} , 1582 cm^{-1} 处, 和众多小峰组成的宽峰带, 显示出石墨和其它 SP^2 碳的大量存在; 图 4b 是在表面预镀铜的钢基底上沉积, 金刚石膜在 1332 cm^{-1} 处有峰值, 但不十分突出, 并存在宽广的 SP^2 碳峰带; 而图 4c 显示, 在表面预镀硅膜钢基底上沉积得到金刚石膜质量较好, 在 1334 cm^{-1} 处金刚石峰尖细突出, 半高宽 11 cm^{-1} , SP^2 碳宽峰带相对较弱。

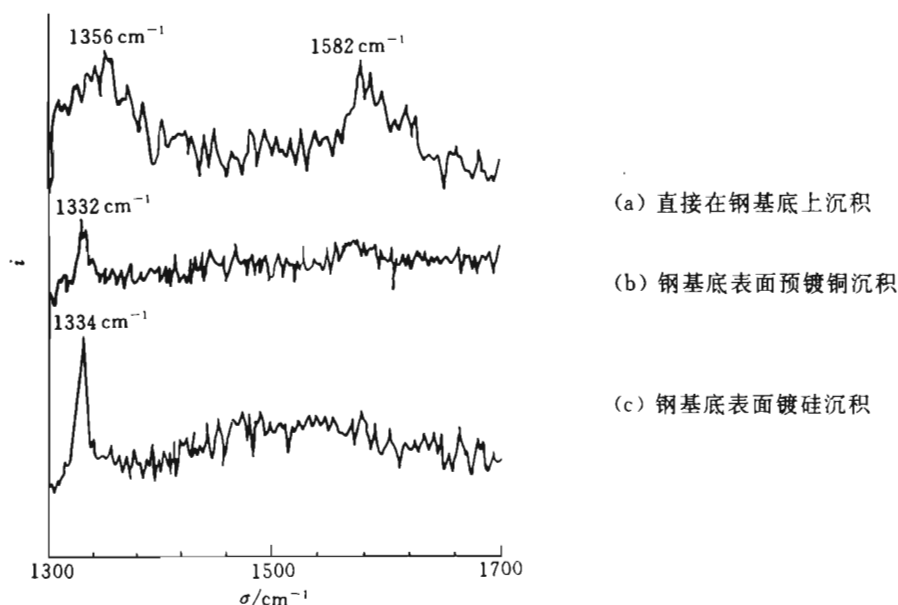


图 4 样品表面沉积物的 Raman 谱

3 结 论

- 1) 直接在钢基底表面用热丝法沉积时, 沉积物主要是石墨和非晶碳;
- 2) 利用铜膜作为中间层, 可以在钢基底上沉积得到金刚石膜, 但界面结合力较弱。
- 3) 利用硅膜作中间层可以有效阻止铁和碳相互扩散和触媒作用, 沉积得到具有一定结合力的金刚石膜, Raman 谱显示金刚石膜较纯。因此, 在钢基底表面预镀一层硅膜, 作为沉积金刚石的中间层, 是一种有实用意义的方法。

参 考 文 献

- 1 Chen H, Nielsen M L, Gold C J, et al. Growth of diamond films on stainless steel. Thin Solid Films, 1992, 212:169~172
- 2 Ong T P, Chang R P H. Properties of diamond composite films grown on iron surfaces. Appl Phys Lett, 1991, 58(4): 358~360
- 3 Niu C-M, Tsagaropoulos G, Baglio J, et al. Nucleation and growth of diamond on Si, Cu and Au substrates. Journal of Solid State Chemistry, 1991, 91:47~56

- 4 Ojika S-I, Yamashita S, Kataoka K, et al. Low-pressure diamond nucleation and growth on Cu substrates. *Jpn J Appl Phys*, 1993, 32:L200~L203
- 5 毛友德, 杨国伟. Si 和 Mo 基片上气相生长金刚石薄膜的界面状态研究. *科学通报*, 1993, 38(11): 986~989
- 6 Jiang N, Sun B W, Zhang Z, et al. Nucleation and initial growth of diamond film on Si substrate. *J Mater Res*, 1994, 9(10): 2 695~2 702
- 7 Nolter S D, Stoner B R, Glass J T. The effect of substrate material on bias-enhanced diamond nucleation. *Diamond and Related Materials*, 1994, 3: 1 188~1 195

Deposition of diamond films on steel substrate by precoating an intermediate layer

Chen Zhiqing, Gao Zhidong, Zeng Xiaoshu, Liang Ji, Wei Binqing, Wu Dehai

Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University

Abstract: Diamond films have been deposited on carbon steel with an intermediate layer by chemical vapor deposition (CVD). Diamond coatings on steel substrates are interesting for potential applications, but there are at least three serious problems; a long nucleation period, the catalytic effect of iron, and thermal expansion mismatch. An intermediate layer was used to block carbon diffusion, enhance adhesion and suppress SP^2 carbon precipitation. We report the research on the deposition of diamond films on steel substrate without a buffer layer, and copper coated/silicon coated steel substrates, respectively. By scanning electron microscopy (SEM), Raman spectroscopy and scratch test, it is shown that precoating a silicon intermediate layer is an efficient method for deposition of diamond films on steel substrates.

Key words: diamond films; chemical vapor deposition (CVD); steel; surface structure