



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116334562 A

(43) 申请公布日 2023.06.27

(21) 申请号 202310375052.6

(22) 申请日 2023.04.10

(71) 申请人 深圳森丰真空镀膜有限公司  
地址 518000 广东省深圳市光明区马田街  
道马山头社区钟表基地森丰大厦101

(72) 发明人 赵明华 汪达文 洪胜 汪经纬

(74) 专利代理机构 深圳汉林汇融知识产权代理  
事务所(普通合伙) 44850  
专利代理师 吴洪波

(51) Int. Cl.

G23C 14/35 (2006.01)

G23C 14/06 (2006.01)

G23C 14/02 (2006.01)

G23C 14/14 (2006.01)

G23C 14/54 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种玛瑙色涂层的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种玛瑙色涂层的制备方法,包括以下步骤:S1、采用真空磁控溅射方式在基底材料上沉积过渡层;S2、采用磁控溅射方式在过渡层上沉积生成中间层;S3、采用磁控溅射方式沉积生成玛瑙色涂层(TiAlSiN层)。在步骤S3中,控制Si靶的溅射功率,使得沉积的玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中Si元素所占的百分比在7%~8%。本发明获得一种特殊的玛瑙色涂层,并且具备高的硬度和耐磨性。



1. 一种玛瑙色涂层的制备方法,包括以下步骤,

S1、采用磁控溅射方式在基底材料上沉积过渡层;

S2、采用磁控溅射方式在过渡层上沉积生成中间层;

S3、采用磁控溅射方式沉积生成玛瑙色涂层(TiAlSiN层);

其特征在于,在步骤S3中,控制Si靶的溅射功率,使得沉积的玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中Si元素所占的百分比在7%~8%。

2. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S1中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入Ar,至气压达到0.3~0.5Pa,偏压设定-50Pa,开启靶材,沉积过渡层。

3. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S2中,具体包括以下步骤:

S21、向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,得到中间层(TiAlN层);

S22、继续向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,沉积时间,得到致密的中间层(TiAlN层)。

4. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S3中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.46~0.50Pa,同时开启Ti靶、Al靶和Si靶,得到玛瑙色涂层(TiAlSiN层)。

5. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S1中,镀膜室内设置有一对Ti靶、一对Al靶和一对Si靶,Ti靶与Si靶以对靶的形式放置在镀膜室的一端,所述Al靶以对靶的形式放置在镀膜室的另一端。

6. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S1对所述基底材料表面沉积过渡层之前,对所述基底材料进行清洗预处理。

7. 根据权利要求6所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,所述清洗预处理包括以下步骤:先对基底材料进行超声清洗,再对镀膜室进行抽真空和加热处理,当镀膜室内气压得到0.001Pa时,向镀膜室内通入Ar,当气压达到-2~0Pa,偏压设定-300V时,对基底材料进行离子清洗。

8. 根据权利要求2所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S11中,对所述基底材料的离子清洗采用电弧轰击清洗。

9. 根据权利要求1所述的一种玛瑙色涂层的制备方法,其特征在于,在步骤S12中,采用纯Ti层为过渡层。

## 一种玛瑙色涂层的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及PVD溅射技术领域,特别涉及一种玛瑙色涂层的制备方法。

### 背景技术

[0002] 物理气相沉积(Physical Vapor Deposition,PVD)是指在真空条件下,用物理的方法使材料沉积在被镀工件上的薄膜制备技术,被广泛应用在表面处理和薄膜制备方面。磁控溅射是PVD中的一种,一般的溅射法可被用于制备金属、半导体、绝缘体等多材料,且具有设备简单、易于控制、镀膜面积大和附着力强等优点。

[0003] 目前市面上涂层的颜色种类不能够满足所有的客户需求,不能生产一些色彩绚丽的涂层。

[0004] 因此,现有技术需要得到改进。

### 发明内容

[0005] 本发明提供了一种玛瑙色涂层的制备方法,解决了市面上没有玛瑙色涂层的空缺,而且还比其他彩色膜系拥有更好的硬度和耐磨性能。

[0006] 本发明提供的一种玛瑙色涂层的制备方法,采用如下的技术方法:

一种玛瑙色涂层的制备方法,包括以下步骤,

S1、采用磁控溅射方式在基底材料上沉积过渡层;

S2、采用磁控溅射方式在过渡层上沉积生成中间层;

S3、采用磁控溅射方式沉积生成玛瑙色涂层(TiAlSiN层);

在步骤S3中,控制Si靶的溅射功率,使得沉积的玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中Si元素所占的百分比在7%~8%。

[0007] 优选的,在步骤S1中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入Ar,至气压达到0.3~0.5Pa,偏压设定-50Pa,开启靶材,沉积过渡层。

[0008] 优选的,在步骤S2中,具体包括以下步骤:

S21、向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,得到中间层(TiAlN层);

S22、继续向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,得到致密的中间层(TiAlN层);

优选的,在步骤S3中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入反应气体 $N_2$ ,调整气压为0.46~0.50Pa,同时开启Ti靶、Al靶和Si靶,得到玛瑙色涂层(TiAlSiN层)。

[0009] 优选的,在步骤S1中,镀膜室内设置有一对Ti靶、一对Al靶和一对Si靶,所述Ti靶与Si靶以对靶的形式放置在镀膜室的一端,所述Al靶以对靶的形式放置在镀膜室的另一端。

[0010] 优选的,在步骤S1对所述基底材料表面沉积过渡层之前,对所述基底材料进行清洗预处理。

[0011] 优选的,所述清洗预处理包括以下步骤:先对基底材料进行超声清洗,再对镀膜室进行抽真空和加热处理,当镀膜室内气压得到0.001Pa时,向镀膜室内通入Ar,当气压达到-2~0Pa,偏压设定-300V时,对基底材料进行离子清洗。

[0012] 优选的,在步骤S11中,对所述基底材料的离子清洗采用电弧轰击清洗。

[0013] 优选的,在步骤S12中,采用纯Ti层为过渡层。

[0014] 有益效果:

[0015] 本发明采用磁控溅射技术制备玛瑙色涂层(TiAlSiN层),先对基底材料采用超声清洗,将基底材料表面的污染物清洗干净,提高过渡层(Ti层)与基底材料之间的附着力,使得TiAlSiN层能更好的沉积在基底材料上,为了进一步增强基底材料与过渡层(Ti层)之间的附着力,本发明还对基底材料进行电弧轰击清洗,增加基底材料的微观粗糙度,使得基底材料的表面原子彻底暴露,提高了原子的极化率,使得基底材料与过渡层(Ti层)之间的贴合的更加紧密;本发明还在过渡层上继续沉积中间层(TiAlN层),可增强玛瑙色涂层(TiAlSiN层)与过渡层(Ti层)之间的结合力,使得玛瑙色涂层(TiAlSiN层)能更好的沉积在基底材料上;同时本发明还调整了玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中各元素的比例,增加硅元素的含量,增强了玛瑙色涂层(TiAlSiN层)的耐磨性能。

## 附图说明

[0016] 图1是本发明实施例所得产品经过48小时耐磨测试后的示意图;

图2是本发明实施例所得产品经过48小时耐磨测试后的另一个角度的示意图;

图3是本发明对比例所得产品经过48小时耐磨测试后的示意图;

图4是本发明对比例所得产品经过48小时耐磨测试后的另一个角度的示意图。

## 具体实施方式

[0017] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。本发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出,部分将从下面的描述中变得明显,或通过本发明的实践了解到。应当理解,以下描述仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0018] 本文中所述的术语“包含”、“包括”、“具有”、“含有”或其任何其它变形,意在覆盖非排它性的包括。例如,包含所列要素的组合物、步骤、方法、制品或装置不必仅限于那些要素,而是可以包括未明确列出的其它要素或此种组合物、步骤、方法、制品或装置所固有的要素。

[0019] 当量、浓度、或者其它值或参数以范围、优选范围、或一系列上限优选值和下限优选值限定的范围表示时,这应当被理解为具体公开了由任何范围上限或优选值与任何范围下限或优选值的任一配对所形成的所有范围,而不论该范围是否单独公开了。例如,当公开了范围“1至5”时,所描述的范围应被解释为包括范围“1至4”、“1至3”、“1至2”、“1至2和4至5”、“1至3和5”等。当数值范围在本文中被描述时,除非另外说明,否则该范围意图包括其端值和在该范围内的所有整数和分数。

[0020] 此外,本发明各个实施方式中所涉及到的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互组合。

[0021] 在本发明一实施例中,提供了一种玛瑙色涂层的制备方法,包括以下步骤:

- S1、采用磁控溅射方式在基底材料上沉积过渡层;
- S2、采用磁控溅射方式在过渡层上沉积生成中间层;
- S3、采用磁控溅射方式沉积生成玛瑙色涂层(TiAlSiN层);

在步骤S3中,控制Si靶的溅射功率,使得沉积的玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中Si元素所占的百分比在7%~8%。

[0022] 通过采用上述技术方案,本发明采用磁控溅射技术在基底材料上沉积玛瑙色涂层(TiAlSiN层),该技术中的磁控溅射仪会发射出电子并对其施加电场,再向镀膜室内通入Ar和N<sub>2</sub>,氩原子和电子在电场的作用下会发生碰撞,电离出大量的氩离子,并且氩离子会在电场的作用下加速轰击位于磁控溅射镀膜机内的Ti靶、Al靶和Si靶,溅射出大量的钛原子、铝原子和硅原子,与此同时氮气分子也会在电场的作用下与电子发生碰撞,电离出大量的氮原子,钛原子、铝原子、硅原子和氮原子会在基底材料上沉积,完成镀膜。

[0023] 同时本发明改变玛瑙色涂层(TiAlSiN层)中各元素的比例,增加硅元素的含量到7%~8%,硅原子可以与氮原子之间形成共价键,形成大量得Si-N-Si硬质网络结构,从而大大增强了涂层的耐磨性。

[0024] 优选的,在步骤S1中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入Ar,至气压达到0.3~0.5Pa,偏压设定-50Pa,开启靶材,沉积过渡层。

[0025] 通过采用上述技术方案,先向镀膜室内通入氩气,通过氩气的辉光放电,产生高能量的氩离子,高能量的氩离子在磁场的作用下高速轰击基底材料,将黏附在基底材料表面的附着物清洗干净。并且,本发明还在涂层和基底材料之间沉积过渡层,使得玛瑙色涂层(TiAlSiN层)能更好的沉积在基底材料上,提高涂层的沉积质量。

[0026] 优选的,在步骤S2中,具体包括以下步骤:

S21、向镀膜室内通入反应气体N<sub>2</sub>,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,得到中间层(TiAlN层);

S22、继续向镀膜室内通入反应气体N<sub>2</sub>,调整气压为0.40~0.44Pa,同时开启Ti靶和Al靶,得到致密的中间层(TiAlN层)。

[0027] 通过采用上述技术方案,本发明还在过渡层(纯Ti层)与玛瑙色涂层(TiAlSiN层)之间还沉积了中间层(TiAlN层),中间层的设置可以有效缓解涂层之间由于弹性模量等物理性质不匹配导致的涂层结合力不足等矛盾,提高层间结合力。

[0028] 优选的,在步骤S3中,具体包括以下步骤:向镀膜室内通入反应气体N<sub>2</sub>,调整气压为0.46~0.50Pa,同时开启Ti靶、Al靶和Si靶,得到玛瑙色涂层(TiAlSiN层)。

[0029] 通过采用上述技术方案,在该沉积条件下,沉积的TiAlSiN层具有超高的硬度和耐磨性能,提高了涂层的质量,延长了涂层产品的使用寿命。

[0030] 优选的,在步骤S1中,镀膜室内设置有一对Ti靶、一对Al靶和一对Si靶,所述Ti靶与Si靶以对靶的形式放置在镀膜室的一端,所述Al靶以对靶的形式放置在镀膜室的另一端。

[0031] 通过采用上述技术方案,三对靶材按照特定的位置放置,使得能更好的沉积中间层(TiAlN层),使得沉积在基底材料表面上的涂层颜色稳定,膜厚均匀,涂层的光学效果稳定。

[0032] 优选的,在步骤S1对所述基底材料表面沉积过渡层之前,对所述基底材料进行清洗预处理。

[0033] 通过采用上述技术方案,本发明在进行镀膜前还对基底材料进行清洗预处理来提高镀膜的质量,从而破坏污染物与工件表面的吸附,使得污染物从工件表面剥离,完成对工件的清洗,提高对工件的镀膜效果。

[0034] 优选的,所述清洗预处理包括以下步骤:先对基底材料进行超声清洗,再对镀膜室进行抽真空和加热处理,当镀膜室内气压得到0.001Pa时,向镀膜室内通入Ar,当气压达到-2~0Pa,偏压设定-300V时,对基底材料进行离子清洗。

[0035] 通过采用上述技术方案,本发明在进行镀膜前还对基底材料进行超声清洗来提高镀膜的质量,该技术中的超声波清洗机可将功率超声频源的声能转换为机械震动,通过清洗槽壁将超声波辐射到槽内的清洗液,由于受到超声波的辐射,槽内的清洗液会产生微气泡并保持震动,从而破坏污染物与工件表面的吸附,使得污染物从工件表面剥离,完成对工件的清洗,为了进一步清洗基底材料,本发明还对基底材料进行离子清洗,由于镀膜室内形成有高频率的交变电场,会使得镀膜室内的氧气或者氩气在交变电场的作用下形成等离子体,基底材料表面的污染物在等离子体的化学反应和反复物理轰击的双重作用下,使得基底材料表面的污染物变成离子或气态物质而被排出镀膜室,完成对基底材料的清洗,使得后续沉积的膜层能更好的贴合在基底材料表面。

[0036] 优选的,在步骤S11中,对所述基底材料的离子清洗采用电弧轰击清洗。

[0037] 通过采用上述技术方案,本发明还对基底材料进行电弧轰击清洗,通过对镀膜室内的气体施加高压电场,使得气体离子束对基底材料进行轰击,其轰击能量可传递给基底材料的晶格原子,使得基底材料的晶格结构遭到破坏,增加基底材料的微观粗糙度,使得基底材料的表面原子彻底暴露,提高了原子的极化率,这样再对基底材料沉积涂层时,会缩小过渡层与基底材料表面原子之间的间距,同时增加了过渡层与基底材料表面的接触面积,显著增强二者之间的机械锁紧力,从而显著地提高过渡层与基底材料之间的附着力,使得制备的TiAlSiN层能更好的沉积在基底材料表面。

[0038] 优选的,在步骤S12中,采用纯Ti层为过渡层。

[0039] 通过采用上述技术方案,本发明在基底材料和TiAlSiN层之间采用纯Ti层为过渡层,Ti 可减小基底材料与涂层间的残余应力,增强TiAlSiN层与基底材料之间的结合力,使得TiAlSiN层能更紧密地沉积在基底材料上,进一步改善沉积效果。

[0040] 实施例

[0041] 一种玛瑙色涂层的制备方法,包括以下步骤:

清洗预处理:先采用高锰酸钾和双氧水的混合溶液为清洗药水,将待镀膜的基底材料放入超声清洗机内清洗20min,

S1、先采用除油除蜡溶液为清洗药水,将待镀膜的基底材料放入超声清洗机内清洗20min,再将Ti靶与Si靶以对靶的形式放置在镀膜室的一端,Al靶以对靶的形式放置在镀膜室的远离Ti靶和Si靶的另一端,然后使用抽气机对镀膜室进行抽真空处理,直至气压达到0.001Pa,对镀膜室进行加热处理,并保持温度在150℃;再向镀膜室内通入氩气,使得在气压达到0.4Pa时,偏压的参数设定为-300V,然后启动中频镀膜电源,设置Ti靶的电流参数为30A,对基底材料溅射20min,得到过渡层(纯Ti层);

S2、向镀膜室内通入 $N_2$ ，调整气压至气压稳定在0.42Pa时，同时开启Ti靶和Al靶，设置Ti靶的电流参数为30A，Al靶的电流参数为15A，对基底材料沉积20min，得到中间层(TiAlN层)；再继续向镀膜室内通入 $N_2$ ，调整气压至气压稳定再0.45 Pa，对基底材料沉积30min，得到致密的中间层(TiAlN层)。

[0042] S3、继续向镀膜室内通入 $N_2$ ，调整气压至气压稳定在0.42Pa时，调整气压至气压稳定在0.48Pa，同时开启Ti靶、Al靶和Si靶，其中，Ti靶的电流参数设置为10A，Al靶的电流参数设置为15A，Si靶的电流参数设置为20A，对基底材料沉积42min，得到玛瑙色涂层(TiAlSiN层)，结束镀膜；其中，控制TiAlSiN层中Si元素所占的百分比在7%~8%，制得的TiAlSiN层中Si元素占比为7.6%。

[0043] 对比例

[0044] 与实施例的不同之处在于：采用磁控溅射技术在基底材料上沉积TiO<sub>2</sub>N膜系(TiAlON涂层)。

[0045] 性能检测试验

[0046] 将实施例和对比例制备的涂层产品根据ISO23160标准进行耐磨性能检测。

[0047] 测试方法：将体积为4L的研磨石，放在清洗干净的振盘中，再量取24ml研磨液缓慢加入到振盘中，启动振盘，待研磨液在振盘上均匀分布后，然后缓慢加入800ml的清水，待振盘中心圆柱周围保持有少许研磨液泡沫后，将待测产品放在振盘中，进行24小时和48小时测试。

[0048] 测试结果：实施例所制备的产品可经过48小时测试，产品表面涂层不脱落；对比例制备的产品可经过24小时测试，不能经过48小时测试，在48小时之后，产品表面涂层出现脱落现象。

[0049] 以上所述仅为本发明的优选实施例，并非因此限制本发明的专利范围，凡是利用本发明说明书及附图内容所作的等效结构或等效流程变换，或直接或间接运用在其他相关的技术领域，均同理包括在本发明的专利保护范围内。

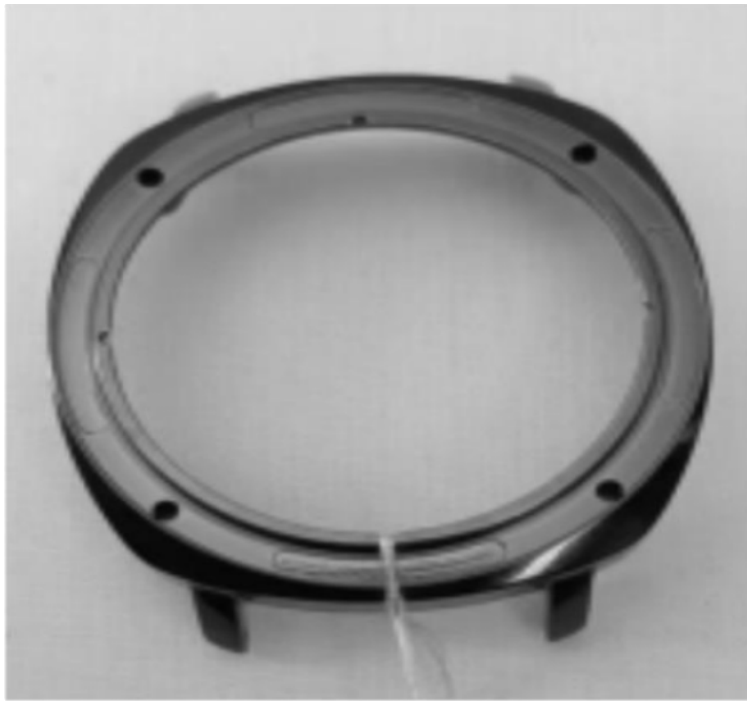


图 1



图 2





图 3



图 4