







ESTUDO DA ESTABILIDADE TÉRMICA DE FILMES DLC DOPADO COM SI UTILIZANDO HEXAMETILDISSILOXANO COMO PRECURSOR

<u>LUCIANA SGARBI ROSSINO^{1,2}</u>; ALEX RODRIGUES DA SILVA¹; LEANDRO ALMEIDA SILVA²; LARISSA SOLNO DE ALMEIDA², MARCOS DORIGÃO MANFRINATO¹

¹Fatec Sorocaba – Coordenadoria de Processos Metalúrgicos ²UFSCar Campus Sorocaba, Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais luciana.rossino@fatec.sp.gov.br

Study of Thermal Stability of Si Doped DLC Film Using Hexamethyldisiloxane as Precursor

Eixo Tecnológico: Controle e Processos Industriais

Resumo

Filmes DLC têm sido o foco de pesquisas atuais devido as suas propriedades interessantes, porém apresentam altas tensões internas, defeitos e baixa adesão a substratos metálicos. Uma das técnicas utilizadas para minimizar estes inconvenientes é a dopagem do filme com elementos como N, B, F ou Si. Particularmente, o Si adicionado ao DLC incrementa as propriedades do filme mantendo sua estabilidade estrutural quando submetido a altas temperaturas. O objetivo deste trabalho é desenvolver a deposição de filme DLC dopado com Si (DLC-Si) utilizando hexametildissiloxano como precursor, realizada por PECVD utilizando fonte DC-pulsada em substrato de aço inox AISI 321. Filmes DLC e DLC dopado com N (DLC-N) também foram produzidos e estudados. A estabilidade térmica dos filmes estudados foi analisada após ensaio de aquecimento a temperaturas de 300ºC e 600°C. A estrutura dos filmes formados antes e após aquecimento foram caracterizadas por analise Raman. Ensaios de adesão e desgaste por esfera fixa foram realizados para determinar as propriedades do filme produzido. Como resultado, foi possível depositar filmes DLC dopados com Si com boa adesão ao substrato metálico utilizando um precursor altamente volátil, de fácil uso em tratamentos a plasma sem causar riscos ao meio ambiente e operador e barato. Apesar do filme DLC-Si não ter apresentado as melhores características de adesão e desgaste nas condições normais, sem aquecimento, comparado aos filmes DLC e DLC-N, observou-se que o Si adicionado ao DLC apresentou maior resistência ao desgaste comparado ao material base para todas as condições de aquecimento estudadas, e manteve as propriedades do filme produzido após aquecimento. Conclui-se que o Si adicionado ao filme DLC apresenta eficácia em manter a estabilidade estrutural do filme exposto a altas temperaturas, principalmente em condições de aquecimento como em solicitação de desgaste.

Palavras-chave: PECVD, carbono tipo diamante, dopagem, estabilidade térmica, filme fino.

Abstract

DLC films have been the focus of recent research due to their interesting properties, but they present high internal stresses, defects and low adhesion to metal substrates. One of the techniques used to minimize these disadvantages is the doping of the film with elements such as N, B, F or Si. In particular, the Si added to the DLC increases the properties of the film while maintaining its structural stability when subjected to high temperatures. The objective of this work is to develop the deposition of Si-doped DLC (DLC-Si) using hexamethyldisiloxane as precursor performed by PECVD using a pulsed DC source on AISI 321 stainless steel substrate. DLC and DLC doped with N (DLC-N) films were also produced and studied. The thermal stability of the studied films was analyzed after heating tests at temperatures of 300°C and 600°C. The structure of the films formed before and after heating were characterized by Raman analysis. Adhesion and fixed ball wear tests were performed to determine the properties of the produced film. As a result, it was possible to deposit Si-doped DLC films with good adhesion to the metal substrate using a highly volatile precursor, easy to use in plasma treatments without causing risks to the environment and operator and inexpensive. Although the DLC-Si film did not present the best adhesion and wear characteristics under normal conditions, without heating, compared to the DLC and DLC-N films, it was observed that the Si added to the DLC presented greater wear resistance compared to the base material for all heating conditions studied, and maintained the properties of the film produced after heating. It is concluded that the Si added to the DLC film is effective in maintaining the structural stability of the film exposed to high temperatures, especially under heating conditions such as wear stress.

Key-words: PECVD, diamond-like carbon, doping, thermal stability, thin film.









1. Introdução

Lubrificantes sólidos podem ser aplicados na indústria como uma alternativa para substituição de lubrificantes líquidos em tribo-sistemas, principalmente em situações de ambiente limpo ou onde os lubrificantes líquidos podem decompor-se por serem utilizados a altas temperaturas [1,2,3]. Os filmes DLC (diamond-like carbon) são considerados lubrificantes sólidos, reduzem o coeficiente de atrito e podem incrementar as propriedades tribológicas de componentes mecânicos em aplicações industriais, porém estes exibem algumas limitações, como alteração das características tribológicas a altas temperaturas [4]. A decomposição, grafitização e oxidação dos filmes DLC causam a deterioração rápida das propriedades tribológicas destes filmes quando expostos a temperaturas superiores a 350°C [2,3].

Obter estabilidade térmica a altas temperaturas podem ser conseguidas com a dopagem dos filmes DLC usando Si, W e Ti [2,3]. A adição de Si reduz o tamanho dos aglomerados de ligação sp², estabiliza as ligações sp³ e inibe a grafitização por produzir nanocristais de Si-C que contribui para a estabilização térmica dos filmes DLC [5]. Assim, os filmes DLC-Si podem ser aplicados em vários sistemas de escorregamento submetidos a aquecimento localizado causado pela fricção [5].

Com a dopagem com Si, as propriedades mecânicas, incluindo dureza e resistência à adesão, são melhoradas, enquanto a tensão residual do filme é reduzida. [6] observaram melhores propriedades tribológicas a alta temperatura dos filmes de DLC-Si sob condições oxidativas, o que pode ser atribuído à maior estabilidade térmica e à formação de uma camada lubrificante contendo Si nas superfícies das trilhas de desgaste [6].

A porcentagem de Si influencia nas propriedades do filme DLC. [7] observaram que os valores de dureza inicialmente aumentaram e depois diminuíram à medida que o teor de Si aumentou de 0 para 7,7 at.%. A dureza máxima foi obtida para um teor de Si de 3,6 at.%, explicado pelo aumento da relação sp³/sp² e pela diminuição da tensão residual [7]. Com o aumento do teor de Si no filme, mais Si se liga ao C, o que estabiliza a estrutura e retarda a grafitização para temperaturas mais altas comparada ao filme DLC puro [8].

A dopagem dos filmes DLC, denominados de DLC-Si, têm sido realizados e estudados de forma eficiente utilizando substratos. [9] realizou a dopagem de filme DLC com Si utilizando metano+silano (CH₄+SiH₄) e acetileno+silano (C₂H₂+SiH₄) como precursores utilizando a técnica de rf-PACVD sobre policarbonato [9]. [10] utilizou a técnica de DC-PACVD para depositar filme DLC-Si em diversos substratos utilizando metano+tetrametilsilano (CH₄+Si(CH₃)₄) [10]. Já [11] utilizou CH₄+SiH₄ como precursor para depositar filme de DLC-Si por rf-PECVD (*plasma enchanced chemical vapor deposition*) em Si₃N₄. Filmes de DLC-Si foram produzidos por PACVD utilizando Si(CH₃)₄ como precursor de Si em substrato de silício [12]. [13] utilizou Ar, H₂, CH₄ e Si(CH₃)₄ para a deposição do filme de DLC-Si em aço inox [13]. [6] utilizou acetileno (C₂H₂) e hexametildissiloxano ([Si(CH₃)₃]₂O) para depositar filme DLC-Si em aço 52100 por PECVD [1], enquanto [27] depositou filme DLC-Si em liga de alumínio por PECVD com gaiola catódica utilizando C₂H₂ e Si(CH₃)₄ [14] e [15] produziram filme de DLC-Si por PECVD utilizando C₂H₂ e tetrametilsilano Si(CH₃)₄ [15].

O precursor hexametildissiloxano (HMDSO) foi utilizado juntamente com CH₄ e Ar para depositar filme DLC-Si em substrato de vidro e silício por rf- PECVD. Neste caso, [16] observaram um aumento da taxa de deposição do filme DLC-Si com o aumento na tensão aplicada durante o tratamento, enquanto a taxa de deposição e dureza do filme apresentou um pico máximo com o aumento na proporção de HMDSO/CH₄, com decréscimo e estabilidade da propriedade analisada em proporções mais altas de HMDSO/CH₄ [16]. Observou-se também









que o filme DLC-Si manteve sua estabilidade estrutural até 400°C, mudando suas características em temperaturas superiores [16].

Cita-se que o silano utilizado como precursor de Si é um gás análogo ao metano, porém pirofórico inflamável sob pressão, podendo formar misturas explosivas com o ar. Como alternativa, pode-se utilizar o tetrametilsilano (TMS) ou HMDSO, que são líquidos altamente voláteis, não são explosivos, inflamáveis e são relativamente barato [17,18]. O HMDSO possui uma capacidade única em criar ligações covalentes entre compostos orgânicos e inorgânicos e a inerente estabilidade da ligação de siloxano (Si-O-Si) faz deste material um componente para ser usado em revestimento de alto desempenho [17,19]. Conforme observado por [17], filmes de a-SiC:H crescidos sobre substrato de Ti6Al4V por PECVD utilizando precursor de HMDSO apresentaram melhores propriedades como aderência, resistência ao risco e ao desgaste, e está no grupo de menor coeficiente de atrito comparado ao filme produzido com TMS [17].

O objetivo deste trabalho é desenvolver a deposição de filmes DLC-Si utilizando HMDSO como precursor, determinar a estabilidade térmica e características tribológicas do filme.

2. Materiais e métodos

Amostras retangulares com 10 mm de espessura do aço inox 321 com acabamento espelhado foram limpas e tratadas a plasma por PECVD no LabTES – Laboratório de Tecnologia e Engenharia de Superfície, na Fatec Sorocaba, utilizando fonte DC-pulsada [20].

As amostras limpas foram inseridas no reator e, após atingir vácuo $(3x10^{-2} \text{ torr})$, foi feita limpeza por ablação a plasma para todos os tratamentos, com 80% Ar e 20% H_2 a uma pressão de 2,3 torr por 1 hora e tensão de 290V, atingindo temperatura de 420°C. Após, foi feita a deposição da intercamada de organosilicone utilizando 70 % de HMDSO e 30 % de Ar a uma pressão total dos gases de 0,120 torr, por 21 minutos, com tensão de 500 V atingindo uma temperatura de aproximadamente 210°C. Posteriormente, todos os filmes foram depositados por 2 horas utilizando tensão de 500 V e temperatura de início de 205°C.

Para o DLC, foi utilizado 90 % de CH₄ e 10 % de Ar a pressão de 0,450 torr com fluxo total dos gases de 30 sccm [21]. Para a deposição do DLC-N, foi utilizado 70 % de CH₄ e 30% de N₂ a pressão de 0,420 torr e fluxo gasoso de 30 sccm [21]. A deposição do filme DLC-Si foi realizada utilizando 90 % CH₄ (27 sccm), 8% de Ar (3 sccm) e 2% de HMDSO (0,072 torr) a uma pressão total de 0,46 torr.

Para a determinação da estabilidade térmica dos filmes formados, as amostras foram expostas a temperatura de 300° C e 600° C, conforme indicado em [16], em forno mufla por 1 h no Laboratório de Tratamento Térmico da Fatec Sorocaba. A análise visual foi realizada com aquisição de imagem por câmera digital para observação do aspecto dos filmes antes e após realização dos tratamentos de aquecimento. A análise micrográfica dos filmes depositados foram realizados nas amostras cortadas na seção transversal ao tratamento e preparadas como descrito na norma ASTM E 395-000. As micrografias foram obtidas utilizando microscópio eletrônico por varredura (MEV) de bancada da marca Hitachi, modelo TM300 presente no Laboratório de Pesquisa de Bioenergia e Materiais Lignocelulósicos, localizado na UFSCar - Campus Sorocaba, utilizando elétrons retroespalhados e tensão de aceleração de 15 kV.

As análises de Espectroscopia FTIR dos filmes produzidos foram realizadas no Laptec (Laboratório de Plasmas Tecnológicos) localizado na UNESP Campus Sorocaba, utilizando o Espectrômetro JASKO FTIR-410. O tempo de varredura utilizado foi de 128 segundos numa resolução de 4cm-1. Os resultados interpretados foram de absorbância.

Determinou-se as propriedades estruturais dos filmes, antes e após aquecimento, por Espectroscopia Raman com laser de argônio sintonizado no comprimento de onda de 532 nm e









potência de 1% do total. O equipamento utilizado foi um Horiba Xplora Onxe da Escola Politécnica da USP. Para obter a %H contido no filme não dopado, foi utilizada a Eq. 1 [22].

$$H[at.\%] = 21.7 + 16.6 \log \frac{m}{I(G)[\mu m]}$$
 (1)

O ensaio de adesão foi realizado nos filmes com e sem aquecimento considerando a norma VDI 3198 [23]. Ensaios de dureza Rockwell C foram realizados em um durômetro digital Mitutoyo - HR 300, localizado no Laboratório de Tratamento Térmico da Fatec Sorocaba. As imagens das endentações foram realizadas utilizando o MEV localizado na UFSCar – Campus Sorocaba. A porcentagem delaminada do filme foi calculada com o software ImageJ.

A determinação da resistência ao desgaste dos materiais estudados com e sem tratamento de superfície, antes e após aquecimento, foi realizado ensaio de desgaste por esfera fixa com esfera de aço AISI 52100, pertencente ao LabTES da Fatec Sorocaba. O ensaio foi realizado com carga fixa de 2N, frequência de rotação de 158 RPM e distância percorrida de 126,1m (10min) e 378,2m (30min). O volume de desgaste (V) foi calculado pela Eq. 2, em que R é o raio da esfera de desgaste e b é o diâmetro da calota obtida no ensaio [24]. As medidas da calota impressa foram realizadas com microscópio óptico portátil.

$$V = \frac{\pi b^4}{64R} \qquad para \ b <<< R \tag{2}$$

3. Resultados e Discussão

Pela análise visual observou-se que os filmes produzidos apresentam aspecto negro, característico do DLC. O filme DLC-N apresenta uma coloração mais clara devido a menor espessura do filme. Após aquecimento a 300°C, os filmes apresentaram aspecto mais claros, indicando degradação dos mesmos, com uma coloração mais uniforme para o filme DLC-Si. Após aquecimento a 600°C, os filmes DLC e DLC-N delaminaram após um período de tempo, enquanto o DLC-Si apresentou mudança de cor, porém ficou com aspecto uniforme e sem delaminação posterior, indicando maior estabilidade do filme proporcionada pelo Si [6]. A estabilidade térmica dos filmes a-C:H:Si pode ser maximizada aumentando o teor de Si. O filme com maior teor de Si manteve-se estável até 650° C enquanto os filmes com menor teor de Si ou sem Si grafitaram em temperaturas mais baixas [25]. Mesmo mostrando degradação visual devido a mudança de coloração após aquecimento, o filme DLC-Si produzido neste trabalho apresentou maior estabilidade térmica.

A Fig. 1 mostra a formação de filmes DLC, DLC-N e DLC-Si com espessura de 5,51μm, 3,05μm e 4,32μm, respectivamente. O filme DLC apresentou a maior espessura, enquanto o filme DLC- N apresentou a menor espessura. A incorporação do nitrogênio diminui a taxa de deposição e espessura do filme devido a erosão e remoção de átomos de C do filme gerada pelos íons de N, e evaporação das moléculas de N₂, devido a formação de ligações N-N [21,26]. Zhang et al. (2018) comenta que, ao aumentar o teor de Si, a taxa de deposição e o tamanho granular dos filmes DLC aumentaram continuamente [6]. Neste trabalho, observou-se que a espessura do filme DLC-Si ficou intermediária aos filmes DLC e DLC-N, provavelmente devido à menor incorporação de Si presente no filme devido ao precursor utilizado.

A análise dos espectros FTIR mostraram, em todos os filmes, a presença de picos nos números de onda 1250 e 2900 cm⁻¹ que correspondem ao estiramento das ligações C- H e pico entre 1970 e 2400 cm⁻¹ representante ao estiramento das ligações C=C, característicos do filme DLC convencional [21]. Para o filme DLC-Si foi observado o pico a 752 cm⁻¹ relacionado ao estiramento da ligação Si-CH₃, o que confirma a incorporação do Si ao filme produzido [8,27]. Observou-se no filme DLC-N a presença do pico em 1700 cm⁻¹ referente ao estiramento das



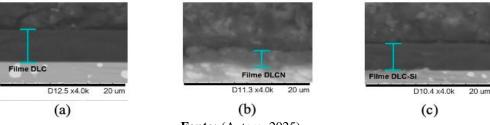






ligações C-N e pico em 3200 cm⁻¹ que relacionado ao estiramento das ligações N-H, ambas presentes devido a incorporação do nitrogênio no filme DLC-N [21].

Fig. 1 – Micrografia dos filmes (a) DLC, (b) DLC-N e (c) DLC-Si



Fonte: (Autora, 2025).

Os espectros Raman dos filmes produzidos apresentaram características de filme de carbono amorfo hidrogenado, com o pico de banda G em deslocamento Raman de aproximadamente 1550 cm⁻¹ e banda D em aproximadamente 1355 cm⁻¹. A banda G está relacionada com as vibrações do carbono com ligação do tipo sp², o que caracteriza os materiais grafíticos, e a banda D representa a desordem do filme e está relacionada com a alteração angular dos anéis aromáticos do carbono com ligação sp², que ocorre pela presença de hibridização sp³, que é característico dos diamantes [22]. A relação I(D)/I(G) para o filme DLC formado neste trabalho é de 0.37 com 33.4 % at. de H, sendo característico de um filme a-C:H duro [28].

Um indicativo da maior proporção de ligação sp³ ocorre quando a banda G é deslocada para valores menores a 1550 cm⁻¹, a relação I(D)/I(G) diminui e a proporção de H aumenta [22,28,29,30]. Observa-se na Tab. 1 que o filme DLC-N apresentou um aumento na relação I(D)/I(G) comparado aos filmes DLC e DLC- Si. Isto indica a formação de maior proporção de ligação sp² influenciada pela presença do nitrogênio [21].

Tab. 1 – Parâmetros definidos pela análise Raman dos filmes estudados

Tab. 1 – 1 drametros definidos pera ananse Raman dos filmes estudados				
Filmes	Posição da	Posição da	I(D)/I(G)	Área
	banda D (cm ⁻¹)	banda G (cm ⁻¹)		Delaminada (%)
DLC	1333,6	1524,6	0,37	$4,9 \pm 0,4$
DLC-N	1391,6	1543,7	0,75	$6,1 \pm 2,5$
DLC-Si	1315,0	1495,2	0,41	$15,4 \pm 1,1$
DLC (300°C)	1383,5	1552,5	0,74	$4,4 \pm 0,3$
DLC-N (300°C)	1377,3	1558,5	0,88	$4,5 \pm 0,4$
DLC-Si (300°C)	1380	1569,1	0,84	$9,1 \pm 1,4$
DLC (600°C)	1360,1	1597,9	0,93	$98,9 \pm 0,3$
DLC-N (600°C)	1358,5	1599,7	1,2	$99,7 \pm 0,2$
DLC-Si (600°C)	1377,1	1611,8	0,76	$11,7 \pm 4,2$

Fonte: (Autora, 2025).

As exposições dos filmes a altas temperaturas geram mudanças estruturais nos filmes. A relação de intensidade I(D)/I(G) aumenta quando expostos a temperatura de 300 °C para todos os filmes, com aumento progressivo a 600°C observadas para os filmes DLC e DLC-N, porém estabiliza para o filme DLC-Si. Este resultado evidencia a maior estabilidade térmica gerada pelo silício, confirmada pela estabilidade da razão I(D)/I(G) observado quando aquecido a 300°C e 600°C, que não acontece para os outros filmes. Observa-se um aumento na relação I(D)/I(G) para o filme DLC-Si após aquecimento comparado com o filme sem aquecimento, indicando degradação já observada na análise visual, mas esta degradação estabiliza mesmo com aumento da temperatura de aquecimento deste filme. O efeito da incorporação do Si na









estabilidade térmica dos filmes DLC é atribuído à formação da ligação Si-C no filme e resistência à grafitização por promover a hibridização sp³ [6,25,31].

Na Tab. 1, que apresenta o resultado do ensaio de adesão, pode-se novamente observar a estabilidade do filme DLC-Si. Mesmo não apresentando a melhor adesão dentre os filmes estudados, o aquecimento do filme não gerou alterações significativas nas características de adesão do filme DLC-Si, cujo comportamento foi diferente para os filmes DLC e DLC-N.

A análise da resistência ao desgaste dos filmes estudados (Fig. 2), com e sem aquecimento, fundamenta a estabilidade que o Si proporciona ao filme DLC.

Fig. 2 – Volume de desgaste para os filmes (a) DLC, (b) DLC-N e (c) DLC-Si 0.016 DLC(N) DLC(N)_300 0.014 0.014 DLC(N) 600 0.012 (mm) 0.012 0.010 desdaste 0.008 desgaste (0.010 0.008 0.008 0.006 0.004 qe 0.006 0.004 0.002 0.002 0.000 0.000 100 200 250 300 350 100 150 250 300 200 350 (a) (b) 0.016 DLC-Si 0.012 E E 0.012 0.010 0.008 0.008 de 0.004 0.004

(c) **Fonte:** (Autora, 2025).

250

300

0.002

150

200

O volume desgaste dos filmes estudados foi menor que o material base para os filmes ensaiados sem e com aquecimento a 300°C, evidenciando a eficácia dos tratamentos realizados no aumento da resistência ao desgaste dos filmes estudados. Apesar do filme DLC-Si aquecido a 600°C não ter apresentado a maior resistência ao desgaste comparado aos outros filmes a uma distância percorrida de 126,1m (10min), observa-se que DLC e DLC-N apresentaram resistência ao desgaste menor que o material base, já que o volume de desgaste foi maior, para uma distância percorrida de 378,2m (30min), enquanto a resistência ao desgaste para DLC-Si para esta mesma condição foi superior que o material base quando estes filmes são aquecidos a 600°C. Também, para 600°C, o filme DLC-Si apresentou menor diferença de comportamento ao mudar a distância percorrida comparado aos outros dois filmes, observado pela menor inclinação da reta, que mudaram de comportamento bruscamente ao comparar as duas distâncias percorridas ensaiadas para os filmes DLC e DLC-N. [8] observaram que uma oxidação significativa ocorre a uma temperatura superior a 300 °C, e que acima de 500°C o filme DLC puro desaparece. Para o filme DLC-Si, para a temperatura de aquecimento de 300°C,









ocorre uma oxidação insignificante do filme, enquanto o carbono restante se converte na fase de grafite a 600°C [8]. [6] melhores propriedades tribológicas dos filmes de DLC-Si são observadas em temperaturas elevadas devido à estabilidade do filme justificada pela camada lubrificante de óxido contendo Si que se forma na superfície da trilha de desgaste destes filmes.

4. Considerações finais

Conclui-se que, mesmo não apresentando melhores características que os filmes DLC e DLC-N, os filmes dopados com Si apresentaram comportamento aceitável, maior resistência ao desgaste comparado ao material base e estabilidade quando expostos a alta temperaturas, indicando que os filmes DLC- Si devem ser utilizados em situações de maiores tempos de desgaste e atrito com geração de aquecimento excessivo nos materiais em contato e necessitam de filmes lubrificantes mais estáveis nestas condições mais severas de solicitação tribológica.

Agradecimentos

Gostaríamos de agradecer ao CPS pela bolsa MIDTI concedida.

Referências

- [1] Bai, M. et al. Mechanical and tribological properties of Si and W doped diamond like carbon (DLC) under dry reciprocating sliding conditions. **Wear**, v. 484-485, p. 204046, 2021.
- [2] Wang, X. et al. High temperature tribology behavior of silicon and nitrogen doped hydrogenated diamond-like carbon (DLC) coatings. **Tribol Int**, v. 175, p. 107845, 2022. https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.107845.
- [3] Zeng, Q.; Ning, Z. High-temperature tribological properties of diamond-like carbon films: A review. **Rev Adv Mater Sci**, v. 60, n. 1, p. 276-292, 2021. https://doi.org/10.1515/rams-2021-0028.
- [4] Jongwannasiri, C.; Li, X.; Watanabe, S. Improvement of Thermal Stability and Tribological Performance of Diamond-Like Carbon Composite Thin Films. **Mater Sci Appl**, v. 04, n. 10, p. 630-636, 2013.
- [5] Er, K-H.; So, M-G. Effects of Si incorporation on thermal stability and tribological properties of DLC films. **J Ceram Process Res**, v. 15, n. 3, p. 141-145, 2014.
- [6] Zhang, T. F. et al. Microstructure and high-temperature tribological properties of Si-doped hydrogenated diamond-like carbon films. **Appl Surf Sci**, v. 435, p. 963-973, 2018. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.11.194.
- [7] Choi, J. et al. The effects of Si incorporation on the thermal and tribological properties of DLC films deposited by PBII&D with bipolar pulses. **Surf Coatings Technol**, v. 201, n. 19-20, p. 8357-8361, 2007.
- [8] Wu, W-J.; Hon, M-H. Thermal stability of diamond-like carbon films with added silicon. **Surf Coatings Technol**, v. 111, n, 2-3, p. 134-140, 1999. https://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00719-1.
- [9] Damasceno, J.; Camargo, S.; Cremona, M. Deposition and evaluation of DLC–Si protective coatings for polycarbonate materials. **Thin Solid Films**, v. 420-421, p. 195-199, 2002.
- [10] Nakanishi, K. et al. Investigation of DLC-Si coatings in large-scale production using DC-PACVD equipment. **Surf Coatings Technol**, v. 200, n. 14-15, p. 4277-4281, 2006. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.02.167.
- [11] Gomes, J. R. et al. Tribological properties of silicon nitride ceramics coated with DLC and DLC-Si against 316L stainless steel. **Vacuum**, v. 81, n. 11-12, p. 1448-1452, 2007. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2007.04.023.
- [12] Bendavid, A. et al. The mechanical and biocompatibility properties of DLC-Si films prepared by pulsed DC









plasma activated chemical vapor deposition. Diam Relat Mater, v. 16, n. 8, p. 1616-1622, 2007.

- [13] Kato, N.; Mori, H.; Takahashi, N. Spectroscopic ellipsometry of silicon-containing diamond-like carbon (DLC-Si) films. Phys Status Solidi C, v. 5, n. 5, p. 1117-1120, 2008. https://doi.org/10.1002/pssc.200777751.
- [14] Fayed, S. M. et al. Corrosion behavior and passive stability of multilayer DLC-Si coatings. **Surf Coatings Technol**, v. 431, p. 128001, 2022. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.128001.
- [15] Kuznetsova, T. et al. Features of wear of DLC-Si coating under microcontact conditions during the formation of secondary structures. **Compos Struct**, v. 316, p. 117039, 2023.
- [16] Buršíková, V. et al. Temperature dependence of mechanical properties of DLC/Si protective coatings prepared by PECVD. **Mater Sci Eng A**, v. 324, n. 1-2, p. 251-254, 2002.
- [17] Nass, K. C. F. **Produção e caracterização de filmes de carboneto de silício amorfo hidorgenado (a-SiC:H) depositados por plasma a partir de precursores líquidos sobre liga d etitânio (Ti-6Al-4V).** Dissertação (Mestrado em Ciência de Materiais) Universidade Federal de São Paulo, São José dos Campos, 79p., 2015.
- [18] Walkiewicz-Pietrzykowska, A.; Cotrino, J.; González-Elipe, A. R. Deposition of Thin Films of SiOxCyH in a Surfatron Microwave Plasma Reactor with Hexamethyldisiloxane as Precursor. **Chem Vap Depos,** v. 11, n. 6-7, p. 317-323, 2005.
- [19] Materne, T.; Buyl, F.; Witucki, G. L. Organosilane Technology in Coating Applications: review and perspectives. **Dow Corning**, p. 1-16, 2012.
- [20] Cruz, D. et al. Projeto, construção e comissionamento de um reator para tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20. **Rev Bras Apl Vácuo**, v. 37, n. 3, p. 102, 2019. https://doi.org/10.17563/rbav.v37i3.1107.
- [21] Almeida, L. S. et al. Effect of nitrogen in the properties of diamond-like carbon (DLC) coating on Ti 6 Al 4 V substrate. **Mater Res Express**. v.7, n. 6, p. 065601, 2020. https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab94fb.
- [22] Casiraghi, C.; Ferrari, A. C.; Robertson, J. Raman spectroscopy of hydrogenated amorphous carbon s. **Phys Rev B Condens Matter Mater Phys**, v. 72, n. 8, p. 085401, 2005.
- [23] Vidakis, N.; Antoniadis, A.; Bilalis, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. **J Mater Process Technol**, v. 143-144, p. 481-485, 2003.
- [24] Rutherford, K. L.; Hutchings, I. M. Theory and Application of a Micro-Scale Abrasive Wear Test. **J Test Eval**, v. 25, n.2, p. 1997. https://doi.org/10.1520/jte11487j.
- [25] Rouhani, M. et al. In-situ thermal stability analysis of amorphous Si-doped carbon films. **Carbon N Y**, v. 184, p. 772-785, 2021. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2021.08.075.
- [26] Franceschini, D. F. Plasma-deposited a-C(N): H films. Brazilian J Phys, v. 30, n. 3, p. 517-526, 2000.
- [27] Fayed, S. M. et al. Effect of Bias Voltage on Characteristics of Multilayer Si-DLC Film Coated on AA6061 Aluminum Alloy. **J Mater Eng Perform**, v. 30, n. 1, p. 743-759, 2021.
- [28] Robertson, J. Diamond-like amorphous carbon. Mater Sci Eng R Reports, v. 37, n. 4-6, p. 129-281, 2002.
- [29] Kasiorowski, T. et al. Microstructural and tribological characterization of DLC coatings deposited by plasma enhanced techniques on steel substrates. **Surf Coatings Technol**, v. 389, p. 125615, 2020.
- [30] Singha, A. et al. Quantitative analysis of hydrogenated diamondlike carbon films by visible Raman spectroscopy. **J Appl Phys**, v. 100, n. 4, 2006. https://doi.org/10.1063/1.2219983.
- [31] Evans, R. D.; Doll, G. L.; Glass, J. T. Relationships between the thermal stability, friction, and wear properties of reactively sputtered Si–aC:H thin films. **J Mater Res**, v. 17, n. 11, p. 2888-2896, 2002.