(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116445857 A
(43)申请公布日 2023.07.18

(21)申请号 202310483332.9

(22)申请日 2023.04.28

(71)申请人 西南大学
地址 400715 重庆市北碚区天生路2号

(72)发明人 孙德恩 李茂丽

(74)专利代理机构 重庆中之信知识产权代理事务所(普通合伙) 50213
专利代理师 要然

(51)Int.Cl.
C23C 14/06(2006.01)
C23C 14/35(2006.01)
C23C 14/16(2006.01)
B82Y 30/00(2011.01)
B82Y 40/00(2011.01)
B22D 17/22(2006.01)

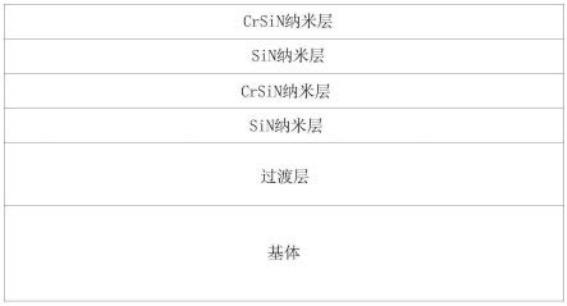
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种高强度复合涂层、制备方法及其应用

(57)摘要

一种高强度复合涂层,涉及表面工程技术领域,包括:依次设置的基体、过渡层以及功能层;其中所述基体为4Cr5MoV1Si合金,所述过渡层为金属Cr,所述功能层为SiN纳米层和CrSiN纳米层交替沉积多次而成;本发明还提供了一种高强度复合涂层制备方法,包括以下步骤:对基体的预处理、辉光清洗、过渡层的制备以及功能层的制备;本发明还提供了一种高强度复合涂层在铝合金压铸模具上的应用;该涂层具有耐快速升降温冲击的能力,同时还具有高硬度和高耐磨性能。



CN 116445857 A

1.一种高强度复合涂层,其特征在于,包括:

依次设置的基体、过渡层以及功能层;

其中所述基体为4Cr5MoV1Si合金,所述过渡层为金属Cr,所述功能层为SiN纳米层和CrSiN纳米层多次交替沉积而成。

2.根据权利要求1所述的一种高强度复合涂层,其特征在于,所述过渡层厚度为150nm～200nm。

3.根据权利要求1所述的一种高强度复合涂层,其特征在于,所述功能层的厚度为670nm～750nm,其中SiN纳米层与CrSiN纳米层的调制周期比为2:1。

4.根据权利要求1所述的一种高强度复合涂层,其特征在于,SiN纳米层和CrSiN纳米层交替沉积的次数为1～15次。

5.一种如权利要求1至4任一项所述的高强度复合涂层的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)对基体进行喷砂、打磨、抛光、清洗以及干燥后备用;

(2)将处理完成基体放入超声波清洗机中,在15～30kHZ的频率下使用清洗液进行连续清洗15分钟;

(3)将清洗后的基体放进多靶磁控溅射镀膜机的真空室内,抽真空至9.0×10^{-4}Pa,然后向其中通入气流量为40sccm的Ar气,此时维持真空室内真空度为3Pa,最后用溅射功率密度为10～15W/cm^2的射频电源对基体进行离子轰击30min,以对基体进行辉光清洗;

(4)过渡层的制备:开启Cr靶,逐渐调高溅射电流,使Cr靶起辉,将Cr靶的溅射功率密度调至10～15W/cm^2,进行过渡层Cr层的沉积,沉积时间为10min;

(5)功能层的制备:向真空室内通入流量为40sccm的N_2,在Ar-N_2的混合环境下,交替地开启Si靶材与Cr靶材前面的挡板,溅射沉积纳米级的多层膜,该多层膜是由多个SiN纳米层和CrSiN纳米层交替堆叠而成,同时调节Si靶材和Cr靶材的溅射功率密度和沉积时间,以控制SiN纳米层和CrSiN纳米层的调制周期。

6.根据权利要求5所述的一种高强度复合涂层的制备方法,其特征在于,步骤(2)中的清洗液包括丙酮和无水乙醇。

7.根据权利要求5所述的一种高强度复合涂层的制备方法,其特征在于,步骤(5)中SiN纳米层和CrSiN纳米层的溅射功率密度均为10～15W/cm^2。

8.根据权利要求5所述的一种高强度复合涂层的制备方法,其特征在于,步骤(5)中SiN纳米层的沉积时间为2.5～40min。

9.根据权利要求5所述的一种高强度复合涂层的制备方法,其特征在于,步骤(5)中CrSiN纳米层的沉积时间为5～80min。

10.一种如权利要求1至4任一项所述的高强度复合涂层在铝合金压铸模具上的应用。

一种高强度复合涂层、制备方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及表面工程技术领域，具体涉及一种高强度复合涂层、制备方法及其应用。

背景技术

[0002] 铝合金压铸是一种通过高压方式将熔融铝合金液体快速挤压到精密金属模腔中，并随后使之凝固成形的铸造工艺。压铸模是压铸工艺中的重要部件，其工作性能和使用寿命对产品的质量和成本具有较大的影响；压铸模是一种将熔化的金属在压力作用下成形的模具，具有承受高冲击载荷、长工作时间、高工作温度和高交变应力的作用，这就要求模具材质具有良好的高温强度和耐热疲劳能力。

[0003] 铝合金压铸模在工作过程中，与铝合金的长时间直接接触会发生腐蚀，而且压铸模在使用过程中多次承受金属加热和冷却介质冷却，容易导致热疲劳，还会引起压铸模的开裂。为了改善这种情况，现有采用的方式一种是通过改变模具的合金组成，来改善其性能，延长其使用寿命；另一种是通过表面强化来改善压铸模的强度和耐磨性，延长热裂纹的潜伏时间，避免热裂纹的蔓延，以达到延长压铸模寿命的目的，而且通过表面渗碳、渗氮等工艺，还能有效降低模具的磨损，提高耐热性。

[0004] 在公开号为CN109609905A的中国发明中，提供了一种高硬度抗冲耐磨复合涂层、制备方法及应用，其中通过在钛合金表面制备由Cr粘结层、Cr/CrSiN工作层构成的复合防护涂层，显著改善钛合金的硬度、耐磨及抗冲蚀性，延长使用寿命；但是其中Cr/CrSiN工作层由依次沉积的Cr层、CrSiN层组成，而且Cr层为金属相，CrSiN层为陶瓷相，两者之间的结合力不是很好，在磨损和侵蚀等反复交变应力条件下会发生剥离情况，导致涂层的硬度较低，影响涂层的使用寿命。

发明内容

[0005] 针对现有技术中所存在的不足，本发明提供了一种高强度复合涂层、制备方法及其应用，其解决了现有技术中存在的涂层的结合力较差、硬度较低的问题。

[0006] 一种高强度复合涂层，包括：

[0007] 依次设置的基体、过渡层以及功能层；

[0008] 其中所述基体为4Cr5MoV1Si合金，所述过渡层为金属Cr，所述功能层为SiN纳米层和CrSiN纳米层多次交替沉积而成。

[0009] 优选地，所述过渡层厚度为150nm～200nm。

[0010] 优选地，所述功能层的厚度为670nm～750nm，其中SiN纳米层与CrSiN纳米层的调制周期比为2:1。

[0011] 优选地，SiN纳米层和CrSiN纳米层交替沉积的次数为1～15次。

[0012] 本发明还提供了一种高强度复合涂层的制备方法，包括以下步骤：

[0013] (1)对基体进行喷砂、打磨、抛光、清洗以及干燥后备用；

[0014] (2)将处理完成基体放入超声波清洗机中,在15～30kHZ的频率下使用清洗液进行连续清洗15分钟;

[0015] (3)将清洗后的基体放进多靶磁控溅射镀膜机的真空室内,抽真空至9.0×10^{-4}Pa,然后向其中通入气流量为40sccm的Ar气,此时维持真空室内真空度为3Pa,最后用溅射功率密度为10～15W/cm^2的射频电源对基体进行离子轰击30min,以对基体进行辉光清洗;

[0016] (4)过渡层的制备:开启Cr靶,逐渐调高溅射电流,使Cr靶起辉,将Cr靶的溅射功率密度调至10～15W/cm^2,进行过渡层Cr层的沉积,沉积时间为10min;

[0017] (5)功能层的制备:向真空室内通入流量为40sccm的N_2,在Ar-N_2的混合环境下,交替地开启Si靶材与Cr靶材前面的挡板,溅射沉积纳米级的多层膜,该多层膜是由多个SiN纳米层和CrSiN纳米层交替堆叠而成,同时调节Si靶材和Cr靶材的溅射功率密度和沉积时间,以控制SiN纳米层和CrSiN纳米层的调制周期。

[0018] 优选地,步骤(2)中的清洗液包括丙酮和无水乙醇。

[0019] 优选地,步骤(5)中SiN纳米层和CrSiN纳米层的溅射功率密度均为10～15W/cm^2。

[0020] 优选地,步骤(5)中SiN纳米层的沉积时间为2.5～40min。

[0021] 优选地,步骤(5)中CrSiN纳米层的沉积时间为5～80min。

[0022] 本发明还提供了一种高强度复合涂层在铝合金压铸模具上的应用。

[0023] 相比于现有技术,本发明具有如下有益效果:

[0024] 1、所得的高强度复合涂层在不影响铝合金压铸模具机械结构精度的条件下,具有耐快速升降温冲击的能力,同时还具有高硬度和高耐磨性能;

[0025] 2、其中CrSiN纳米层作为顶层,属于陶瓷结构,具有高硬度、良好的高温红硬性,且摩擦系数低,与液态铝的不浸润性好,有好的脱模性,且较高的Cr含量使得在高温下涂层表面可形成一层稳定致密的氧化膜,提高涂层的抗高温氧化性能;

[0026] 3、SiN是一种重要的结构陶瓷材料,本身硬度大、润滑性好、耐磨损,具有高温抗氧化性,且抵抗冷热冲击,在空气中加热到1000℃以上,急剧冷却再急剧加热,也不会破裂;

[0027] 4、SiN/CrSiN多层膜结构属于“陶瓷-陶瓷”多层膜结构,可有效调节涂层的硬度和耐腐蚀性,且减少了在磨损和侵蚀等反复交变应力条件下涂层剥离的概率;

[0028] 5、采用SiN/CrSiN纳米多层结构涂层,使层与层之间具有良好的结合力,由于界面交互作用,使涂层具有超高硬度,高温下可以阻碍涂层元素扩散,提高涂层的抗高温氧化性;除此之外,由于SiN和CrSiN的晶格结构不同,微裂纹不会迅速延伸穿透整个涂层,可实现模具在长期使用过程中的防护。

[0029] 本发明的其它优点、目标和特征将部分通过下面的说明体现,部分还将通过对本发明的研究和实践而为本领域的技术人员所理解。

附图说明

[0030] 图1为本发明高强度复合涂层的结构示意图。

[0031] 图2为调制周期为Λ＝45nm,90nm,180nm下高强度复合涂层的SEM表面形貌。

具体实施方式

[0032] 为了使本发明实现的技术手段、创作特征、达成目的与作用更加清楚及易于了解,

下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步阐述：

[0033] 实施例1

[0034] 选择合金成分为4Cr5MoV1Si，尺寸为600×260×150mm的铝合金压铸模具作为基体，经喷砂、打磨、抛光、清洗、干燥后备用。

[0035] 将处理好的基体放入超声波清洗机中，按15kHz的频率用丙酮和无水乙醇连续清洗15分钟，将清洗后的基体放进多靶磁控溅射镀膜机的真空室内，随后抽真空至9.0×10^{-4}Pa，然后向其中通入气流量为40sccm的Ar气，此时维持真空室内真空度为3Pa，最后用溅射功率密度为10W/cm^2的射频电源对基体进行离子轰击30min，以对基体进行辉光清洗；辉光清洗完成后，开启Cr靶，逐渐调高溅射电流，使Cr靶起辉，将Cr靶的溅射功率密度调至10W/cm^2，进行过渡层Cr层的沉积，沉积时间为10min。

[0036] 向真空室内通入气流量为40sccm的N_2，在Ar-N_2的混合气氛中交替打开Si靶和Cr靶的挡板，在溅射沉积过程中不改变Si靶和Cr靶的溅射功率，而通过控制两个靶材前面挡板的开闭来控制所需沉积的涂层以及Si靶和Cr靶在基体上的沉积时间，以此来获得所需厚度的SiN纳米层和CrSiN纳米层，其中SiN以10W/cm^2的溅射功率沉淀2.5min，CrSiN以10W/cm^2的溅射功率沉淀5min，设置调制周期为Λ＝45nm，得到厚度约为670nm的SiN/CrSiN纳米多层薄膜。

[0037] 实施例2

[0038] 选择合金成分为4Cr5MoV1Si，尺寸为600×260×150mm的铝合金压铸模具作为基体，经喷砂、打磨、抛光、清洗、干燥后备用。

[0039] 将处理好的基体放入超声波清洗机中，按23kHz的频率用丙酮和无水乙醇连续清洗15分钟将清洗后的基体放进多靶磁控溅射镀膜机的真空室内，随后抽真空至9.0×10^{-4}Pa，然后向其中通入气流量为40sccm的Ar气，此时维持真空室内真空度为3Pa，最后用溅射功率密度为13W/cm^2的射频电源对基体进行离子轰击30min，以对基体进行辉光清洗；辉光清洗完成后，开启Cr靶，逐渐调高溅射电流，使Cr靶起辉，将Cr靶的溅射功率密度调至12W/cm^2，进行过渡层Cr层的沉积，沉积时间为10min。

[0040] 向真空室内通入气流量为40sccm的N_2，在Ar-N_2的混合气氛中交替打开Si靶和Cr靶的挡板，在溅射沉积过程中不改变Si靶和Cr靶的溅射功率，而通过控制两个靶材前面挡板的开闭来控制所需沉积的涂层以及Si靶和Cr靶在基体上的沉积时间，以此来获得所需厚度的SiN纳米层和CrSiN纳米层，其中SiN以12W/cm^2的溅射功率沉淀20min，CrSiN以13W/cm^2的溅射功率沉淀40min，设置调制周期为Λ＝90nm，得到厚度约为710nm的SiN/CrSiN纳米多层薄膜。

[0041] 实施例3

[0042] 选择合金成分为4Cr5MoV1Si，尺寸为600×260×150mm的铝合金压铸模具作为基体，经喷砂、打磨、抛光、清洗、干燥后备用。

[0043] 将处理好的基体放入超声波清洗机中，按30kHz的频率用丙酮和无水乙醇连续清洗15分钟将清洗后的基体放进多靶磁控溅射镀膜机的真空室内，随后抽真空至9.0×10^{-4}Pa，然后向其中通入气流量为40sccm的Ar气，此时维持真空室内真空度为3Pa，最后用溅射功率密度为15W/cm^2的射频电源对基体进行离子轰击30min，以对基体进行辉光清洗；辉光清洗完成后，开启Cr靶，逐渐调高溅射电流，使Cr靶起辉，将Cr靶的溅射功率密度调至15W/

cm^2,进行过渡层Cr层的沉积,沉积时间为10min。

[0044] 向真空室内通入气流量为40sccm的N_2,在Ar-N_2的混合气氛中交替打开Si靶和Cr靶的挡板,在溅射沉积过程中不改变Si靶和Cr靶的溅射功率,而通过控制两个靶材前面挡板的开闭来控制所需沉积的涂层以及Si靶和Cr靶在基体上的沉积时间,以此来获得所需厚度的SiN纳米层和CrSiN纳米层,其中SiN以15W/cm^2的溅射功率沉淀40min,CrSiN以15W/cm^2的溅射功率沉淀80min,设置调制周期为Λ=180nm,得到厚度约为750nm的SiN/CrSiN纳米多层薄膜。

[0045] 最后说明的是,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的宗旨和范围,其均应涵盖在本发明的权利要求范围当中。

CrSiN纳米层
SiN纳米层
CrSiN纳米层
SiN纳米层
过渡层
基体

图1

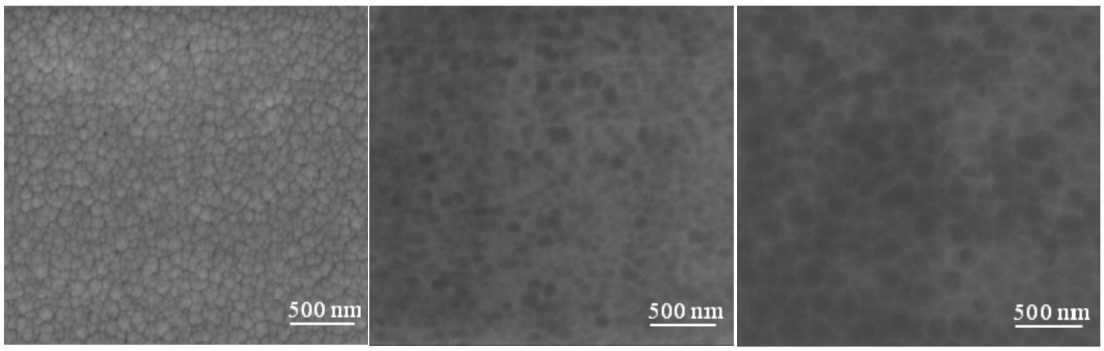


图2