

ICS 25.220

CCS A 29

T/GVS

团 体 标 准

T/GVS 009—2022

注塑模具表面纳米硬质 PVD 涂层评价规范

Evaluation specification for PVD hard nano-coating on injection mold surface

2022 - 08 - 26 发布

2022 - 08 - 26 实施

广东省真空学会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 评价对象	1
5 质量要求	1
5.1 成分及组织结构	2
5.2 性能	2
6 检测方法	2
6.1 试样准备	2
6.2 化学成分	2
6.3 结构	2
6.4 厚度	2
6.5 硬度	2
6.6 结合力	3
6.7 耐腐蚀性	3
7 评价记录与报告	3
附录 A (资料性) 评价记录格式	4
附录 B (资料性) 评价报告格式	5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东工业大学提出。

本文件由广东省真空学会归口。

本文件起草单位：广东工业大学、季华实验室、广东美的暖通设备有限公司、佛山科学技术学院、清远市粤博科技有限公司。

本文件主要起草人：陈汪林、李苏洋、胡强、卫红、李跃飞、张立平、张华冠、马丽华、郭军、肖辉。

本文件为首次发布。

注塑模具表面纳米硬质 PVD 涂层评价规范

1 范围

本文件规定了注塑模具表面纳米硬质PVD涂层评价规范的术语和定义、评价对象、质量要求、检测方法、评价记录与报告。

本文件适用于注塑模具表面纳米硬质PVD涂层的成分及组织结构、性能等质量评价与检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 15074 电子探针定量分析方法通则

GB/T 16840.6 电气火灾痕迹物证技术鉴定方法 第6部分：SEM微观形貌分析法

GB/T 22458 仪器化纳米压入试验方法通则

GB/T 30067 金相学术语

GB/T 31563 金属覆盖层 厚度测量 扫描电镜法

JB/T 8554 气相沉积薄膜与基体附着力的划痕试验法

JC/T 2174 精细陶瓷涂层结合性能试验方法 洛氏压痕法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

二次电子

样品中原子的外层电子受入射电子的激发而发射到样品以外的非弹性散射电子，通常用于观察样品的形貌特征。

3.2

二次电子形貌像

收集二次电子后的成像。

3.3

EDS 能谱仪

用于对材料微区成分元素与含量进行分析的仪器。

3.4

纳米复合结构

由纳米晶镶嵌非晶基体组成的混合结构。

3.5

纳米多层结构

由两种不同成分物质交替排列而成的结构，每层厚度介于1 nm~100 nm。

4 评价对象

成分、结构及性能评价的对象是注塑模具钢表面涂层试验片，以该试验片的成分、结构及性能评价结果来表征涂覆在注塑模具表面纳米硬质PVD涂层的成分、结构和性能。

5 质量要求

5.1 成分及组织结构

注塑模具涂层主要为CrN基涂层，包括：CrN、AlCrN、CrSiN、CrN/AlCrN等。涂层成分及组织结构应符合表1要求。

表1 涂层成分及组织结构要求

项目	CrN	Al _{1-x} Cr _x N	Cr _{1-x} Si _x N	CrN/AlCrN
化学成分 (原子百分比)	Cr:45%~50% N:50%~55%	Al:10%~55% Cr:10%~55% N:45%~55%	Cr:37%~52% Si:3%~8% N:45%~55%	Al:10%~55% Cr:10%~55% N:45%~55%
结构	单层	单层	纳米复合	纳米多层
厚度, μm	5~10	5~10	5~10	5~10

5.2 性能

涂层性能应符合表2要求。

表2 涂层性能要求

项目	CrN	Al _{1-x} Cr _x N	Cr _{1-x} Si _x N	CrN/AlCrN
结合力	HF1	HF1	HF1	HF1
显微硬度, GPa	≥18	≥30	≥25	≥30
耐腐蚀性(即最小浸没时间 t ₀) ^a , h	≥10	≥10	≥10	≥10
^a 把涂层与基体界面腐蚀区总长度与涂层样品边长的比值定义为η, η≥5%时定义为涂层失效, 此时对应的时间被定义为最小浸没时间 t ₀ 。				

6 检测方法

6.1 试样准备

试验片尺寸范围(长×宽×高)为(15 mm×15 mm×5 mm)~(50 mm×50 mm×5 mm), 材质为P20模具钢或H13钢, 硬度为HRC 38~40。应对试验片预先抛光至镜面, 并经过酒精超声波清洗去除油污和杂质。

6.2 化学成分

按GB/T 15074规定进行, 采用电子探针(EPMA)对涂层表面成分进行测试, 从而获取涂层中各元素含量。采用随机取点方式, 使每点间距至少100 μm, 每个涂层样品至少取5个点, 然后求平均值, 此平均值作为涂层的化学成分结果。

6.3 结构

按GB/T 16840.6规定进行, 采用扫描电镜(SEM)对腐蚀前后涂层样品表面和横截面界面结构进行观察, 包括涂层表面形态特征、界面结合行为、腐蚀区分布与尺寸等。

6.4 厚度

按GB/T 31563规定进行, 制备横界面样品, 然后采用扫描电镜(SEM)对涂层横截面进行观察, 并对涂层厚度进行检测。采用随机取点方式, 使每点间距至少100 μm, 每个涂层样品至少取5个点, 然后求平均值, 以该平均值作为涂层厚度结果。

6.5 硬度

采用纳米压痕仪对PVD涂层表面硬度进行测试，从而获取涂层硬度。试验片的准备、压痕仪的校准及测量步骤等均按GB/T 22458规定进行。

6.6 结合力

按JC/T 2174或JB/T 8554规定进行，使用洛氏硬度计以1471.5 N (150 kgf) 的载荷，按照测试硬度的步骤，在试验片表面进行压痕试验，通过光学显微镜以100倍观察压痕的形貌，判断涂层结合力的等级。

6.7 耐腐蚀性

6.7.1 用蒸馏水与浓盐酸按照 9:1 比例配置 10 vol.% HCl 水溶液，混匀静止。

6.7.2 将涂层样品浸没在 10 vol.% HCl 水溶液中，按照 2n 小时（n 为自然数）规律取样，然后超声清洗、吹干。

6.7.3 参照 GB/T 30067 中规定的金相试样镶嵌方法，使涂层表面垂直于碾磨面。先后采用 320#、800#、1500#和 3000#水磨 SiC 砂纸对镶样进行碾磨。然后采用 0.5 μm 金刚石抛光膏对碾磨样品进行精抛光。

6.7.4 采用扫描电镜（SEM）对涂层与基体界面结构进行观察，并在 1500 倍下对涂层与基体界面腐蚀区进行拍照，测量腐蚀区长度。腐蚀涂层样品中涂层与基体界面腐蚀区总长度记为 L_{sum} ，观察面边长为 L_0 。界面腐蚀区长度比 $\eta = L_{sum}/L_0 \times 100\%$ 。

6.7.5 对 $\eta \geq 5\%$ 定义为涂层失效，并记录相对应的浸没时间 t_0 ， t_0 被定义为最小浸没时间。 t_0 值越大意味着该涂层耐腐蚀性能越好。同时，当涂层被认定为失效时即可终止实验。

7 评价记录与报告

对评价过程的记录格式参见附录A。

评价报告内容应包括客户名称、客户地址、模具名称、涂层类型、出厂编号、生产厂商、测试日期、环境温度、环境湿度、测试地点、测试工程师、评价结果等。评价报告格式参见附录B。

附录 A
(资料性)
评价记录格式

图A.1给出了注塑模具表面纳米硬质PVD涂层评价记录格式。

注塑模具表面纳米硬质PVD涂层评价记录							
客户名称							
客户地址							
模具名称							
涂层类型							
出厂编号		生产厂商					
测试日期		环境温度		环境湿度			
测试地点							
测试工程师							
评价记录							
项目		记录1	记录2	记录3	记录4	记录5	平均值
化学成分 (原子百分比)							
结构							
厚度 (μm)							
结合力等级							
显微硬度 (GPa)							
耐 腐 蚀 性	最小浸没时间 t_0 (h)						
	评价结论						
	情况备注						

图A.1 注塑模具表面纳米硬质 PVD 涂层评价记录格式

附 录 B
(资料性)
评价报告格式

图B.1给出了注塑模具表面纳米硬质PVD涂层评价报告格式。

注塑模具表面纳米硬质PVD涂层评价报告				
客户名称				
客户地址				
模具名称				
涂层类型				
出厂编号		生产厂商		
测试日期		环境温度		环境湿度
测试地点				
测试工程师				
评价结果				
项目	实测值	标准值	单项判定	
化学成分(原子百分比)				
结构				
厚度(μm)				
结合力等级				
显微硬度(GPa)				
耐腐蚀性(即最小浸没时间 t_0 , h)				
评价结论				

图B.1 注塑模具表面纳米硬质 PVD 涂层评价报告格式