



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107227441 B

(45)授权公告日 2019.02.22

(21)申请号 201710328563.7

G23C 14/02(2006.01)

(22)申请日 2017.05.11

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

WO 2014122667 A1, 2014.08.14, 全文.

申请公布号 CN 107227441 A

CN 106282936 A, 2017.01.04, 全文.

(43)申请公布日 2017.10.03

马璇等. 溅射工艺参数对TiAlSiN涂层硬度及膜基结合力的影响.《真空科学与技术学报》.2016,第36卷(第2期),第147页左栏第25-38行,图1,表1.

(73)专利权人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

审查员 刘亚杰

(72)发明人 夏原 高方圆 李光

(74)专利代理机构 北京和信华成知识产权代理

事务所(普通合伙) 11390

代理人 胡剑辉

(51)Int.Cl.

G23C 14/06(2006.01)

G23C 14/35(2006.01)

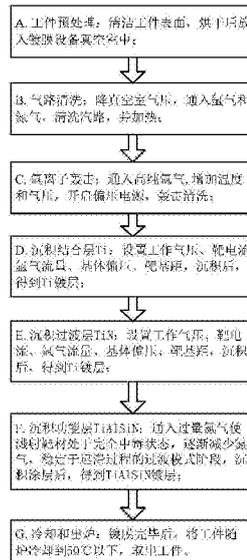
权利要求书1页 说明书7页 附图4页

(54)发明名称

一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法,包括工件预处理、气路清洗、氩离子轰击、沉积结合层Ti、沉积过渡层TiN、沉积功能层TiAlSiN、冷却和出炉等步骤。本发明通过对反应溅射迟滞效应的“过渡模式”进行有效控制,在保证薄膜沉积速率的同时获得化学配比合适、结构性能优异的薄膜,解决了现有技术中存在的结构难以控制、沉积速率低、缺乏工艺稳定性和可重复性等问题,实现高硬度(38GPa)、低摩擦系数(0.3)、良好的附着力(大于80N)及耐高温性能好(超过1000℃)的TiAlSiN涂层的快速稳定制备,以该涂层制备的高速干切削刀具和高温成型模具在表面耐磨润滑及抗高温方面表现出很大的优势,具有巨大的经济和社会效益。



1. 一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法, 选用高纯Ti和TiAlSi合金靶材, 所述TiAlSi合金靶材中Ti、Al、Si的原子数百分比为30:60:10, 氩气和氮气作为工作气体, 纯度均为99.999%; 采用中频磁控溅射方法, 其特征在于, 包括下列步骤:

a. 工件预处理: 将工件进行喷砂、抛光, 去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质, 依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净, 烘干后放入镀膜设备真空室中;

b. 气路清洗: 将镀膜设备真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下, 将氩气和氮气通入镀膜设备真空室, 进行气路清洗, 并将镀膜设备真空室温度加热到300~500℃;

c. 氩离子轰击: 工件加热至300~500℃后, 向镀膜设备真空室内通入高纯氩气, 使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa; 开启偏压电源, 在负偏压900V的作用下, 轰击清洗工件15~30min;

d. 沉积结合层Ti: 关闭靶前挡板, 进行靶材的预溅射; 设置制备参数: 工作气压为0.4~0.8Pa, Ti靶电流为3~4A, 氩气流量为40~120sccm, 基体偏压为-150~-250V, 靶基距为8~15cm; 待各个参数稳定后, 打开挡板, 开始沉积涂层; 沉积2~5min后, 得到厚度为0.06~0.2 μm的Ti镀层;

e. 沉积过渡层TiN: 关闭靶前挡板, 进行靶材的预溅射; 设置制备参数: 工作气压为0.4~1.2Pa, Ti靶电流为3~6A, 氩气流量为40~120sccm, 氮气流量为10~60sccm, 基体偏压为-100~-150V, 靶基距为8~15cm; 待各个参数稳定后, 打开挡板, 开始沉积涂层; 沉积5~20min后, 得到厚度为0.2~0.8 μm的TiN镀层;

f. 沉积功能层TiAlSiN: 关闭靶前挡板, 进行靶材的预溅射; 设置制备参数: 工作气压为0.4~2.0Pa, TiAlSi靶电流为3~8A, 氩气流量为40~200sccm, 基体偏压为-50~-150V, 靶基距为8~15cm; 反应气体氮气的通入采用基于迟滞效应的反向加载模式, 待设置的每个参数稳定后, 打开挡板, 开始沉积涂层; 沉积60~120min后, 得到厚度为0.5~4 μm的TiAlSiN镀层;

g. 冷却和出炉: 镀膜完毕后, 将工件随炉冷却到50℃以下, 取出工件。

2. 如权利要求1所述的一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法, 所述步骤f中, 所述反应气体氮气通入量的反向加载模式的具体步骤为: 首先, 通过气体流量计控制, 逐渐增加向真空室内通入的氮气流量, 直至靶电压迅速降低并稳定, 电压值不随气体流量的进一步增加而下降, 氮气的通入量为100~200sccm, 溅射靶材处于完全中毒状态; 然后, 通过气体流量计控制, 逐渐减少氮气的通入量, 使靶电压稳定在迟滞曲线的“过渡模式”阶段, 氮气流量为0~100sccm。

一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于涂层材料制备技术领域,特别涉及一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法。

背景技术

[0002] 随着现代技术的发展,机械工业对精密加工提出了越来越高的要求,采用PVD镀膜技术在工模具表面制备涂层,以提高材料的表面性能,解决在高速切削、重切削和极速高温加工条件下的损伤及磨损问题,可有效增加工模具的可靠性和使用寿命。自上个世纪70年代开始,硬质涂层已被广泛地应用于材料保护尤其是延长工模具的使用寿命等。目前市场上使用最为广泛的有TiN, CrN, TiC, TiCN, TiAlN以及一些带有润滑性质的涂层,如类金刚石薄膜(DLC), WC/C等。近年具有超硬特征的TiAlSiN纳米晶复合膜引起了涂层领域的广泛关注,其在硬度、耐磨性和抗氧化性方面都显示了单一氮化物涂层材料无法具备的良好性能。由于具有独特的纳米晶镶嵌于非晶中的nc-(TiAl)N/a-Si₃N₄结构, TiAlSiN涂层呈现出硬度异常升高的现象,最高硬度接近40GPa。研究发现, TiAlSiN涂层这种特定的弥散强化结构并不易获得,在不同的制备条件及实验参数下,得到的涂层结构和性能具有显著的差别。因此若想获得特定结构,性能优异的TiAlSiN涂层,在制备中实现对生长过程的控制尤为关键。现有技术中还存在结构难以控制,沉积速率低,缺乏工艺稳定性和可重复性等问题。

[0003] TiAlSiN涂层的制备是一个典型的反应溅射过程,通入反应气体,与靶材溅射下的金属粒子相结合形成化合物,沉积到基体上成膜。但是,在反应溅射中,涂层生长过程中的最佳化学计量配比与高沉积速率是相互制约的,造成这种复杂状况的原因主要是“靶中毒”现象的存在。随着反应气体的增加,形成的化合物薄膜不仅沉积在基片上,而且沉积到了溅射靶的表面,进而降低了靶材的有效溅射速率,改变了靶面二次电子的发射率。因此,“靶中毒”引起了靶面附近等离子体状态的变化,并宏观的表现为反应气体分压和靶电压的迟滞效应。反应溅射迟滞效应的过程复杂,气体流量对靶材的溅射模式有显著影响,使得薄膜生长过程中的等离子体环境发生了相应变化,由此薄膜的沉积速率,化学计量配比和相结构等都会产生明显差异。大量的研究表明,参数范围窄、难以控制的“过渡模式”阶段能够获得最优的化学计量配比。但为了保障工艺过程的稳定性,得到确定成分配比的薄膜材料,都会选择在“化合模式”阶段进行制备,而极低的沉积速率无法满足工业化的应用需求。因此,对反应溅射迟滞效应的“过渡模式”进行有效控制,有利于在保证薄膜沉积速率的同时获得化学配比合适,结构性能优异的薄膜,并为生产过程中的工艺稳定性和可重复性提供保障。

发明内容

[0004] 本发明的目的是:提供一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法,解决现有技术中存在的结构难以控制、沉积速率低、缺乏工艺稳定性和可重复性等问题,实现高抗氧化性、高抗磨损性、高硬度的TiAlSiN涂层的快速稳定制备。

[0005] 本发明的技术方案是:研究反应溅射的规律,得到靶电压的迟滞曲线是反应溅射

的典型特征;根据迟滞曲线变化规律,将迟滞曲线明显的分为“金属模式”,“过渡模式”和“化合模式”3个阶段;“金属模式”是指在反应气体流量增加的初期,通入的气体均被溅射靶粒子捕获,磁控靶电压变化缓慢;“化合模式”是指当气体流量继续增加,磁控靶电压出现显著的变化,此时进入到真空室的反应气体“消耗”量减少,溅射靶的表面开始沉积氮化物薄膜,随着气流量的进一步增加,气体逐渐“过剩”,磁控靶达到完全“中毒”状态,靶电压缓慢变化;“过渡模式”是指在反应气体的反向减少过程中,靶电压将维持在原先的水平并缓慢变化,直到“化合”和“刻蚀”的平衡被彻底打破,磁控靶表面的氮化物薄膜被完全刻蚀。

[0006] 本发明基于反应溅射的迟滞效应,通过通入过量反应气体,使溅射靶电压到达“化合模式”的平台区域,再反向逐渐减少气体流量,利用“过渡模式”下反应气体卸载过程中的靶电压稳定区间,在难以控制的最优阶段“过渡模式”下快速稳定制备性能优异的TiAlSiN功能涂层。

[0007] 一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法,选用高纯Ti和TiAlSi(at%,30:60:10)合金靶材;氩气和氮气作为工作气体,纯度均为99.999%;采用中频磁控溅射方法制备TiAlSiN系列涂层,包括下列步骤:

[0008] a.工件预处理:将工件进行喷砂、抛光,去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质,依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备真空室中;

[0009] b.气路清洗:将镀膜设备真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下,将氩气和氮气通入镀膜设备真空室,进行气路清洗,并将镀膜设备真空室温度加热到300~500℃;

[0010] c.氩离子轰击:工件加热至300~500℃后,向镀膜设备真空室内通入高纯氩气,使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa;开启偏压电源,在负偏压900V的作用下,轰击清洗工件15~30min;

[0011] d.沉积结合层Ti:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~0.8Pa,Ti靶电流为3~4A,氩气流量为40~120sccm,基体偏压为-150~-250V,靶基距为8~15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积2~5min后,得到厚度为0.06~0.2μm的Ti镀层;

[0012] e.沉积过渡层TiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~1.2Pa,Ti靶电流为3~6A,氩气流量为40~120sccm,氮气流量为10~60sccm,基体偏压为-100~-150V,靶基距为8~15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积5~20min后,得到厚度为0.2~0.8μm的TiN镀层;

[0013] f.沉积功能层TiAlSiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~2.0Pa,TiAlSi靶电流为3~8A,氩气流量为40~200sccm,基体偏压为-50~-150V,靶基距为8~15cm;反应气体氮气的通入采用基于迟滞效应的反向加载模式,具体步骤为:首先,通过气体流量计控制,逐渐增加向真空室内通入的氮气流量,直至靶电压迅速降低并稳定,电压值不随气体流量的进一步增加而下降,氮气的通入量为100~200sccm,溅射靶材处于完全中毒状态;然后,通过气体流量计控制,逐渐减少氮气的通入量,使靶电压稳定在迟滞曲线的“过渡模式”阶段,氮气流量为0~100sccm;待设置的每个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积60~120min后,得到厚度为0.5~4μm的TiAlSiN镀层;

[0014] g.冷却和出炉:镀膜完毕后,将工件随炉冷却到50℃以下,取出工件。

[0015] 本发明基于反应溅射的迟滞效应,解决了现有技术中存在的结构难以控制、沉积

速率低、缺乏工艺稳定性和可重复性等问题,实现高硬度(38GPa)、低摩擦系数(0.3)、良好的附着力(大于80N)及耐高温性能好(超过1000℃)的TiAlSiN涂层的快速稳定制备,保证工业化生产过程中的工艺稳定性和可重复性,以该涂层制备的高速干切削刀具和高温成型模具在表面耐磨润滑及抗高温方面表现出很大的优势,具有巨大的经济和社会效益。

附图说明

- [0016] 图1为本发明流程图;
- [0017] 图2为本发明氮化物系列反应溅射靶电压随气体流量变化的迟滞曲线;
- [0018] 图3为本发明不同氮气流量下反应溅射TiAlSiN薄膜的元素分布;
- [0019] 图4为本发明不同氮气流量下反应溅射TiAlSiN薄膜的微观力学性能;
- [0020] 图5为本发明所得TiAlSiN复合涂层的摩擦曲线;
- [0021] 图6为本发明所得TiAlSiN复合涂层的附着力测试曲线图。

具体实施方式

[0022] 为了更清晰的理解本发明,着重对氮化物系列涂层的迟滞效应做进一步阐述。采用中频磁控溅射方法制备氮化物系列涂层,选用高纯Ti、Al、TiAl(at.%,50:50)和TiAlSi(at.%,30:60:10)合金靶材。氩气和氮气作为工作气体,纯度均为99.999%。制备参数:工作气压1.0Pa,靶电流5A,氩气流量40sccm,氮气流量0~20sccm(加载)及20~0sccm(卸载),基体偏压-75V,靶基距10cm。图2给出了上述制备参数下,氮化物系列反应溅射靶电压随气体流量变化的迟滞曲线。随着反应气体氮气N₂的增加和减少,不同溅射靶材的靶电压均显现出明显的迟滞效应,并且迟滞曲线的阶段性分界点保持一致,划分为“金属模式”,“过渡模式”和“化合模式”3个阶段。在设定薄膜的沉积参数时,定义反应气体流量F_{N₂}逐渐增加的过程为“加载”,标识符号为(+);当反应气体加载至完全“靶中毒”后,气体流量逐渐反向减少的过程为“卸载”,标识符号为(-)。举例说明,沉积参数如果设定为F_{N₂}=10(-) sccm,则在预溅射步骤中,将反应气体流量增加至过量,使溅射靶电压位于“化合模式”的平台区域,再反向逐渐减少气体流量至10sccm,直至靶电压稳定并不再升高后,开始薄膜的沉积。需要指出的是,以下所述实施例在便于对本发明的理解,而对其不起任何限定作用。

[0023] 实施例1:参见图1至图6,一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法,其特征在于,选用高纯Ti和TiAlSi(at.%,30:60:10)合金靶材;氩气和氮气作为工作气体,纯度均为99.999%;采用中频磁控溅射方法制备TiAlSiN系列涂层,包括下列步骤:

[0024] a. 工件预处理:将工件进行喷砂、抛光,去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质,依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备真空室中;

[0025] b. 气路清洗:将镀膜设备真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下,将氩气和氮气通入镀膜设备真空室,进行气路清洗,并将镀膜设备真空室温度加热到300~500℃;

[0026] c. 氩离子轰击:工件加热至300~500℃后,向镀膜设备真空室内通入高纯氩气,使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa;开启偏压电源,在负偏压900V的作用下,轰击清洗工件15~30min;

[0027] d. 沉积结合层Ti:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~0.8Pa,Ti靶电流为3~4A,氩气流量为40~120sccm,基体偏压为-150~-250V,靶基距

为8~15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积2~5min后,得到厚度为0.06~0.2 μm 的Ti镀层;

[0028] e.沉积过渡层TiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~1.2Pa,Ti靶电流为3~6A,氩气流量为40~120sccm,氮气流量为10~60sccm,基体偏压为-100~-150V,靶基距为8~15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积5~20min后,得到厚度为0.2~0.8 μm 的TiN镀层;

[0029] f.沉积功能层TiAlSiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.4~2.0Pa,TiAlSi靶电流为3~8A,氩气流量为40~200sccm,基体偏压为-50~-150V,靶基距为8~15cm;反应气体氮气的通入采用基于迟滞效应的反向加载模式,具体步骤为:首先,通过气体流量计控制,逐渐增加向真空室内通入的氮气流量,直至靶电压迅速降低并稳定,电压值不随气体流量的进一步增加而下降,氮气的通入量为100~200sccm,溅射靶材处于完全中毒状态;然后,通过气体流量计控制,逐渐减少氮气的通入量,使靶电压稳定在迟滞曲线的“过渡模式”阶段,氮气流量为0~100(-)sccm;待设置的每个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积60~120min后,得到厚度为0.5~4 μm 的TiAlSiN镀层;

[0030] g.冷却和出炉:镀膜完毕后,将工件随炉冷却到50 $^{\circ}\text{C}$ 以下,取出工件。

[0031] 实施例2:参见图1至图6,一种基于反应溅射迟滞效应的TiAlSiN涂层制备方法,选用高纯Ti和TiAlSi(at%,30:60:10)合金靶材;氩气和氮气作为工作气体,纯度均为99.999%;采用中频磁控溅射方法制备TiAlSiN系列涂层,包括下列步骤:

[0032] a.工件预处理:将高速钢工件(基材牌号M2)进行喷砂、抛光,去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质,依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备真空室中;

[0033] b.气路清洗:将镀膜设备真空室气压抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 以下,将氩气和氮气通入镀膜设备真空室,进行气路清洗,并将镀膜设备真空室温度加热到400 $^{\circ}\text{C}$;

[0034] c.氩离子轰击:工件加热至400 $^{\circ}\text{C}$ 后,向镀膜设备真空室内通入高纯氩气,使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa;开启偏压电源,在负偏压900V的作用下,轰击清洗工件20min;

[0035] d.沉积结合层Ti:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.6Pa,Ti靶电流为4A,氩气流量为40sccm,基体偏压为-150V,靶基距为10cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积2min后,得到厚度为0.08 μm 的Ti镀层;

[0036] e.沉积过渡层TiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.6Pa,Ti靶电流为4A,氩气流量为40sccm,氮气流量为15sccm,基体偏压为-100V,靶基距为10cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积15min后,得到厚度为0.5 μm 的TiN镀层;

[0037] f.沉积功能层TiAlSiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为1.0Pa,TiAlSi靶电流为5A,氩气流量为40sccm,氮气流量选取图2迟滞曲线上的典型参数,分别为0(+)、1(+)、2(\pm)、3(\pm)、4(\pm)、6(+)、8(+)、10(+)、12(+)、14(+)、16(+)、18(+)、20(+)
sccm,基体偏压为-75V,靶基距为10cm;待设置的每个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积60min后,得到厚度为0.75~3 μm 的TiAlSiN镀层;

[0038] g.冷却和出炉:镀膜完毕后,将工件随炉冷却到50 $^{\circ}\text{C}$ 以下,取出工件。

[0039] 在上述实施例中, TiAlSiN薄膜的沉积速率与靶电压的变化规律相一致。随着氮气流量的增加, TiAlSiN薄膜的沉积速率大幅度降低, “金属模式”下的生长速率是“化合模式”下的4倍。由于靶表面覆盖氮化物, “过渡模式”下的沉积速率也有一定程度的下降, 但仍旧达到“化合模式”下的2~3倍。此外, 在“过渡模式”阶段, 相同氮气流量下加载和卸载过程中制备的TiAlSiN薄膜元素分布差异性不大, 如图3所示。卸载过程中的薄膜氮含量较加载时有少许增加, 这主要是受到了卸载过程中, 靶中毒所致的迟滞效应的影响。同时, 可以看到, 氮含量恰好达到50%, 化学计量配比最优的薄膜形成于“过渡模式”阶段的氮气卸载过程中, 此时的氮气流量表示为 $F_{N_2}=3(-)$ sccm。

[0040] 图4给出了迟滞过程中, 不同氮气流量下反应溅射TiAlSiN薄膜的纳米硬度变化曲线。随着反应气体氮气的通入, 薄膜硬度有显著的增加。在“过渡模式”阶段, 薄膜的硬度随氮气流量的增加而进一步提高, 并在 $F_{N_2}=3(+)$ sccm时达到了极大值。当氮气进入“饱和”状态后, 薄膜的硬度则随氮气流量的增加而逐渐降低, 但变化幅度极小并趋于平稳。另外, 对比“过渡模式”不同气体加卸载过程下的薄膜硬度, 可以发现, 在氮气卸载条件下制备的TiAlSiN薄膜, 硬度较纯加载条件下的薄膜有显著的提高, 并且在 $F_{N_2}=3(-)$ sccm时获得了约为38GPa的最高硬度值。

[0041] 图5为本实施例 $F_{N_2}=3(-)$ sccm时TiAlSiN复合涂层的摩擦曲线, 可以看出TiAlSiN复合涂层的摩擦系数为0.3, 是具有低摩擦系数的超硬涂层。

[0042] 图6为本实施例 $F_{N_2}=3(-)$ sccm时TiAlSiN复合涂层的附着力曲线图, 可以看出当加载力增加到80N以上时, 才出现声音信号的连续震荡, 说明TiAlSiN复合涂层的附着力大于80N。

[0043] 实施例2中, $F_{N_2}=3(-)$ sccm时TiAlSiN复合涂层放入加热炉中, 设定温度分别为600℃、800℃、1000℃、1100℃和1200℃, 扫描电镜下观察涂层截面的氧化开裂情况, 结果表明TiAlSiN复合涂层的耐高温性能超过1000℃。

[0044] 因此基于迟滞效应的TiAlSiN涂层制备, 采用气体的反向卸载方式, 在“过渡模式”阶段可获得稳定的溅射电压, 制得化学计量最优且沉积速率较高的高性能TiAlSiN涂层。

[0045] 实施例3: 参见图1至图6, 采用中频磁控溅射方法在硬质合金刀具上制备TiAlSiN涂层, 选用高纯Ti和TiAlSi(at%, 30:60:10)合金靶材, 氩气和氮气作为工作气体, 纯度均为99.999%, 制备方法包括以下步骤:

[0046] a. 工件预处理: 将硬质合金刀具(基材牌号YG8N)进行喷砂前处理, 去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质, 依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净, 烘干后放入镀膜设备真空室中;

[0047] b. 气路清洗: 将镀膜设备真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下, 将氩气和氮气通入镀膜设备真空室, 进行气路清洗, 并将镀膜设备真空室温度加热到500℃;

[0048] c. 氩离子轰击: 工件加热至500℃后, 向镀膜设备真空室内通入高纯氩气, 使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa; 开启偏压电源, 在负偏压900V的作用下, 轰击清洗工件15min;

[0049] d. 沉积结合层Ti: 关闭靶前挡板, 进行靶材的预溅射; 设置制备参数: 工作气压为0.4Pa, Ti靶电流为4A, 氩气流量为100sccm, 基体偏压为-250V, 靶基距为15cm; 待各个参数稳定后, 打开挡板, 开始沉积涂层; 沉积2min后, 得到厚度为0.06μm的Ti镀层;

[0050] e.沉积过渡层TiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.6Pa,Ti靶电流为4A,氩气流量为100sccm,氮气流量为40sccm,基体偏压为-150V,靶基距为15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积20min后,得到厚度为0.4 μ m的TiN镀层;

[0051] f.沉积功能层TiAlSiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为1.0Pa,TiAlSi靶电流为5A,氩气流量为100sccm,氮气流量为10(-)sccm,基体偏压为-75V,靶基距为15cm;;待设置的每个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积100min后,得到厚度为3 μ m的TiAlSiN镀层;

[0052] g.冷却和出炉:镀膜完毕后,将工件随炉冷却到50 $^{\circ}$ C以下,取出工件。

[0053] 实际的使用结果表明,涂覆有本实施例TiAlSiN复合涂层的硬质合金刀具,可高速干切削硬度HRC63的淬火钢,且刀具刃口在1000 $^{\circ}$ C切削,仍能保持良好的红硬性,与常规涂层刀具对比,低摩擦有效降低了由于高温粘附带来的切削力。

[0054] 实施例4:参见图1至图6,采用中频磁控溅射方法在高温压铸模具上制备TiAlSiN涂层,选用高纯Ti和TiAlSi(at%,30:60:10)合金靶材。氩气和氮气作为工作气体,纯度均为99.999%。制备方法包括以下步骤:

[0055] a.工件预处理:将压铸模具(基材牌号HM3)进行喷砂、抛光,去除工件表面氧化皮、污垢、腐蚀物和杂质,依次在去离子水、丙酮、无水乙醇中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备真空室中;

[0056] b.气路清洗:将镀膜设备真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下,将氩气和氮气通入镀膜设备真空室,进行气路清洗,并将镀膜设备真空室温度加热到300 $^{\circ}$ C;

[0057] c.氩离子轰击:工件加热至300 $^{\circ}$ C后,向镀膜设备真空室内通入高纯氩气,使镀膜设备真空室内气压升至1.5Pa;开启偏压电源,在负偏压900V的作用下,轰击清洗工件30min;

[0058] d.沉积结合层Ti:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.6Pa,Ti靶电流为4A,氩气流量为120sccm,基体偏压为-200V,靶基距为15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积5min后,得到厚度为0.1 μ m的Ti镀层;

[0059] e.沉积过渡层TiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为0.6Pa,Ti靶电流为5A,氩气流量为120sccm,氮气流量为60sccm,基体偏压为-100V,靶基距为15cm;待各个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积20min后,得到厚度为0.8 μ m的TiN镀层;

[0060] f.沉积功能层TiAlSiN:关闭靶前挡板,进行靶材的预溅射;设置制备参数:工作气压为1.0Pa,TiAlSi靶电流为5A,氩气流量为180sccm,氮气流量为15(-)sccm,基体偏压为-50V,靶基距为15cm;待设置的每个参数稳定后,打开挡板,开始沉积涂层;沉积80min后,得到厚度为2.6 μ m的TiAlSiN镀层;

[0061] g.冷却和出炉:镀膜完毕后,将工件随炉冷却到50 $^{\circ}$ C以下,取出工件。

[0062] 实际的使用结果表明,涂覆有本实施例TiAlSiN复合涂层的压铸模具,使用寿命达到5000次,是普通压铸模具使用寿命的3倍以上。

[0063] 以上所述的实施例对本发明的技术方案和有益效果进行了详细说明,应理解的是以上所述仅为本发明的具体实施例,并不用于限制本发明,凡在本发明的原则范围内所做

的任何修改、补充和等同替换等,均应包含在本发明的保护范围之内。

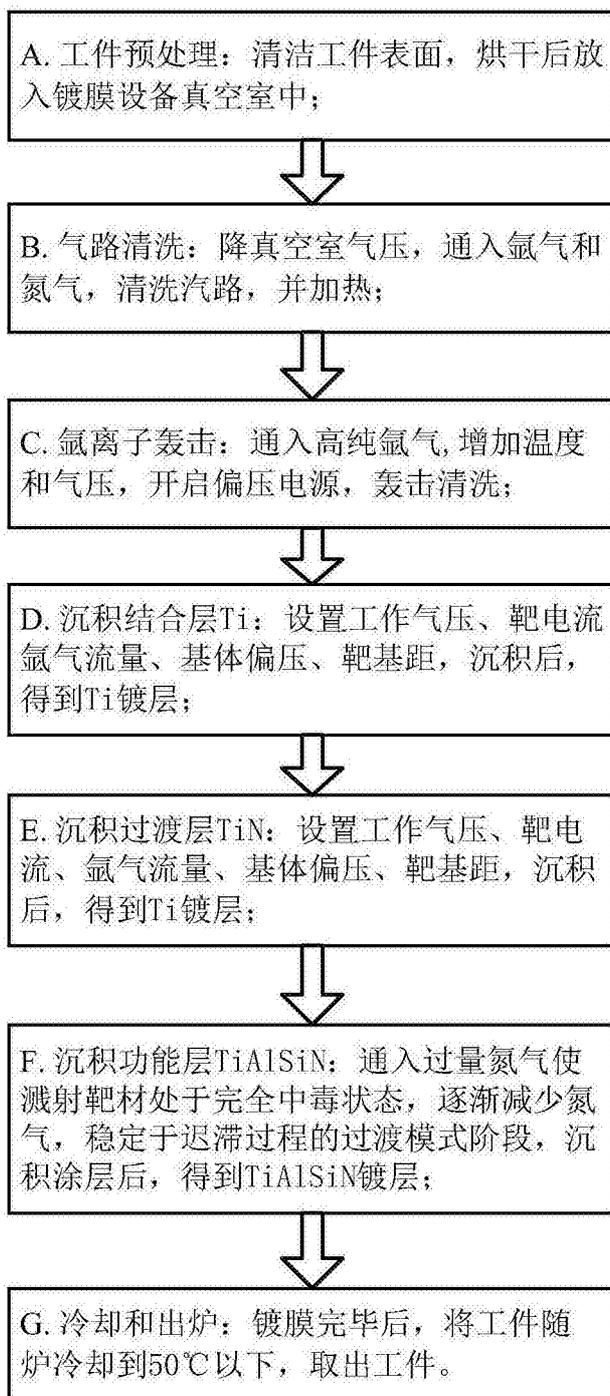


图1

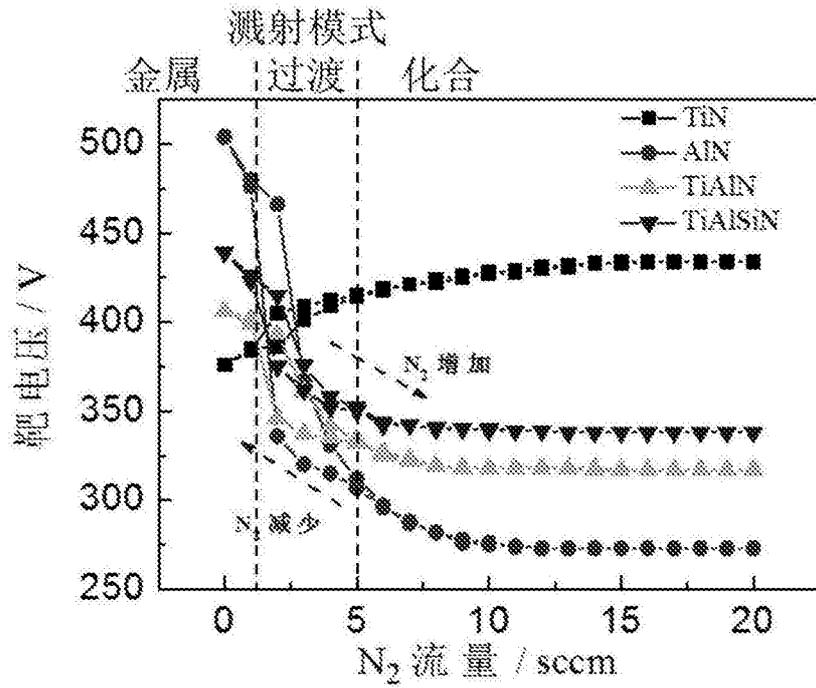


图2

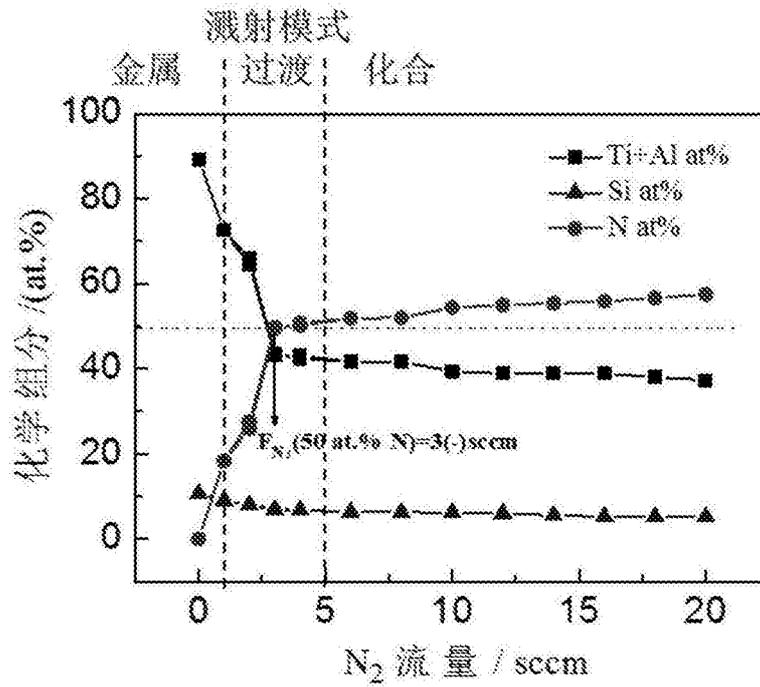


图3

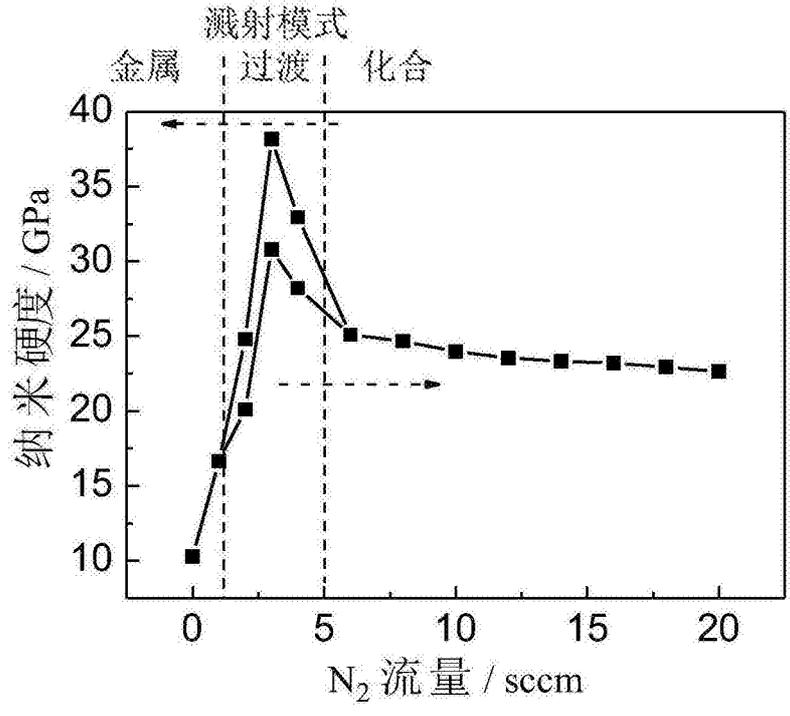


图4

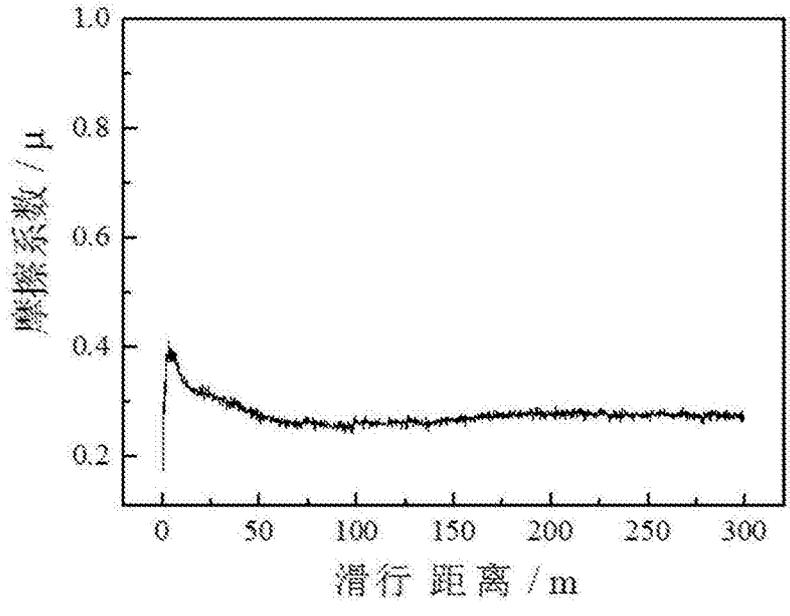


图5

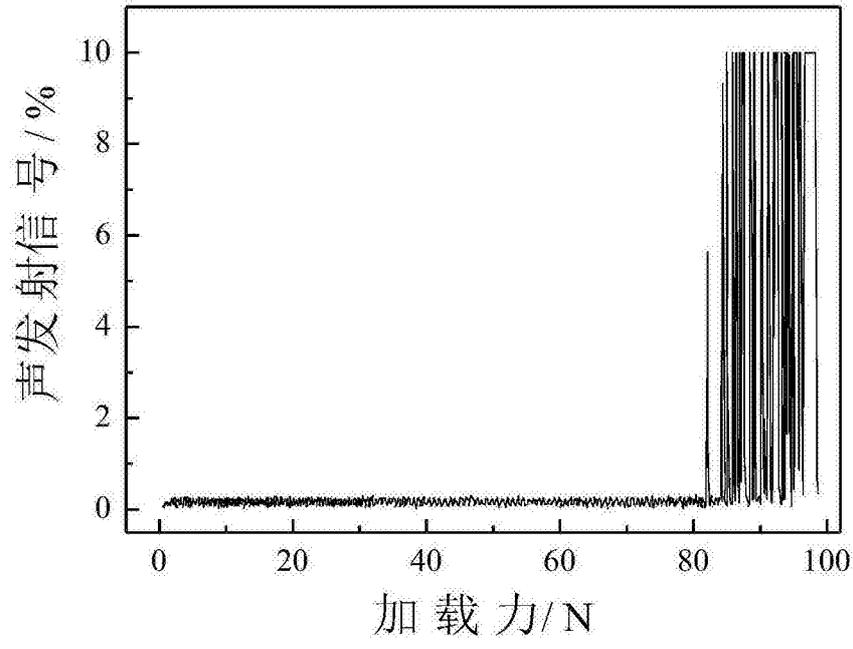


图6