



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101274493 B

(45) 授权公告日 2011. 11. 30

(21) 申请号 200810005356. 9

(22) 申请日 2008. 02. 01

(30) 优先权数据

0700251-2 2007. 02. 01 SE

(73) 专利权人 山高刀具公司

地址 瑞典法格什塔

(72) 发明人 萨卡里·鲁皮

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限
责任公司 11219

代理人 田军锋 王爱华

(56) 对比文件

EP 0753603 B1, 2000. 01. 12, 第 7 - 8 段、第
12 段.

CN 1456703 A, 2003. 11. 19, 权利要求第 1 -
11 项.

A. Osada, E. Nakamura, H. Homma, T. Hayahi
and T. Oshika. Wear mechanism of thermally
transformed CVD Al₂O₃ layer. International
Journal of Refractory Metals and Hard
Materials 24 5. 2006, 24(5), 第 387-391 页.

审查员 孟杰

(51) Int. Cl.

B32B 7/02 (2006. 01)

B32B 33/00 (2006. 01)

B32B 9/00 (2006. 01)

C22C 29/02 (2006. 01)

C23C 16/06 (2006. 01)

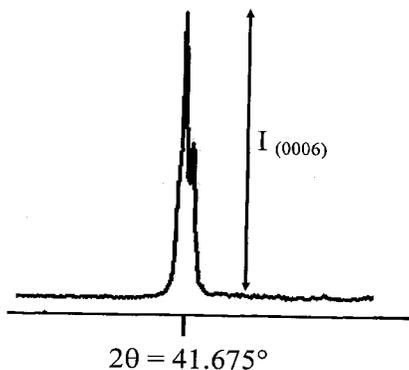
权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 6 页

(54) 发明名称

织构强化的 α -氧化铝涂层工具

(57) 摘要

本发明涉及被用于金属加工的一种涂层切削工具刀片和一种织构强化的 α -Al₂O₃层。氧化铝层的特征在于改善的韧性, 并且它附着在基底上, 覆盖其全部的功能零件。涂层由一个或多个耐火层组成, 其中至少一层是厚度范围从 2 到 20 微米的织构强化的 α -Al₂O₃层, 所述织构强化的 α -Al₂O₃层由长宽比为 2 到 12 的柱状晶粒组成。该 α -Al₂O₃展示出强 (0006) 衍射峰。当对于 (0006) 反射的织构系数大于 $1.33 \ln h+2$ 时, 其中 h 是 α -Al₂O₃层的厚度, 并且当 α -Al₂O₃层的表面被湿喷砂至 Ra 值 < 1 微米时, 可以获得改善的耐磨性和韧性。具有强 (0001) 织构的氧化铝层被应用在富粘结相的硬质合金基底上。该组合有助于增强的耐磨性和韧性。



1. 一种切削工具刀片,包括硬质合金主体和涂层,其特征在于,

所述硬质合金主体包括:WC;4-12wt-%的Co;以及5-10wt-%的金属的立方碳化物,所述金属来自元素周期表的IVb、Vb和VIb族,具有0.79-0.90的S值以及9-18kA/m的矫顽磁性,所述硬质合金主体的至少一个表面包括富粘结相的表面区域,所述富粘结相的表面区域的厚度为5-50微米,在邻近涂层处基本上不含有立方碳化物,其中至少一层是厚度为1-20微米的形核 α -Al₂O₃层,所述 α -Al₂O₃层由长宽比为2到12的柱状晶粒组成,从而所述 α -Al₂O₃层具有织构系数TC(0006)

$$TC(0006) \geq 1.331nh+2$$

其中,h是以微米为单位的所述 α -Al₂O₃层的厚度,并且TC(0006)由下式定义:

$$TC(hkil) = \frac{I(hkil)}{I_0(hkil)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkil)}{I_0(hkil)} \right]^{-1}$$

其中

I(hkil) = (hkil) 反射的测量强度

I₀(hkil) = 根据JCPDS卡号46-1212的标准强度

n = 计算中使用的反射的数目

使用的(hkil)反射是:(10 $\bar{1}2$)、(10 $\bar{1}4$)、(11 $\bar{2}0$)、(0006)、(11 $\bar{2}3$)和(11 $\bar{2}6$),

所述涂层包括与所述主体相邻的第一层,所述第一层是CVD Ti(C, N)、CVD TiN、CVD TiC、CVD HfN、MTCVD Ti(C, N)、MTCVD Ti(C, O, N)、MTCVD Zr(C, N)、MTCVD Zr(C, O, N)、MTCVD Ti(B, C, N)、MTCVD(Ti, Al)(C, O, N)或其组合,并且所述织构强化的 α -Al₂O₃层与所述第一层邻近。

2. 根据权利要求1所述的切削工具刀片,其特征在于,厚度为5-30微米的富粘结相的表面区域在邻近涂层处基本上不含有立方碳化物,其中至少一层是厚度为4-15微米的 α -Al₂O₃层,所述 α -Al₂O₃层由长宽比为2到12并且TC(0006) \geq 5的柱状晶粒组成。

3. 根据权利要求1所述的切削工具刀片,其特征在于,厚度为5-30微米的富粘结相的表面区域在邻近涂层处基本上不含有立方碳化物,其中至少一层是厚度小于4微米的 α -Al₂O₃层,所述 α -Al₂O₃层由长宽比为2到10并且TC(0006) \geq 4的柱状晶粒组成。

4. 根据任意前述权利要求所述的切削工具刀片,其特征在于,所述 α -Al₂O₃层是最上层,并且所述 α -Al₂O₃层的R_a值小于1.0微米。

5. 根据权利要求1-3中的任意项所述的切削工具刀片,其特征在于,Ti、Zr和Hf中的一种或多种的碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层位于所述 α -Al₂O₃层上,所述碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层的厚度为0.5到3微米。

6. 根据权利要求5所述的切削工具刀片,其特征在于,所述碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层是最上层,并且所述碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层的R_a值小于1.0微米。

7. 根据权利要求1所述的切削工具刀片,其特征在于如下的成分:6-9wt-%的钴和6.5-9.5wt-%的所述金属的立方碳化物,所述金属来自所述元素周期表的IVb、Vb和VIb族,其中最上层是4-7微米厚、湿喷砂的 α -Al₂O₃层, α -Al₂O₃层的表面粗糙度R_a < 1微米,所述 α -Al₂O₃层由长宽比为2到15并且TC(0006) \geq 4.5的柱状晶粒组成,所述涂层还包

括与硬质合金基底相邻的第一层,所述第一层由以下物质组成: CVD Ti(C, N)、CVD TiN、CVD TiC、MTCVD Ti(C, N)、MTCVD Ti(C, O, N)、MTCVD(Ti, Al)(C, O, N) 或其组合。

8. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于如下的成分: 4-6wt-% 的钴和 5-10wt-% 的所述金属的立方碳化物,所述金属来自所述元素周期表的 IVb、Vb 和 VIb 族,其中最上层是 6-15 微米厚、湿喷砂的 α -Al₂O₃ 层, α -Al₂O₃ 层的表面粗糙度 $R_a < 1$ 微米,所述 α -Al₂O₃ 层由长宽比为 2 到 20 并且 TC(0006) ≥ 5.0 的柱状晶粒组成,所述涂层还包括与硬质合金基底相邻的第一层,所述第一层由以下物质组成: CVDTi(C, N)、CVD TiN、CVD TiC、MTCVD Ti(C, N)、MTCVD Ti(C, O, N)、MTCVD(Ti, Al)(C, O, N) 或其组合。

9. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述硬质合金主体包括 5-9wt-% 的 Co。

10. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述硬质合金主体包括 7.5-9.5wt-% 的金属的立方碳化物。

11. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述金属为 Ti、Nb 或 Ta。

12. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,矫顽磁性为 10-15kA/m。

13. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述富粘结相的表面区域的厚度为 5-30 微米。

14. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,形核 α -Al₂O₃ 层的厚度为 2-15 微米。

15. 根据权利要求 1 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 1 到 20 微米的 Ti(C, N)。

16. 根据权利要求 15 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 5 到 10 微米的 Ti(C, N)。

17. 根据权利要求 4 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述 α -Al₂O₃ 层的 R_a 值小于 0.7 微米。

18. 根据权利要求 5 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层的厚度为 0.5 到 1.5 微米。

19. 根据权利要求 6 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物的层的 R_a 值小于 0.5 微米。

20. 根据权利要求 7 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 4 到 10 微米的 Ti(C, N)。

21. 根据权利要求 20 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 5 到 7 微米的 Ti(C, N)。

22. 根据权利要求 8 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 4 到 15 微米的 Ti(C, N)。

23. 根据权利要求 22 所述的切削工具刀片,其特征在于,所述第一层是厚度为 5 到 10 微米的 Ti(C, N)。

织构强化的 α -氧化铝涂层工具

技术领域

[0001] 本发明涉及一种涂层的硬质合金刀片,其组合了具有坚韧表面区域的基底和织构强化的 α - Al_2O_3 层,所述涂层的硬质合金刀片在金属切削操作的很多领域中有用,例如车削加工钢材(低合金钢和淬火钢)与铸铁,尤其是在机械约束可能变化很显著的切削应用中广泛使用的球墨铸铁。

背景技术

[0002] 在 20 世纪 90 年代初,采用基于 US 专利 5,137,774 的商业产品,获得了在工业规模中 α - Al_2O_3 多晶型的控制。这个专利后来的变形已经被用来沉积具有优选织构的 α - Al_2O_3 。在 US 5,654,035 中公开了一种具有 $(10\bar{1}2)$ 织构的氧化铝层,在 US 5,980,988 中公开了一种具有 $(11\bar{2}0)$ 织构的氧化铝层。 $(10\bar{1}2)$ 、 $(10\bar{1}4)$ 和 $(11\bar{2}0)$ 织构都被公开在 US 5,863,640。US 6,333,103 描述了控制 α - Al_2O_3 在 $(10\bar{1}(10))$ 面上形核和生长的改进方法。US 6,869,668 描述了用织构改性剂 (ZrCl_4) 在 α - Al_2O_3 中得到强 $(10\bar{1}0)$ 织构的方法。前面讨论的现有技术都使用大于 1000°C 的沉积温度。US 7,094,447 描述了获得显著的 $(10\bar{1}2)$ 织构的技术。US2006/0199026 和 US 2006/0141271 分别公开了产生显著的 $(10\bar{1}4)$ 和 $(11\bar{2}6)$ 织构的增强的沉积技术。然而,作为 (0001) 织构的标识的 (0006) 衍射峰,以前并没有被观察到。US 2007/104945 公开了 (0001) 织构的氧化铝层。比较 $(10\bar{1}2)$ 、 $(10\bar{1}4)$ 和 (0001) 织构的氧化铝层,发现 (0001) 织构要优于其他的织构。

[0003] 在涂层前硬质合金切削刀具刀片的上部,产生坚韧的富粘结相的表面区域的方法通常被称为梯度烧结。存在两种工艺用来产生富粘结相的表面区域:

[0004] (i) 通过在表面附近立方碳化物相的溶解(N-梯度),如 US4,277,283、4,610,931、4,830,930 和 5,106,674。

[0005] (ii) 通过受控制的冷却或脱碳(C-梯度),如 US 5,106,674 和 4,830,930。

发明内容

[0006] 新的规律/规则将会提高金属加工过程中使用冷却润滑剂的成本。这促进了干切削加工。反过来,它将提高对更耐温涂层的硬质合金的需求,并普遍地促使金属切削工业去考虑新的替代方法。下面是在市场的一些最重要的趋势:

[0007] ● 对增长的生产率,需要更高的切削速度。

[0008] ● 对消减的成本和环境状况,需要干切削加工和/或微量润滑(MQL)。

[0009] ● 对更轻的零件和构造,需要难以切削加工的材料,即高强度材料。

[0010] 所有这些趋势对于耐磨性,连同变形抗力和韧性提出了更多的要求。由于 Al_2O_3 的高度的化学稳定性和有利的热力学性质,它是高速金属切削的理想涂层材料。由于前面讨论的市场上的趋势,就凸出了对增强的耐磨性,连同增强的韧性的需要。

[0011] 本发明的目的是提供一种改进的氧化铝涂覆的硬质合金刀具,其具有改善的耐磨

性,连同变形抗力和韧性。

附图说明

[0012] 图 1 显示了来自根据本发明的 α - Al_2O_3 层,使用 CuK_α 辐射在 2θ 为 41.675° 时的 (0006) 衍射峰。

[0013] 图 2a 是具有 N-梯度的硬质合金表面区域的未涂覆的抛光的断面,在 1200X 放大倍数下的光学显微照片。白色相是粘结相,浅灰色的是 WC,深灰色的是立方相。

[0014] 图 2b 是根据本发明的刚沉积的 α - Al_2O_3 层的抛光的断面,在 10000X 放大倍数下,用背散射电子得到的 SEM 显微照片,该 α - Al_2O_3 层沉积在 Ti(C, N) 层上,而该 Ti(C, N) 层沉积在来自图 2a 的基底上。

[0015] 图 3 显示了根据本发明的织构强化的 α - Al_2O_3 层、来自实例 3 的涂层的断面 SEM 显微照片。以箭头指示的是近似平行于涂层表面的 (0001) 面。

[0016] 图 4 所示的分别是来自实例 3 的 (0001) 织构的 α - Al_2O_3 的层 c 和层 d 的 SEM 表面图像。根据本发明的层,图 4a 中的层 c 不是由 (0001) 面终止的,其是图 4b 中根据现有技术的层 d。

[0017] 图 5 所示的是来自实例 4 中 ($2\theta = 25-45^\circ$) 的 α - Al_2O_3 的层 a、b 和 c 的 X 射线衍射 (XRD) 图谱。

[0018] 图 6 所示的是在实例 7 中的切削测试中,未损坏的切削刀的数目 vs. 进刀量 (毫米/转)。

具体实施方式

[0019] 现在已经令人惊讶地发现,与富粘结相的基底结合,可以获得织构强化的效果的充分的优点。当应用在这样的硬质合金上时,(0001) 织构强化的 α - Al_2O_3 明显优于现有技术。(0001) 织构的存在加强了钴富集的效果。另一个令人惊讶的效果是 (0001) 织构明显地减少切削刀的塑性变形的趋势。

[0020] 因此,本发明将具有富粘结相的表面区域的硬质合金和织构强化的 α - Al_2O_3 层结合起来。一个切削刀具刀片由以下几部分组成:

[0021] a) 块体基质

[0022] 根据本发明提供了一种涂层的切削刀具刀片,其有硬质合金主体组成,该硬质合金主体的成分是 4-12wt-%、优选 5-9wt-%、最优选 6-7wt-% 的钴,和 5-10wt-%、优选 7.5-9.5wt-% 的金属的立方碳化物,所述金属来自元素周期表的 IVb、Vb 和 VIb 族,优选 Ti、Nb 和 Ta,以及其余为 WC,优选 83-87wt-% 的 WC。Ta 和 Nb 的重量浓度比率在 1.0 和 3.0 之间,优选在 1.5 和 2 之间。Ti 和 Nb 的重量浓度比率是 0.5-2.0,优选 0.8-1.2。

[0023] 钴粘结相优选与钨很好地熔合在一起。在粘结相中 W 的浓度可以表示成 S 值 = $\sigma/16.1$,其中 σ 是粘结相中以 $\mu\text{Tm}^3\text{kg}^{-1}$ 为单位的磁矩。 S 值依赖于在粘结相钨的含量,并随着钨的含量的减少而增大。因此, $S = 1$ 对应的是纯钴或者碳饱和的粘结剂。进一步需要注意的是, $S = 0.78$ 对应的是这样的粘结相,所述粘结相包含 W, W 的数量对应于 η -相形成的临界线。 S 应该稍微高于临界值 0.78,优选在范围 0.79-0.90 之间,最优选 0.80-0.85。

[0024] WC 的平均晶粒尺寸以矫顽磁性表示为 9-18kA/m,优选 10-15kA/m,最优选

11-13kA/m。

[0025] b) 钴富集

[0026] 在硬质合金块表面区域中,富粘结相层的厚度是5-50微米,优选10-30微米,最优选15-25微米。它的平均粘结相含量是块体的额定粘结相含量的1.2-2.5倍,并且基本上没有立方碳化物。

[0027] c) α - Al_2O_3 层

[0028] 涂层是由一个或多个耐火层组成的,其中至少有一层是织构强化的 α - Al_2O_3 。 α - Al_2O_3 层的厚度范围是1到20微米,优选2-15微米,更优选4-12微米,并且最优选4-7微米。 α - Al_2O_3 层由具有强(0001)织构的柱状晶粒组成。氧化铝晶粒的长宽比是从2到12,优选2到10,和层厚度有关。 α - Al_2O_3 层以用 $\text{Cu K}\alpha$ 辐射时在 $2\theta = 41.675^\circ$ 处(0006)衍射峰为特征。其它普通的衍射峰,例如(10 $\bar{1}$ 2)、(10 $\bar{1}$ 4)、(11 $\bar{2}$ 0)、(11 $\bar{2}$ 3)、(11 $\bar{2}$ 6)和(30 $\bar{3}$ 0)显示出低强度。氧化铝层的织构系数(TC)按照下式确定:

$$[0029] \quad TC(hkil) = \frac{I(hkil)}{I_0(hkil)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkil)}{I_0(hkil)} \right]^{-1} \quad (1)$$

[0030] 其中

[0031] $I(hkil)$ 为(hkil)反射的强度

[0032] $I_0(hkil)$ 为根据JCPDS卡号46-1212的标准强度

[0033] n 为计算中使用的反射的数目

[0034] 使用的(hkil)反射是(10 $\bar{1}$ 2)、(10 $\bar{1}$ 4)、(11 $\bar{2}$ 0)、(0006)、(11 $\bar{2}$ 3)和(11 $\bar{2}$ 6)。

[0035] 因此, $n = 6$ 并且织构系数的最大值是6。

[0036] 从大量的氧化铝层测量出TC(0006)反射的TC值,把得到的值表示为层厚度的函数,后续曲线就可以用实验数据拟合,因此,优选的TC(0006)值可以如下表示:

$$[0037] \quad TC(0006) \geq 1.33 \ln h + 2, h \in [1, 20] \quad (2)$$

[0038] 方程2表示了从具有从大约1微米变化到20微米的厚度 h 的实验层得到的最低TC(0006)。它指出了如果TC(0006)比方程2给出的高,就可以获得更好的性能。例如,当厚度 $h \geq 4$ 微米时,大于4、优选大于5的TC(0006)值是优选的。切削测试清楚地表明当TC(0006) ≥ 5 时就可以获得增强的性能。考虑成核和生长恰当地控制CVD过程,就可以获得这些情况。值得进一步注意的是,正如可以清楚地从方程2中得到那样,再次在合适地控制CVD过程的条件下,CVD层的厚度越大,(0006)峰的强度和TC(0006)一般都越高。TC(0006)大于3、优选大于4,对于小于4微米的相对薄的氧化铝层是可以接受的。织构强化的CVD氧化铝层是在大约0.5-1.0GPa的拉伸残余应力状态下。值得强调的是根据本发明的 α - Al_2O_3 层关注的是刚沉积的 α - Al_2O_3 。

[0039] 通过有光泽的优选黑色的表面涂饰来进一步表征 α - Al_2O_3 层,所述有光泽的优选黑色的表面涂饰可以用 Al_2O_3 浆液通过湿喷砂方式得到。用 R_a 表示的表面粗糙度应该小于1.0微米,优选小于0.7微米,最优选小于0.5微米。

[0040] d) 涂层

[0041] 根据本发明的涂层包括与基底相邻的第一层,所述第一层是CVD Ti(C, N)、CVD TiN、CVD TiC、MTCVD Ti(C, N)、MTCVD Zr(C, N)、MTCVD Ti(B, C, N)、CVD HfN或其组合,优

选是厚度为 1 到 12 微米、优选 5 到 10 微米、最优选 5 到 8 微米的 Ti(C,N)。所述第一层的末端是 0.5 到 1 微米厚的 (Ti,Al)(C,O,N) 粘结层,所述 (Ti,Al)(C,O,N) 粘结层优选具有朝向外表面增加的铝含量。优选在基底和所述第一层间有一个厚度小于 3 微米、优选 0.5-2 微米的 TiN 中间层。

[0042] 在一实施方式中,前面描述的织构强化的 α -Al₂O₃ 是最上层。在另一实施方式中,在前面描述的织构强化的 α -Al₂O₃ 层上,有一层厚度从大约 0.5 到 3 微米,优选 0.5 到 1.5 微米的 Ti、Zr 和 Hf 中的一种或多种的碳化物、氮化物、碳氮化物或羧基氮化物。在这种情况下涂层表面也具有上述 R_a 表示的表面粗糙度。

[0043] e) 优选实施方式

[0044] 在一优选实施方式中切削刀具刀片的成分为:6-9wt-% 钴和 6.5-9.5wt-% 的金属的立方碳化物,所述金属来自元素周期表的 IVB、VB 和 VIB 族,其中最上层是 4-7 微米厚、湿喷砂 (Ra 小于 1 微米) 的 α -Al₂O₃ 层,所述 α -Al₂O₃ 层由长宽比为 2 到 15 并且 TC(0006) \geq 4.5 的柱状晶粒组成。涂层还包括与硬质合金基底相邻的第一层,所述第一层是 CVD Ti(C,N)、CVD TiN、CVD TiC、MTCVD Ti(C,N)、MTCVD Ti(C,O,N)、MTCVD(Ti,Al)(C,O,N) 或其组合,优选是厚度为 4 到 10 微米,优选 5 到 7 微米的 Ti(C,N)。

[0045] 在另一优选实施方式中,切削刀具刀片的成分为:4-6wt-% 钴和 5-10wt-% 的金属的立方碳化物,所述金属来自元素周期表的 IVB、VB 和 VIB 族,其中最上层是 6-15 微米厚、湿喷砂 (Ra 小于 1 微米) 的 α -Al₂O₃ 层,所述 α -Al₂O₃ 层由长宽比为 2 到 20 并且 TC(0006) \geq 5.0 的柱状晶体组成。涂层还包括与硬质合金基底相邻的第一层,所述第一层是 CVD Ti(C,N)、CVD TiN、CVD TiC、MTCVD Ti(C,N)、MTCVD Ti(C,O,N)、MTCVD(Ti,Al)(C,O,N) 或其组合,优选是厚度为 4 到 15 微米、优选 5 到 10 微米的 Ti(C,N)。

[0046] f) 方法

[0047] 发明还涉及制作根据所述的切削刀具刀片的方法,所述刀具刀片包括硬质合金基底和涂层,所述硬质合金基底由 Co 的粘结相、WC 和立方碳氮化物相组成,具有基本上不含立方相的富粘结相表面区域。粉末混合物含 4-9wt-%、优选 5-8wt-%、最优选 6-7wt-% 的钴和 6-10wt-%、优选 6.5-9.5wt-%、最优选 7.5-9wt-% 的金属的立方碳化物,所述金属来自元素周期表的 IVB、VB 和 VIB 族,优选 Ti、Nb 和 Ta,以及其余为 WC,优选 84-88wt-% WC。Ta 和 Nb 的重量浓度比率在 1.0 至 3.0 之间,优选 1.5 至 2.0 之间。Ti 和 Nb 的重量浓度比率在 0.5 至 1.5 之间,优选 0.8 至 1.2 之间。通过例如氮化物的粉末的方式,或者通过在炉膛里用氮气实施原位氮化处理,来添加已控制好数量的氮。要添加的最合理数量的氮依赖于硬质合金的成分,尤其依赖于立方相的数量。精确的条件在一定程度上依赖于所使用的烧结设备的设计。为了获得所需的结果,按照本说明书,决定和改变氮的添加以及烧结的过程,是属于熟练技工的范围。

[0048] 用压制剂和钨或碳,按可以得到所需的 S 值的方式,与粉末材料混合,并且为了得到所需的性能,混合物是被湿磨和喷雾干燥的。然后,粉末被压紧和烧结。烧结在 1300-1500°C 的温度下在大约 50mbar 的受控气氛中进行,然后冷却。

[0049] 在做完包括刃钝化在内的常规后烧结处理后,用 CVD 和 MTCVD 技术进行涂层。第一层是 MTCVD Ti(C,N),所述 MTCVD Ti(C,N) 任选包括与硬质合金基底相邻的、薄薄的、厚度小于 3 微米、优选 0.5-2.0 微米的 TiN 层,以及此外另一个任选的 TiN 层,该 TiN 层的厚

度小于 3 微米,优选 0.5-2.0 微米,位于氧化铝-Ti(C, N) 的界面下 0.5-2.0 微米处。

[0050] 本发明还涉及一种精制的方法,以在 850-1050°C、优选 900-1000°C 的温度下产生具有 (0001) 织构的织构 α -Al₂O₃ 层。该 α -Al₂O₃ 层被沉积在 (Ti, Al)(C, O, N) 的粘结层上,所述 (Ti, Al)(C, O, N) 粘结层优选具有朝向外表面增加的铝含量。具有受控的氧含量的 Ti(C, O) 层被沉积在这层上。类似在 ALD(原子层沉积)中使用的方式,得到一层非常薄的氧化钛形核层。过程如下:

[0051] (i) 第一前体 TiCl₄ 的曝光,优选连同 AlCl₃ 一起,

[0052] (ii) 清除 (N₂),

[0053] (iii) 第二前体 H₂O 的曝光,以及

[0054] (iv) 清除 (N₂)。步骤 (i) 和 (iii) 的持续时间是 1-5 分钟,优选每步 2 分钟;步骤 (ii) 和 (iv) 的持续时间是 2-10 分钟,优选每步 5 分钟。

[0055] α -Al₂O₃ 的沉积始于一个相当长的 30-120 分钟、优选 60 分钟、不含硫或含氟化合物的形核步骤。用含硫化合物 H₂S 或 SO₂、优选 H₂S,任选与含氟化合物 SF₆ 或 HF、优选 SF₆ 一起,使 α -Al₂O₃ 生长到它所需的厚度。当 α -Al₂O₃ 正确地形核,接着的是采用相对低量的这些添加剂以及 CO+CO₂ 气体的沉积过程,其中 CO = 2.5-5.5×CO₂,能以控制方式得到比已知现有技术得到的 (0001) 生长织构更强的 (0001) 生长织构。和现有技术比较,重要的差别是织构是可控的,除了在形核过程外,也在 α -Al₂O₃ 自身的生长过程中。为了维持优选的生长方向,在 CVD 过程中 CO 和 CO₂ 的比例从 2.5 逐渐增加到 5.5。因此,(0001) 织构更坚固,并且氧化铝层的表面微结构不同于以前已知的被(10 $\bar{1}$ 2)和(10 $\bar{1}$ 4)表面终止那些表面微结构。除非晶核的形成和生长都控制无误,否则就不能得到所描述的织构。对于 (0001) 织构((0006) 衍射峰)迄今为止是未知的这样的事实,这是可能的解释。

[0056] 在涂层操作后,使最外层光滑以得到有光泽、优选黑色的表面涂饰,所述表面涂饰用以 R_a 来表示的表面粗糙度,其值小于 1.0 微米,优选小于 0.7 微米,最优选小于 0.5 微米,这可以用 Al₂O₃ 浆液通过湿喷砂得到。通过湿喷砂的数据,例如压力和时间,可以容易地控制 R_a 值。当然还有一些其它可能的表面处理,这些处理也可以被采用。

[0057] 实例 1

[0058] CNMG120408-M5 型号和 SNUN120408 型号的硬质合金刀片通过原料粉末的常规研磨、毛坯的压制和随后在 1430°C 烧结而成,所述硬质合金刀片的成分是:6.6wt% 钴、3.6wt% TaC、2.2wt% NbC、2.5wt% TiC 以及其余为 WC,具有对应于 0.83 的 S 值与 W 合铸的粘结相。在碳化物粉末中添加氮,成为 Ti(C, N)。烧结后的微结构的研究显示形成了厚度约为 20 微米的不含立方碳化物的区域(图 2a)。矫顽磁性是 11.8kA/m,对应于大约 1 微米的平均晶粒尺寸。该基底被称为“基底 A”。

[0059] 实例 2(比较实例)

[0060] 从如在实例 1 中使用的类似粉末混合物,但是没有氮添加,根据标准流程压制和烧结 CNMG120408-M5 型号和 SNUN120408 型号的刀片。检测这些刀片,它们没有展示任何钴富集。平均晶粒尺寸和实例 1 中的相同。该基底被称为“基底 B”。

[0061] 实例 3

[0062] 来自实例 1 和实例 2 的硬质合金刀具刀片被涂上 MTCVD Ti(C, N) 层。MTCVD 层的厚度大约是 6 微米。由大约 6 微米 α -Al₂O₃ 组成的四层 α -Al₂O₃ 被沉积在这层上:

[0063] a) $(10\bar{1}2)$ 结构的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (根据现有技术),

[0064] b) $(10\bar{1}4)$ 结构的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (根据现有技术),

[0065] c) (0001) 结构的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (本发明) 和

[0066] d) (0001) 结构的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 根据现有技术 US 2007/104945。

[0067] 这些层将被称为层 a、层 b、层 c 和层 d。例如, 具有层 a 的基底 A 被称为 Aa。层 c 是根据发明被沉积的。层 d 是使用现有技术的方法被沉积的。用于层 c 的方法导致了沿 (0001) 方向更强的生长, 并且 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 晶粒的表面没有被 (0001) 表面 (本发明) 终止。

[0068] 用氧化铝颗粒湿喷砂涂层后的刀具, 直到 Ra 值小于 0.8 微米。图 3 显示了层 c 在湿喷砂前的断面 SEM 显微照片。氧化铝层由氧化铝晶粒构成, 这些晶粒具有平行于基底表面 (用箭头标出) 的 (0001) 面。图 4 显示了层 c 和层 d 的 SEM 表面图像, 证明了上面讨论的在表面形态上的差别。

[0069] 实例 4

[0070] 用 X 射线衍射研究层 a)、层 b)、层 c) 和层 d)。射线衍射图谱在图 5 中表示。应注意的是在层 a) 和层 b) 缺少 (0006) 衍射峰。TC($10\bar{1}2$)、TC($10\bar{1}4$) 和 TC(0006) 被确定。结果在表 1 中表示。注意产生了两个不同 (0001) 结构的氧化铝层 (层 c 和层 d 具有强 (0006) 衍射峰)。层 c 是依照本发明的。

[0071] 表 1

层	峰指数(hkil)	TC(hkil)
a	$(10\bar{1}2)$	5.16
b	$(10\bar{1}4)$	4.23
c	(0006)	5.55 (本发明)
d	(0006)	4.02 (现有技术)

[0073] 实例 5

[0074] 60 个来自实例 1 的硬质合金切削刀片被涂上了一层 MTCVDTi(C, N)。这些中的十个刀片被涂上了根据本发明的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 氧化铝层, 所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 氧化铝层具有以下厚度: 2、4、6、8、10 和 15 微米 (10 刀片 / 厚度)。用相同方法沉积了氧化铝层。通过 XRD 确定了衍射峰的强度, 并且通过方程 1 得到了 TC 值。结果给在表 2 中。

[0075] 表 2

[0076]

层厚度 (微米)	TC(10 个刀片的平均值)
2	3.4 ± 0.4
4	4.9 ± 0.6
6	5.2 ± 0.5

8	5.4±0.4
10	5.5±0.4
15	5.7±0.2

[0077] 实例 6

[0078] 在下面的条件下用槽形条测试评价沉积在来自实例 1 的富粘结相基底上的层 a)、层 b) 和层 c) :

[0079] 工件 : 柱状槽形条

[0080] 材料 : SS1672

[0081] 刀片型号 : CNMG120408-M5

[0082] 切削速度 : 130m/min

[0083] 进刀量 : 0.1、0.125、0.16、0.20、0.25、0.315、0.4、0.5、0.63、0.8 和 1.0 毫米 / 转, 在 10 毫米切削长度后逐渐增加

[0084] 切削深度 : 2.0 毫米

[0085] 备注 : 干式车削

[0086] 刀具寿命标准 : 逐渐增加进刀量直到刀刃破损。每个变量测试十个刀刃。

[0087] 结果表示在图 6 中, 图 6 显示了作为进刀量 (毫米 / 转) 的函数的残存刀刃的数量。图 6 证明了层结构对刀具的性能是重要的。结构强化的 (0001) 层优于现有技术。

[0088] 实例 7

[0089] 关于韧性, 在具有断续切削的车削操作中, 测试了来自实例 1-3 的涂层刀片。工件材料是 SS2343。

[0090] 工件 : 柱状槽形条

[0091] 材料 : SS2343

[0092] 刀片型号 : CNMG120408-M5

[0093] 切削速度 : 70m/min

[0094] 进刀量 : 0.1、0.125、0.16、0.20、0.25、0.315、0.4、0.5、0.63、0.8 和 1.0 毫米 / 转, 10 毫米切削长度后逐渐增加

[0095] 切削深度 : 2.0 毫米

[0096] 备注 : 冷却剂, 每个变量测试 15 个刀刃。

[0097] 从表 3 可以清楚地看出, 当层根据本发明的层被沉积在富粘结相的基底时, 刀刃的韧性得到相当可观的增强。测试的结果显示了, 当沉积在富粘结相的基底上时, 根据本发明的层 (层 c) 清楚地展示出比现有技术 (层 a 和层 b) 更好的韧性行为。

[0098] 表 3

[0099]

基底 / 涂层	破损时的平均进刀量 (毫米)
Aa	0.31

Ab	0.40
Ac(本发明)	0.64(和 Ab 比较, 多 60%)
Ad(现有技术)	0.49(和 Ab 比较, 多 23%)
Ba	0.14
Bb	0.21
Bc	0.26(和 Bb 比较多 24%)
Bd	0.24(和 Bb 比较多 14%)

[0100] 实例 8

[0101] 关于崩刃, 在铸铁的纵向车削中, 测试了层 a)、层 b)、层 c) 和层 d)。这种类型的铸铁, 即使不是这类刀具的优选工件材料, 也被用于评估氧化铝层的崩刃趋势。

[0102] 工件 : 柱状条

[0103] 材料 : SS0130

[0104] 刀片型号 : SNUN120408

[0105] 切削速度 : 220m/min

[0106] 进刀量 : 0.4 毫米 / 转

[0107] 切削深度 : 2.0 毫米

[0108] 备注 : 干式车削。

[0109] 切削加工 2 分钟和 6 分钟后检查该刀片。从表 4 可以清楚的看出, 当产生根据本发明的层时, 现有技术的产品的刀刃韧性得到相当可观的增强。

[0110] 表 4

[0111]

	2 分钟后边缘线的脱落 (%)	6 分钟后边缘线的脱落 (%)
Aa	8	22
Ab	6	17
Ac(本发明)	4	8
Ad(现有技术)	4	12

[0112] 实例 9

[0113] 在使用冷却剂的普通碳钢的连续切削过程中, 对来自实例 3 的层 a(现有技术)、层 c(本发明) 和层 d(现有技术) 进行测试。使用以下切削数据 :

[0114] 工件 : 柱状条

[0115] 材料 : SS1672

[0116] 刀片型号 :SNUN120408

[0117] 切削速度 :320m/min

[0118] 进刀量 :0.4 毫米 / 转

[0119] 切削深度 :2.0 毫米

[0120] 刀具寿命标准 :侧面磨损 > 0.3mm。

[0121] 该实例证明了根据本发明具有更高 TC(0006) 的氧化铝层的耐磨性更强。测试结果被总结在表 5 中。

[0122] 表 5

[0123]

实验基底 / 涂层	刀具寿命 (min)
涂层 Aa(现有技术)	5.2
涂层 Ac(本发明)	11.5
涂层 Ad(现有技术)	8.2

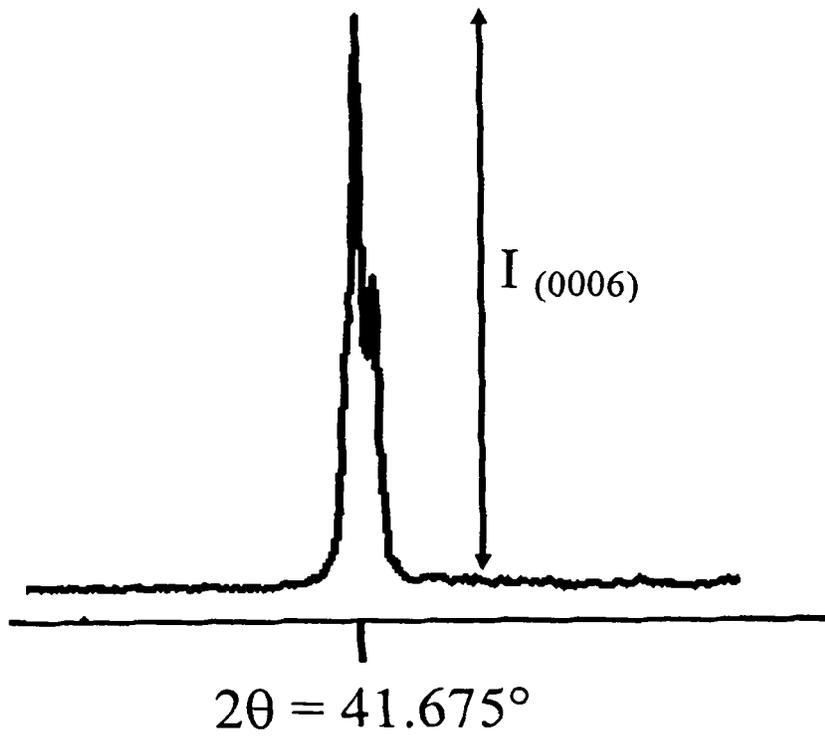


图1

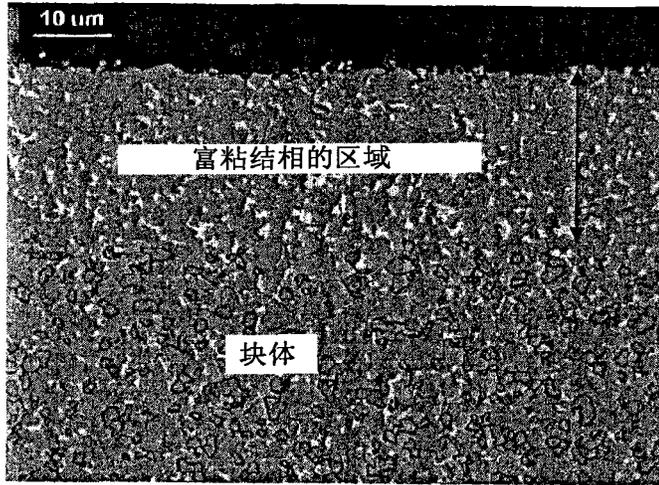


图2a

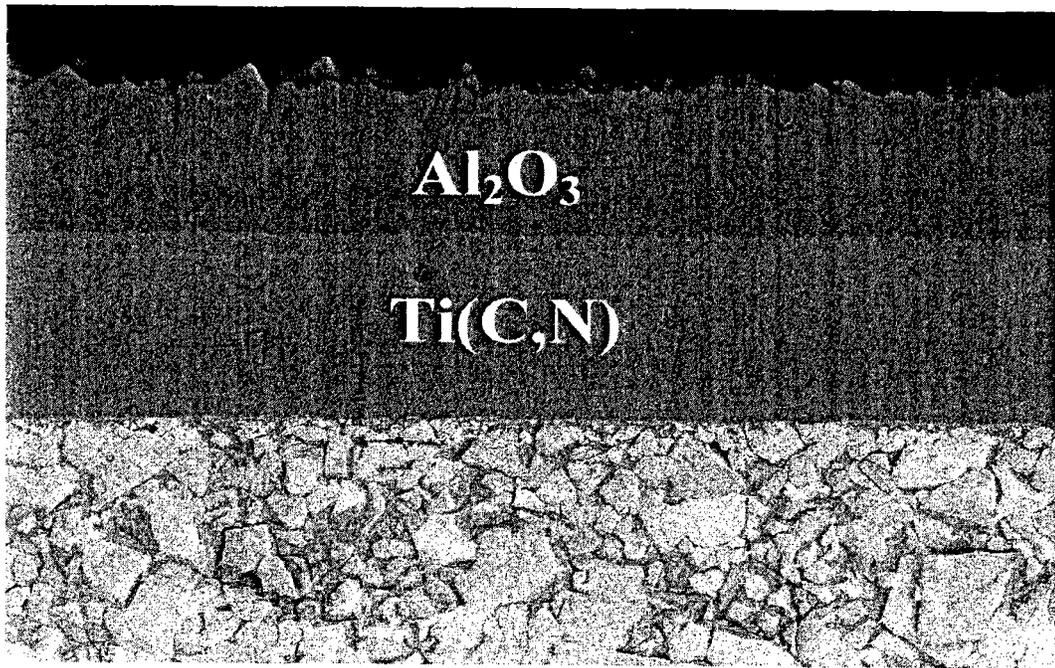


图2b

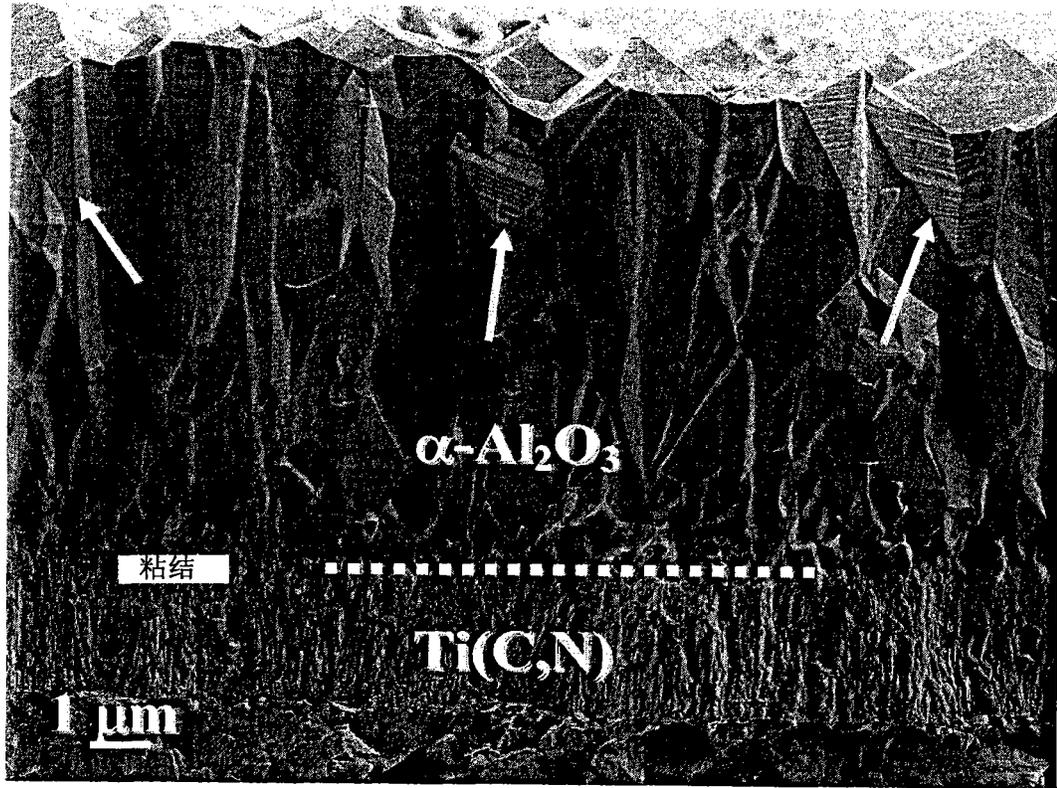


图3



图4a

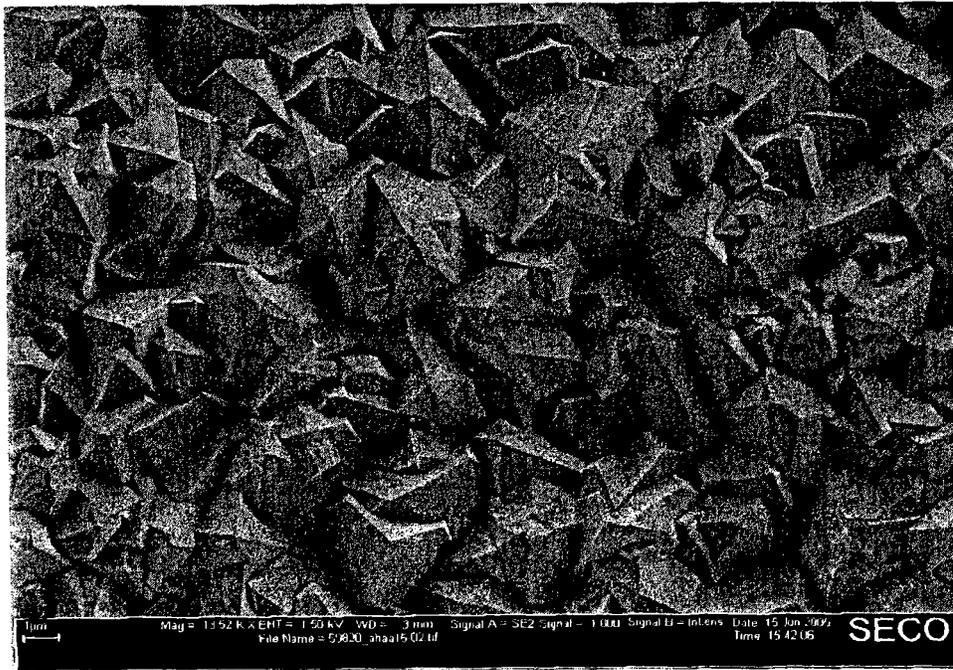


图4b

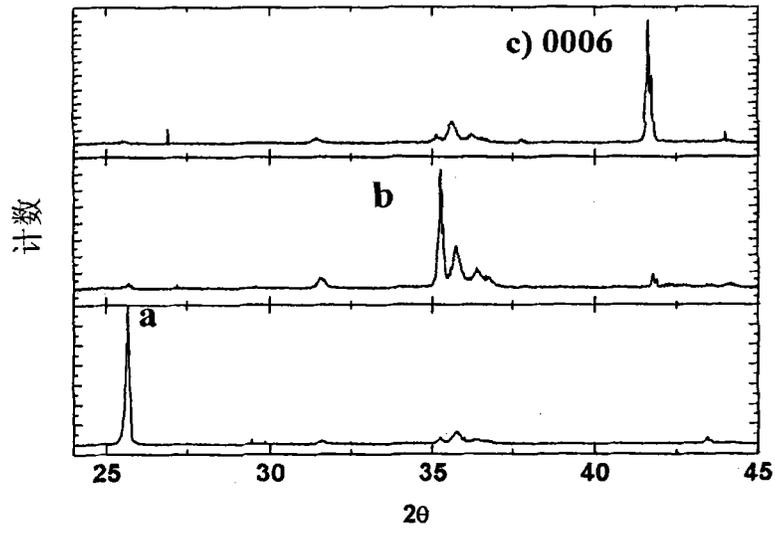


图5

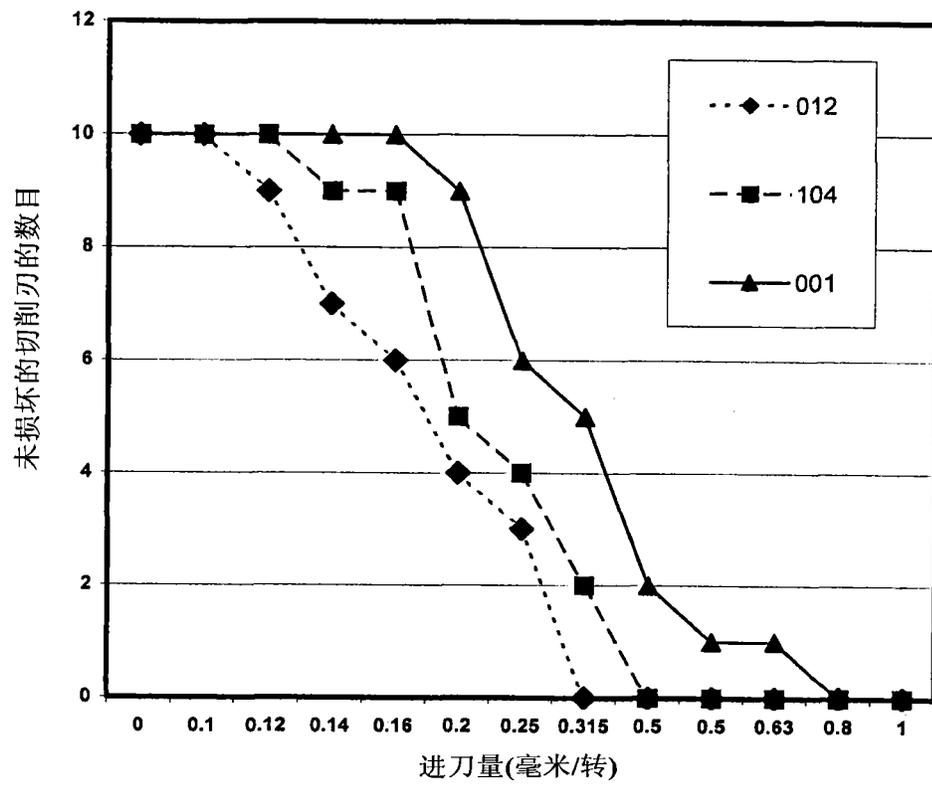


图6