



中华人民共和国国家标准

GB/T 18682—2002

物理气相沉积 TiN 薄膜技术条件

Specifications of physical vapour deposition TiN films

2002-03-10 发布

2002-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 2

5 性能及试验方法 2

附录 A(规范性附录) 镀膜前零件表面质量控制技术要求 4

附录 B(规范性附录) 物理气相沉积技术用钛靶 6

附录 C(规范性附录) 物理气相沉积 TiN 设备的真空技术要求 8

附录 D(规范性附录) 膜厚度测量方法 12

附录 E(规范性附录) 物理气相沉积 TiN 薄膜防腐能力试验方法 15

附录 F(规范性附录) 物理气相沉积 TiN 薄膜摩擦学性能试验方法 17



前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 为规范性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：武汉材料保护研究所。

本标准参加起草单位：钢铁研究总院、中科院力学研究所、中国航科集团公司五一—研究所、成都工具研究所、中科院兰州化学物理研究所、兰州真空设备有限责任公司、长沙科航新型表面技术研究所。

本标准主要起草人：凌国伟、李健、倪瀚、黄济群、曲学基、纪晓春、秦襄培。



物理气相沉积 TiN 薄膜技术条件

1 范围

本标准规定了物理气相沉积 TiN 薄膜的技术要求。

本标准适用于物理气相沉积 TiN 薄膜,也适用于其他方法制备的 TiN 薄膜。

本标准也适用于其他材料沉积层(TiC, TiCN, TiAlN 等)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 191 包装储运图示标志(eqv ISO 780)

GB/T 3620.1 钛及钛合金牌号和化学成分

GB/T 3620.2 钛及钛合金加工产品化学成分及成分允许偏差

GB/T 4698 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

GB/T 5168 两相钛合金高、低倍组织检验方法

GB/T 5193 钛及钛合金加工产品超声波探伤方法(eqv AMS 2631)

GB/T 6070 真空法兰(eqv ISO 1609)

GB/T 8180 钛及钛合金加工产品的包装、标志、运输和储存

GB/T 11164—1999 真空镀膜设备通用技术条件

GB/T 13384 机电产品包装通用技术条件

GB/T 15827 离子镀 仿金氮化钛的颜色(neq ISO 8654)

JB/T 6075 氮化钛涂层 金相检验方法

JB/T 7506 松散磨粒磨料磨损试验方法 橡胶轮法

JB/T 7673 真空设备 型号编制方法

JB/T 7705 固定磨粒磨料磨损销-砂纸盘滑动磨损法

JB/T 8554 气相沉积薄膜与基体附着力的划痕试验法

JB/T 53021 真空镀膜设备产品质量分等

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

极限压力 ultimate vacuum pressure

真空系统正常工作时,空载干燥的真空室达到稳定的最低压力。单位为 Pa。

3.2

抽气时间 time for pump down

真空系统正常工作时,将空载干燥的真空室从大气压(10^5 Pa)抽到规定的压力所需要的时间。单位为 min。

3.3

压升率 rate of pressure rise

将空载干燥的真空室连续抽气至稳定的最低压力后,截止抽气,在真空室内由于漏气或内部放气所造成的单位时间的升压。单位为 Pa/h。

3.4

靶材 target materials

用作沉积源的材料,以组成溅射或蒸发装置的电极。

3.5

试验负荷 test load

销盘磨损试验中,沿销试样轴线垂直作用于盘试样表面的负荷。单位为 N。

3.6

试验行程 sliding distance

销盘磨损试验中,销试样与盘试样相对滑动距离。单位为 m。

3.7

试验转速 rotation speed for test

销盘磨损试验中,销与盘之间沿盘试样轴线相对转动速度。单位为 r/min。

3.8

薄膜试样 coated sample

已形成物理气相沉积薄膜的试样。

3.9

对偶试样 sample mate

与薄膜试样组成滑动摩擦副的试样。

4 技术要求

物理气相沉积 TiN 薄膜的技术要求主要包括:镀膜前零件的表面质量、选用的靶材质量、设备的真空技术指标等,保证这些要求,是获得合格的 TiN 薄膜的先决条件。

4.1 镀膜前零件表面质量控制技术要求

镀膜前对零件清洗前、清洗后、装炉和存放都有严格规定。若清洗后零件经检验表面质量不符合本标准要求,将严重影响镀膜过程和膜层质量,应不予镀膜。具体质量要求和检验方法见附录 A。

4.2 靶材的质量要求

钛靶是物理气相沉积 TiN 薄膜的必备材料,用于制作钛靶的材料应采用特殊的真空熔炼方法,其牌号及组织状态、化学成分都必须符合相应规定;如因特殊情况,还须注明金相组织、无损探伤、表面质量要求等。钛靶的质量应由供方和需方按本标准的规定进行检验,具体质量要求和检验方法见附录 B。

4.3 物理气相沉积 TiN 设备的真空技术要求

物理气相沉积 TiN 的真空设备应符合相应的真空技术要求和指标,否则无法正常沉积 TiN 薄膜。设备的真空技术要求主要包括:设备正常工作条件、设备真空技术要求、设备结构要求、设备制造质量、设备安全防护等。设备的真空指标中应严格把握的参数有:极限压力、抽气时间、压升率。具体技术要求、测量方法和真空指标见附录 C。

5 性能及试验方法

5.1 颜色

符合 GB/T 15827 要求。

5.2 金相组织

按 JB/T 6075 进行检测,用于工具表面的 TiN 膜金相硬度 $\geq 2\ 200\text{ HV }0.025$ 。

5.3 膜厚度

TiN 薄膜应达到所要求的厚度,对于装饰镀,根据产品对象和常与其他复合覆层组合使用的情况,厚度一般在 $0.3\ \mu\text{m}\sim 1.5\ \mu\text{m}$;用于工具表面的 TiN 膜厚度应达到 $2.0\ \mu\text{m}\sim 5.5\ \mu\text{m}$ 。具体测量方法采用球痕法或球面法,见附录 D。

5.4 膜与基体附着力

按 JB/T 8554 进行检测,用于工具表面的 TiN 膜结合力应不低于 40 N 。

5.5 TiN 薄膜耐腐蚀行为

TiN 薄膜经盐雾腐蚀试验和恒定湿热试验,其耐腐蚀性能应达到要求,见附录 E。

5.6 TiN 薄膜摩擦学性能

本标准采用销盘磨损试验测量 TiN 薄膜在滑动摩擦条件下的摩擦系数、磨损量、磨损系数、耐磨性,具体规定见附录 F。



附录 A

(规范性附录)

镀膜前零件表面质量控制技术要求

A.1 零件清洗前表面质量要求

零件清洗前应做好表面准备工作,清洗水应当用去离子水。

A.1.1 表面应清除各种油、蜡、胶等脏物。

A.1.2 经盐浴热处理的零件残盐应清洗干净,不允许有残留物(如盐、酸、碱等)。

A.1.3 组合零件应拆开清洗。

A.1.4 经磨削加工后的零件,不应有剩磁、磁粉、磨料或杂质粒子和磨削烧伤等。

A.1.5 表面不允许有裂纹、锈蚀、毛刺、卷刃和划痕等缺陷。装饰性或其他功能性零件可根据具体技术条件而定。

A.1.6 表面不允许有发黑、发蓝、钝化等覆盖层。

A.1.7 零件被镀区表面粗糙度 Ra 值应不高于 $0.40\ \mu\text{m}$ 。

A.1.8 焊接件应无多余的焊料和熔渣,焊缝应经喷砂或其他方法清理,焊缝应无气孔和未焊牢等缺陷。

A.1.9 未经精加工面和有氧化皮的零件表面,应进行喷砂或喷丸处理,也可用酸法去除氧化皮等方法。

A.1.10 凡对材料疲劳寿命要求较高的零件均应采用喷砂,并选用对零件表面无损伤的砂料。喷砂后的表面不应有残余的氧化皮、锈蚀、油迹、残砂、手印等。

A.1.11 电镀件不应有酸性或碱性物残留,不应有镀层起皮、起泡、脱落、漏镀等缺陷。

A.1.12 凡设计规定有配合要求的零件,必须留有镀覆厚度的尺寸余量,并应严格按工艺文件规定进行尺寸检验和验收。

A.1.13 除另有规定外,镀覆应在机械加工全部完成后实施。

A.1.14 镀覆中使用的工装、卡具必须另行施以相应的预清洗。

A.2 零件清洗后表面质量和技术要求

A.2.1 零件经过清除油污、活化、漂洗、脱水干燥等工序后表面不得有油污、油脂、水锈和水渍等残留物。

A.2.2 清洗后的零件严禁裸手触摸。装夹时必须用干净夹具或洁净手套(或一次性塑料手套)。

A.3 零件清洗后装入镀膜室期限和存放条件

A.3.1 清洗后的零件应及时镀膜或存放于真空室内或洁净的干燥器内,干燥器内相对湿度 $\leq 40\%$,存放时间一般不得超过 24 h。

A.3.2 凡经喷砂处理的高强度零件应在 2 h 内开始镀覆(包括预处理)。

A.4 零件清洗后表面质量的检验方法

零件清洗后的表面质量,可以根据具体情况采用下列三种方法之一进行检验:

A.4.1 目测法

用肉眼在自然光(或功率不低于 20 W 的日光灯)下,距检测面 20 cm~30 cm 处观察,表面应光亮,无残存的污迹和水渍为合格,否则不合格。

A.4.2 挂水法(表面张力法)

将材质与零件相同的试片[尺寸:50 mm×50 mm×(3~5)mm,数量≥3片/次]浸入人工油污中沥干后,随零件清洗后用蒸馏水浸湿,水平放置5 s~10 s后进行观察,表面水膜均匀和完整为合格,否则为不合格。

A.4.3 硫酸铜法

将试片(数量、尺寸、材质和处理方法见A.4.2)或零件浸入酸性硫酸铜水溶液中[配方:硫酸铜(化学纯)50 g/L、硫酸(化学纯)20 g/L、蒸馏水余量]停留10 s~30 s后提起,用水洗后,观察表面,若铜膜均匀、色泽一致为合格,否则为不合格。



附 录 B
(规范性附录)
物理气相沉积技术用钛靶

B.1 技术要求

B.1.1 牌号及状态

钛靶所用材料应符合 GB/T 3620.1 及 GB/T 3620.2,材料等级优于 TA2,建议牌号及状态示于表 B.1。

表 B.1 钛靶材料的牌号及组织状态

牌 号	状 态
TAD	热加工/退火状态
TA0	
TA1	
TA2	退火状态

B.1.2 化学成分

钛靶所用材料的化学成分应符合表 B.2 的规定。

表 B.2 钛靶材料的化学成分 %

牌 号	化 学 成 分(≤)							
	主成分	杂 质 元 素					其 他 元 素	
	Ti	Fe	O	C	N	H	单个	总和
TAD	基	0.03	0.05	0.03	0.01	0.015	—	—
TA0	基	0.15	0.15	0.10	0.03	0.015	0.1	0.4
TA1	基	0.25	0.20	0.10	0.03	0.015	0.1	0.4
TA2	基	0.30	0.25	0.10	0.05	0.015	0.1	0.4
注								
1 其他元素一般包括:Al、Sn、Mo、Cr、Mn、Zr、Ni、Cu、Si、Y。								
2 产品出厂时不检验其他元素,用户要求并在合同中注明时才予检验。								

B.1.3 金相组织

靶材的横截面经低倍显微镜观察,不允许有裂纹、气孔、金属或非金属夹杂物及其他肉眼可见的缺陷。

B.1.4 无损探伤

若需方需要进行无损探伤时,所用探伤方法及判定级别由双方商定,并在合同中注明。

B.2 试验方法

B.2.1 化学成分仲裁分析

产品的化学成分仲裁分析方法按 GB/T 4698 的规定进行。

B.2.2 尺寸的测量

产品的尺寸测量可使用游标卡尺等。

B.2.3 金相组织检验

金相组织检验参照 GB/T 5168 的规定方法进行。

B.2.4 无损探伤

产品的超声波探伤按 GB/T 5193 的规定进行；若采用其他方法探伤，其标准及判定级别由供需方商定，并在合同中注明。

B.3 检验规则

B.3.1 检查和验收

B.3.1.1 产品应由供方技术监督部门检验，保证产品质量符合本标准规定，并填写质量证明书。

B.3.1.2 需方对收到的产品应按本标准的规定进行验收。

B.3.2 组批

产品应成批提交检验。每批应由同一牌号、熔炼炉号、制作方法、状态、规格和热处理炉次的产品组成。

B.3.3 检验项目

每批产品均应进行化学成分、尺寸及金相组织检验。

B.3.4 取样位置和取样数量

B.3.4.1 化学成分分析试样由供方在原铸锭或坯料上截取。需方可在成品上任取。

B.3.4.2 金相组织判定的试样，对每批产品均应任取一件。

B.3.4.3 产品应逐件进行无损探伤检测。

B.3.4.4 产品应逐件进行尺寸测量。

B.3.5 重复试验

在化学成分的分析中，如有一个试样的分析结果不合格，则应从该批产品上取双倍试样再对不合格项目重复进行分析；若重复分析的结果仍有一个试样不合格，则判定整批报废或责成逐个检验，合格者重新组批验收。

B.4 标志、包装、运输、储存

B.4.1 产品标志

在已检验的产品上应明显给出如下标记：

- a) 牌号；
- b) 规格；
- c) 状态；
- d) 熔炼炉号；
- e) 批号。

B.4.2 包装、包装标志、运输、储存

产品的包装、包装标志、运输和储存应符合 GB/T 8180 的规定。

B.4.3 质量证明书

每批产品应有质量证明书，注明以下内容：

- a) 供方名称、地址；
- b) 产品名称；
- c) 牌号、状态和规格；
- d) 熔炼炉号、批号；
- e) 产品净重、件数；
- f) 各项分析检验的结果及技术监督部门的印记；
- g) 本标准编号；
- h) 包装日期。

附 录 C
(规范性附录)
物理气相沉积 TiN 设备的真空技术要求

C.0 范围

本附录规定了物理气相沉积 TiN 设备的真空技术要求。
本附录适用于物理气相沉积 TiN 薄膜的溅射类和离子镀类真空镀膜设备(以下简称设备)。

C.1 技术要求

C.1.1 设备正常工作条件

- C.1.1.1 环境温度:10℃~35℃。
- C.1.1.2 相对湿度:不大于 80%。
- C.1.1.3 冷却水进水温度:不高于 25℃。
- C.1.1.4 冷却水质:城市自来水或相当质量的水。
- C.1.1.5 供电电源:三相(380±38)V、(50±1)Hz 或单相(220±22)V、(50±1)Hz。
- C.1.1.6 设备所需的压缩空气、冷却水压力、温度,均应在产品使用说明书中写明。
- C.1.1.7 设备对镀覆工件镀前的处理要求,见附录 A。
- C.1.1.8 设备周围应环境整洁,空气清洁;不应有可引起电器及其他金属件表面腐蚀或引起金属间导电的尘埃或气体存在。

C.1.2 设备真空技术要求

C.1.2.1 设备的主要真空技术要求除满足 GB/T 11164 和 JB/T 53021 的规定外,还应符合表 C.1 的规定。

表 C.1 设备的真空技术指标

参 数 名 称	参 数 数 值	
	A 类	B 类
极限压力/Pa	$\leq 5 \times 10^{-4}$	$\leq 1.3 \times 10^{-3}$
抽气时间/min	≤ 20 (10^5 Pa 抽至 1.3×10^{-3} Pa)	≤ 20 (10^5 Pa 抽至 6.7×10^{-3} Pa)
压升率/(Pa/h)	$\leq 6 \times 10^{-1}$	≤ 1
真空室尺寸	根据设计要求	
工件尺寸及转动方式		
工件烘烤方式及烘烤温度(真空室的工作温度)		
沉积源形式、尺寸、数量、功率		
沉积源供电电源的工作电压和工作电流		
离子轰击电压,工件偏压功率		
设备的控制方式及控制精度		
设备最大耗电量		

C.1.2.2 设备的型号编制见 JB/T 7673。

C.1.3 结构要求

C.1.3.1 设备中的真空管道、静动密封零部件的结构形式和尺寸见 GB/T 6070。

C.1.3.2 在粗抽管路、前级真空管路、水冷挡板(若主泵为扩散泵时)及真空室上安装真空测试规管,分别测量各部位的压力。

C.1.3.3 如果设备的主泵为油扩散泵时,应在泵的入口一侧安装水冷挡油帽和水冷挡板。

C.1.3.4 设备的真空室和真空机组之间应安装真空调节阀。

C.1.3.5 设备的真空室应有观察窗。

C.1.3.6 当设备用于高温沉积 TiN 薄膜时,真空室应有冷却水套。

C.1.3.7 当设备中的工件架具有公转和自转时,公转转速和自转转速之比不得为整数。

C.1.3.8 真空室内的绝缘套、垫应采用耐高温的绝缘材料,如聚四氟乙烯、陶瓷等,并采取防护措施防止绝缘套、垫沉积上镀膜材料。

C.1.4 制造质量

C.1.4.1 设备主要零部件制造所用的原材料应符合相应的材料标准的规定,且应具有质量合格证书。如证书不全或有问题时应由制造厂检验部门负责复检。

C.1.4.2 设备的零部件的机加工质量及设备的焊接质量均应符合制造厂技术文件的规定。

C.1.4.3 设备的装配质量应符合制造厂技术文件的规定,装配时工作中处于真空的各零部件表面应进行有效的真空清洗处理并予以干燥,各运动件装配后应运动灵活平稳。

C.1.4.4 设备中镀膜沉积源、离子轰击、工件偏压、工件加热、膜厚监控等装置均应逐项调试和联合调试,性能均应达到设计要求、运行可靠。工件加热过程中设备应能正常运转。

C.1.4.5 设备所配用的自制或外购的泵、阀、表、计等各类机械、电气元器件都应符合相应产品标准的规定,并应具有质量合格证书或经制造厂检验部门检验合格后方可使用。

C.1.4.6 与设备配套的电器装置的制造质量应符合制造厂技术文件的规定,并应保证设备运行和操作时的安全可靠。装置中线路的排布应整齐清晰、便于检修。装置中各电器回路的绝缘电阻值,对于 500 V 以下回路,不得低于 2 M Ω ;501 V~1 000 V 回路,不得低于 2.5 M Ω ;1 001 V~3 000 V 回路,不得低于 3.5 M Ω ;3 001 V~10 000 V 回路,不得低于 6 M Ω 。

C.1.4.7 设备的外表应没有非功能性需要的尖角、棱角、凸起及粗糙不平表面。零部件结合面边沿应整齐匀称,不应有明显错位。金属零件的镀层应牢固,无变质、脱落及生锈现象。所有紧固件应有防腐层。设备的涂漆表面应光洁、美观、牢固,无剥落起皮现象。

C.1.4.8 真空室必须采用奥氏体不锈钢制造。

C.1.4.9 对装饰镀,设备应保证在正常情况下不给工件表面留弧斑。

C.1.5 安全防护

C.1.5.1 关键部件的水冷系统中应有断水或水压不足的报警装置和应急冷却水接口,并在与电源、真空系统、传动系统相关联部分有联锁保护机构,这些保护机构的动作应灵敏可靠。

C.1.5.2 真空系统中采用电动或气动阀门时均应有联锁保护。

C.1.5.3 设备及其附属的电气装置均应装设接地装置,接地处应有明显标志。

C.1.5.4 设备与其附属的电气装置之间的连接导线应有防止磨损或碰伤的保护措施。

C.1.5.5 设备的电气线路及电气元件应保证不受冷却液、润滑油及其他有害物质的影响。

C.1.5.6 操作中突然停电后,再恢复供电时应能防止电器自动接通。

C.1.5.7 在设备电气线路中,针对负载情况应采取短路保护、过电流保护等必要保护措施。

C.1.5.8 应用高压电源的设备,其装有高压电极的真空室的开启与高压线路的接通应有安全联锁装置。

C.1.5.9 设备中的高压、高频以及其他有可能损害人体的辐射部分应安装屏蔽装置。

- C.1.5.10 外露的齿轮、皮带轮等应有可靠的防护装置。
- C.1.5.11 液压或气压系统应有压力指示仪表及调节压力的安全装置。
- C.1.5.12 设备及其附属装置上应装有为操作和安全所必须的标牌和标记。

C.2 检验

C.2.1 检验条件

- a) 真空室内为空载(即不安装被镀件,也不进行沉积),但不得拆去设备正常工作应安装的沉积源;
- b) 允许在检验前或在检验过程中,用设备本身配有的加热装置对真空室进行加热;
- c) 真空测量规管应装在真空室壁上或最靠近真空室的管道上,真空测量规管应为合格品;
- d) 所用真空计应为计量部门标检合格并在有效期内;
- e) 真空室内各旋转密封部分应处于运动状态。

C.2.2 检验方法

- a) 极限压力的测定 在对真空室连续抽气 24 h 之内,测定其压力的最低值,定为该设备的极限压力。当压力值有波动时,应以真空计测量的最高值为极限压力值。
- b) 抽气时间的测定 设备在连续抽气条件下,在真空室内达到极限压力之后,截止对真空室抽气,打开真空室,15 min 后再关闭真空室,并对其再次抽气至表 C1 规定的压力值所需的时间,定为该设备的抽气时间。
- c) 压升率的测定 设备在连续抽气 24 h 之内,使真空室内达到极限压力后,关闭与真空室相连的真空阀,待真空室压力上升到 P_1 (1 Pa) 时,开始计时,经 1 h 后记录 P_2 ,然后按下式计算压升率:

$$\Delta P = \frac{P_2 - P_1}{t}$$

因为 $t=1$ h,所以 $\Delta P=P_2-P_1$,单位为 Pa/h。

C.2.3 其他技术要求的测定

- C.2.3.1 其他技术要求的测定,按设计要求,在设备正常工作情况下进行。
- C.2.3.2 测定其他技术要求时所用的仪器、仪表必须经计量部门标检合格并在有效期内。

C.3 检验规则

- C.3.1 每台设备必须经制造厂检验部门检验合格后方能出厂,并附有产品质量合格证。
- C.3.2 设备的检验分为型式检验和出厂检验。
- C.3.3 在下列情况下进行型式检验:
 - a) 试制的新产品;
 - b) 产品在设计、工艺或所用材料有重大变更时;
 - c) 同类产品的鉴定和评比定级时。

C.3.4 型式检验项目为 C.1.2.1 及 GB/T 11164 中 4.4.4、4.4.6、4.5 中包含的全部内容。

C.3.5 出厂检验

出厂检验应逐台进行,其检验项目为 C.1.2.1 及 GB/T 11164—1999 中的 4.4.4、4.4.6、4.5.1、4.5.2、4.5.7、4.5.8、4.5.10、4.5.11。

C.4 标志、包装、运输、贮存

- C.4.1 每台设备及其附属装置应在明显部位设有产品标牌,产品标牌应注明:

- a) 制造厂名称；
- b) 产品型号及名称；
- c) 产品主要技术指标；
- d) 出厂年月及出厂编号。

C.4.2 每台设备出厂应随带下列文件：

- a) 产品合格证；
- b) 装箱单；
- c) 产品使用说明书；
- d) 按发货合同的规定，提供有关的镀制工艺文件。

C.4.3 包装

C.4.3.1 设备包装前应对未做防锈处理的金属表面涂以防锈漆。

C.4.3.2 设备包装应符合 GB/T 13384 的规定。

C.4.3.3 包装箱应有起吊、怕湿、重心点、防止倾倒等贮运标志，这些标志应符合 GB 191 的规定。

C.4.4 设备的运输方式和运输中所采取的措施，必须保证设备及其包装不发生损伤；设备在运输过程中，有可能松散的零部件应有防松、垫、托等措施；运输中应有防止设备受到日晒、雨淋和剧烈震动的措施。

C.4.5 设备应妥善存放，避免发生锈蚀和损伤。

附 录 D
(规范性附录)
膜厚度测量方法

D.1 球痕法

D.1.1 球痕法原理概述

球痕法属断面观察法。它通过一个添加适量研磨膏的旋转钢球,在待测件非工作部位表面(与工作部位膜层厚度理论上一致)研磨出一个作观察和测量用的凹坑。钢球与膜层表面及基体的接触部分是两个同心圆,利用工具显微镜测出球痕直径,按以下公式计算出膜层厚度。图 D.1 为球面凹坑的断面图。

$$\begin{aligned}\delta &= \sqrt{R^2 - (L_2/2)^2} - \sqrt{R^2 - (L_1/2)^2} \\ &= [L_1^2 - L_2^2]/4 \left(\sqrt{R^2 - (L_2/2)^2} + \sqrt{R^2 - (L_1/2)^2} \right)\end{aligned}$$

当 $R \gg L_2/2, R \gg L_1/2$ 时,

$$\delta \approx [L_1^2 - L_2^2]/8R$$

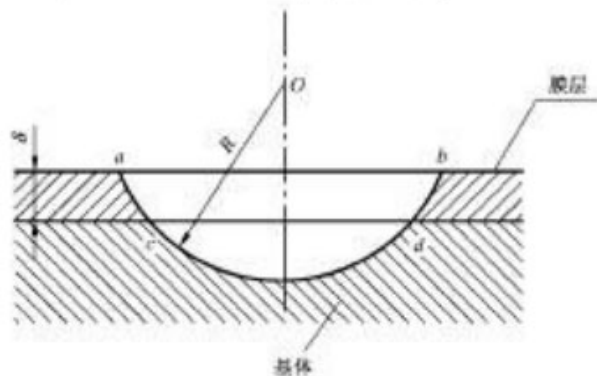
式中:

δ ——膜层厚度,单位为微米(μm);

R ——钢球半径,单位为微米(μm);

L_1 ——研磨后膜层表面形成的凹坑直径 ab 段,单位为微米(μm);

L_2 ——研磨后基体表面形成的凹坑直径 cd 段,单位为微米(μm);



注: 复合膜的断面图是几组同心圆,每一组圆环代表相应的膜层,以上公式同样适用。

图 D.1 球面凹坑的断面图

D.1.2 影响测量精度的因素

D.1.2.1 若试件的基体表面粗糙度 $Ra > 0.8 \mu\text{m}$,则会影响球痕直径的测量精度;

D.1.2.2 待测部位的法线应通过钢球的中心,如有偏差,测得的膜层厚度大于真实厚度;

D.1.2.3 待测部位是平面时,磨出的球冠应是圆形的,应从不同角度测量球冠的直径,取算术平均值按公式计算出膜层厚度;

D.1.2.4 待测部位是曲面时,磨出的球冠是椭圆形的,应从长轴方向测量球冠的直径;

D.1.2.5 测量球冠的直径时,工具显微镜载物台应朝一个方向移动,以便消除回程间隙;

D.1.2.6 测量球冠的直径时,标尺应始终位于圆(椭圆)的切线方向,以减小测量误差。

D.1.3 误差

本方法属于非破坏性膜厚测量,主要适用于进行硬质膜处理的厂家;

本方法与用扫描电子显微镜测量膜厚的方法相比,当 $2\text{ }\mu\text{m} \leq \delta \leq 6\text{ }\mu\text{m}$ 时,误差一般在 $\pm 5\%$ 以内;当 $\delta \leq 1\text{ }\mu\text{m}$ 或 $\delta \geq 10\text{ }\mu\text{m}$ 时,误差一般在 $\pm 10\%$ 以内。

D.2 球面法

D.2.1 原理

如图 D.2 所示,以适当方法将均匀沉积有薄膜的滚动轴承钢球摩擦掉一球冠,然后测量新生平面,即它与薄膜和基体表面形成的二个截圆的尺寸,再由球的公称直径计算出薄膜厚度。

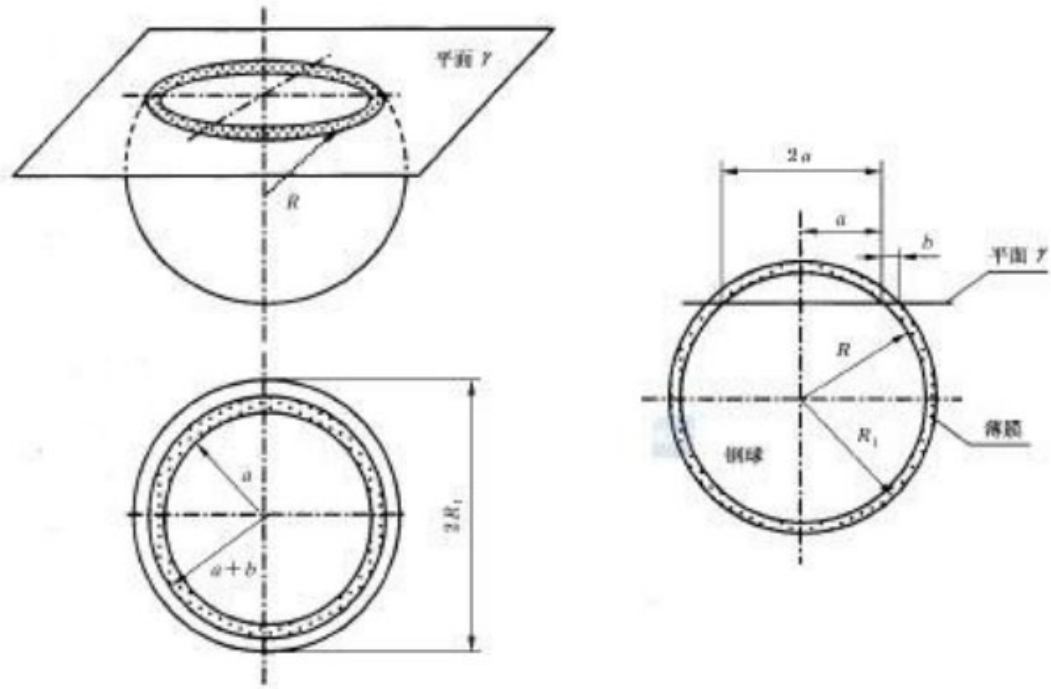


图 D.2 球面法薄膜厚度测定示意图

根据图 D.2 的几何图形可知:

$$R_1^2 = (a + b)^2 + (R^2 - a^2) = b^2 + 2ab + R^2 \quad \text{即 } R_1 = \sqrt{b^2 + 2ab + R^2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$R_1 - R = \sqrt{b^2 + 2ab + R^2} - R \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

a ——磨痕半径(低倍显微镜测量值),单位为微米(μm);

b ——薄膜截面的宽度(高倍显微镜测量值),单位为微米(μm);

R_1 ——沉积薄膜后球的半径(无法直接准确测量),单位为微米(μm);

R ——沉积薄膜前球的半径(标准尺寸,可准确测量),单位为微米(μm);

$R_1 - R$ ——沉积薄膜前后球的半径差即薄膜厚度,单位为微米(μm);

测出 a 、 b 和 R 后即可计算出沉积薄膜的实际厚度($R_1 - R$)。

D.2.2 试验方法

用已知标准尺寸的滚动轴承钢球进行沉积薄膜处理,(可置于电镀、PVD、PCVD 等条件下与工件一道经历各个工艺过程),然后装入滑动摩擦试验机,用一硬质光滑平面作为对偶件与沉积有薄膜的球面某点接触并施以适当正压力,进行滑动摩擦,视薄膜的硬度和性能不同可加入金刚石研磨膏、水或用适当牌号的金相砂纸粘贴在硬质光滑平面上作为对偶件。对偶件在研磨剂、负荷、速度等因素的共同作用下,使钢球上磨去一个球冠,用显微镜测量新生平面与薄膜外表面以及基体表面形成的截圆尺寸,再根据已知钢球尺寸,计算出薄膜的厚度。

D.2.3 示例

图 D.3 所示为薄膜涂层厚度测量的球面法的应用示例。

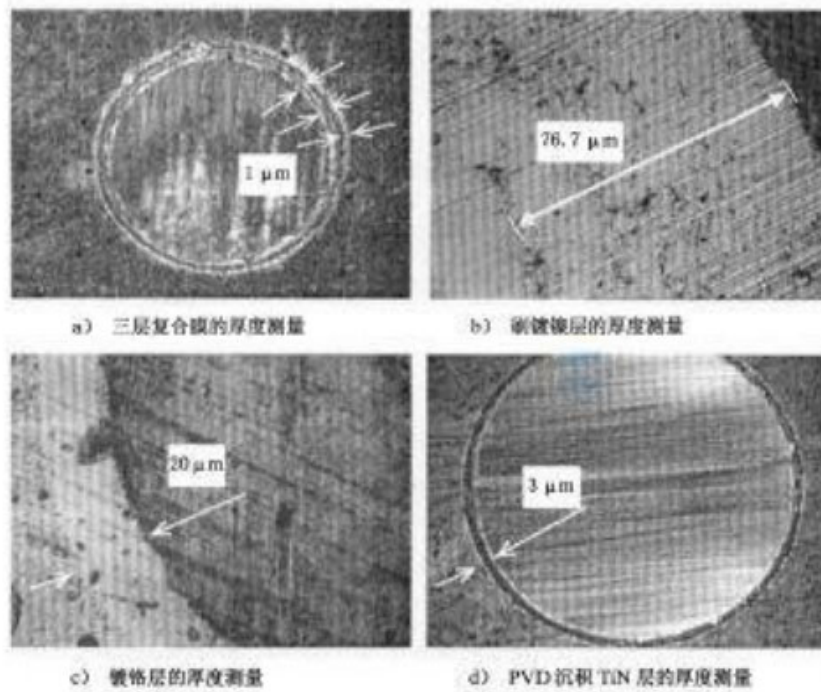


图 D.3 薄膜涂层厚度测量示例

附 录 E
(规范性附录)

物理气相沉积 TiN 薄膜防腐能力试验方法

E.1 盐雾腐蚀试验

E.1.1 试样

E.1.1.1 试样尺寸:55 mm×55 mm×(2~3)mm。根据耐腐蚀要求,供需双方商定试验材料。

E.1.1.2 试样按附录 A 要求进行前处理,然后采用同实用产品相同的物理气相沉积方法和条件施镀。

E.1.1.3 根据需要也可用零部件实物做为试样。

E.1.2 实验设备及要求

E.1.2.1 用于制造试验设备的材料必须耐盐雾腐蚀和不影响试验结果。

E.1.2.2 试验箱(室)容积应大于 0.2 m³,并能提供均恒的试验条件。

E.1.2.3 试验箱(室)中工作空间的条件应符合 E.1.4.1 和 E.1.4.2 要求。

E.1.2.4 盐雾不能直接喷射到试样物品上。

E.1.2.5 试验箱(室)内顶部、侧壁及其他部位的冷凝液不得滴落在试验样品上。

E.1.2.6 试验箱(室)内外气压必须平衡。

E.1.3 试验溶液

E.1.3.1 试验溶液采用氯化钠(化学纯)和蒸馏水或去离子水配制,溶液浓度为(5±0.1)%(重量百分比)。

E.1.3.2 试验溶液的 pH 值在 6.5~7.2 之间(25℃),配制试验溶液时可采用化学纯稀盐酸或氢氧化钠的溶液来调整 pH 值,但其浓度应符合 E.1.3.1 的要求。

E.1.4 试验条件

E.1.4.1 试验箱(室)工作空间内温度为(35±2)℃。

E.1.4.2 在试验箱(室)内任一位置用面积为 80 cm² 的漏斗收集的连续喷雾 16 h 的盐雾沉积量,应为平均每小时收到(1.0~2.0)mL 溶液。

E.1.4.3 采用连续喷雾,根据不同产品的要求可商定具体试验时间。不锈钢基体上沉积 TiN 耐盐雾腐蚀时间应大于 500 h。铜基、锌基合金基材采用 Cr 或 Ni 等中间层后再沉积 TiN,耐盐雾腐蚀时间应超过 96 h。

E.1.4.4 试样放在盐雾箱(室)内,应被试面朝上,被试面与垂直方向成 15°~30°倾斜,并尽可能呈 20°。对不规则试样也应尽可能接近上述规定,以利于盐雾自由沉降在被试表面上。

E.1.4.5 试样相互之间不得接触,试样间的距离应不影响盐雾自由降落在试样表面上。试样上的液滴也不得落在其他试样上。

E.1.4.6 试样支架用玻璃、塑料等材料制造,悬挂试样的材料不能用金属,可用天然或人造纤维或其他绝缘材料。

E.1.4.7 试验结束后用流水冲洗试样表面盐沉积物,并用冷风吹干。

E.2 恒定湿热试验

E.2.1 试样

要求见 E.1.1。

E.2.2 试验设备及要求

E.2.2.1 试验箱(室)内应装有监控温度、湿度条件的传感器。

E.2.2.2 试验箱(室)空间应大于 0.2 m^3 ,并能提供均恒的试验条件。

E.2.2.3 凝结水应不断排出工作室外,未经纯化处理不得重复使用。

E.2.2.4 试验箱(室)内壁和顶部的凝结水不应滴落到试验样品上。

E.2.3 试验条件

E.2.3.1 工作室温度应保持在 $(49\pm 12)^\circ\text{C}$,相对湿度应保持在 $(93\pm 2)\%$ 的范围内。

E.2.3.2 使用直接与水接触产生湿度的加湿方法时,试验用水的电阻率应保持在不小于 $500\ \Omega\cdot\text{m}$ 。

E.2.3.3 试样放置要求见 E.1.4.4。

E.2.3.4 试样支架材料要求见 E.1.4.6。

E.2.3.5 根据不同产品的要求商定具体试验时间。

E.3 人汗试验

对部分装饰镀,应增加人汗试验,人工汗试验方法可由供需双方商定。

E.4 试验结果评价

E.4.1 试验后的外观;

E.4.2 除去表面腐蚀产物后的外观;

E.4.3 开始出现锈点的时间;

E.4.4 腐蚀锈点的数量及分布。

附录 F
(规范性附录)

物理气相沉积 TiN 薄膜摩擦学性能试验方法

F.0 范围

本附录规定了气相薄膜摩擦学性能试验方法,适用于在试验室用销-盘试验机测量物理气相沉积薄膜在滑动摩擦条件下的摩擦系数、磨损量、磨损系数、耐磨性。

物理气相沉积薄膜的磨粒磨损性能试验见 JB/T 7506 和 JB/T 7705。

F.1 方法概述

经物理气相沉积薄膜处理的盘试样(或销试样)在一定的试验负荷 P 作用下,与对偶件销或盘试样相互形成面接触摩擦副,在试验装置的动力驱动下沿圆形轨迹相对滑动一定行程,物理气相沉积薄膜与对偶件的摩擦产生摩擦力或(摩擦力矩),物理气相沉积薄膜上的摩擦轨迹处产生磨损。根据所测得的摩擦力(或摩擦力矩)和试验负荷,以及磨损量和试验行程计算出物理气相沉积薄膜摩擦学性能相关数据:摩擦系数、平均磨损量、磨损系数、磨损率和耐磨性。

试验中视试验装置的具体情况允许采用盘试样转动或销试样转动方式,见图 F.1。

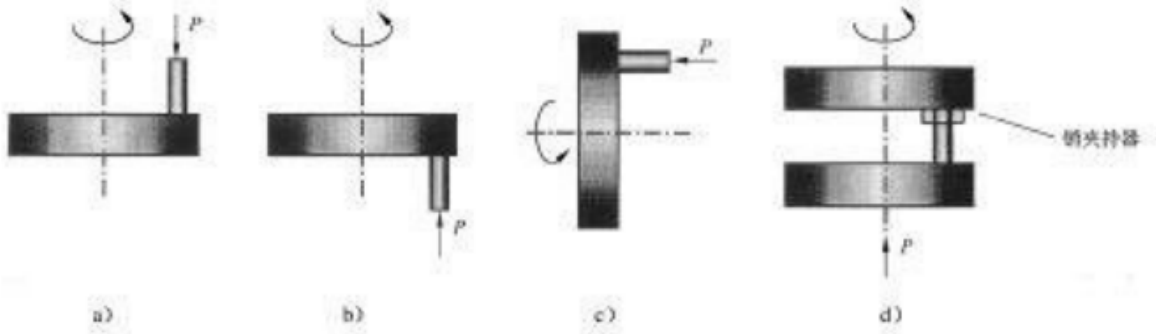


图 F.1 销盘式摩擦磨损试验机结构示意图

F.2 试验装置及主要技术要求

F.2.1 装置

试验装置为销-盘式滑动摩擦磨损试验装置,其试样接触形式及原理示意图见 F.1。本附录不规定具体试验装置型号,要求能实现盘试样或销试样在恒定试验负荷 P 作用下相对于对偶件的稳定匀速转动。

试验负荷 P 的范围:1 N~2 000 N;

试验转速 n 的范围:1 r/min~3 000 r/min。

施加试验负荷后,销试样与盘试样均匀接触,相对滑动时接触平稳,无振动。

试验负荷 P 的波动、试验转速 n 的波动、试验装置转动轴轴向跳动公差和销试样与盘试样的安装公差均应符合所采用试验机的技术要求。

F.2.2 试样

F.2.2.1 盘试样

F.2.2.1.1 材料

如果盘试样是薄膜试样,原则上用于物理气相沉积薄膜基体的材料都可以经物理气相沉积薄膜处

理后,作为盘试样用于摩擦学性能试验。如果将盘试样作为对偶试样,建议采用高速钢材料,或根据实际使用工况来确定。

F.2.2.1.2 热处理状态

如果盘试样上沉积薄膜,可根据被试验的物理气相沉积薄膜对基体热处理状态的实际要求首先对盘试样基体进行热处理,然后再沉积薄膜;如果将盘试样作为对偶件而不经物理气相沉积薄膜处理,一般进行淬火+低温回火处理(高速钢材料改低温回火处理为高温回火处理),硬度为 62 HRC~65 HRC。

F.2.2.1.3 表面粗糙度

如果盘试样上沉积薄膜,盘试样基体的表面粗糙度可根据被试验的物理气相沉积薄膜对基体表面粗糙度的实际要求执行。如果将盘试样作为对偶件而不经物理气相沉积薄膜处理,其表面粗糙度值 Ra 一般应小于 $0.3\ \mu\text{m}$;除研究表面粗糙度对物理气相沉积层摩擦学性能影响的情况外,一般要求盘试样的表面粗糙度均匀一致。

F.2.2.1.4 几何尺寸

本附录对盘试样几何尺寸无规定,只需满足试验装置要求,易加工处理即可。

F.2.2.2 销试样

F.2.2.2.1 几何形状与尺寸

本附录允许采用端面为平面的圆柱形销试样(图 F.2)、端面为球面的圆柱形销试样(图 F.3),或滚动轴承钢球替代销试样(图 F.4)。

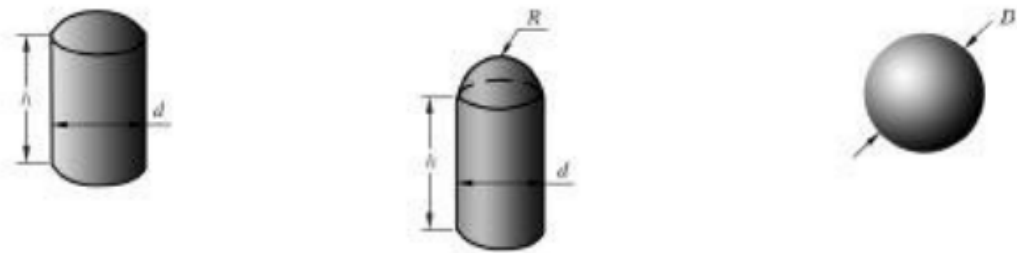


图 F.2 端面为平面的圆柱形销 图 F.3 端面为球面的圆柱形销 图 F.4 滚动轴承钢球替代销试样

本附录对销试样几何尺寸无强制要求,销试样的高度(h)视试验装置的要求而定。端面为平面的圆柱形销的直径(d),端面为球面的圆柱形销的球面半径(R)以及钢球试样的直径(D),要根据试验负荷以及所要求的试验压力“ p ”的大小来选择(p 为单位面积上的载荷, N/mm^2)。

在对不同物理气相沉积薄膜摩擦学性能之间进行的比较试验中,要求采用的销试样具有相同的几何形状、几何尺寸和表面粗糙度。

F.2.2.2.2 材料

如果销试样上沉积薄膜,原则上可用作物理气相沉积薄膜基体的材料都可以经物理气相沉积薄膜处理后,作为销试样用于摩擦学性能试验。如果将销试样作为对偶件而不经物理气相沉积薄膜处理,建议采用滚动轴承钢球,或根据实际使用工况来确定。

F.2.2.2.3 热处理状态

如果销试样上沉积薄膜,可根据被试验的物理气相沉积薄膜对基体热处理状态的实际要求首先对销试样基体进行热处理,然后再沉积薄膜。如果将销试样作为对偶件而不经物理气相沉积薄膜处理,当采用滚动轴承钢球替代销试样时,其热处理状态即为滚动轴承钢球供货热处理状态;当采用别的钢材时,一般进行淬火+低温(或高温)回火处理,硬度为 62 HRC~65 HRC。

F.2.2.2.4 表面粗糙度

如果销试样上沉积薄膜,销试样基体的表面粗糙度可根据被测试的物理气相沉积薄膜对基体表面粗糙度的实际要求执行。如果将销试样作为对偶件而不经物理气相沉积薄膜处理,其表面粗糙度值 Ra

一般应小于 $0.3\ \mu\text{m}$ 。

F.2.3 润滑介质

试验过程可以在以空气作为润滑介质的干摩擦状态下进行,也可以在其他润滑介质中进行。使用其他润滑介质有:蒸馏水、人造海水、各种润滑油、溶剂等等。也可根据物理气相沉积薄膜的应用工况选用其他液态介质。在针对特定工况的试验中,所用的液态润滑介质可以是如工况条件下被污染了的,也可能是被有意加入了某种或数种磨料的。

在除干摩擦以外的其他试验条件下,销试样和盘试样的摩擦表面一般都浸泡在液态润滑介质中。

F.2.4 辅助测量仪器

F.2.4.1 摩擦力测量仪器

采用试验装置装备的或专门配置的拉力传感器或压力传感器,以及其他仪器测量滑动试验时销试样与盘试样接触表面之间产生的与相对滑动方向相反的摩擦力,用以计算摩擦系数。

F.2.4.2 摩擦扭矩测量仪器

采用试验装置装备的或专门配置的扭矩传感器测量滑动试验时销试样与盘试样接触表面之间产生的摩擦力所形成的与主轴转动方向相反的摩擦力矩,用以计算摩擦系数。

F.2.4.3 磨损量测量仪器

本附录对磨损量测量仪器不作规定,各种用于在线连续重量磨损、线性磨损测量的仪器或用于间断静态测量重量、体积、面积、长度变化的测量仪器都可以用于磨损量测量。

F.2.5 测试程序

测试程序应能达到以下要求:

- a) 连续测定摩擦系数随试验时间的变化曲线;
- b) 试验后的磨损量值大于所选用的磨损量测量仪器的精度值;否则应延长试验周期。

本附录对试验程序中各种试验参数的选择,例如,试验负荷,试验周期,试验转速等均不作要求。表 F.1 所列试验参数仅供参考。

表 F.1

试验参数	试验负荷/ N	平均接触压力/ MPa	试验转速/ (r/min)	平均滑动速度/ (mm/s)	试验周期/ min
取值范围	5~1 000	2~200	1~2 000	10~2 000	0.1~1 000

建议对任何一种物理气相沉积薄膜试样应在同一试验参数下至少重复测试 2~3 次。

F.3 数据处理和报告

F.3.1 摩擦系数

取各次重复试验时摩擦系数随时间变化曲线中稳定阶段的摩擦系数值,进行算术平均,作为平均摩擦系数。

若摩擦系数随时间的变化曲线始终波动较大,无法提取稳定的摩擦系数值,则报告各次摩擦系数随时间的变化曲线。

F.3.2 磨损量

- a) 重量磨损量,取各次重复试验前后试样重量的变化量,进行算术平均,作为平均重量磨损量 W_m 。
- b) 体积磨损量,取各次重复试验前后试样体积的变化量,进行算术平均,作为平均体积磨损量 W_v 。
- c) 面积磨损量,取各次重复试验后,试样磨痕垂直截面积,进行算术平均,作为平均面积磨损量 W_q 。

d) 线性磨损量,取各次重复试验前后试样沿试验负荷轴线方向长度的变化,进行算术平均,作为平均线性磨损量 W_l 。

F.3.3 磨损系数

根据平均体积磨损量 $W_v(\text{m}^3)$ 、摩擦副中较软材料的屈服极限 $\sigma_s(\text{N} \cdot \text{m}^{-2})$ 、试验负荷 $P(\text{N})$ 和滑动距离 $S(\text{m})$,计算磨损系数 K_w :

$$K_w = \frac{W_v \times \sigma_s}{P \times S}$$

F.3.4 磨损率

根据平均磨损量 W_v 、 W_m 和滑动距离 S ,计算行程磨损率 W_v/S 或 W_m/S ;根据平均磨损量 W_v 、 W_m 和试验时间 t ,计算时间磨损率 W_v/t 或 W_m/t 。

F.3.5 耐磨性

根据平均磨损量 W_v 、 W_m ,计算耐磨性 $1/W_v$ 、 $1/W_m$ 。

F.3.6 报告内容

试验结果报告内容如表 F.2 所示。

表 F.2

试验机名称				
盘试样材质及处理状态	材 质	处理状态	表面粗糙度	相对位置
销试样材质及处理状态	材 质	处理状态	表面粗糙度	相对位置
润滑介质	名 称	牌 号	黏度指数	用量/次
试验参数	试验负荷/N	接触压力/MPa	试验转速/(r/min)	试验行程/m
试 验 结 果				
摩擦系数				
磨损量 W_m 或 W_v 或 W_q 或 W_l	销 试 样		盘 试 样	
磨损系数				
磨损率				
耐磨性				
备 注	试验日期		试验者	



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
物理气相沉积 TiN 薄膜技术条件
GB/T 18682—2002

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzcbs.com>

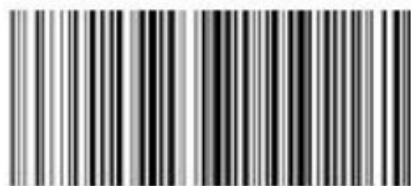
电话:63787337、63787447

2002年8月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号:155066·1-18611

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18682-2002